

# Schlussbericht vom 27.07.2022

---

zu IGF-Vorhaben Nr. 20.177 N

## Thema

Wirkanalyse von Selbstheilungsmechanismen für thermoplastische,  
mediendichte Spritzgussgehäuse SelHG

## Berichtszeitraum

01.08.2019 - 30.04.2022

## Forschungsvereinigung

AiF-Forschungsvereinigung Schweißen und verwandte Verfahren e.V. des DVS

## Forschungseinrichtung(en)

1. Albert-Ludwigs-Universität Freiburg, Institut für Mikrosystemtechnik, Aufbau- und Verbindungstechnik, Georges-Köhler-Allee 103, 79110 Freiburg
2. Friedrich-Alexander-Universität, Erlangen-Nürnberg, Department Maschinenbau, Lehrstuhl für Kunststofftechnik, Am Weichselgarten 9, 91058 Erlangen

Gefördert durch:

IGF 20.177 N

**Thema: Wirkanalyse von Selbstheilungsmechanismen für thermoplastische, mediendichte Spritzgussgehäuse“ – SelHG****Überblick:**

Im Vorhaben „SelHG“ wurden Selbstheilungsmechanismen zur Prävention und Versiegelung von Schädigungen in spritzgegossenen Kunststoffgehäusen an metallischen Durchführungen wissenschaftlich untersucht. Die ausgewählten Strategien der Selbstheilung bzw. Selbstdichtung basieren auf dem Einsatz flexibler/ viskoser Zwischenschichten (Haftvermittler zwischen Metalleinleger und Kunststoffgehäuse), die in Schädigungen wie Risse eindringen und diese am Wachstum hindern oder sie in der Entstehungsphase direkt wieder verschließen.

Bei der Entwicklung des Selbstheilungsmechanismus wurden dazu drei wesentliche Punkte der Materialien optimiert und die Prozesse in der Fertigungskette des Dichtumspritzens detailliert betrachtet. Diese wurden systematisch aufeinander abgestimmt, um in Kombination die Wirkung des Selbstheilungsmechanismus zu erzielen.

(1) Zunächst wurden die gewählten kommerziell erhältlichen Kunststoffe sowie die ausgewählten Haftvermittler umfangreich analytisch charakterisiert. Die thermischen bzw. die mechanischen Eigenschaften wurden bestimmt. Die vernetzungsbedingten rheologischen Eigenschaften des Haftvermittlers wurden im Temperaturbereich von -20 °C bis 175 °C untersucht. Dies ermöglicht ein besseres Verständnis der Wirkzusammenhänge der sich ergebenden Bauteileigenschaften sowie der beobachteten Selbstheilungseffekte.

(2) Zentral war anschließend die Untersuchung der Fließfähigkeit des Haftvermittlers in einem Zylinder-Stempel Druckversuch. Weiterhin wurde die Fließfähigkeit des Haftvermittlers in Mikrorisse durch eigens entwickelte Verfahren, wie das Abformen mit Polydimethylsiloxan (PDMS) Schablonen validiert.

(3) Zwei systematisch auf einander aufbauende Versuchsreihen mit einer einfachen Stecker-Geometrie wurden am LKT gefertigt. Dies ermöglichte eine systematische Untersuchung zur Wirkung verschiedener Spritzgießparameter, wie Masse- und Werkzeugtemperatur, Einspritzgeschwindigkeit und Nachdruckhöhe/-zeit auf die Mediendichtheit, sowie den Vorvernetzungsgrad des HV und speziell auf die selbstheilenden Mechanismen.

Auf Grundlage der Erkenntnisse aus 1, 2, und 3 wurden industrielle Gehäuseformen mit bestmöglicher Selbstheilung/-dichtung mit einer Vielzahl an metallischen Durchführungen hergestellt. Die Gehäuse wurden unter anwendungsnahen Bedingungen auf ihr Langzeitverhalten untersucht. Die industriellen Gehäuse haben nach intensiver thermomechanischer Belastung dank des Selbstheilungsmechanismus stabil niedrige Leckraten gezeigt.

Das Ziel des Forschungsvorhabens wurde erreicht.

Sachbearbeiter: Anas Hallak

Projektleiter: Prof. Jürgen Wilde

Forschungsstelle 1: IMTEK Universität Freiburg

Sachbearbeiter: Frank Rainer

Projektleiter: Prof. Dietmar Drummer

Forschungsstelle 2: LKT Universität Nürnberg

Das Forschungsvorhaben 20.177N/DVS-Nr.11.940/17 der Forschungsvereinigung Schweißen und verwandte Verfahren e.V. des DVS wurde im Programm zur Förderung der „Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF)“ vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz über die AiF finanziert. Für diese Förderung und Unterstützung sei gedankt. Ebenso gilt der Dank der zweiten Forschungsvereinigung Antriebstechnik e.V. des VDMA.

Gefördert durch:



Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Klimaschutz

aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages



# Inhaltsverzeichnis

<b>ABKÜRZUNGEN, ZEICHEN UND EINHEITEN</b>	<b>4</b>
<b>1 FORSCHUNGSTHEMA</b>	<b>5</b>
<b>2 WISSENSCHAFTLICH-TECHNISCHE UND WIRTSCHAFTLICHE PROBLEMSTELLUNG</b>	<b>5</b>
<b>3 FORSCHUNGSZIEL / LÖSUNGSWEG</b>	<b>6</b>
3.1 Stand der Forschung und Entwicklung	6
3.2 Zielstellung des Vorhabens	9
3.3 Lösungsweg zur Erreichung der Forschungsziele	9
<b>4 ERGEBNISSE</b>	<b>13</b>
4.1 Werkstoffauswahl und Probekörperdefinition	13
4.2 Compound- und Haftvermittlerherstellung mit Selbstheilungsmechanismen	14
4.2.1 Charakterisierung der Mikrokapselformen	14
4.2.1.1 Thermische Stabilität der Mikrokapselformen	15
4.2.1.2 Bewertung der Verarbeitbarkeit	15
4.3 Werkstoffcharakterisierung	17
4.3.1 UV-Quelle	17
4.3.2 Dielektrische Impedanzmessung des Vernetzungsgrads	17
4.3.3 Thermische Analyse der Haftvermittler	20
4.3.3.1 Thermogravimetrische Analyse	20
4.3.3.2 Dynamische Differenzkalorimetrie	21
4.3.4 Charakterisierung der rheologischen Eigenschaften der Haftvermittler	22
4.3.5 Bestimmung der thermischen Ausdehnungskoeffizienten	23
4.3.5.1 A3K + A3EG7	23
4.3.5.2 Spezifische Volumen	24
4.3.5.3 Untersuchung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten der ausgewählten Haftvermittler mittels digitale Bildkorrelation (DIC)	25
4.3.6 Die viskoelastischen Eigenschaften von den Haftvermittlern	26
4.3.6.1 Herstellung und Eigenschaften der Proben	26
4.3.6.2 Ergebnisse	28

4.3.7	Mechanischen Eigenschaften (Scherfestigkeit)	29
4.3.8	Messung der Haftfestigkeit (Stirnflächenabzugsversuch)	30
4.3.9	Grenzflächencharakterisierung mit einem Scherzugversuch	32
4.3.10	Bestimmung der Fließfähigkeit von den beiden Haftvermittlern	33
4.3.11	Eindringverhalten der Haftvermittler in definierte Kapillaren	36
4.3.12	Eindringverhalten des Haftvermittlers in definierte Kapillaren	38
4.3.13	Bestimmung der Füllungsfähigkeit von den beiden Haftvermittlern	40
4.3.13.1	Charakterisierung der Füllungsfähigkeit durch PDMS Schablonen	40
4.3.13.2	Charakterisierung der Füllungsfähigkeit an Metallgittern	43
<b>4.4</b>	<b>Simulationen</b>	<b>45</b>
4.4.1	Statisch-mechanische Simulationen	45
<b>4.5</b>	<b>Herstellung einfacher Probekörper und Technologietransfer auf industrielle Gehäuseformen</b>	<b>48</b>
4.5.1	Definition einfacher Probekörper	48
4.5.2	Industrielle Gehäuseformen	49
4.5.3	Dosierautomat zum selektiven Auftrag von Haftvermittlern	50
4.5.4	Herstellung der Industriellen Gehäuseformen	50
4.5.5	Temperaturschocks an Luft	51
4.5.6	Definition und Klassifizierung der Leckrate	52
4.5.7	Messplätze und Messprozedur zur Bestimmung der Leckrate	52
4.5.8	Schliffpräparationen	53
4.5.9	Ergebnisse	55
4.5.9.1	Versuchsreihe 1	55
4.5.9.2	Versuchsreihe 2	56
4.5.9.3	Versuchsreihe 3	60
4.5.9.4	Versuchsreihe 4	65
<b>5</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG</b>	<b>67</b>
5.1	Gegenüberstellung der durchgeführten Arbeiten und des Ergebnisses mit den Zielen des Projektes	68
<b>6</b>	<b>ERGEBNISTRANSFER IN DIE WIRTSCHAFT</b>	<b>70</b>
6.1	Ergebnistransfer während der Projektlaufzeit	70
6.2	Geplanter Ergebnistransfer nach Abschluss des Vorhabens	72
6.3	Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens für KMU	73
6.4	Einschätzung der Realisierbarkeit des Transferkonzepts	73

<b>6.5</b>	<b>Veröffentlichungen im Rahmen des Vorhabens</b>	<b>73</b>
<b>6.6</b>	<b>Abschluss- und Praktikumsarbeiten</b>	<b>74</b>
<b>7</b>	<b>SITZUNGEN DES PROJEKTBEGLEITENDEN AUSSCHUSSES</b>	<b>74</b>
<b>8</b>	<b>ERLÄUTERUNG ZUR VERWENDUNG DER ZUWENDUNG, NOTWENDIGKEIT UND ANGEMESSENHEIT DER ARBEITEN</b>	<b>75</b>
<b>9</b>	<b>DANKSAGUNG</b>	<b>75</b>
<b>10</b>	<b>LITERATURVERZEICHNIS</b>	<b>77</b>

**Abkürzungen, Zeichen und Einheiten**

<b>Abkürzungen und Zeichen</b>	<b>Bezeichnung</b>	<b>Einheit</b>
IMTEK	Institut für Mikrosystemtechnik der Universität Freiburg	
HV	Haftvermittler	
DIC	Digitale Bildkorrelation	
TGA	Thermogravimetrische Analyse	
DSC	Dynamische Differenzkalorimetrie	
CTE	Thermischer Ausdehnungskoeffizient	ppm/K
CuFe2P	Kupfer-Eisen-Legierung	
PDMS	Polydimethylsiloxan	
$F_{max}$	Maximalkraft (z. B. bei Zugscherprüfungen)	N
GF	Glasfaser, Glasfaseranteil	
He	Helium	
L	Luft	
$\Delta p$	Druckdifferenz	mbar
PA	Projektbeleitender Ausschuss	
PA 6.6, PA66	Polyamid 6.6	
PBT	Polybutylenterephthalat	
PPS	Polyphenylensulfid	
$Q_L$	Leckrate	mbar <sup>3</sup> /s
FEM	Finite-Elemente-Methode	
S	Standard	
$\Delta t$	Zeitdifferenz	s
$t$	Zeit	s
T	Temperatur	°C
$\eta$	Viskosität	Pa·s
$\omega$	Kreisfrequenz	s <sup>-1</sup>
$G'$	Speichermodul	Pa
$G''$	Verlustmodul	Pa
$G^*$	Komplexer Schubmodul	Pa
$\delta$	Phasenwinkel	°
$\sigma$	Normalspannung	Pa
$\varepsilon$	Dehnung	%
$\varepsilon_{el}$	Reversible elastische Dehnung	%
$\varepsilon_{Cr}$	Kriechdehnung	%
Q	Aktivierungsenergie	kJ/mol
$\mu\text{m}$	Mikrometer	
$k_B$	Boltzmann-Konstante	J/K
F	Kraft	N
A	Fläche	mm <sup>2</sup>
$\tau$	Scherfestigkeit	MPa
TS	Temperaturschock	
V	Variante	
V	Volumen	l
vAW	vorhabenbezogene Aufwendung der Wirtschaft	
UV	ultraviolett	



## 1 Forschungsthema

### Wirkanalyse von Selbstheilungsmechanismen für thermoplastische, mediendichte Spritzgussgehäuse“ – SelHG

## 2 Wissenschaftlich-technische und wirtschaftliche Problemstellung

Für eine zuverlässige Funktion sensibler Komponenten der Elektronik, Mechatronik oder Sensorik ist es erforderlich, diese vor schädlichen Umgebungseinflüsse, wie z. B. Feuchtigkeit, Medien oder reaktiver Stoffe, zu schützen. In der Regel werden hierzu Kunststoffgehäuse (Abb. 1, links) genutzt, die kostengünstig und in Großserie durch Spritzgießen hergestellt werden können. Für deren elektrische Versorgung oder Ansteuerung sind Anschlüsse, bevorzugt in Form von metallischen Stanzgitterstrukturen, durch die Gehäusewand erforderlich. Hierdurch kreuzen Werkstoffphasengrenzen die schützende Gehäusewand aus Kunststoff (Abb. 1, rechts).



**Abb. 1:** Links: Kunststoffgehäuse mit elektrischen Durchführungen (Stanzgitter) aus Metall (Quelle: Söhnergroup), Rechts: Werkstoffphasengrenze einer Metalldurchführung im Gehäuse: Schematisch (oben) und über Querschliff mit Leckpfad zwischen Metall und Kunststoff (unten)

Die Vorteile von Spritzgussgehäusen aus Thermoplasten sind vielzählig. Besonders hervorzuheben sind insbesondere die Gestaltungsfreiheit (Abb. 1, links), auch hinsichtlich der Funktionsintegration, sowie die geringen Prozesskosten und das geringe Gewicht. So können beim Spritzgießen von Gehäusen neben den Durchführungen von elektrischen Anschlüssen auch Fluidanschlüsse oder ein aktives Wärmemanagement integriert werden. Durch die Zugabe von Füllstoffen (z. B. Glasfasern) lassen sich zudem zentrale Werkstoffeigenschaften wie die Temperaturbeständigkeit oder die Festigkeit beeinflussen und optimieren [1, 2]. Typische Thermoplaste für die Anwendung in Gehäusen zum Schutz elektrischer Komponenten sind Polyamid 6.6 (PA66) oder Polybutylenterephthalat (PBT). Diese sind auch für hohe Anwendungstemperaturen geeignet, kostengünstig und daher im Markt weit und branchenübergreifend verbreitet [3, 4]. Zu den Nachteilen von Kunststoffgehäusen mit metallischen Durchführungen gehört ihre teils mangelhafte Dichtheit, da sie keine ausreichende Verbindung mit Metalloberflächen wie Kupfer, Zinn, Silber oder Gold eingehen. Somit können entlang der Kunststoff-Metall-Grenzfläche Leckagepfade entstehen. Unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten ( $\alpha$ ) bei Metall und Kunststoff sowie die generelle Verarbeitungsschwindung bei Thermoplasten sind zusätzliche Einflussfaktoren, die zu einer Ausbildung von Leckagepfaden innerhalb der Hybridstrukturen führen (Abb. 1, rechts unten). Über diese kann ein unerwünschter Stofftransport erfolgen, der die Anwendungsmöglichkeiten limitiert oder nachträgliche und kostenintensive Vergussmaßnahmen

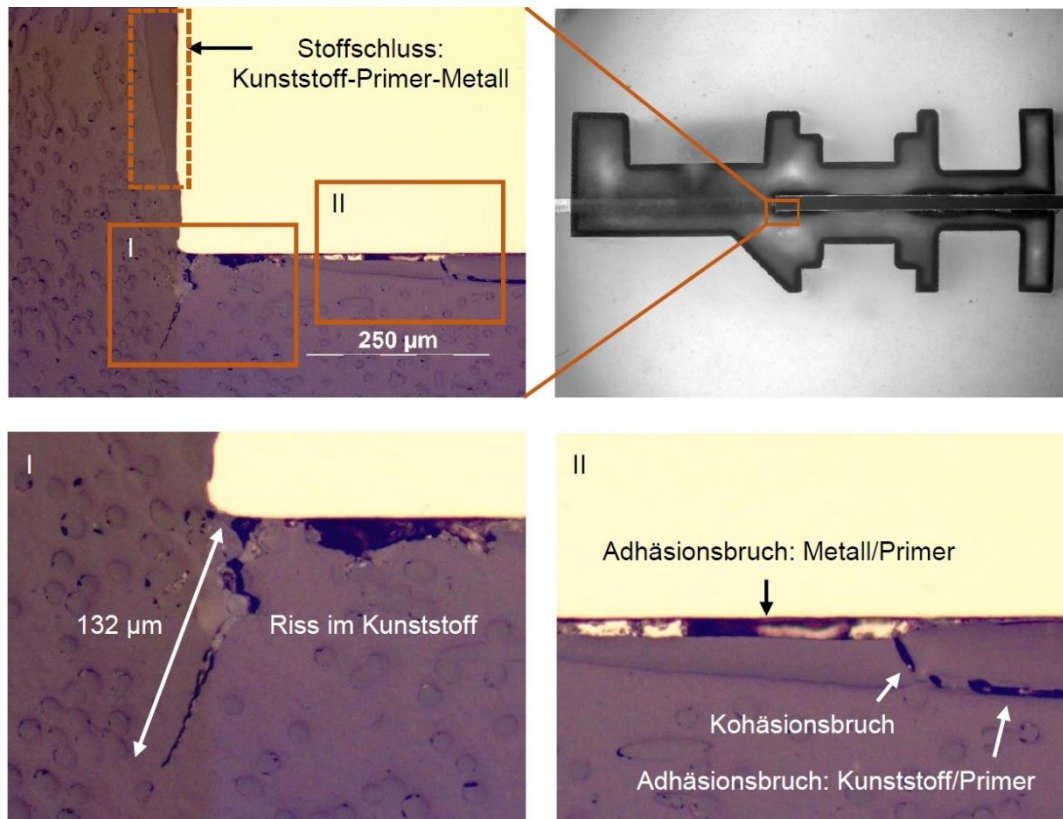
erfordert. Aber gerade für die Elektronik in Bereichen mit anspruchsvollen Umgebungsbedingungen wird künftig ein lukrativer Markt für kostengünstige Gehäuseformen gesehen [5]. Derzeit sind dichte Systeme durch die Verwendung von Haftvermittlern möglich, die in Folge von Alterung jedoch vereinzelt Leckagen durch Mikroschädigungen wie Risse, Delamination, Schwindung entwickeln können. Mit Fokus auf Ressourceneffizienz, Wirtschaftlichkeit und Zuverlässigkeit müssen Maßnahmen entwickelt werden, die es ermöglichen, Mikroschädigungen wie Risse oder ähnlich am Wachstum zu hemmen oder in der Entstehungsphase wieder zu verschließen.

### **3 Forschungsziel / Lösungsweg**

#### **3.1 Stand der Forschung und Entwicklung**

In der Elektroproduktion ist das sogenannte Montagespritzgießen ein etabliertes Verfahren, insbesondere zur Herstellung von Gehäuse- und Hybridstrukturen [6, 7]. Unter dem Begriff Montagespritzgießen werden hierbei Spritzgießverfahren verstanden, bei denen Teile aus verschiedenen Kunststoffen oder weiterer Werkstoffe während des Spritzgießprozesses zu einem Bauteil oder einer Baugruppe gefügt werden [8]. Bei Gehäusestrukturen im Bereich der Elektronik kommen hierbei beispielsweise metallische Stanzgitterstrukturen als Durchführungen beim Spritzgießen zum Einsatz, die zur elektrischen Kontaktierung der im Anschluss zu verbauenden Elektronik dienen sollen [9]. Häufig liegen derartige Gehäusestrukturen an Stellen, an denen sie hohen Belastungen ausgesetzt sind, die somit einer besonders hohen Widerstandsfähigkeit bedürfen. So sind beispielsweise Einhausungen für Steuergeräte von Kraftfahrzeugen hohen Temperaturen und Vibrationen sowie Feuchtigkeit und Medien, wie Wasser, Öl oder Salzlauge ausgesetzt [10]. Dementsprechend muss die Mediendichtheit zur Vermeidung von Funktionsausfällen, z. B. in Folge wasserbedingter Kurzschlüsse, in jedem Fall gewährleistet sein. Dies kann bislang nur mit zusätzlichen Prozessschritten, wie dem nachträglichen Vergießen, bewältigt werden. Als Hauptursachen für Probleme bei der Herstellung mediendichter Bauteile im Montagespritzguss wurden in diesem Zusammenhang die geringe chemische Bindung und mangelnde Materialkompatibilität und somit eine unzureichende stoffliche Anbindung sowie Spalt- und Rissbildung aufgrund von Schwindung und thermischen Spannungen identifiziert [11, 12]. Es ist bekannt, dass das Zusammenspiel von Werkstoff, Konstruktion und den einzelnen Verarbeitungsprozessen die späteren Bauteileigenschaften der Kunststoff-Metall Hybridstrukturen hinsichtlich einer beständigen Mediendichtheit definiert [13]. Praktische Lösungsansätze zu dieser Problematik stammen oft aus der Industrie, wie das Vorwärmen der metallischen Durchführungen oder das Abstützen dieser mittels Rückzugstiften zur Vermeidung einer Verformung während des Umspritzens [14]. Im Rahmen von wissenschaftlichen Untersuchungen wurden neben Geometrieinflüssen [15, 16, 17, 18] Dichtstrategien untersucht, die sich im Wesentlichen drei übergeordneten Ansätzen zuordnen lassen. Ein Ansatz ist die Verwendung von metallischen Durchführungen mit einer Vorumspritzung [19, 20], die jedoch einen entsprechend zusätzlichen Montagespritzgussprozess erfordern. Ein weiterer Ansatz ist die Erzeugung einer Labyrinthdichtung, bei der durch mikroskopische [21, 16, 22, 23] oder makroskopische [15, 16] Vergrößerung der Kunststoff-Metall-Grenzfläche potentielle Leckagewege verlängert werden sollen. Die Auswirkungen der mangelnden Materialkompatibilität können bei diesem Ansatz allerdings nur bedingt kompensiert werden. Ein letzter übergeordneter Ansatz ist die Beeinflussung der Anhaftung [24, 11, 21, 22, 25, 26], zu dem z. B. sogenannte Haftvermittler zu zählen sind, die auf den metallischen Stanzgitterstrukturen aufgebracht werden. Eine sehr deutliche Steigerung und verbesserte Zuverlässigkeit der Dichtheit von Kunststoff-Metall-Hybridstrukturen wurde mit reaktiven Haftvermittlern nachgewiesen [24, 22, 26, 27]. Allerdings treten abhängig vom

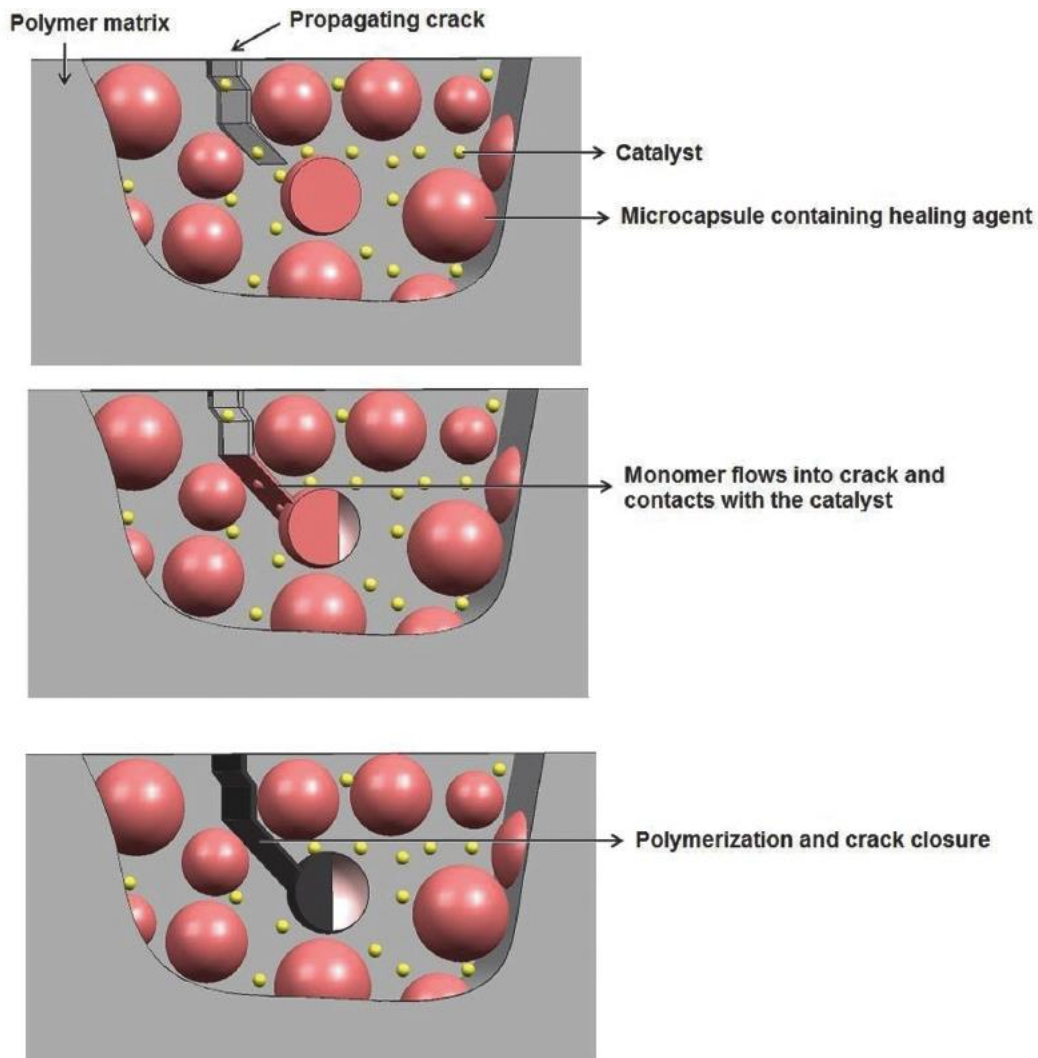
Haftvermittler beim Test verschiedenartige Schädigungen auf [33], welche die Dichtheit beeinflussen und die Lebensdauer herabsetzen. Dazu kommen Mikrorisse im Thermoplast (Abb. 2), die bei entsprechendem Rissfortschritt eine erhebliche Wirkung auf die Dichtheit haben [27]. Einflüsse der Stanzteilgeometrie, insbesondere die Qualität der Stanzkanten, wurden in diesem Zusammenhang untersucht [27, 28]. So können z. B. durch eine Verrundung der Kanten rissinitiierende Spannungen reduziert, aber nicht vermieden werden [15].



**Abb. 2:** Mikroschädigungen an Metall-Kunststoff Hybridstruktur mit Epoxid-Haftvermittler nach 250 Zyklen zwischen 40/+150 °C

In der Literatur werden verschiedenartige Methoden beschrieben, mit denen Mikrorisse in Kunststoffen gehemmt oder verschlossen werden können. Die prinzipiellen Ansätze werden in [29, 30] zusammenfassend vorgestellt. Die am häufigsten angewendete und am meisten erforschte Methode ist nach dem Einsatz von Mikrokapseln. In den Mikrokapseln sind niederviskose Monomere eingeschlossen. Wandert ein Riss auf eine solche Kapsel zu, wird die Hülle von der Risspitze aufgebrochen und setzt das Monomer in den sich ausbreitenden Hohlraum frei. Sind, wie in [31] beschrieben, in der Polymermatrix entsprechende Katalysatoren eincompoundiert, werden durch den Kontakt beider Materialien chemische Reaktionen ausgelöst, die z. B. hochvernetzende Epoxidmatrizen bilden, welche den Riss verschließen (Abb. 3) [31]. Mikrokapseln haben den Vorteil, dass sie häufig in der Medizin und Pharmazie zum Einsatz kommen, damit kommerziell erhältlich, und mit einem breiten Spektrum an festen Stoffen und flüssigen Medien befüllbar sind [32]. Ein ähnliches Beispiel sind gefüllte Hohlglasfasern, die nach [29] jedoch sehr aufwendig in der Herstellung sind, was insbesondere auf das Befüllen und den stirn- und bodenseitigen Verschluss der zylindrischen Gebilde zurückgeführt wird. In [33] wird jedoch über die erfolgreiche Anwendung von gefüllten Hohlglasfasern in laminierten Hybridstrukturen berichtet, die durch ihr Zerbrechen unter mechanischer Belastung Risse und Delaminationen direkt ausheilen. Auf Befüllung und Verschließung wird dabei nicht explizit eingegangen. Neben auf Kompositen basierenden Selbstheilungsstrategien werden in der Literatur vermehrt auch dauerhaft wirkende (reversible)

Selbstheilungsansätze, die z. B. auf unterschiedlichsten Acrylnitril-Butadien-Kautschuk-Netzwerken basieren [34, 35], beschrieben. Insgesamt zeigt die Entwicklung von selbstheilenden Materialien und speziell Kunststoffen seit Mitte der 1990er Jahre ein progressives Wachstum [36]. Diese müssen nun in kommerzielle Anwendungen integriert werden, um deren Funktionalität in der Praxis nachzuweisen.



**Abb. 3:** Rissbildung im Kunststoff sowie Rissstoppung durch Mikrokapseln mit reaktivem Wirkstoff (Füllstoff im Kunststoff) und Katalysator (Additiv im Kunststoff) [31]

Kommerzielle Anwendung finden selbstheilende Materialien bereits vereinzelt im Bauwesen, in der Raumfahrt sowie bei Fahrzeugen [31, 37, 38]. In der Automobilindustrie werden vor allem selbstheilende Klarlacke kommerziell eingesetzt [31]. Anwendungen oder Arbeiten im Bereich der Kunststoffumspritzungen von Lead-Frames sind auch nach einer ausgiebigen Literaturrecherche nicht bekannt. Einen auszugsweisen Einblick zu den Kunststoffumspritzungen gibt Tab. 1 Auch wesentlich spezifischere Suchanfragen, z. B. über „media-tight self-healing housing“, zeigen, dass keine Publikationen zu dem hier beschriebenen Vorhaben existieren.

**Tab. 1:** Auszug aus der Literaturrecherche mit typischen Suchbegriffen bzw. deren Kombination und die dazugehörigen Treffer

Suchanfrage	TIB <sup>1,*</sup>	WTI <sup>2,*</sup>	WoS <sup>3,#</sup>
Spritzguss ( <i>injection molding</i> )	5527	154	161348
Spritzguss + Kunststoff ( <i>plastic</i> )	1604	52	39250
Spritzguss + Kunststoff + Einleger ( <i>inlay</i> )	3	0	109
Spritzguss + Kunststoff + Dichtheit ( <i>tightness</i> )	0	0	152
Spritzguss + Kunststoff + Einleger + Dichtheit	0	0	0
Kunststoff + Einleger	23	1	1128
Kunststoff + Einleger + Dichtheit	0	0	0
Spritzguss + Dichtheit	3	0	566
Selbtheilung	900	10	14735
Kunststoff + Selbstheilung ( <i>self-healing</i> )	31	2	870
Spritzguss + Selbstheilung	1	0	14
Spritzguss+ Kunststoff + Selbstheilung	0	0	3
Kunststoff + Einleger + Selbstheilung	0	0	0
„media-tight self-healing housing“ (Beispiel für weitere Anfragen)	-	-	0

\* Suchanfrage auf Deutsch

# Suchanfrage auf Englisch

1. Technische Informationsbibliothek (TIB)
2. WTI Frankfurt, ehemals Fachinformationszentrums Technik (FIZ Technik)
3. Web of Science, ehemals ISI Web of Knowledge

### 3.2 Zielstellung des Vorhabens

Ziel des Vorhabens ist die wissenschaftlich fundierte Untersuchung von Selbstheilungsmechanismen zur Prävention und Versiegelung von Schädigungen in spritzgegossenen Kunststoffgehäusen an metallischen Durchführungen, die infolge von Alterung, thermischer und mechanischer Belastung entstehen, und zu Leckagen führen können. Die ausgewählten Strategien der Selbstheilung bzw. Selbstdichtung basieren auf dem Einsatz flexibler/viskoser Zwischenschichten aus Haftvermittlern zwischen Metalleinleger und Kunststoffgehäuse, die in Schädigungen wie Risse eindringen und diese am Wachstum hindern oder sie in der Entstehungsphase direkt wieder verschließen. Die Möglichkeit Haftvermittler oder Gehäusematerialien zusätzlich mit reaktiven Mikrokapseln anzureichern sollte betrachtet werden, um mögliche synergetische Effekte aufzuzeigen.

### 3.3 Lösungsweg zur Erreichung der Forschungsziele

Bei der Herstellung von Kunststoffgehäusen erfolgt zuerst die Fertigung der Leiterrahmen-Durchführungen. Deren Formgebung wird über einen Stanz-Biege-Prozess realisiert. Vor der Umformung werden die Stanzteile gereinigt und separiert. Ein wichtiger Schritt zum Erreichen mediendichter Gehäuse ist der selektive Auftrag des Haftvermittlers auf den Metaldurchführungen. Dieser muss nach der Fixierung auf dem Metalleinleger soweit thermisch reaktiv bleiben, dass über den Spritzgussprozess eine vollständige Polymerisation und damit eine stoffschlüssige Anbindung am Kunststoffgehäuse erfolgen kann. Allgemein unterteilt sich die Herstellung der Gehäuserahmen in die Reinigung der Stanzteile, das selektive Auftragen des Haftvermittlers, das Fixieren

mit UV-Licht und das Aushärten und Aktivieren des Haftvermittlers über den Wärmeeintrag im Spritzgussprozess (Abb. 4).

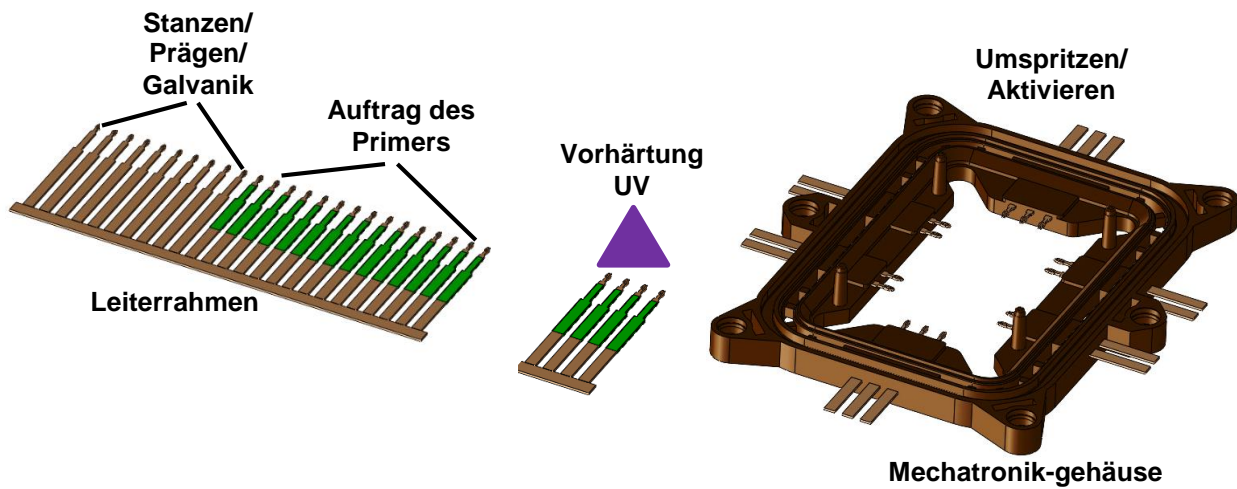


Abb. 4: Prozesskette des mediendichten Umspritzens von Einlegern

Im Vorfeld zum Forschungsvorhaben wurde mit dem Projektbegleitenden Ausschuss (PA) ein geeigneter Lösungsweg erarbeitet und zum Projektbeginn nochmals konkretisiert. Dieser setzte sich aus zehn Arbeitspaketen (AP) zusammen.

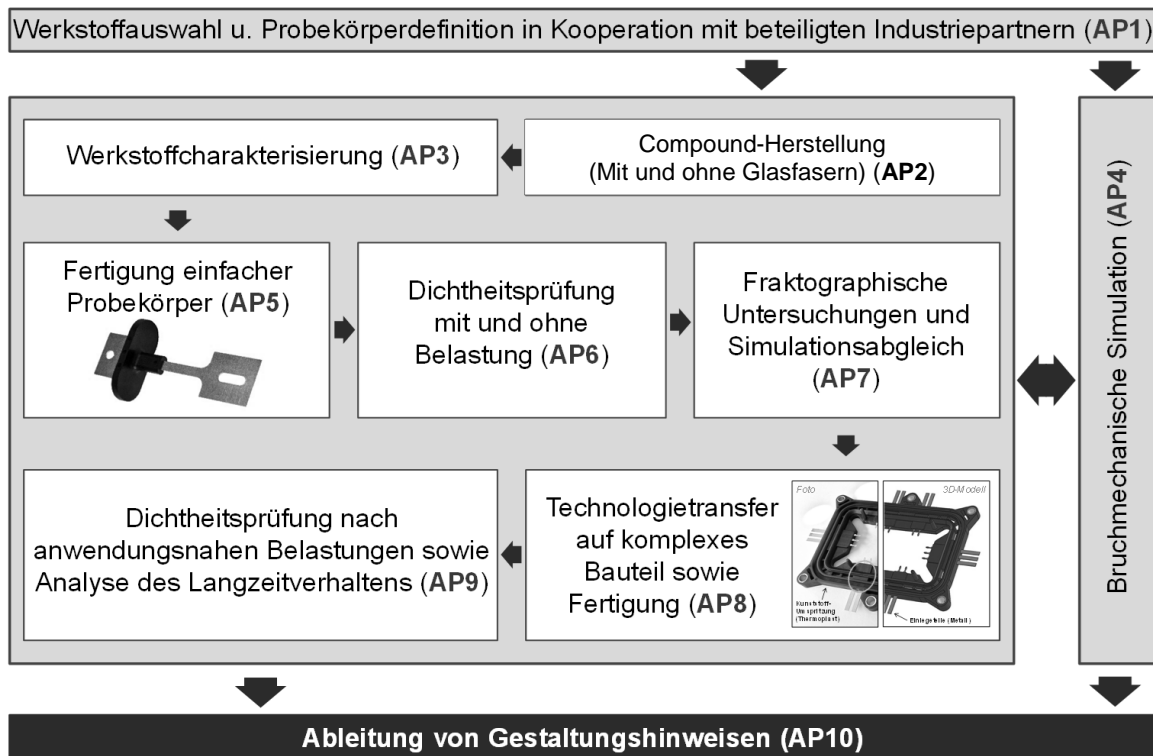


Abb. 5: Arbeitsprogramm zum Forschungsvorhaben „SelHG“ mit drei zentralen Arbeitsschwerpunkten

In AP1 wurde die Werkstoffauswahl nach Absprache mit den Mitgliedern des Projektbegleitenden Ausschusses festgelegt. Sie betrifft Werkstoffe für Gehäuse, metallische Durchführungen und Haftvermittler. Für das Gehäuse wurde sich auf Ultramid A3EG7 mit 35 % Glasfaser sowie ohne Füllstoffe, als erstes

Basismaterial geeignet. Das Material wird von der iwis mechatronics GmbH zur Verfügung gestellt. Die metallischen Durchführungen werden aus der in der Elektronikindustrie gängigen Kupferlegierung CuFe2P gefertigt. Für die Zwischenschicht zwischen Kunststoff und Metall wurde ein Haftvermittler der Fima Henkel ausgewählt. Dabei handelt es sich um ein dualhärtendes Acrylat. Die Herstellung der Probekörper unterteilt sich in die folgenden vier Schritte: Die Reinigung der Stanzteile, das selektive Auftragen des Haftvermittlermaterial, das Fixieren mit UV-Licht und das Aushärten und Aktivieren des Haftvermittlers über den Wärmeeintrag im Spritzgussprozess. Weitere Haftvermittler, die als Zwischenschicht eingesetzt wurden, sind Acrylate der CollTech GmbH und das Epoxid Dualbond der DELO GmbH.

In AP2 wurde die Verarbeitbarkeit von Mikrokapseln mit selbstheilenden/-dichtenden Eigenschaften in eine thermoplastische Matrix untersucht. Hierfür wurden Kapseln mit den Gehäusepolymeren trocken gemischt, in einem Hochdruck-Kapillarrheometer (HKR) aufgeschmolzen und definiert scherbeansprucht, bis es zu einem Versagen der Partikel kommt. Zudem wurden die Mikrokapseln direkt im Spritzgussaggregat in die Polymermatrix eingearbeitet. Da bei der Verarbeitung thermoplastischer Kunststoffe große Scherungen auftreten, besteht die Gefahr einer Zerstörung von Mikrokapseln im Prozess und ein verfrühtes Aushärten der reaktiven Systeme im Aggregat. Die Möglichkeit der Einarbeitung in das Gehäusepolymer wurde daher zunächst an nichtreaktiven Mikrokapseln untersucht.

Als Fundament für die Simulation und das Verständnis der Wirkzusammenhänge der sich ergebenden Bauteileigenschaften sowie der beobachteten Selbstheilungseffekte wurden in AP3 die gewählten, kommerziell erhältlichen Kunststoffe sowie die ausgewählten Haftvermittler (AP1) umfassend analytisch charakterisiert. Der Vernetzungsgrad der Haftvermittler konnte mithilfe einer dielektrischen Impedanzmessung reproduzierbar charakterisiert werden. Die thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Haftvermittler (HV) wurden mittels Digitaler Bildkorrelation (DIC) von 23 °C bis 250 °C bestimmt. Die Ausdehnungskoeffizienten der Polymere wurden in einer thermomechanischen Analyse (TMA) sowie einer PVT-Messung druckabhängig bestimmt. Die vernetzungsbedingten rheologischen Eigenschaften der Haftvermittler wurden im Temperaturbereich von -20 °C bis 175 °C untersucht. Die Fließfähigkeit des HV wurde in einem Zylinder-Stempel Druckversuch charakterisiert. Zur Bestimmung der Fließfähigkeit des HV in Mikrorisse wurde unterschiedliche Verfahren, wie das Abformen in Schablonen aus Polydimethylsiloxan (PDMS), entwickelt und validiert.

In AP4 wurde die Simulation des Spritzgießprozesses mit dem kommerziellen Programm Moldflow der Firma Autodesk am LKT durchgeführt. Hierfür wurden die CAD-Daten des metallischen Einlegers und des Bauteilkörpers bzw. der Kavität für die Simulation aufbereitet. Es wurde ein Konzept erarbeitet, den Haftvermittler als zusätzliche Komponente im CAD-Modell auf dem Einlegeteil zu integrieren, was die Bestimmung der Temperaturverläufe im Haftvermittler sowie der auftretenden Schubspannungen an der Haftvermittlergrenzfläche im Prozess ermöglichte. Die Kriechdehnung ( $\epsilon_{cr}$ ) aufgrund der unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten zwischen dem Metall- und den Polymerwerkstoffen wurde am IMTEK im FEM-Programm ANSYS simuliert. Das verwendete Werkstoffmodell beschreibt sowohl die primäre als auch die sekundäre Kriechdehnung und ist direkt in Ansys implementiert. Die erforderlichen Materialkonstanten wurden mittels numerischer Anpassung aus Kriechkurven der Kunststoffe ermittelt. Zusätzlich wurden die Temperaturschockbelastungen des modellierten Versuchsträgerabschnitts mit und ohne Haftvermittler simuliert und miteinander verglichen. Der Verlauf der Temperatur im Material während der Temperaturschockzyklen wurde mittels thermisch-transienter Analyse bestimmt. Die hierbei resultierenden Temperaturverläufe wurden bei der statisch-mechanischen Analyse verwendet. Die auftretenden

mechanischen Spannungen, die als Triebkräfte für die Selbstheilungsmechanismen benötigt werden, wurden bestimmt.

In AP5 wurden zwei systematisch aufeinander aufbauende Versuchsreihen mit einer einfachen Stecker-Geometrie am LKT gefertigt. Diese ermöglichten eine systematische Untersuchung verschiedener Spritzgießparameter, wie Masse- und Werkzeugtemperatur, Einspritzgeschwindigkeit und Nachdruckhöhe/-zeit auf die Mediendichtheit, den Vorvernetzungsgrad des HV und speziell auf die selbstheilenden Mechanismen. Ferner konnten der Versatz des HV im Prozess evaluiert und Gestaltungsrichtlinien abgeleitet werden.

In AP6 wurden Leckraten und Leckagepfade, die innerhalb der Hybridstruktur existieren oder entstehen, durch verschiedene Ansätze der Dichtheitsprüfungen charakterisiert. Diese beinhalten den Helium-Lecktest sowie die Differenzdruckprüfung vor, während und nach einer gezielten Belastung, wie einer mechanischen Schädigung oder Temperaturschockwechsel. Die Wirkung der Selbstheilungsstrategien konnte so in Bezug auf die Mediendichtheit bewertet werden.

In AP7 erfolgten die mikroanalytischen Schadensanalysen am IMTEK und LKT, um Wirkzusammenhänge aus den Ergebnissen der Dichtheitsprüfung (AP6 und 9) abzuleiten. Ziel war die Analyse der Bruchflächen in den Polymeren und die Untersuchung von Delamination in den Grenzflächen. Im Fokus standen die Interfaces zwischen Metall, Haftvermittler und Kunststoff, insbesondere nahe kritischer Spannungszentren wie Kanten oder Ecken. Das Beschichtungsprofil des aufgetragenen Haftvermittlers wurde vor und nach der Umspritzung im Anschliff bewertet. Das Eindringverhalten des Haftvermittlers wurde anhand der Eindringtiefe in Risse (40 µm – 300 µm) und Bohrungen (300 µm – 600 µm) in Abhängigkeit des Vorvernetzungsgrades, der Temperatur und des Drucks optisch bestimmt.

In AP8 wurden auf Grundlage der Erkenntnisse aus AP4-7 industrielle Gehäuseformen mit bestmöglicher Selbstheilung/-dichtung mit einer Vielzahl an metallischen Durchführungen hergestellt. Die Gehäuse wurden unter anwendungsnahen Bedingungen auf ihr Langzeitverhalten untersucht.

In AP9 erfolgte die Untersuchung der Langzeitbeständigkeit der Metall-Kunststoff-Hybridstrukturen gegen die Bildung von Leckagen und die Bewertung der Selbstheilungsmechanismen in Bezug auf Mediendichtheit. Die in AP8 hergestellten industriellen Gehäuse wurden zyklischen Temperaturschocks an Luft ausgesetzt und hinsichtlich ihrer Dichtheit periodisch charakterisiert. Die erzielten Ergebnisse konnten mit den metallografischen Charakterisierungen (AP7) verglichen und korreliert werden.

In AP10 wurden Gestaltungshinweise für die Herstellung von Gehäuseformen mit Selbstheilung/-dichtung auf Grundlage der Ergebnisse aus AP1-9 - formuliert. Darüber hinaus konnten neue Methoden zur Bewertung der Fließfähigkeit von restviskosen Polymersystemen in definierte Kapillaren erarbeitet werden. In Verbindung mit den umfangreichen Untersuchungen zur thermischen Stabilität der Haftvermittler konnte eine Know-How-Basis für die Entwicklung eines optimierten Haftvermittlersystems zum Einsatz als selbstheilende Zwischenschicht erarbeitet werden.



## 4 Ergebnisse

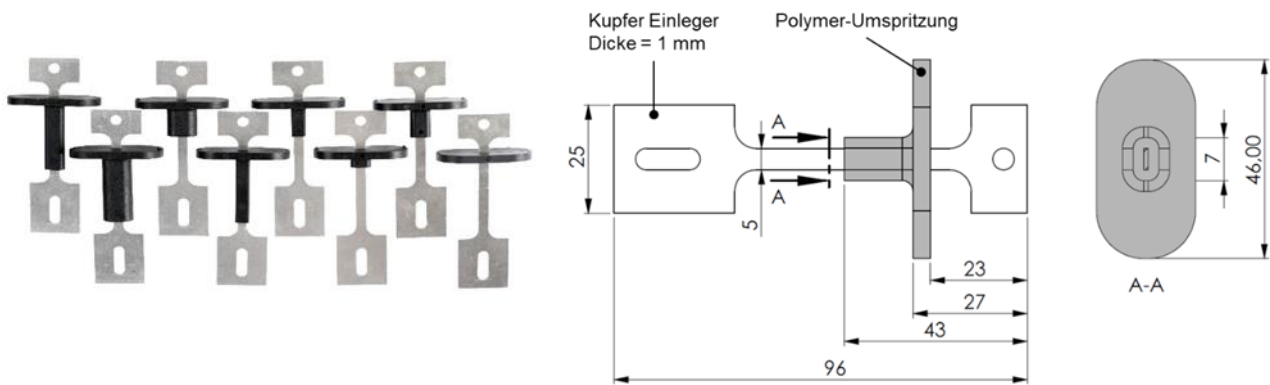
### 4.1 Werkstoffauswahl und Probekörperdefinition

Die Werkstoffauswahl wurde nach Absprache mit den Mitgliedern des Projektbegleitenden Ausschusses festgelegt und gliedert sich in Gehäuse, metallische Durchführungen und Haftvermittler. Für das Gehäuse wurde Ultramid A3EG7 als erstes Basismaterial beschlossen, das aufgrund der Halogenreinheit für den Einsatz in empfindlichen elektronischen Baugruppen geeignet ist. Die Kurzglasfasermenge wurde variiert, um potentielle Einflüsse auf die Rissbildung zu analysieren. Die metallischen Durchführungen wurden aus der für die Elektronikindustrie üblichen Kupferlegierung CuFe2P gefertigt. Die Geometrie der metallischen Leiter hat einen großen Einfluss auf die mechanischen Spannungen und Scherwirkungen an den Metall-Kunststoff-Grenzflächen und Kanten. Daher wurden die Stanzteile mit und ohne geprägte Kanten untersucht. Als Haftvermittler wurden zwei polymere Systeme (UV- und wärmehärtende Acrylate (Loctite), Henkel AG & Co. KGaA und Epoxidharz (Dualbond), DELO GmbH & Co. KGaA) mit zwei Reaktionsstufen, in Absprache mit den Mitgliedern des Projektbegleitenden Ausschusses ausgewählt. Die erste Reaktionsstufe sieht eine Fixierung durch Fotopolymerisation an der metallischen Durchführung, direkt nach der Beschichtung mit einer kurzwelligigen UV-Lampe (Wellenlänge von 365 nm), vor. In der zweiten Reaktionsstufe härtet das Material thermisch während des Spitzgießens, in Abhängigkeit der gewählten Temperatur und Zykluszeit aus. Eine Übersicht der Werkstoffauswahl, mit den wichtigsten Materialdaten, ist in der Tab. 2 gelistet.

**Tab. 2:** Mit PA getroffenen Werkstoffauswahl für das Vorhaben [39, 40, 41]

Materialien	Glasfaser- gehalt. %	CTE* in ppm/K	Werkzeug- temperatur in °C	Masse- temperatur in °C	Aktivierungs- temperatur °C	
<b>Gehäuse- Kunststoffe</b>	A3K	0	98	80	290	-----
	A3EG7	35	22	80	290	-----
<b>Metalleinleger</b>	CuFe2P	-----	15-16	-----	-----	-----
	AlMg3	-----	≈ 22	-----	-----	-----
<b>Materialien als Zwischenschicht</b>	Acrylat (Modifiziert Loctite OM4601)	-----	≈ 250	-----	-----	75
	DELO (Dualbond LT2266)	-----	≈ 120	-----	-----	60

Für den Probekörper wurde eine spezielle, gut prüfbare Geometrie mit nur einer Metalleinleger gewählt. Hierdurch konnte der allgemeine Untersuchungs- und Simulationsaufwand auf einen realistischen Umfang reduziert werden. Auch die Lokalisierung von Mikroschäden war hieran einfacher. Am LKT erfolgte die Umspritzung in unterschiedlicher Länge und Dicke. Eine Übersicht der möglichen Varianten sind in Abb. 6 links dargestellt. Die genauen Maße des Probekörpers sind in Abb. 6 rechts illustriert.



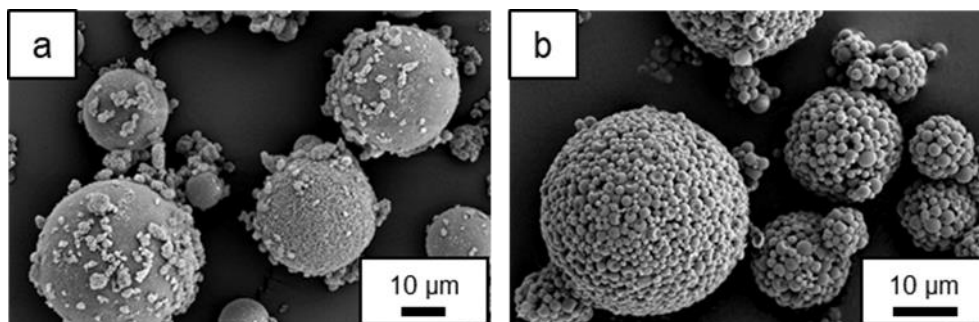
**Abb. 6:** Varianten der Probekörpergeometrie mit verschiedenen Umspritzlängen und -dicken sowie Maße des Probekörpers mit 20 mm x 1 mm Umspritzung

## 4.2 Compound- und Haftvermittlerherstellung mit Selbstheilungsmechanismen

Für eine Verarbeitung mikroverkapselter Systeme in eine thermoplastische Matrix ist einerseits die ausreichende thermische und mechanische Stabilität der Kapseln gegenüber prozessbedingten Belastungen erforderlich. Andererseits muss eine Öffnung der Kapseln im Schadensfall des Bauteils gewährleistet sein, damit eine selbstheilende Wirkung eintreten kann. Die im folgenden beschriebenen Untersuchungen zeigen, dass dieser Zielkonflikt im ausgewählten System nicht überwunden werden konnte. Daher haben sich die Forschungsstellen mit dem projektbegleitenden Ausschuss auf den Einsatz einer restviskosen Grenzschicht als Selbstheilungsstrategie geeinigt.

### 4.2.1 Charakterisierung der Mikrokapseln

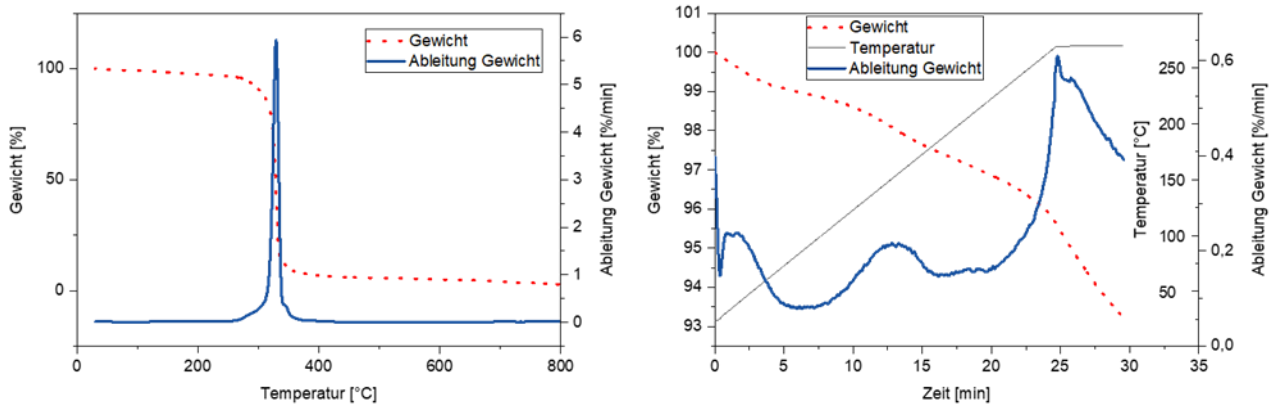
Da bei der Compoundierung thermoplastischer Kunststoffe hohe Scherungen auftreten, besteht die Gefahr einer Zerstörung der Mikrokapseln bereits im Prozess und ein Aushärten der reaktiven Systeme im Aggregat. Die Möglichkeit der Einarbeitung von Mikrokapseln in das Gehäusepolymer wurde zunächst mit nicht reaktiven mikroverkapselten Duftstoffzubereitungen auf Basis von Melamin-Formaldehyd-Harz, Folco Scent (Follman GmbH & Co. KG, Minden, Deutschland) unterschiedlicher Größe (3  $\mu\text{m}$  und 30  $\mu\text{m}$ ) getestet. Abb. 7 a) zeigt die verwendeten Mikrokapseln mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von 30  $\mu\text{m}$  im Rasterelektronenmikroskop (REM), (Ultra Plus Type, Carl Zeiss AG, Oberkochen, DE). Auf der Oberfläche der Kapseln sind Melaminharz-Anhaftungen zu erkennen, die bei der Herstellung durch sogenannte Formaldehydfänger entstehen. Abb. 7 b) zeigt Mikrokapseln mit durchschnittlicher Partikelgröße von 3  $\mu\text{m}$ , die aufgrund der Sprühtrocknung zu sphärischen Aggregaten von etwa 10-30  $\mu\text{m}$  Durchmesser agglomeriert sind.



**Abb. 7:** REM-Aufnahmen der Mikrokapseln Folco Scent a)  $\varnothing$  30  $\mu\text{m}$ ; b)  $\varnothing$  3  $\mu\text{m}$

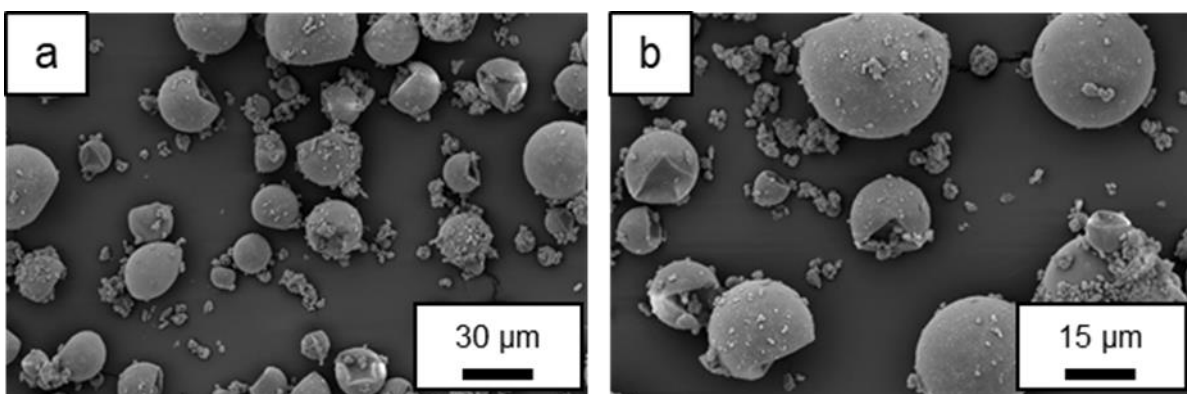
#### 4.2.1.1 Thermische Stabilität der Mikro kapseln

Die thermische Stabilität der 30 µm großen Mikro kapseln wurde mithilfe der Anlage TGA Q5000 (TA Instruments Inc., New Castle, Delaware, Vereinigte Staaten) bestimmt. Der Verlauf der Zersetzung ist in Abb. 8 a) über der Temperatur bis 800 °C aufgetragen. Ein Rückstand von 95 Gew.-% ist bei 150 °C erreicht, das Maximum der ersten Ableitung tritt bei 329 °C auf. Für einen prozessnahen Vergleich der thermischen Belastungen wurde eine Probe auf 270 °C erwärmt und für 5 min isotherm gehalten. Der Verlauf der Gewichtsabnahme ist in Abb. 8 b) über der Zeit aufgetragen. Während der Aufheizphase verliert die Probe in etwa 4 Gew.-% während der isothermen Haltezeit weitere 3 Gew.-%.



**Abb. 8:** In TGA bestimmter Gewichtsverlust Mikro kapseln Ø 30 µm a) über Temperatur bis 800 °C: b) über Zeit für Aufheizen und 5 min isotherme Haltezeit bei 270 °C

Der Zustand der Mikro kapseln nach der TGA-Messung bis 270 °C wurde im REM überprüft und ist in Abb. 9 dargestellt. Die Hüllen der Kapseln sind nicht zersetzt, jedoch teilweise eingefallen, was in Anbetracht der TGA-Kurve aus Abb. 9 b) auf einen partiellen Verlust der Füllung hinweist. Aus thermischer Sicht kann auf eine Verarbeitbarkeit von in Melamin-Formaldehyd-Harz verkapselten Stoffen bei 270 °C geschlossen werden, sofern der Kapselinhalt die entsprechende thermische Stabilität aufweist.

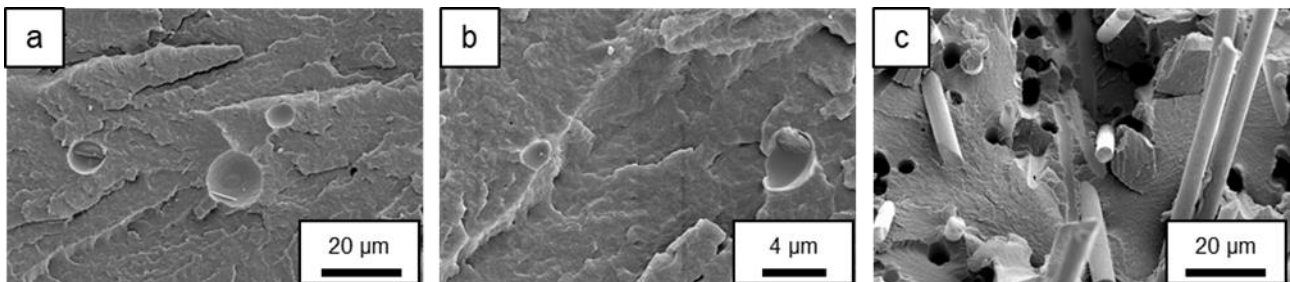


**Abb. 9:** REM-Aufnahmen der Mikro kapseln Folco Scent Ø 30 µm Aufheizen und 5 min isotherme Haltezeit bei 270 °C in TGA a) 400-fach Vergrößerung; b) 700-fach Vergrößerung

#### 4.2.1.2 Bewertung der Verarbeitbarkeit

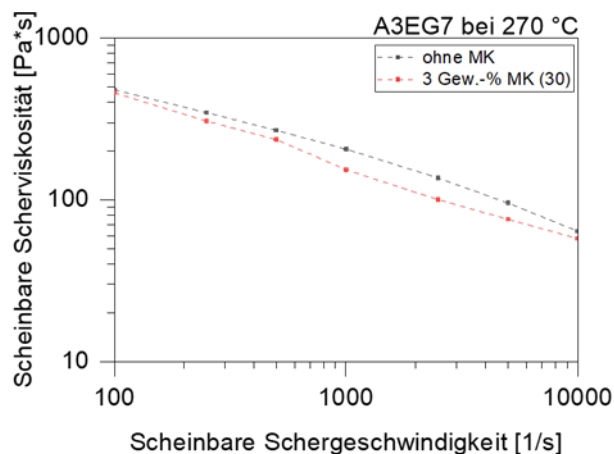
Zur Minimierung der Beanspruchung wurden die Mikro kapseln ohne vorangehende Compoundierung, mit PA66 A3EG7 und A3K trocken gemischt und direkt zu Stecker-Probekörpern spritzgegossen. Als Spritzgussparameter wurde eine niedrige Schmelzetemperatur von 270 °C, eine Werkzeugtemperatur von 80 °C sowie ein Nachdruck von 600 bar gewählt. Der Staudruck und die Dosiergeschwindigkeit wurden auf

10 bar bzw. 150 upm reduziert, und die Einspritzgeschwindigkeit zwischen 10, 40 und 80 mm/s variiert. Der Zustand der Kapseln nach verarbeitungsseitigen Belastungen im Spritzgussaggregat wurden an REM-Aufnahmen von Bruchflächen sowie mit Computertomographischen-Aufnahmen (CT) untersucht. In Abb. 10 a) und b) ist die Bruchfläche eines spritzgegossenen Bauteils aus A3K, in c) aus A3EG7 mit jeweils 3 Gew.-% trockengemischten Mikrokapseln (30  $\mu\text{m}$ ) abgebildet. In A3K sind Reste der Kugelwandung erkennbar; intakte Kugeln konnten nicht gefunden werden. In A3EG7 konnten keine Überreste identifiziert werden, was auf eine starke Faser-Partikel Interaktion zurückgeführt wird. In der CT-Analyse konnten keine Kapseln nachgewiesen werden. Aufnahmen des reinen Kapselpulvers führten jedoch ebenfalls nicht zu einer erkennbaren Darstellung einzelner Partikel, weshalb die CT-Analyse als nicht geeignet für den Nachweis der Mikrokapseln bewertet wird.



**Abb. 10:** REM-Aufnahmen der Bruchflächen spritzgegossener Proben aus a) / b) A3K sowie c) A3EG7 mit 3 Gew.-% Mikrokapseln Folco Scent  $\varnothing$  30  $\mu\text{m}$

Zur analytischen Bewertung der Stabilität der Mikrokapseln gegen Scherbeanspruchungen im Spritzgussprozess oder der Compoundierung wurden Compounds aus trockengemischtem PA66 A3EG7 und 3 Gew.-% Kapseln (30  $\mu\text{m}$ ) im Hochdruck-Kapillarrheometer (HKR) verarbeitet. Die scheinbare Viskosität von A3EG7 mit und ohne Kapseln ist in Abb. 11 über der scheinbaren Schergeschwindigkeit aufgetragen. Die Proben wurden vor der Messung für 8 Stunden bei 70  $^{\circ}\text{C}$  unter Vakuum getrocknet. Die Viskosität sinkt generell durch den Zusatz der Kapseln. Ab einer Schergeschwindigkeit von 500 1/s ist ein gesteigerter Abfall im Kurvenverlauf mit Kapseln zu verzeichnen. Dies könnte auf eine Zerstörung der Kapseln im Schergeschwindigkeitsbereich hinweisen. Die entstandenen zylindrischen Proben wurden, den Schergeschwindigkeiten zugeordnet, nach Austritt aus der Kapillare entnommen. Der Zustand der Mikrokapseln wurde mikroskopisch in der Bruchfläche, nach  $\text{O}_2$ -Plasmaätzen der Oberfläche und in der CT analysiert untersucht.



**Abb. 11:** Scheinbare Scherviskosität über scheinbarer Schergeschwindigkeit für PA66 A3EG7 bei 270  $^{\circ}\text{C}$  mit 3 Gew.-% und ohne Mikrokapseln

Unabhängig von der aufgetretenen Schwergeschwindigkeit, konnten keine intakten Mikrokapseln detektiert werden. Die Ergebnisse lassen darauf schließen, dass eine Verarbeitung von Mikrokapseln in thermoplastische Polymeren, selbst ohne die hohen Belastungen in der Compoundierung, schwierig möglich ist. Eine Steigerung der mechanischen Stabilität der Kapseln durch eine dickere Wandung könnte eine Verarbeitung ermöglichen, würde jedoch ein Aufbrechen der Kapseln und somit ein Eintreten der selbstheilenden Mechanismen im Schadensfall erschweren.

### 4.3 Werkstoffcharakterisierung

#### 4.3.1 UV-Quelle

Die eingesetzte UV Quelle im Rahmen des Projekts ist selbst gebaut. Für eine genaue Intensitätsmessung dieser UV-Quelle wurde das UV- Messgerät UV TOUCH der sglux SolGel Technologies GmbH, Berlin, bestehend aus einem Handgerät und einem angeschlossenen Sensor, verwendet. Die Bestrahlungsstärke wurde in Abhängigkeit des Abstands der Strahlquelle gemessen. Zudem wurde die räumliche Verteilung der Bestrahlungsstärke auf der Oberfläche bestimmt. In Abb. 12 ist links beispielhaft das Intensitätsprofil bei anwendungsnahen 5 cm Abstand dargestellt.

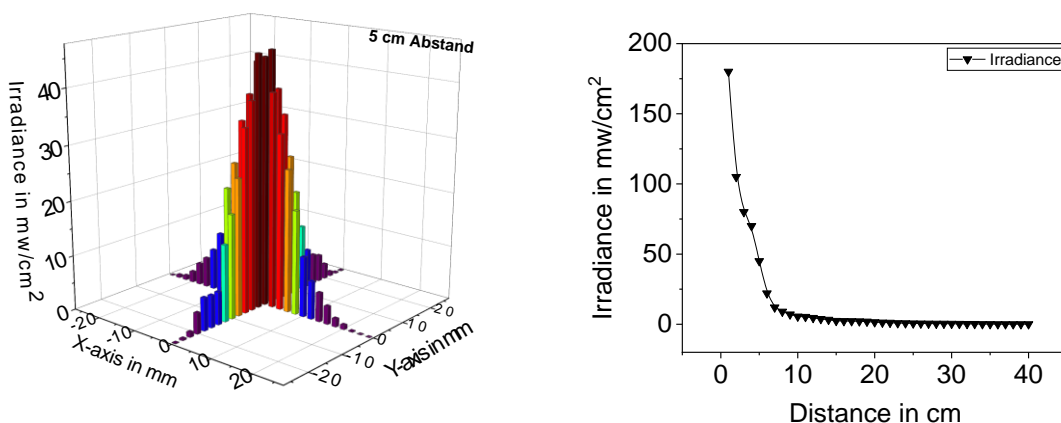
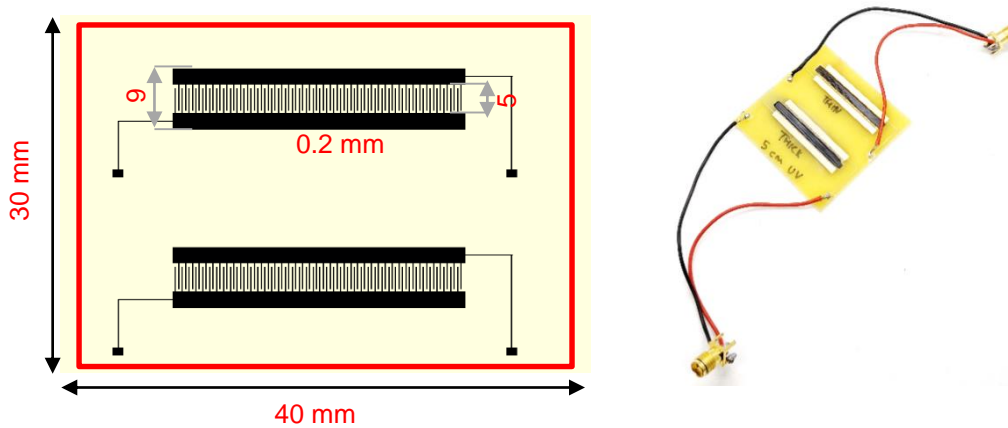


Abb. 12: Verteilung der Bestrahlungsstärke (links), Bestrahlungsstärke in Abhängigkeit vom LED-Abstands (rechts)

In Abb. 12 links ist zu erkennen, dass die Bestrahlungsstärke, ähnlich einer Gaußverteilung, in der Mitte am höchsten ist und sich radial nach außen reduziert. Die Bestrahlungsstärke sinkt mit steigendem Abstand der LED. Der LED-Abstand ist daher eine entscheidende Prozessgröße.

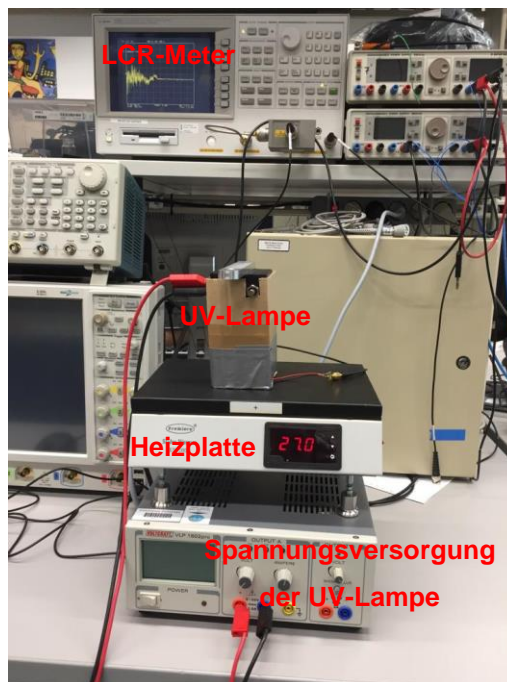
#### 4.3.2 Dielektrische Impedanzmessung des Vernetzungsgrads

Der Vernetzungsgrad des Haftvermittlers konnte mithilfe einer dielektrischen Impedanzmessung reproduzierbar charakterisiert werden. Hierfür wurde eine spezielle Messstruktur mit einem Kammabstand von 0,2 mm entworfen. An die Zuleitungskabel der Platinen wurde SMA-Stecker gelötet (siehe Abb. 13) Die Struktur wurde mit Isopropanol gereinigt und anschließend mit dem Dispensierautomaten mit den Haftvermittlern beschichtet.



**Abb. 13:** Präparation der Testplatine mit einem SMA-Stecker

Zur Aufzeichnung der zeitlichen Änderung der Impedanz wurde das LCR-Meter Agilent 4395A verwendet. Aus der Messung von Imaginär- und Realteil bei unterschiedlichen Anregungsfrequenzen ließ sich die Impedanz bestimmen. In Abb. 14 ist der Messaufbau, bestehend aus dem LCR Meter Agilent 4395A, einer Heizplatte und der UV-Lampe mit Spannungsversorgung, abgebildet, der zur Bestimmung der Impedanz während der Aushärtung verwendet wird.



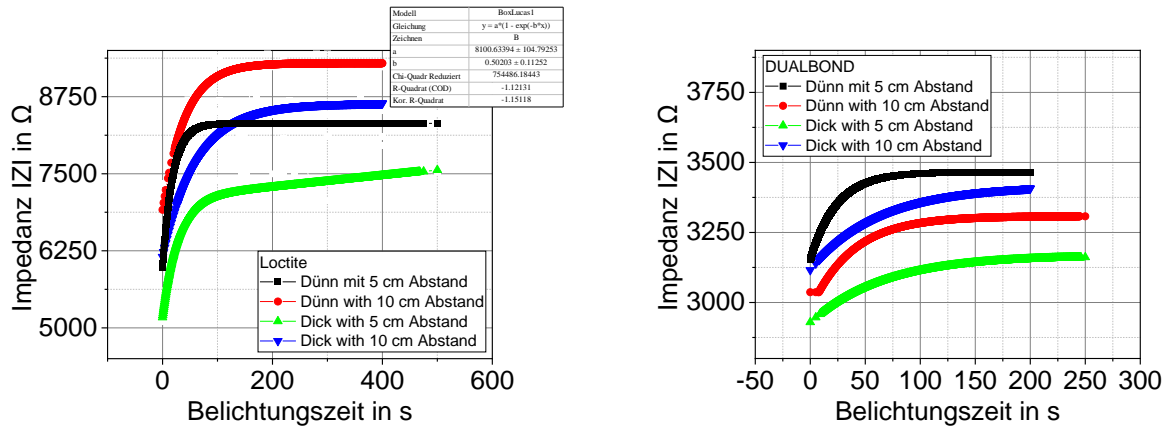
**Abb. 14:** Aufbau des Messtands zur in situ Messung der Impedanz während des Aushärtens

Die Kalibrierung des LCR-Meter erfolgte an einer Kalibrierplatine, bestehend aus einer offenen Verbindung (OPEN), einem Kurzschluss (SHORT) und einem 50  $\Omega$ -Widerstand (LOAD). Die Messeinstellungen, die vor der Kalibrierung eingestellt und zur Messung der Impedanz verwendet werden, sind der Tab. 3 zu entnehmen.

**Tab. 3:** Geräteeinstellung für Messung mit LCR-Meter Agilent 4395A

<b>Messeinstellungen</b>	
Startfrequenz	10 Hz
Stoppfrequenz	4 MHz
Bandbreite	100 Hz
Anzahl an Messpunkte pro Einzelmessung	800

Zwischen UV-Quelle und beheizbarer Wärmeplatte (Die Oberfläche wurde zuvor auf 27 °C vorgeheizt, um eine konstante Temperatur während des Versuchs sicherzustellen und die Wiederholbarkeit gewährleisten zu können) wird der Haftvermittler kontinuierlich auf der Platine ausgehärtet und dabei werden Messungen mit dem LCR-Meter durchgeführt. Der resultierende Impedanzverlauf beider Haftvermittler ist in Abb. 15 über der Zeit für unterschiedliche Prozessparametern aufgetragen. Für beide Haftvermittler ist zu erkennen, dass dünne Schichten im Vergleich zu dicken Haftvermittlerschichten wesentlich schneller aushärten.



**Abb. 15:** Impedanzverlauf einer dicken (ca. 450 µm) und einer dünnen (ca. 300 µm) Haftvermittlerschicht mit zwei unterschiedlichen LED-Abständen (5 und 10 cm) für beide Haftvermittler (links: Loctite, rechts: Dualbond)

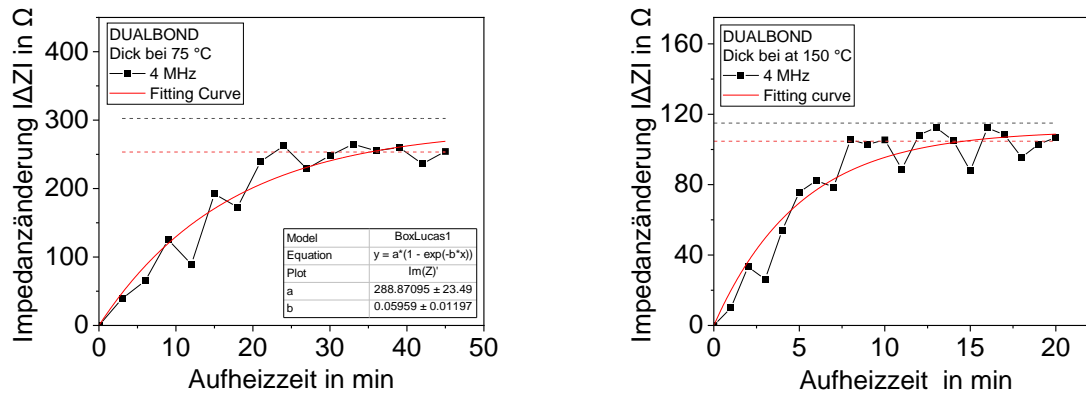
Der LED-Abstand stellt eine entscheidende Prozessgröße dar.

Tab. 4 verdeutlicht diesen Zusammenhang. Dicke Loctite-Schichtdicken von ca. 450 µm härten bei einem LED-Abstand von 5 cm in 103 s aus. Dünne Loctite-Schichtdicken benötigen bei gleichem Abstand mit 51 s die halbe Zeit. Der gleiche Zusammenhang ist bei Dualbond zu sehen. Außerdem lässt sich das Loctite schneller härten als Dualbond da das Dualbond kein durchsichtiger Material ist.

**Tab. 4:** Vergleich der Belichtungszeiten bei unterschiedlichen Prozessparametern für Loctite und Dualbond

Primer	Schichtdicke	Abstand in cm	Aushärtezeit in s
Loctite	Dünn	5	51
		10	80,5
	Dick	5	103
		10	134
Dualbond	Dünn	5	65
		10	120
	Dick	5	170
		10	190

Weiterhin wurde die Auswirkung der Aushärtungstemperatur auf die Aushärtezeit von Dualbond untersucht. Hierfür wurde der Betrag der Impedanz über der Zeit bei unterschiedlichen Temperaturen bzw. Schichtdicken gemessen. Die resultierenden Impedanzverläufe sind in Abb. 16 dargestellt. Es ist zu erkennen, dass sich dicke Haftvermittlerschichten bei 150 °C wesentlich schneller durchhärten lassen als bei 75 °C.



**Abb. 16:** Impedanzverlauf einer dicken Dualbond-Schicht bei zwei unterschiedlichen Aushärtungstemperaturen

In Table 5 sind die Ergebnisse der Belichtungszeiten bei unterschiedlichen Prozessparametern aus Abb. 16 zusammengefasst. Durch eine Steigerung der Aushärtungstemperatur kann bei einer dicken Haftvermittlerschicht die Prozessgeschwindigkeit um 60 % gesteigert werden. Bei reduzierter Schichtdicke ist dieser Zusammenhang noch stärker ausgeprägt.

**Table 5:** Vergleich der Aushärtezeiten bei unterschiedlichen Prozessparametern für Dualbond

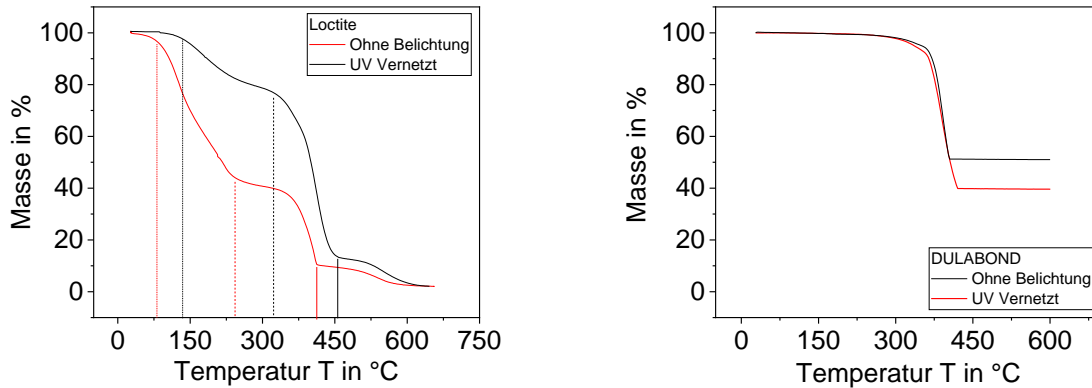
Schichtdicke	Aushärtungstemperatur in °C	Aushärtezeit in min
Dünn	75	28,9
	150	8,5
Dick	75	35,2
	150	14,6

### 4.3.3 Thermische Analyse der Haftvermittler

#### 4.3.3.1 Thermogravimetrische Analyse

Die thermische Analyse wurde durchgeführt um die physikalischen und chemischen Eigenschaften wie z.B. die thermische Stabilität und Reaktionskinetik zu untersuchen. Mithilfe der thermogravimetrischen Analyse (TGA) wurden die Zersetzungsstufen den beiden Haftvermittlern bestimmt. Die Analyse wurden mit dem Gerät Netzsch STA 409C/CD im Temperaturbereich von 23 °C bis 650 °C mit einer Heizrate von 10 K/min unter N<sub>2</sub>-Atmosphäre bei Atmosphärendruck durchgeführt. Die Zersetzung der Loctite Probe in der TGA ist in Abb. 17, links dargestellt. Die maximale Zersetzungstemperatur beträgt 550 °C. Im Verlauf der Kurven sind drei Stufen erkennbar. Die erste Stufe beginnt bei ungefähr 75 °C, was dem Anfang des Vernetzungsprozesses entspricht. Im Vernetzungsprozess entstehen Nebenprodukte, die bei dieser Temperatur verdampfen und zu den ersten Zersetzungsstufen führen. Die vorbelichtete Probe ist im Vergleich zur nicht vorbelichteten Probe stabiler. Die drei Zersetzungsstufen des vorbelichteten Haftvermittlers wurden zu höheren Temperaturen verschoben, wobei der Zersetzungsgrad erwartungsgemäß gleichgeblieben ist. Abb. 17, rechts zeigt die Kurven aus den TGA-Messungen an Dualbond Proben, die eine thermische Stabilität bis ungefähr 300 °C aufweisen. Bei dieser Temperatur, beginnt die einzige Zersetzungsstufe. Eine UV-Vorbelichtung der Dualbond Probe hatte keinen Einfluss auf die thermische Stabilität da die vorbelichtete Probe dem gleichen Kurvenverlauf folgt.



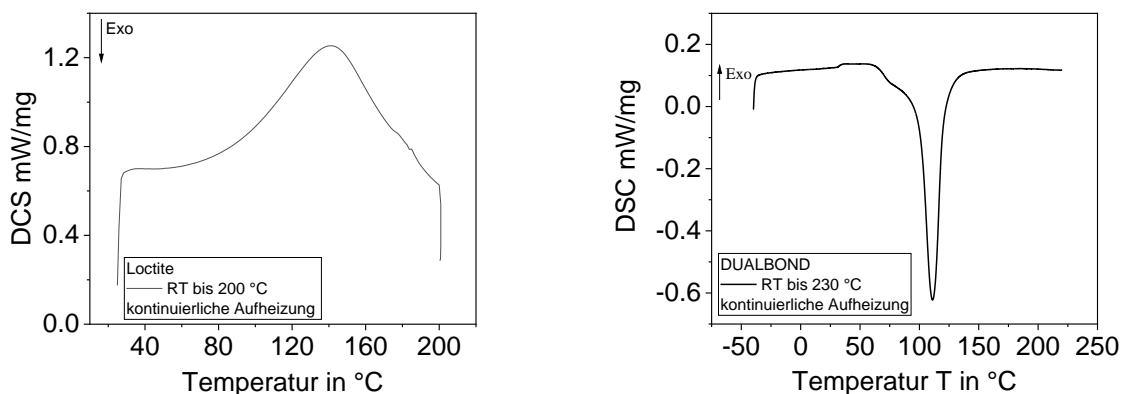


**Abb. 17:** TGA-Messungen für Loctite OM (links), mit und ohne UV-Belichtung und für Dualbond (rechts), mit und ohne UV-Belichtung.

#### 4.3.3.2 Dynamische Differenzkalorimetrie

Eine definierte Vorhärtungszeit bzw. eine kontrollierte thermische Vernetzung der beiden Haftvermittler durch die Kunststoffschmelze im Spritzgussprozess kann die Anbindung an den Gehäusekunststoff steigern und zu einem kontrollierten Vernetzungsgrad führen. Um diesen Prozess besser kontrollieren zu können, wurde die Reaktionskinetik des Aushärtvorganges bei kontinuierlich zunehmender Temperatur, mit Hilfe der Dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC), bestimmt. Zudem wurden Messungen an UV-gehärteten sowie vollständig (UV- und thermisch) ausgehärteten Proben durchgeführt. Hierbei wurde die Glasübergangstemperatur beider Primer bestimmt. Für die DSC-Charakterisierungen wurde ein Netzsch-Kalorimeter unter einem Argonstrom von 20 ml/min verwendet. Die DSC-Experimente wurden bei einer Erwärmung von 5 K/min über einen Temperaturbereich von -30 bis 220 °C durchgeführt.

Die in Abb. 18 dargestellten Kurven entsprechen der aufgenommenen Energie, die das System zur vollständigen Aushärtung benötigt. Beginnend bei null, durchlaufen die Kurven einen Punkt maximaler Reaktionsgeschwindigkeit und fallen anschließend wieder auf null ab. Die Aushärtereaktion von Loctite beginnt bei 75 °C und ist bei 200 °C vollständig abgeschlossen, mit einem Maximum bei etwa 140 °C (Abb. 18, links). Nach ca. 30 Minuten bei kontinuierlich zunehmender Temperatur ist die Aushärtereaktion vollständig abgeschlossen. Die DSC-Analyse zeigt eine Übereinstimmung mit der TGA-Analyse. In beiden Analysen ist zu sehen, dass der Vernetzungsprozess bei 75 °C beginnt. Die Aushärtereaktion von Dualbond zeigte einen ähnlichen Verlauf wie Loctite, beginnt jedoch bereits bei 60 °C und ist bei 140 °C vollständig abgeschlossen. Das Maximum liegt bei etwa 120 °C (Abb. 18, rechts). Außerdem ist die Aushärtereaktion von Dualbond schneller und wird nach ca. 20 Minuten bei kontinuierlich zunehmender Temperatur vollständig abgeschlossen.



**Abb. 18:** Mit DSC-Analyse bestimmte Reaktionskinetik von Loctite (Links) und von Dualbond (Rechts)

### 4.3.4 Charakterisierung der rheologischen Eigenschaften den Haftvermittlern

Um das Fließverhalten der ausgewählten Haftvermittler (Loctite und Dualbond) im relevanten Temperaturbereich und in Bezug auf die Vorhärtungszeit besser abschätzen zu können, wurden die rheologischen Eigenschaften des Haftvermittlers von -20 °C bis 175 °C mit unterschiedlichen Vorbelichtungszeiten in einem Rotations-Viskosimeter, MCR301 der Anton Paar GmbH, bestimmt. Für jede Prüftemperatur wurde vor der Messung eine Haltezeit von 10 Minuten eingestellt, um eine zeitliche Änderung des Vernetzungsgrads bei auszuschließen. Die Viskosität beider Haftvermittler sinkt zunächst mit steigender Temperatur (Abb. 19), da das Freie Volumen und somit die Mobilität der Polymerketten erhöht wird. Ab etwa 75 °C bei Loctite und bereits 60 °C bei Dualbond nimmt die Viskosität jedoch infolge von Vernetzungsprozessen wieder zu.

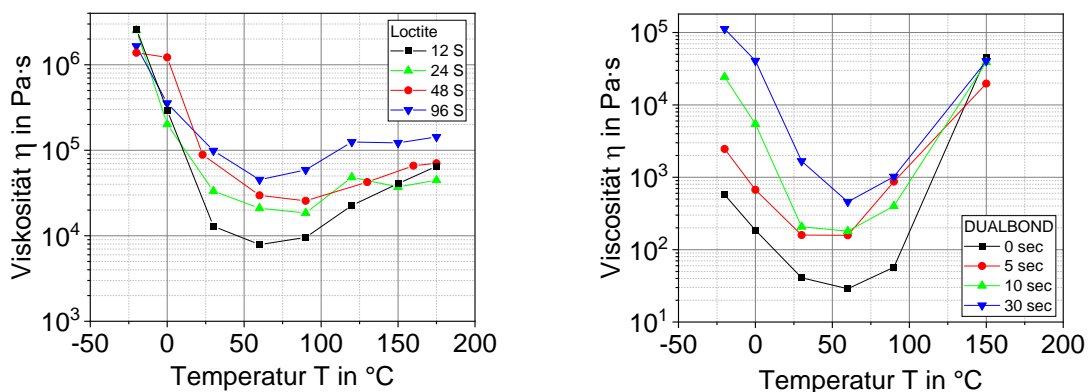


Abb. 19: Verlauf der Viskosität den beiden Haftvermittlern bei Erhöhen der Temperatur mit unterschiedlichen Vorbelichtungszeiten

In Abb. 20 ist der Phasenwinkel  $\delta$  über dem komplexen Modul  $G^*$  aufgetragen [42]. Die Vernetzungspunkte der verschiedenen Systeme wurden wie folgt berechnet:

$$v_{eff} = \frac{G^*}{k_B \cdot T} \quad 1$$

Wobei  $v_{eff}$  Anzahl der effektiven Bindungen pro Volumen,  $G^*$  den Schubmodul (der extrapolierte Werte auf X- Achse, Abb. 21),  $T$  die Temperatur und  $k_B$  die Boltzmann-Konstante darstellt. Der Plot bestätigt, dass die Viskosität mit steigender Temperatur abnimmt und der Vernetzungsprozess bei 75 °C für Loctite und bei 60 °C für DUALBNOD anfängt, da die Kurven zu hohen Schubmodulwerten verschoben werden.

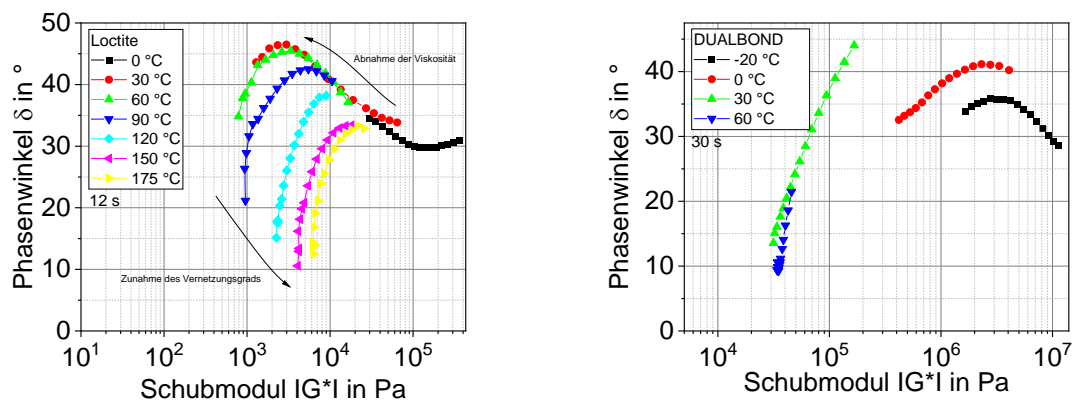


Abb. 20: Booji-Palmen-Plot der Loctite-Probe mit 12 s Vorbelichtungszeit und der Dualbond-Probe mit 30 s Vorbelichtungszeit

Um den Einfluss der Belichtungszeit auf das Fließverhalten zu untersuchen wurde der Booji-Palmen-Plot für beide Haftvermittler bei konstanter Temperatur aber mit unterschiedlichen Belichtungszeiten skizziert, Abb. 21. Es ist zu erkennen, dass die Belichtungszeit eine entscheidende Rolle spielt, da die Kurven mit hohen Vorbelichtungszeit zu hohen Schubmodulwerten geschifft werden.

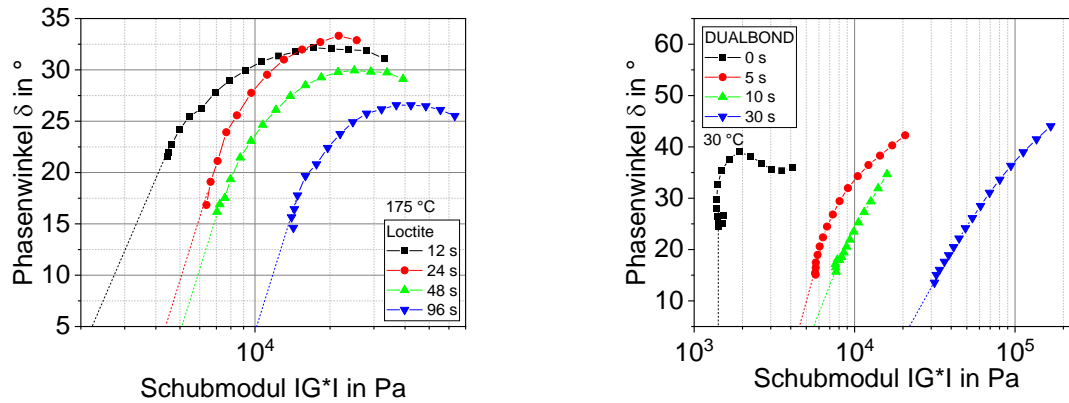


Abb. 21: Booji-Palmen-Plot bei 175 °C für Loctite und bei 30 °C für Dualbond

Weiterhin wurde der Vernetzungspunkt nach Gleichung 1 berechnet. Die berechneten Vernetzungspunkte der beiden Haftvermittler in Abhängigkeit von der Belichtungszeit sind in Abb. 22 dargestellt.

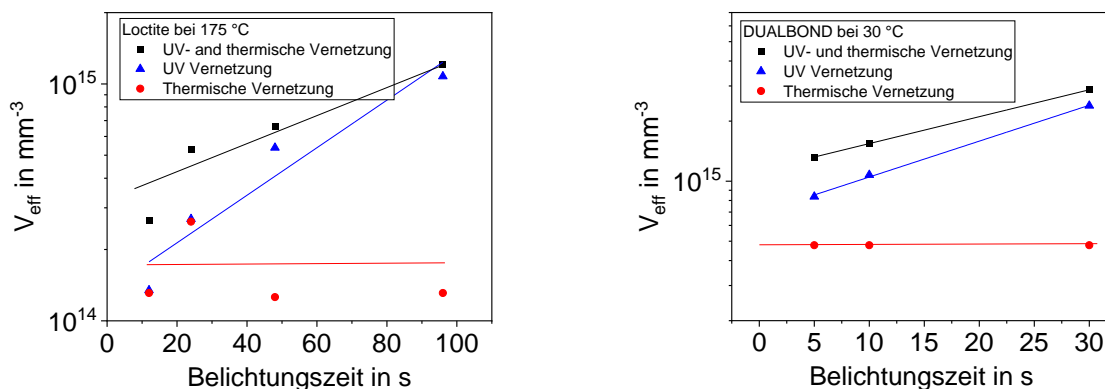


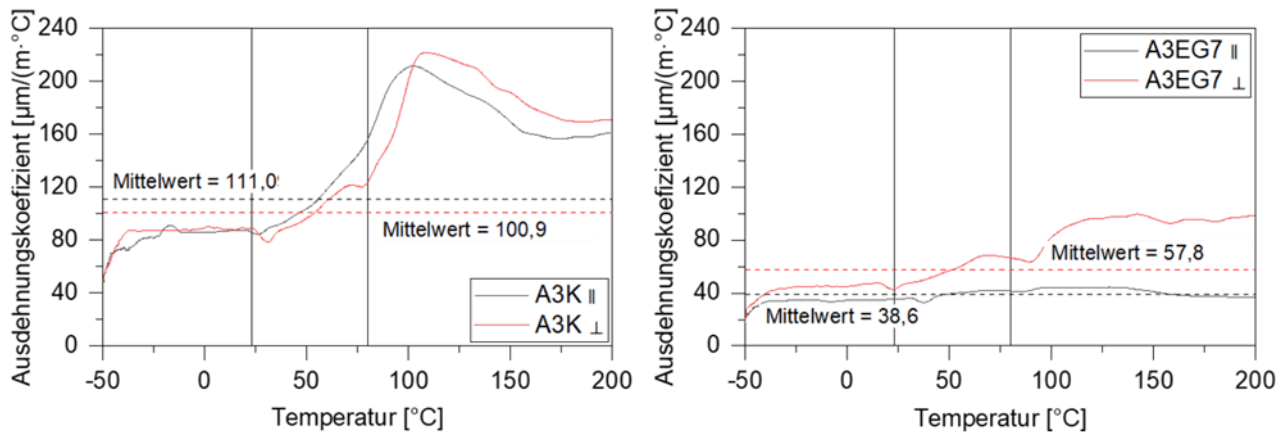
Abb. 22: Anzahl der effektiven Bindungen pro Volumen bei unterschiedlichen Belichtungszeiten

### 4.3.5 Bestimmung der thermischen Ausdehnungskoeffizienten

#### 4.3.5.1 A3K + A3EG7

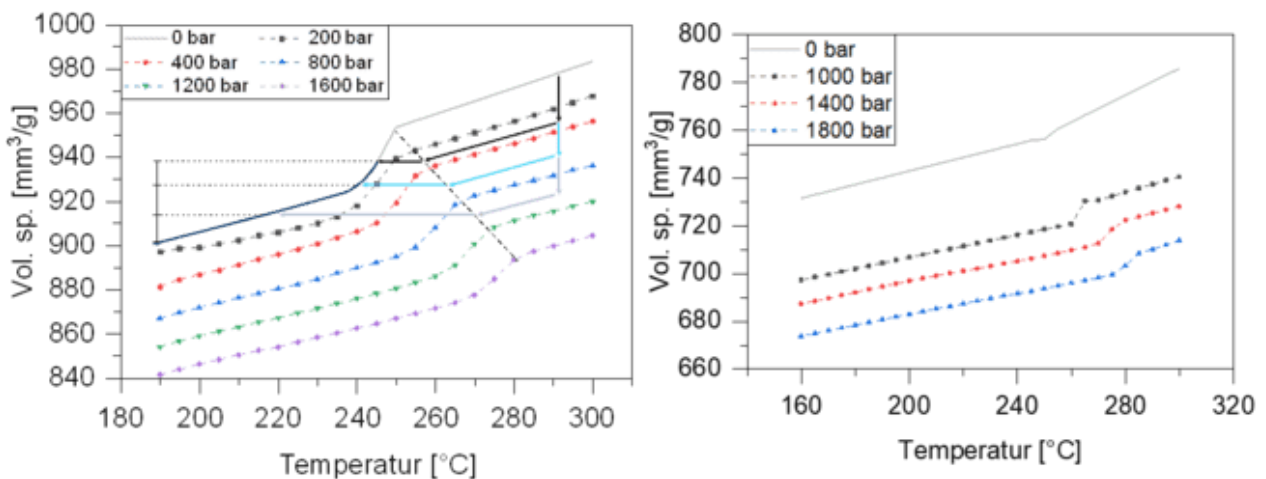
Die richtungs- und temperaturabhängigen Ausdehnungskoeffizienten von Ultramid A3K und A3EG7 (35 Gew.-% Glasfasern), der BASF SE sowie des Kupfereinlegers aus CuSn<sub>0,15</sub> wurden zwischen -50 °C bis 200 °C mittels TMA Messung nach ISO 11359 auf dem Messgerät Universal V4.5A (TA Instruments Inc., New Castle, Delaware, Vereinigte Staaten) bestimmt. Zum Vergleich der Messwerte mit den Herstellerangaben wurden entsprechend die Mittelwerte im Temperaturbereich von 23 °C bis 80 °C gebildet. Die Kurvenverläufe sind in Abb. 23 und Abb. 24 dargestellt. Die Proben wurden aus dem Flansch der LKT-Probekörper präpariert. Die Messungen der Ausdehnungskoeffizienten in und senkrecht zur Fließrichtung zeigen sowohl für A3EG7 wie auch für A3K keinen großen Unterschied. Die Vermutung liegt nahe, dass im Flansch keine stark ausgeprägte Faserorientierung vorliegt. Die durch Simulationen ermittelte Faserorientierung bestätigt dies. Der Ausdehnungskoeffizient des mit 35 Gew.-% Glasfasern gefüllten PA66 (A3EG7) liegt erwartungsgemäß 50 % - 70 % unter dem des ungefüllten Werkstoffs. In Fließrichtung ist für A3EG7 kein Anstieg im Glasübergangs-

oder Schmelzbereich zu erkennen, was auf einen niedrigen Ausdehnungskoeffizienten der Fasern zurückzuführen ist.



**Abb. 23:** Verlauf des Ausdehnungskoeffizienten  $\alpha_L$  für A3K, links und A3EG7 (30 Gew.-% GF), rechts über der Temperatur mit Mittelwerten im Bereich von 23 °C – 80 °C senkrecht  $\perp$  und parallel  $\parallel$  zur Fließrichtung

Der Ausdehnungskoeffizient von CuSn015 beträgt etwa nur ein Achtel des ungefüllten A3K. Der starke Unterschied der Ausdehnungskoeffizienten kann über eingebrachte Füllstoffe reduziert werden. Somit unterscheiden sich die Koeffizienten von Metall und gefülltem Polymer nur noch etwa um den Faktor drei. Auch im Metall ist eine fertigungsbedingte Anisotropie, jedoch invers zum Polymer, erkennbar. So wurde in Walzrichtung ein niedrigerer Ausdehnungskoeffizient gemessen.

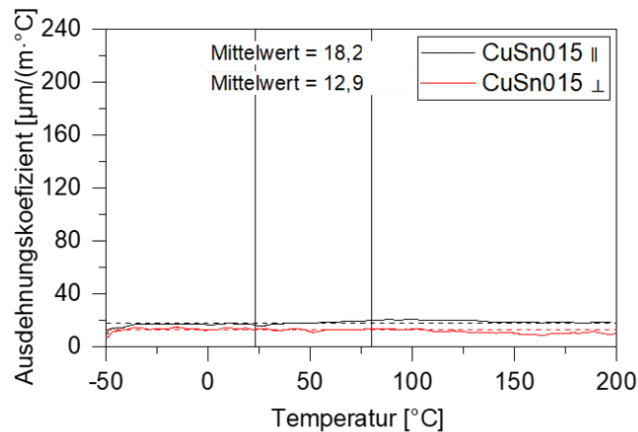


**Abb. 24:** PVT-Verlauf A3K (links) und A3EG7 (rechts) mit schematischen Verläufen im Spritzgussprozess unterschiedlicher Werkzeuginnendrücke

#### 4.3.5.2 Spezifische Volumen

Das temperatur- und druckabhängige spezifische Volumen von A3EG7 und A3K wurde mittels PVT-Messung im Hochdruck-Kapillarrheometer (Rheograph 25/50, Göttfert Werkstoff-Prüfmaschinen GmbH, Buchen) bestimmt. Der Verlauf der gemessenen und der nach „Tait“ extrapolierten Kurven sind in Abb. 25 dargestellt. Der hohe Fasergehalt des A3EG7 führt bei Messung unter 1000 bar zu keinen plausiblen Ergebnissen. Anhand der schematisch eingezeichneten Verläufe der Spritzgussprozesse verschiedener Werkzeuginnendrücke wird erkennbar, dass die thermische Schwindung nicht unerheblich durch den in der Schmelze aufgeprägten Druck reduziert werden kann.

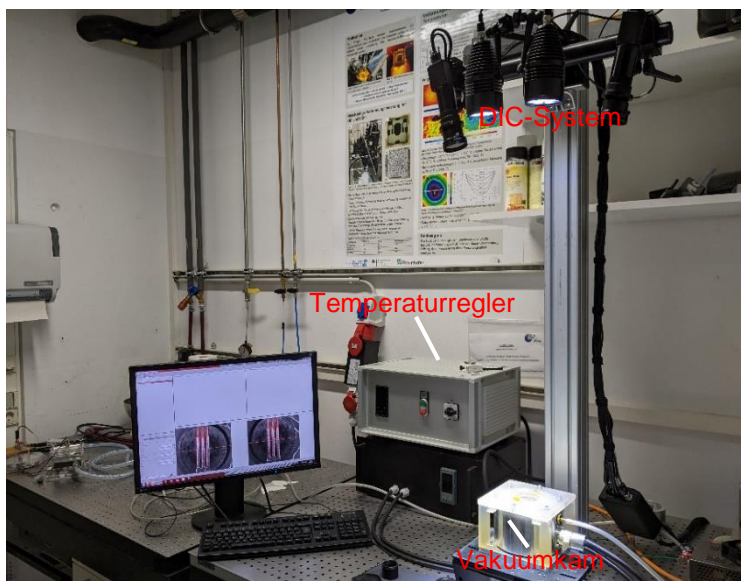
Die Volumenausdehnungskoeffizienten in der Schmelze und im Festkörper wurden durch Differentiation der extrapolierten 0 bar-Kurve ermittelt und werden in der jeweiligen Phase als konstant angenommen. Für A3K beträgt  $\alpha_{V\text{Schmelze}} = 82 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  und  $\alpha_{V\text{Festkörper}} = 64 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ . Für A3EG7 beträgt  $\alpha_{V\text{Schmelze}} = 103 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  und  $\alpha_{V\text{Festkörper}} = 52 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ . Der jeweils mittels TMA bestimmte lineare Ausdehnungskoeffizient  $\alpha_L$  liegt im Bereich oder oberhalb des Volumenausdehnungskoeffizienten  $\alpha_{V\text{Festkörper}}$ . Die Abweichung zum mathematischen Zusammenhang  $\alpha_V \approx (\alpha_{Lx} + \alpha_{Ly} + \alpha_{Lz})$  begründet sich durch prozessbedingte Einflüsse.



**Abb. 25:** Verlauf des Ausdehnungskoeffizienten für CuSn015 über der Temperatur mit Mittelwerten im Bereich von 23 ° C bis 80 ° C senkrecht  $\perp$  und parallel  $\parallel$  zur Walzrichtung

#### 4.3.5.3 Untersuchung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten der ausgewählten Haftvermittler mittels digitale Bildkorrelation (DIC)

Zur Untersuchung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten der ausgewählten Haftvermittler bei hohen Temperaturen wurde das DIC-System Aramis der Firma Gesellschaft für optische Messtechnik (GOM) verwendet. Hierbei handelt es sich um ein dreidimensionales System, mit dem eine flächige Erfassung der Verschiebungen in drei Raumrichtungen sowie der absoluten Oberflächenform möglich ist. Die Auflösung des Messsystems wird vom Hersteller mit 0,01 Pixel angegeben, was bei dem verwendeten Messvolumen einer Mindestauflösung von Verschiebungen mit 1  $\mu\text{m}$  entspricht [43]. In Abb. 26 ist der DIC-Aufbau mit Vakuumkammer dargestellt. Um die Genauigkeit und Wiederholpräzision des Messsystems zu gewährleisten, wird das System vor der Messung durch ein Kalibrierobjekt mit einem definierten Punktmuster der Firma GOM auf das metrische Normal angeglichen.

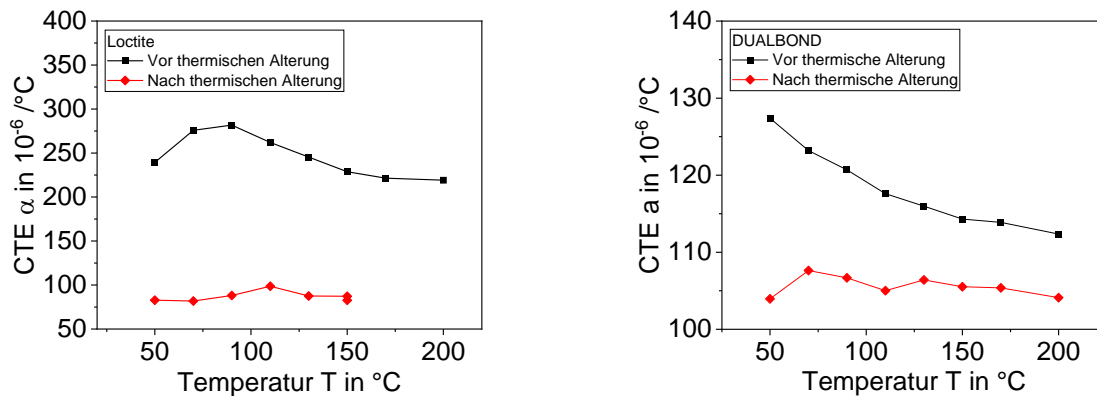


20 mm \* 20 mm \* 2.4



**Abb. 26:** Messaufbau für DIC-Messungen bis 500 °C (links), Gesprüht ausgehärtet Loctite Probe (rechts)

Der thermische Ausdehnungskoeffizient beider Haftvermittler wurde mittels optischer Dehnungsmessung und einer Heizvorrichtung bestimmt. Dazu wurden beide Haftvermittler in PTFE-Gussform gegossen, ausgehärtet, und für die DIC Messung vorbereitet. Die Längenänderung wurde zwischen RT °C bis 200 °C vor sowie nach der thermischen Alterung bestimmt. Die Kurvenverläufe sind in Abb. 27 dargestellt. Der Ausdehnungskoeffizient von Loctite beträgt  $250 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ , der von Dualbond bei  $120 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ . Der Unterschied kann auf eine höhere Anzahl von Vernetzungspunkten im Dualbond zurückgeführt werden.

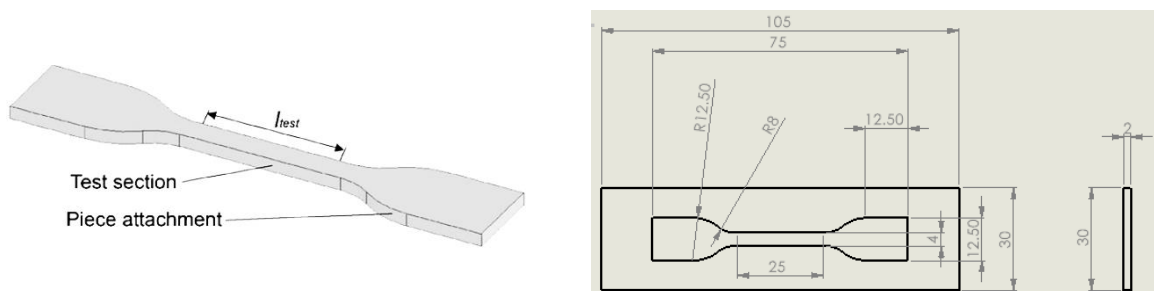
**Abb. 27:** Thermische Ausdehnung der beiden Haftvermittler nach wie vor thermische Alterung, optisch gemessen mit DIC.

### 4.3.6 Die viskoelastischen Eigenschaften von den Haftvermittlern

Die mechanische Charakterisierung zur Bestimmung der viskoelastischen Eigenschaften der Haftvermittler erfolgte in Zugversuchen mit konstanter Traversengeschwindigkeit bei unterschiedlichen Temperaturen. Die temperaturabhängigen E-Moduln konnten aus den Entlastungskurven bestimmt werden. Weiterhin wurden die Zugversuche mit konstanter Spannung (Kriechversuche) durchgeführt. Die auftretenden Kriechmechanismen und das quantifizierte sekundäre Kriechen konnte in ein geeignetes Materialmodell eingesetzt und für die Simulationen eines hybriden Systems verwendet werden.

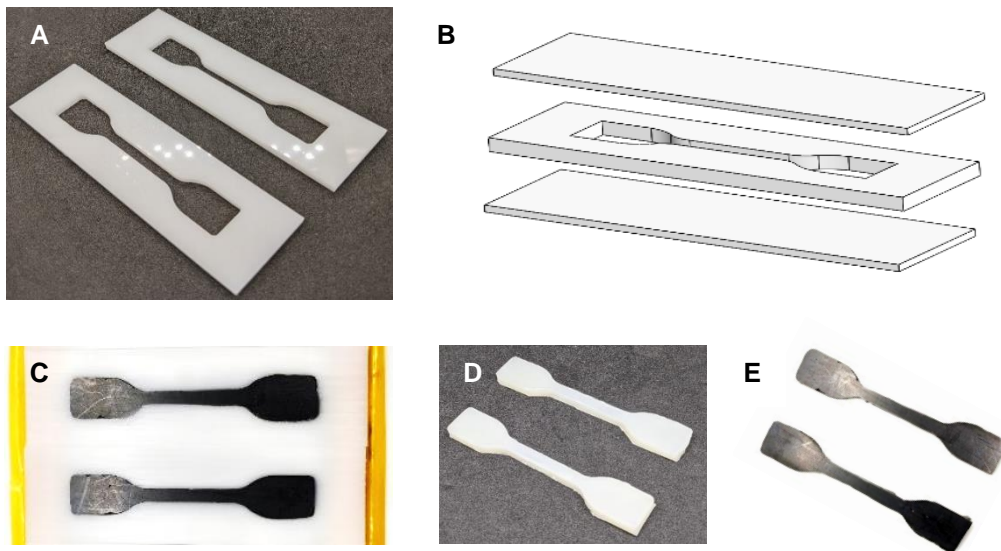
#### 4.3.6.1 Herstellung und Eigenschaften der Proben

Die Zugproben wurden in Form von Schulterstäben gegossen. Die Maßfestlegung des ausgewählten Schulterprüfstabs S2 erfolgte in Anlehnung an die DIN 53504. Die Außenmaße der Schulterleiste betragen  $75 \times 12,5 \times 2 \text{ mm}^3$ , während die Länge  $l_{\text{test}}$  und die Breite  $w_0$  des Prüfabschnitts  $20 \times 4 \text{ mm}^2$  betragen (Abb. 28) [44].

**Abb. 28:** Design eines Standardschulterstabes am LKT, welches auch im Rahmen dieser Arbeit Verwendung fand

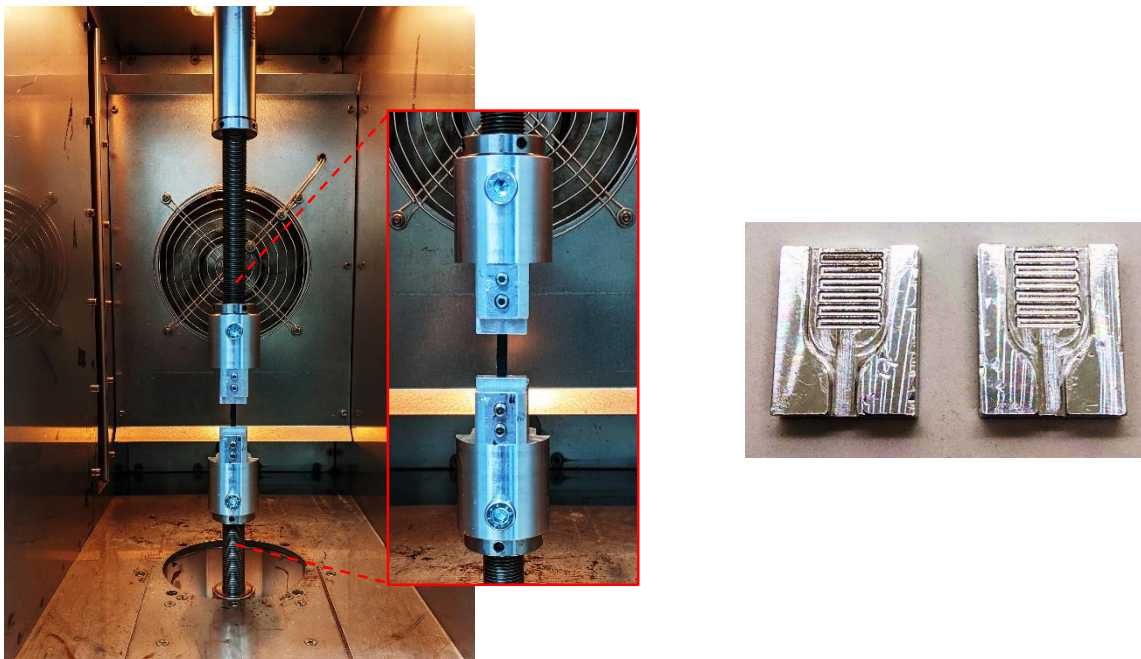
Zur Herstellung der Proben wurden jeweils zwei Gussformen der Schulterstäbe auf einer PTFE-Folien aufgebracht, von Hand mit Haftvermittler gefüllt und anschließend im Vakuum entgast. Anschließend erfolgte

die Aushärtung für 10 min unter UV und 30 min bei einer Temperatur von 120 °C für Loctite und 30 min bei 90 °C für Dualbond. Abb. 29 zeigt die Gussformen für die Herstellung der Schulterstäbe, den Gießprozess mit PTFE-Folien und die Schulterstäbe für die Zugversuche.



**Abb. 29:** A: Gussform für die Herstellung der Schulterstäbe ;B: Gießprozess mit zwei PTFE-Folien ;C: Ausgehärtetes Dualbond in der PTFE-Form ;D: Loctite Schulterstäbe für den Zugversuch ;E: Dualbond-Schulterstäbe für den Zugversuch

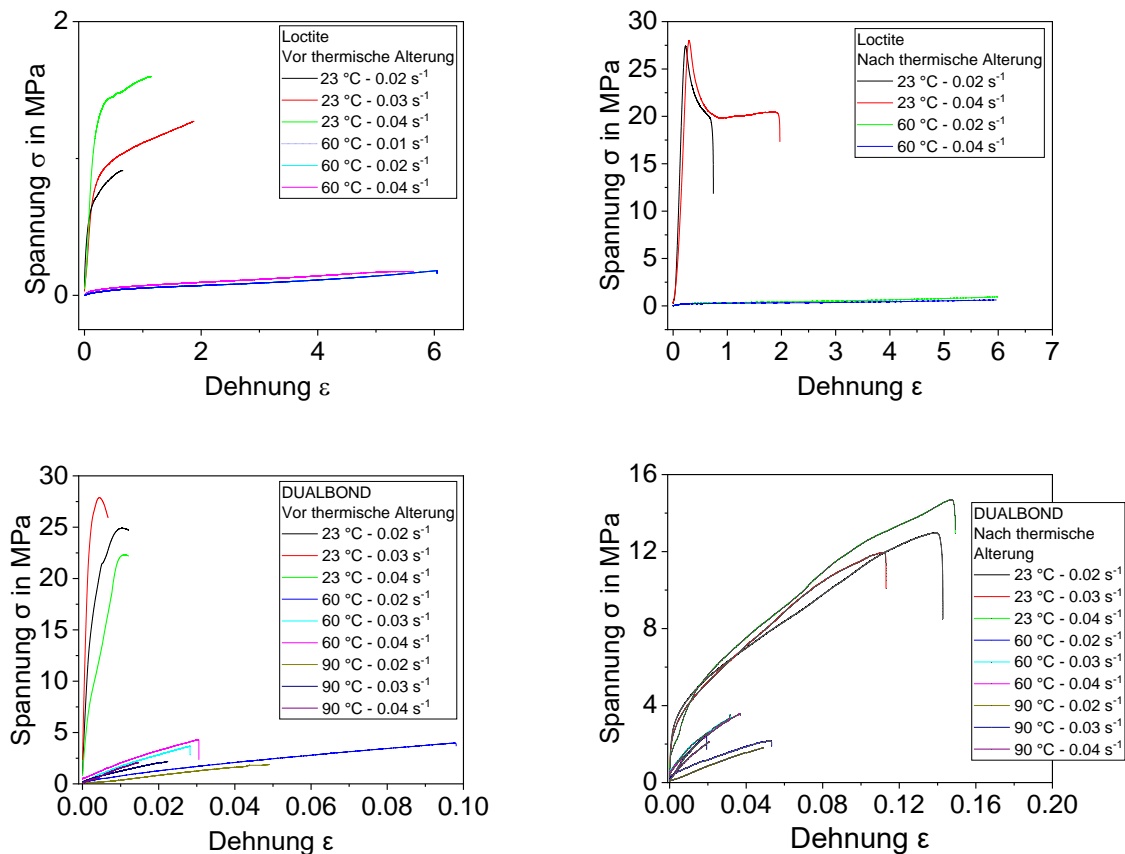
Die Zugversuche wurden auf der Universalprüfmaschine „Zwick Z010“, bei verschiedenen Temperaturen (RT, 60, und 90 °C) vor sowie nach Temperaturzyklen, mit unterschiedlichen Prüfgeschwindigkeiten durchgeführt. Die Halteroberflächen sind mäandrierend eingefräst, um ein Verrutschen während der Zugprüfung zu vermeiden (Abb. 30). Aus den Spannungs-Dehnungs-Verläufen konnte der temperaturabhängige E-Modul bestimmt werden.



**Abb. 30:** Messaufbau für Zugversuche in der Temperierkammer der Prüfmaschine (links); verarbeitete Halteroberfläche der Halterung (rechts)

### 4.3.6.2 Ergebnisse

In Abb. 31 sind die Spannungs-Dehnungs-Verläufe für unterschiedliche Temperaturen vor und nach der thermischen Alterung dargestellt. Bei niedrigeren Temperaturen verhalten sich beide Primer spröde und zeigen einen steilen Spannungsanstieg. Bei höheren Temperaturen, besonders oberhalb der Glasübergangstemperatur, zeigen die Proben duktileres Verhalten mit großen Dehnung bei geringen Spannungen. Durch die thermische Alterung wurden beide Primer aufgrund einer vorangeschrittenen Aushärtung deutlich spröder. Das temperaturabhängige viskoelastische Verhalten ist jedoch weiterhin in beiden Systemen messbar.



**Abb. 31:** Verlauf der Spannungs-Dehnungs-Diagramme für Loctite und Dualbond bei verschiedenen Temperaturen, Dehnraten und Aushärtungszustände

Die mit einem linearen Fit berechneten Elastizitätsmoduln der beiden Primer sind in Tab. 6 für die jeweiligen Temperatur und Temperaturzyklen aufgetragen.

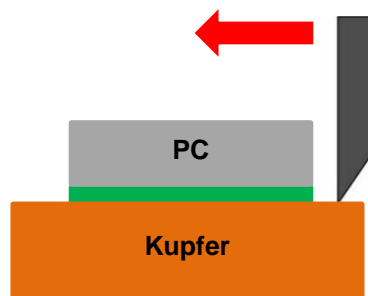


**Tab. 6:** E-Moduln der beiden Haftvermittler über die Temperaturen und die Dehnungsgeschwindigkeiten

Primer	Temperaturzyklen N -40 °C - 150 °C	Probe	Prüf- temperatur T in °C	Dehnungs- geschwindigkeit in s <sup>-1</sup>	E- Modul in MPa	E-Modul in MPa		
Loctite	0	1	23	0,002	14	10		
		2		0,003	7			
		3		0,004	9			
		4	0,002	0,21	0,23			
		5	0,003	0,18				
		6	0,004	0,325				
	100	1	23	0,002	170	142		
		2		0,004	115			
		3		0,002	1,3			
		4	0,004	1,4	1,35			
		1	23	0,002			1185	1.105
		2		0,003			1049	
3	0,004	1083						
Dualbond	0	4	60	0,002	91	93		
		5		0,003	82			
		6		0,004	105			
		7	0,002	77	87			
		8	0,003	99				
		9	0,004	85				
	100	1	23	0,002	9234	7.810		
		2		0,003	7320			
		3		0,004	6884			
		4	0,002	137	122			
		5	0,003	110				
		6	0,004	119				
7		0,002	103	97				
8		0,003	99					
9		0,004	87					

#### 4.3.7 Mechanischen Eigenschaften (Scherfestigkeit)

Die Scherfestigkeit wurde mit Hilfe von Scherversuchen (Gerät: Multifunktionsstester Dage 4000, Nordson) ermittelt. Polycarbonat-Würfel wurden mit Haftvermittler auf Kupfersubstrate geklebt und bei unterschiedlichen Temperaturen im Scherversuch charakterisiert. Das Prinzip des Scherversuchs ist schematisch in Abb. 32 dargestellt.

**Abb. 32:** Prinzip des Scherversuchs zur Bestimmung der Scherfestigkeit

Anhand der gemessenen Kraft  $F$  und der Kontaktfläche  $A$  lässt sich die Scherfestigkeit  $\tau$  des Haftvermittlers bestimmen.

$$\tau = \frac{F}{A} \quad 2$$

Die Scherfestigkeit gibt einen Hinweis auf die Stärke der Anbindung des Haftvermittlers. Die gemessenen Scherfestigkeiten der beiden Haftvermittlern sind in Abb. 33 dargestellt. Beide zeigen eine konstante Abnahme mit steigender Temperatur. Dualbond weist erwartungsgemäß eine bessere Scherfestigkeit im Vergleich zum Loctite auf, was auf eine höhere Anzahl an Vernetzungspunkten bei Dualbond zurückgeführt werden kann.

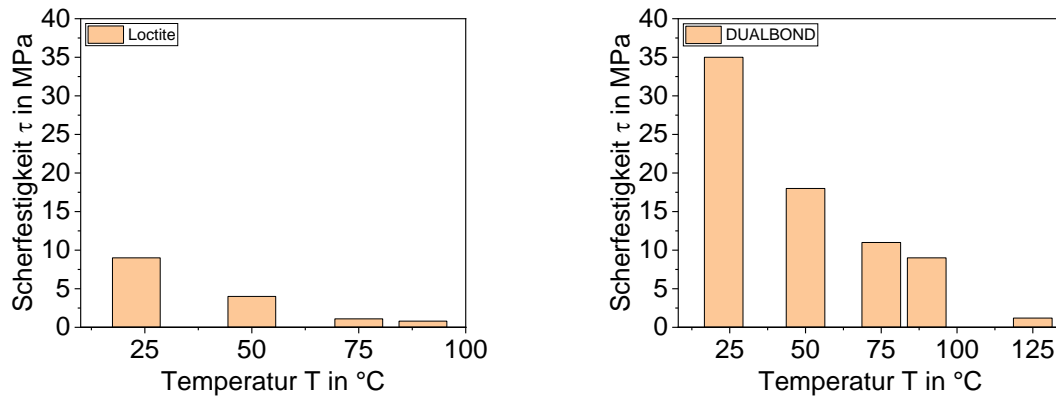


Abb. 33: Scherfestigkeiten der beiden Haftvermittler bei unterschiedlichen Temperaturen

#### 4.3.8 Messung der Haftfestigkeit (Stirnflächenabzugsversuch)

Zur Messung der Haftfestigkeit der Haftvermittler auf metall- und thermoplastischen Oberfläche wurde ein Stirnabzugsversuch an der Universalprüfmaschine Zwick Z010 konzipiert. Als Stirnflächen wurden plangedrehte Edelstahl- und PA6-Schrauben mit einem Kopfdurchmesser von 10 mm verwendet. Die rückseitigen Gewinde dienen zur Einspannung in der Prüfmaschine. Um Scherkräfte im uniaxialen Zugversuch zu minimieren ist die obere Einspannung, wie in Abb. 34 dargestellt, mit einem Kardangelenk ausgeführt. Der Versuch wurde mit einer Vorspannkraft von 5 N und einer Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/min durchgeführt

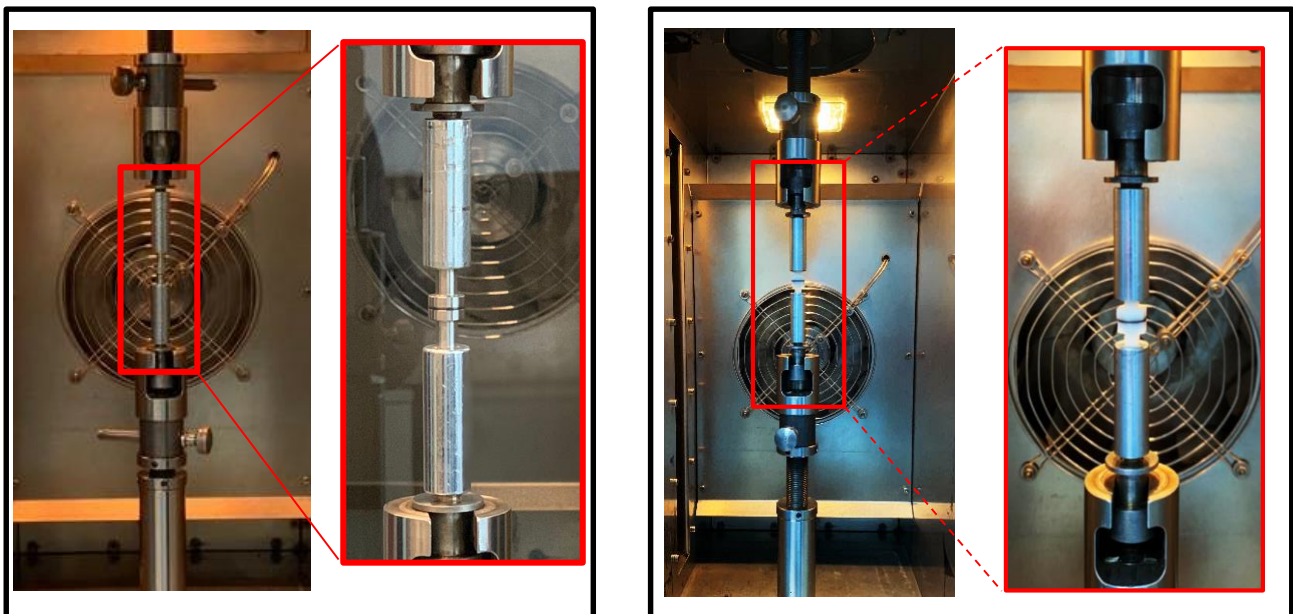
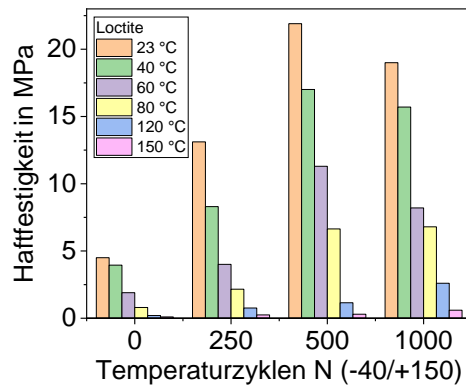


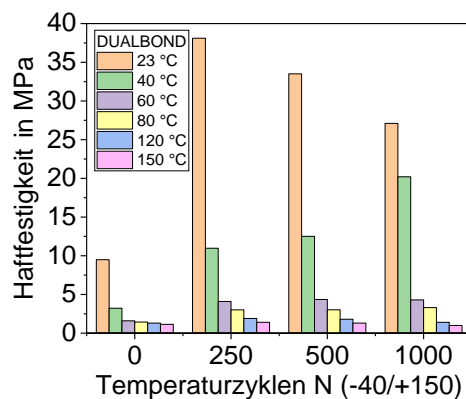
Abb. 34: Messaufbau für den Stirnflächenabzugsversuch mit Metallschrauben (links) und mit PA6-Schrauben (rechts)

Die Stirnflächen der Schraubenpaare wurden mit einem Klebespalt von 80 – 100 µm gefügt. Vor der Prüfung wurden die Proben zunächst unter UV-Licht und anschließend für 30 min bei 80 °C (Dualbond) bzw. 120 °C (Loctite) im Ofen ausgehärtet, um eine maximale Festigkeit zu erreichen. Der Probenumfang betrug fünf Proben je Temperatur und Auslagerungsprofil. Abb. 35 und Abb. 36 zeigen die gemessenen Haftfestigkeit der

Metall-Metall-Paarung für beide Haftvermittler, vor und nach verschiedenen Temperaturzyklen, bei unterschiedlichen Prüftemperaturen. Die maximalen Zugkräfte steigen mit zunehmender thermischer Auslagerung wegen einer voranschreitenden Aushärtung der Haftvermittlersysteme. Bei niedrigen Prüftemperaturen versagen beide Systeme kohäsiv, während Dualbond sowohl vor als auch nach einer thermischen Alterung höhere Maximalkräfte als Loctite aufweist. Analog zur Scherfestigkeit lässt sich die höhere Festigkeit von Dualbond durch eine höhere Anzahl an Vernetzungspunkten pro Volumen im ausgehärteten Zustand erklären. Bei hohen Temperaturen hingegen weist Loctite eine bessere Haftfestigkeit auf, da es bei Dualbond zu einem adhäsivem Versagen kommt, während Loctite unabhängig von der Prüftemperatur kohäsiv versagt.



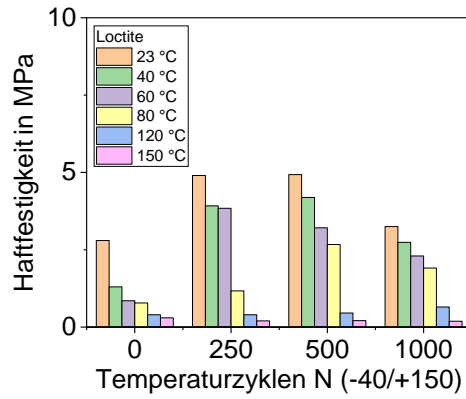
**Abb. 35:** Ergebnisse der Stirnflächenabzugsversuche an Loctite mit Metallschrauben vor und nach thermischen Zyklen bei unterschiedlichen prüftemperaturen



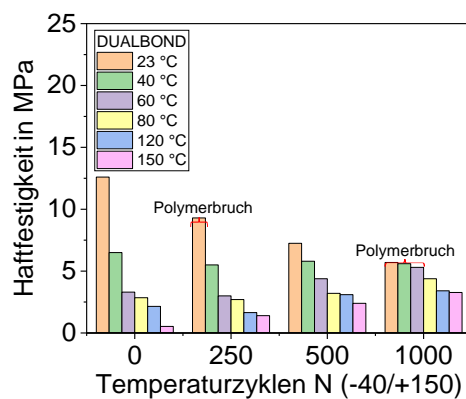
**Abb. 36:** Ergebnisse der Stirnflächenabzugsversuche an Dualbond mit Metallschrauben vor und nach thermischen Zyklen bei unterschiedlichen Prüftemperaturen

Abb. 37 and Abb. 38 zeigen die gemessenen mit PA6-PA6-Paarung für beide Haftvermittler, vor und nach thermischer Auslagerung, bei unterschiedlichen Temperaturen. Die maximalen Zugkräfte von Loctite steigen zunächst mit längerer thermischer Auslagerung, nehmen jedoch nach 1000 Temperaturzyklen wieder ab. Die Haftfestigkeit von Dualbond steigt hingegen stetig.

Dualbond ist laut Hersteller optimiert für das Verkleben von Kunststoff-Kunststoff Paarungen. Es weist selbst bei hohen Prüftemperaturen, aufgrund hochgradiger Nachvernetzung nach 1000 Temperaturschockzyklen, hohe Haftfestigkeiten auf.



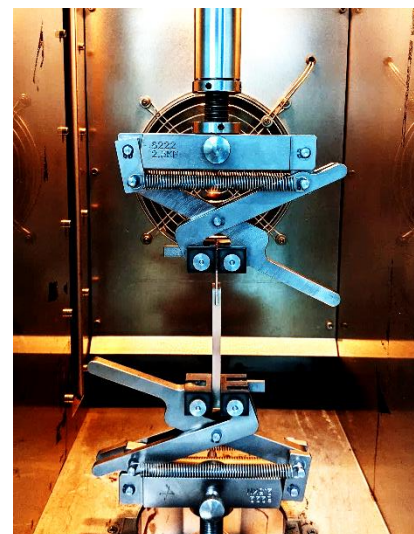
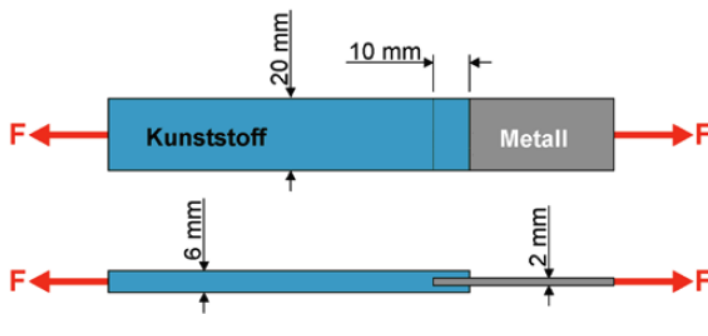
**Abb. 37:** Ergebnisse der Stirnflächenabzugsversuche mit PA6-Schrauben an Loctite vor und nach thermischen Zyklen bei unterschiedlichen Prüftemperaturen



**Abb. 38:** Ergebnisse der Stirnflächenabzugsversuche mit PA6 Schrauben an Dualbond vor und nach thermischen Zyklen bei unterschiedlichen Temperaturen

#### 4.3.9 Grenzflächencharakterisierung mit einem Scherzugversuch

Für eine Charakterisierung der Haftfestigkeit im Scherzugversuch wurden Verbundproben aus PA66GF35 A3EG7 und umspritzten Kupferstreifen (CuFe2P) unter industrienahen Bedingungen hergestellt und an einer Universalprüfmaschine Zwick Z010 geprüft. Abb. 39 zeigt eine Skizze der Verbundproben (links) und die Probenaufnahme für den Scherzugversuch (rechts).



**Abb. 39:** Skizze der umspritzten Kupferstreifen (links); Probenaufnahme für den Scherzugversuch in einer Zwick-Universalprüfmaschine

Die Kupferstreifen wurden elektrochemisch entfettet und mit Lösemittel (Aceton und Isopropanol) im Ultraschallbad gereinigt. Die Verbundflächen wurden mit den Haftvermittlern (Schichtdicke  $\approx 150 \mu\text{m}$ ) mittels Dosierautomat (Dispense Master DD-500) beschichtet. Die beschichteten Proben wurden anschließend bei  $290 \text{ }^\circ\text{C}$  Schmelzetemperatur umspritzt. In

Tab. 7 sind die Haftfestigkeiten der Verbundproben für beide Haftvermittlersysteme bei unterschiedlichen Prüftemperaturen über den Temperaturzyklen aufgetragen.

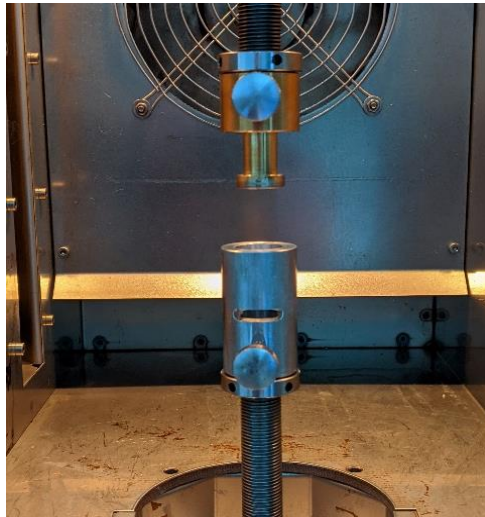
**Tab. 7:** Haftfestigkeiten in der Zugscherprüfung für die Verbundproben nach 0 bis 1000 Temperaturzyklen bei unterschiedlichen Prüftemperaturen für beide Haftvermittler

Loctite							
Zyklenzahl N	Prüftemperatur in $^\circ\text{C}$						
	-40	0	23	60	90	120	150
0	6,05 MPa	7,15 MPa	4,24 MPa	0,66 MPa	0,44 MPa	0,12 MPa	0,10 MPa
250	1,06 MPa	1,91 MPa	1,33 MPa	0,30 MPa	0,40 MPa	0,17 MPa	0,081 MPa
500	0,66 MPa	0,49 MPa	0,57 MPa	0,42 MPa	0,30 MPa	0,12 MPa	0,09 MPa
1000	0,54 MPa	0,40 MPa	0,81 MPa	0,30 MPa	0,32 MPa	0,10 MPa	0,08 MPa
Dualbond							
Zyklenzahl N	Temperatur in $^\circ\text{C}$						
	-40	0	23	60	90	120	150
0	2,48 MPa	5,60 MPa	1,3 MPa	0,46 MPa	0,31 MPa	0,34 MPa	0,25 MPa
250	0,35 MPa	2,06 MPa	0,76 MPa	0,68 MPa	0,44 MPa	0,27 MPa	0,12 MPa
500	0,35 MPa	1,96 MPa	0,41 MPa	0,32 MPa	0,34 MPa	0,14 MPa	0,11 MPa
1000	0,34 MPa	0,43 MPa	0,37 MPa	0,29 MPa	0,17 MPa	0,09 MPa	0,08 MPa

Die Haftfestigkeit beider Systeme nimmt mit steigender Anzahl an Temperaturzyklen deutlich ab. Die Höchste Haftfestigkeit wird bei  $0 \text{ }^\circ\text{C}$  Prüftemperatur vor den Temperaturzyklen gemessen. Nach 500 Zyklen ist für Loctite und nach 250 Zyklen für Dualbond ein leichter Anstieg der Haftfestigkeit bei hohen Prüftemperaturen zu verzeichnen. Die temporäre Zunahme kann in einem Aufschumpfen des Kunststoffes auf den Einleger sowie einer Verfestigung des Kunststoffes durch thermische Alterung begründet liegen. Dieser leichte Anstieg könnte auch auf die thermische Nachhärtung zurückzuführen.

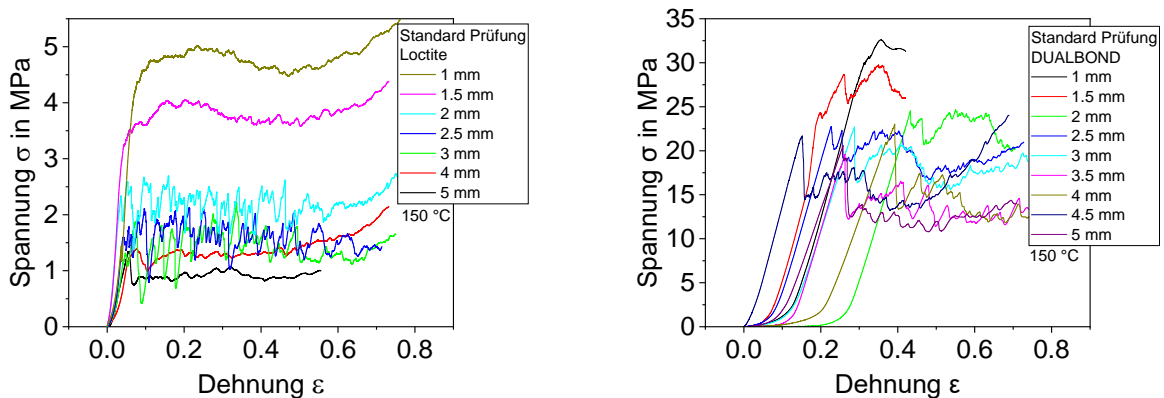
#### 4.3.10 Bestimmung der Fließfähigkeit von den beiden Haftvermittlern

Die Fließfähigkeit der Haftvermittler wurde in einem Zylinder-Stempel-Druckversuch bestimmt. Die Aluminiumzylinder (20 mm) dienen als Matrize und sind jeweils mit einem Loch unterschiedlicher Durchmesser (1; 1,5, 2; 2,5, 3, 4, und 5 mm) ausgeführt. Zylindrische Proben der Haftvermittler wurden unter UV-Licht und anschließend thermisch komplett ausgehärtet. Zylinder und Stempel wurden nach Einlegen der Probe in eine Universalprüfmaschine gegeneinander verfahren. Der Prüfaufbau ist in Abb. 40 zugegeben.



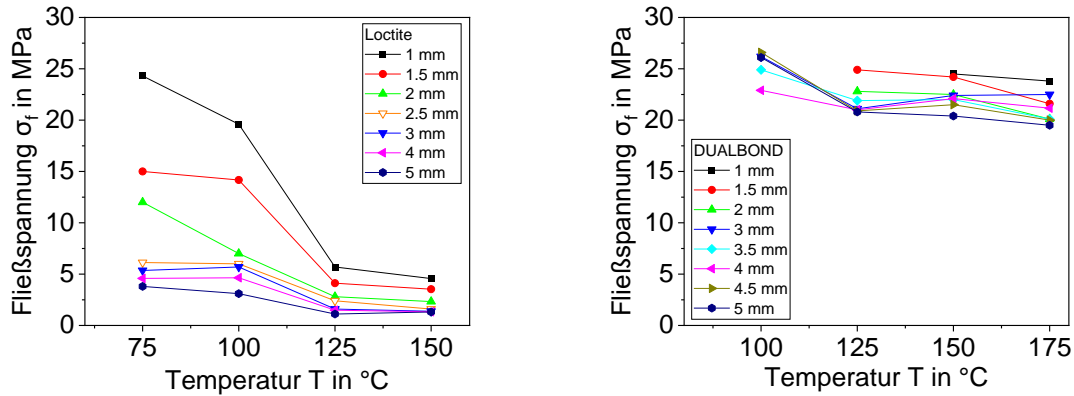
**Abb. 40:** *Installierung der Kolben und des Stempels in der Materialprüfmaschine*

Die Versuche wurden bei Temperaturen 50, 75, 100, 125, und 150 °C und den Verfahrensgeschwindigkeiten 100, 200, 300, und 400  $\mu\text{m}/\text{min}$  durchgeführt. Zusätzlich wurden die Versuche mit einer PA66-Platte (2.5 mm Lochdurchmesser) durchgeführt, die unter der Haftvermittler-Probe platziert wurde. Die mechanische Spannung wurde, bezogen auf die Querschnittsfläche der zylindrischen Probe, berechnet. Wobei lässt sich die Dehnung durch die relative Dickenänderung der zylindrischen Probe berechnen. Die Spannungs-Dehnungs-Kurven von Loctite und Dualbond sind in Abb. 41 für unterschiedlichen Bohrungsdurchmessern bei 150 °C zu sehen. Die gemessenen Axialkräfte wachsen für beide Haftvermittler in Folge elastischer Verformungen zunächst linear an. Sobald der Haftvermittler durch die eingebrachte Bohrung zu fließen beginnt, geht die monoton steigende Spannungskurve in ein Plateau über.



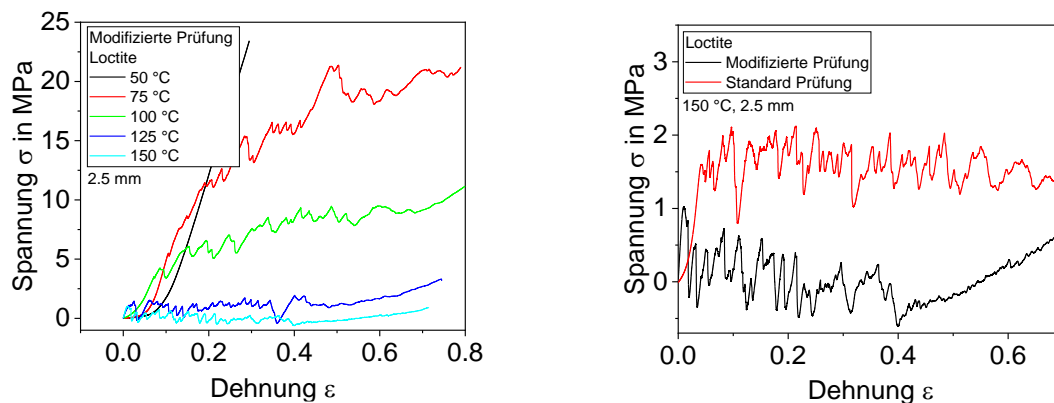
**Abb. 41:** *Kraft-Weg Verläufe von Loctite und Dualbond bei 150 °C und unterschiedlichen Stempel-Durchmesser*

Die ermittelten Fließspannungen beider Haftvermittler sind in der Abb. 42 über der Prüftemperatur aufgetragen. Die maximale Fließspannung sinkt erwartungsgemäß mit größerem Bohrungsdurchmesser und progressiv mit zunehmender Prüftemperatur.



**Abb. 42:** Temperaturabhängigkeit der Fließspannungen von Loctite und Dualbond im Zylinder-Stempel-Druckversuch

Der Einfluss der Reibungskräfte auf die gemessenen Fließspannungen wurde anhand von modifizierten Prüfungen mit einer PA66-Platte untersucht. In der Abb. 43, links sind die Spannungs-Dehnungs-Kurven von Loctite für verschiedene Temperaturen dargestellt. Rechts sind die Ergebnisse der modifizierten Prüfung (PA66) der Standardprüfung (Aluminium) bei 150 °C Prüftemperatur gegenübergestellt. Bei niedrigen Temperaturen zeigt Loctite niedrigere Spannungswerte in der Prüfung mit Aluminium. Bei 100 °C ist kaum ein Unterschied zwischen den Spannungswerten der Prüfmethode zu erkennen. Bei höheren Prüftemperaturen hingegen sinken die Spannungswerte der PA66-Prüfung deutlich gegenüber der Aluminium-Prüfung. Mit steigender Temperatur nimmt die Adhäsionsneigung von Loctite auf Aluminium stärker zu als auf PA66, was sich in einer gesteigerten Fließspannung der Aluminium-Prüfung äußert.

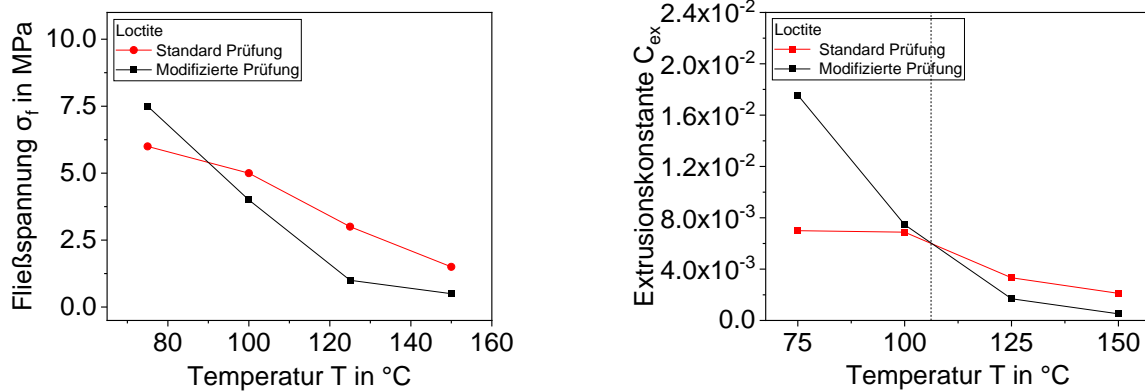


**Abb. 43:** Kraft-Weg-Verläufe von Loctite bei der modifizierten Prüfung im Zylinder-Stempel-Druckversuch (links); Kraft-Weg-Verläufe von Loctite bei der Standard- und der modifizierten Prüfung

Die Fließspannungen beider Prüfmethode (Aluminium/PA66) sind in Abb. 44 links für Loctite über der Temperatur dargestellt. Um die Unterschiede zwischen den Prüfmethode besser zu quantifizieren, wurden die Extrusionskonstanten berechnet und in Abb. 44, rechts über der Temperatur aufgetragen [45]:

$$\sigma_f = C_{ex} \cdot D_C \cdot \ln(D_C/D_E) \quad 3$$

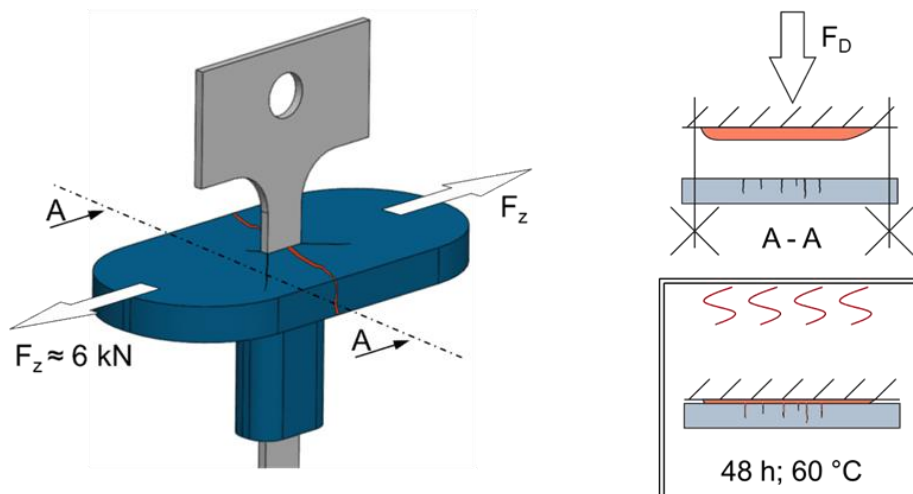
Wobei  $D_C$  die Querschnittsfläche der Primerprobe,  $D_E$  den Stempeldurchmesser und  $C_{ex}$  die Extrusionskonstante darstellt.



**Abb. 44:** Zusammenhang zwischen Fließspannung und Temperatur für Loctite bei der Standard- und Modifizierten Prüfung (links); Zusammenhang zwischen den gemessenen Extrusionskonstanten und Temperatur für Loctite bei Standard- und modifizierter Prüfung (rechts)

#### 4.3.11 Eindringverhalten der Haftvermittler in definierte Kapillaren

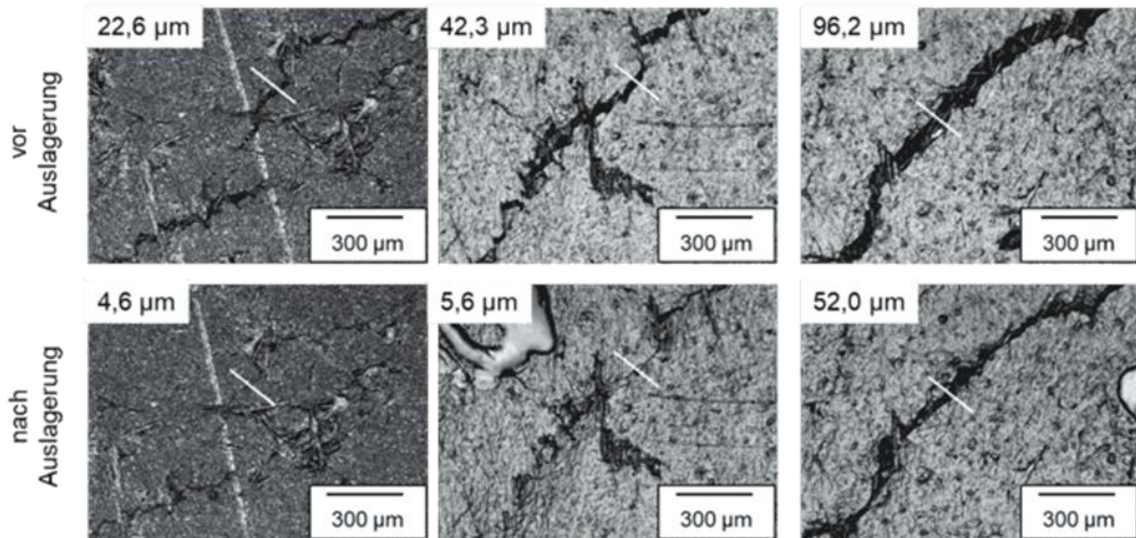
Eine gezielte, mechanische Einbringung von Mikrorissen in die Polymermatrix, im Bereich der aufgetragenen Haftvermittlerschicht ist nicht trivial und zuverlässig möglich. Daher wurden für eine erste Bewertung einer potentiellen Rissfüllung durch den verwendeten, hochviskosen Haftvermittler gezielt Risse in die Polymeroberfläche der Probekörper eingebracht. Hierfür wurden Probekörper axial mittels Universalprüfmaschine vom Typ 1484 (ZwickRoell GmbH & Co. KG, Ulm) belastet und geschädigt. Bei etwa 6000 kN kommt es zu einem Versagen der fertigungsbedingten Bindaht. Ebenfalls kommt es, ausgehend von den Kanten der Einleger zu einer Rissbildung in radialer Richtung. Ein vergleichbarer Zugversuch ohne Metalleinleger führt lediglich zum Bruch der Probekörper. Auf die mit Rissen versehenen Probekörper wurden anschließend Kupferplatten, beschichtet mit Haftvermittler (Loctite) unterschiedlicher UV-Vernetzungsgrade (0 s, 3 s, 6 s, 8 s, 10 s, 12 s), unter definiertem Anpressdruck (2 MPa) fixiert und die Proben für 48 h bei 60 °C, ausgelagert.



**Abb. 45:** Schematische Darstellung der Risseinbringung und Haftvermittler-Rissmigrationsversuche

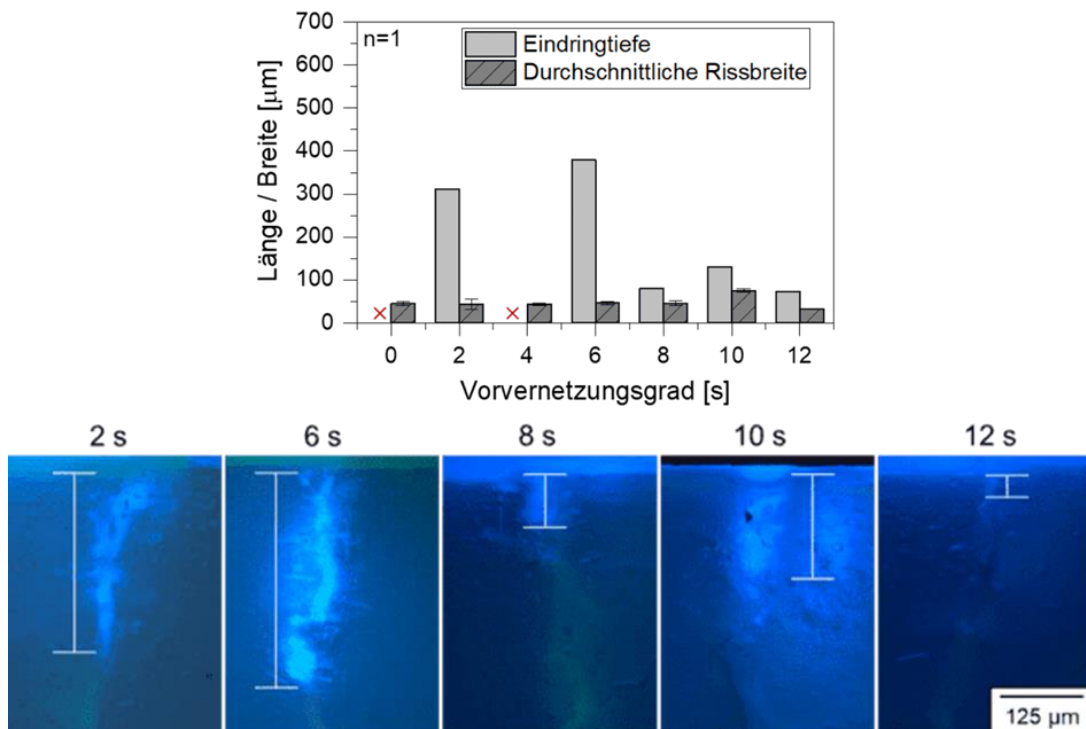
Die eingebrachten Risse wurden vor der Beaufschlagung mit Haftvermittler im konfokalen 3D Laserscanning-Mikroskop, VK-X1000 (Keyence Corporation, Osaka, Japan) charakterisiert. In Abb. 46 sind Risse unterschiedlicher Ausgangsbreite, vor und nach einer Auslagerung dargestellt. Eine Verjüngung der Risse an der Probenoberfläche von 70 %  $\pm$  20 % nach der thermischen Auslagerung wird auf die thermische Relaxation eingebrachter Zugspannungen bei der Risserzeugung zurückgeführt.





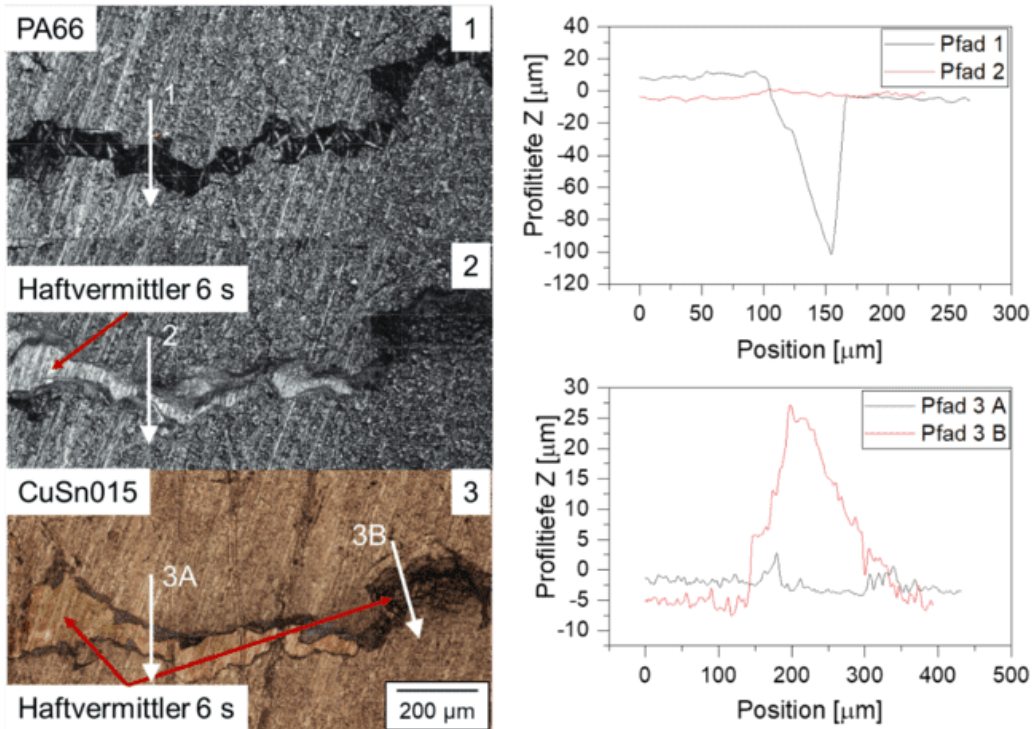
**Abb. 46:** Relaxation und Reduktion der Rissbreite nach thermischer Auslagerung (48 h, 60 °C) für drei Beispielhafte Risse

Für die Bestimmung der Eindringtiefe des Haftvermittlers in Abhängigkeit des Vorvernetzungsgrads wurden Anschliffe der in Epoxidharz eingebetteten Proben angefertigt und im Fluoreszenz-Auflichtmikroskop, Axiophot (Carl Zeiss AG, Oberkochen) untersucht. In Abb. 47 sind die optisch gemessenen Eindringtiefen des Haftvermittlers unterschiedlicher Vorvernetzungsgrade, die gemittelten Breiten der jeweiligen Risse in der Schliffebene, gemittelt über 10 Messpunkte sowie die zugehörigen optischen Aufnahmen dargestellt. Für den Vorvernetzungsgrad von 0 s und 4 s konnten aufgrund einer Delamination bei der Präparation keine Aufnahmen der Schnittebenen erstellt werden. Die Eindringtiefe ergibt sich aus der Superposition von Kapillar- und Anpresskräften, wobei mit steigender Viskosität eine reduzierte Eindringtiefe erwartet wird. Die größten Eindringtiefen liegen für die niedrigeren Vorvernetzungsgrade von 2 s und 6 s zwischen etwa 300 µm und 400 µm. Für 8 s, 10 s und 12 s ist die Eindringtiefe im Bereich von 80 µm bis 120 µm, bei etwa gleicher Spaltbreite, deutlich niedriger.



**Abb. 47:** Eindringverhalten des Haftvermittlers in Risse (zwischen 40 µm - 70 µm) in Abhängigkeit der Vorvernetzungsdauer

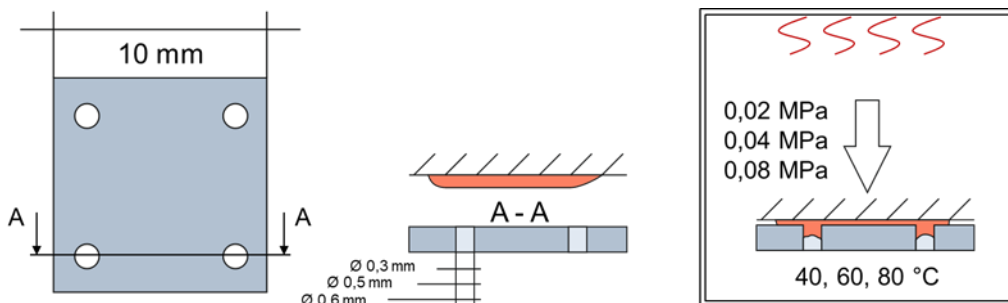
In Abb. 48 sind LSM Aufnahmen einer delaminierten Probe mit Haftvermittler (6 Sekunden Vorvernetzung) vor dem Einbetten sowie die gemessenen Oberflächenprofile an markierter Stelle dargestellt. In Teilbild 48-2 zeigt sich, dass nur partiell Haftvermittler im Riss verbleibt. Das Negativ des Profilverlaufs ist auf dem Kupfersubstrat mit Haftvermittler erkennbar. Dies lässt vermuten, dass keine starke Adhäsion zwischen Haftvermittler und Kunststoff bei der gewählten Auslagerungstemperatur von 60 °C entsteht.



**Abb. 48:** Haftvermittler Rückstände nach Delamination des Kunststoffs und Kupfersubstrats

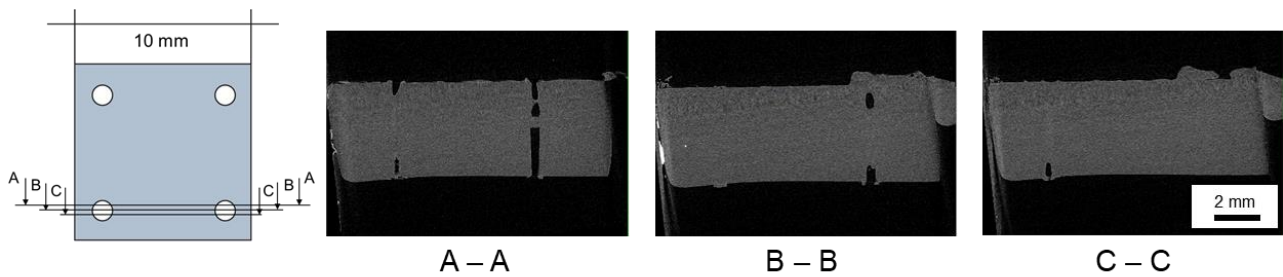
#### 4.3.12 Eindringverhalten des Haftvermittlers in definierte Kapillaren

Aufbauend auf den Versuchen zur Migration des Haftvermittlers in oberflächennah induzierte Risse wurde das Eindringverhalten in definierte Kapillaren untersucht. Aus spritzgegossenen A3K Platten mit 4 mm Dicke wurden 1 cm<sup>2</sup> Plättchen gesägt und jeweils vier Durchgangsbohrungen unterschiedlicher Durchmesser (0,3; 0,5; 0,6 mm) eingebracht. Ein mit Haftvermittler beschichtetes Substrat (Belichtungszeit 6 s) wurde ohne und mit unterschiedlichem Anpressdruck (Gewichtskraft) auf die Probekörper platziert und bei verschiedenen Temperaturen (40; 60; 80 °C) für 24 h ausgelagert, wie in folgender Skizze schematisch dargestellt.



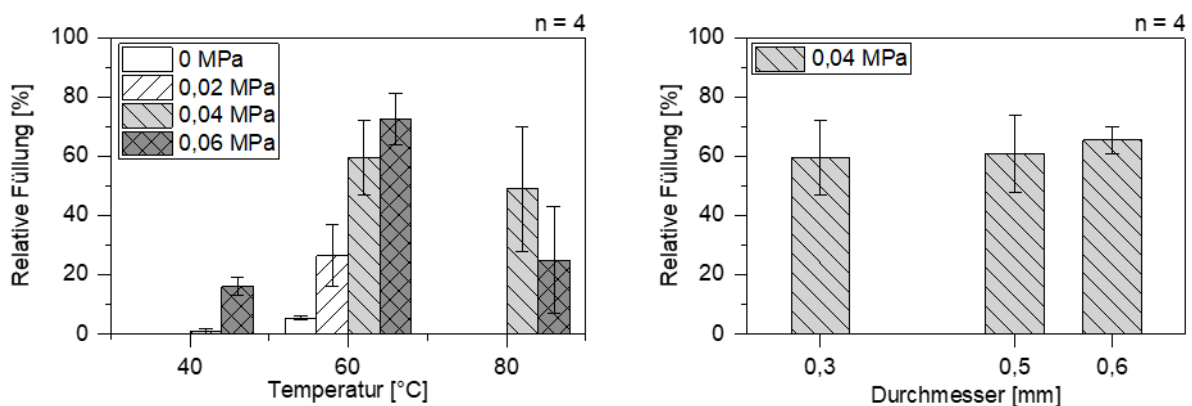
**Abb. 49:** Schematische Darstellung des Untersuchungsablaufs zur Bestimmung der Eindringtiefe des restviskosen Haftvermittlers in definierte Kapillaren

Nach Entfernen des Substrats mit einem Skalpell wurde die Eindringtiefe mittels CT-Analyse untersucht. Die Eindringtiefe ist in Abb. 50 exemplarisch an einer Probe in drei Schnittebenen dargestellt.



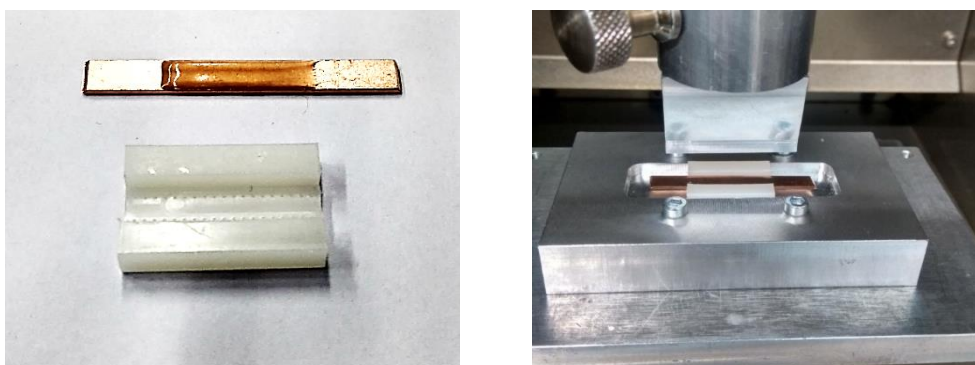
**Abb. 50:** Eindringtiefe des Haftvermittlers in definierte Durchgangsbohrungen

Abb. 51 sind die gemessenen Eindringtiefen in Abhängigkeit der Temperatur, des Anpressdrucks und des Durchmessers dargestellt. Bei 60 °C kann ein Anstieg des Füllgrades mit steigendem Druck beobachtet werden. Durch ein Herabsenken der Temperatur von 60 °C auf 40 °C kann für die geprüften Drücke eine Reduktion im Füllgrad beobachtet werden.



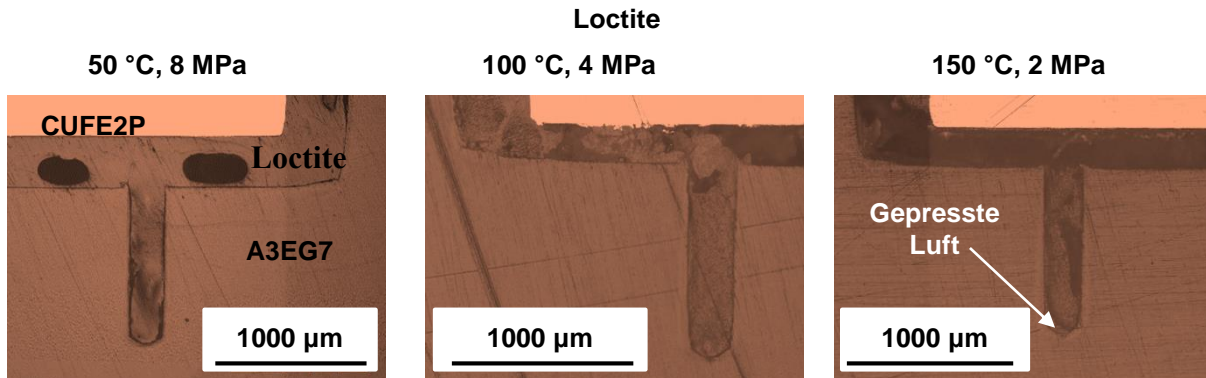
**Abb. 51:** Die gemessenen Eindringtiefen in Abhängigkeit der Temperatur

In einem ähnlichen Aufbau zur Charakterisierung des Eindringverhaltens der Haftvermittler in definierte Kapillaren wurden aus 4 mm dicken, spritzgegossenen A3EG7 Platten, Proben in eine 2 cm<sup>2</sup> große und definierte Form gesägt (Abb. 52, links). In die Plättchen wurden jeweils 20 Sackbohrungen mit einem Durchmesser von 0,3 mm und einer Tiefe von 3 mm eingebracht. Ein mit Haftvermittler beschichtetes Substrat (vollständig ausgehärtet) wurde mit unterschiedlichem Anpressdruck mithilfe einer Vorrichtung, angeschlossen an eine ZWICK Universalprüfmaschine (Abb. 52, rechts), auf die Probekörper platziert und bei verschiedenen Temperaturen (50, 100, 150 °C) für 30 Minuten ausgelagert. Die angelegten Anpressdrücke betragen in Abhängigkeit der Temperatur 8, 4 und 2 MPa für Loctite und 25, 15, 5 MPa für Dualbond und basieren auf den Kolben-Druckversuchen.



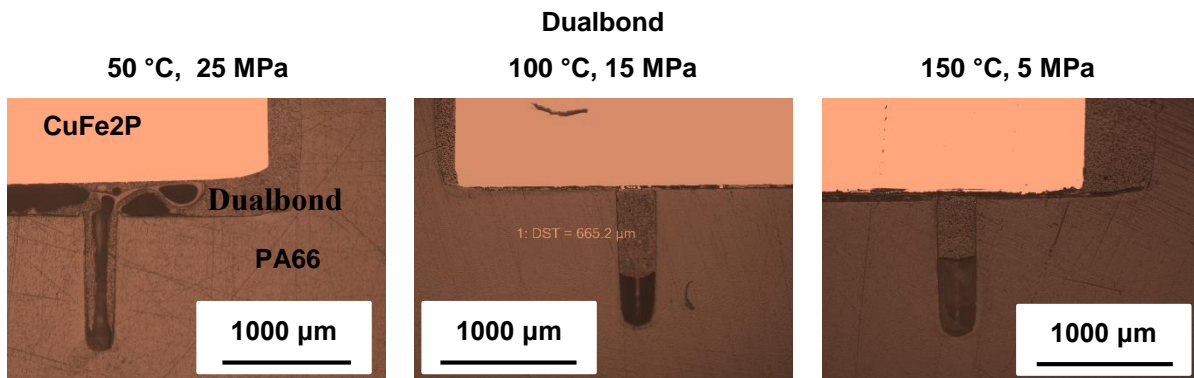
**Abb. 52:** Links oben; Das mit Haftvermittler beschichtete Substrat, Links unten; PA66 Plättchen mit Bohrungen, Rechts; Pressensystem zum Drucken des beschichteten Substrats auf das PA66-Plättchen

Nach dem Pressen des beschichteten Substrats auf die Probekörper (Abb. 52) wurde der gesamte Aufbau auf Raumtemperatur abgekühlt und in Acrylharz eingebettet. Die Charakterisierung der Eindringtiefe des Haftvermittlers erfolgte optisch an Schlibfbildern durch die Bohrungsmitte. Beispielhafte Schlibfbilder von Loctite sind in Abb. 53 dargestellt. Für alle drei Prüftemperaturen ist eine Eindringtiefe von mehr als 95% zu erkennen. Der hohe Füllgrad lässt sich durch das viskoelastische Verhalten des Haftvermittlers unter ausreichender Spannung erklären. Eine vollständige Füllung der Sacklöcher wurde durch die in der Kapillare vorhandenen Luft verhindert.



**Abb. 53:** Querschliffe definierter Bohrungen zur Messung der Eindringtiefe des Loctite, in Abhängigkeit von Temperatur und Druck

Die Schlibfbilder von Dualbond bei gleichen Prüftemperaturen sind in Abb. 54 zusehen. Die Prüfung wurde mit höheren Spannungen im Vergleich zu Loctite durchgeführt, da Dualbond höhere Fließspannungswerte aufweist. Aufgrund einer höheren Vernetzung und somit eines elastischeren Verhaltens von Dualbond werden geringere Füllgrade als bei Loctite erreicht.



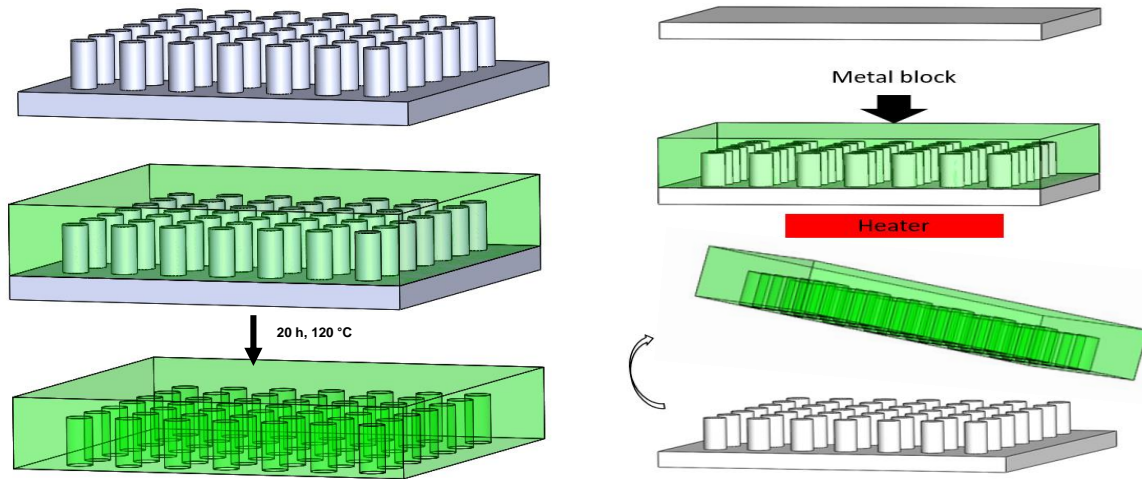
**Abb. 54:** Querschliffe definierter Bohrungen zur Messung der Eindringtiefe des Dualbonds, in Abhängigkeit von Temperatur und Druck

### 4.3.13 Bestimmung der Füllungsfähigkeit von den beiden Haftvermittlern

#### 4.3.13.1 Charakterisierung der Füllungsfähigkeit durch PDMS Schablonen

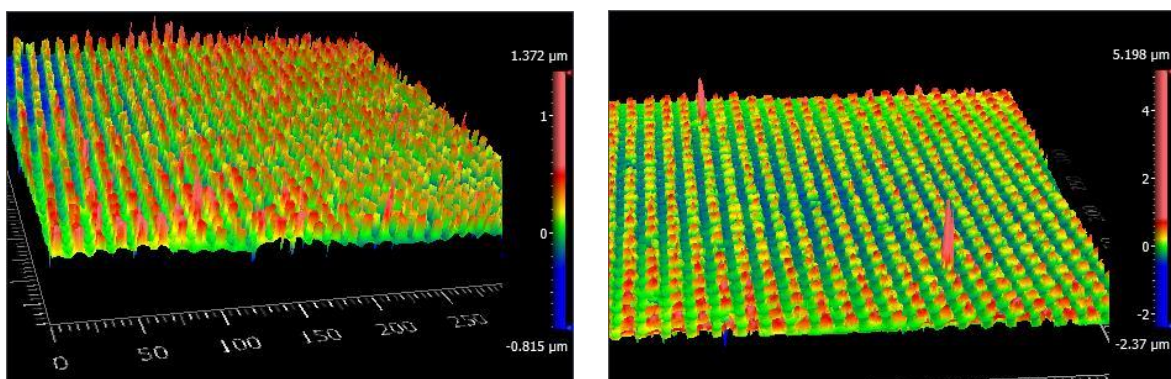
Zur Bestimmung der Fließfähigkeit der ausgewählten Haftvermittler in Mikrorisse, wurde Polydimethylsiloxan-Schablonen (PDMS) verwendet. Diese wurden durch negative Abformung eines geätzten Silizium-Wafers hergestellt. PDMS wurde hierbei aus einem Zweikomponentensystem, bestehend aus einem Prepolymer und einem Vernetzer mit Katalysator, gebildet. Das zu Beginn noch viskose Gemisch wird thermisch durch übergangsmetallkatalysierte Hydrosilylierung zu einem Elastomer ausgehärtet. Die als Negativ verwendeten Siliziumvorlagen wurden durch nasschemische Ätzprozesse unter Verwendung einer Photomaske bei

Reinraumbedingungen fabriziert. Da das Trennen der beiden Materialien Silizium und PDMS auf Grund der hohen Adhäsion erschwert ist, wurden die Silizium-Wafer vor dem Kontakt mit PDMS mit 1H,1H,2H,2H-Perfluorooctyltrichlorsilan bedampft. Diese Beschichtung senkt die Oberflächenspannung des Siliziums und somit auch die Adhäsion zwischen Silizium und PDMS. Hierdurch wird eine defektfreie Abformung der PDMS-Template ermöglicht (siehe Abb. 55).



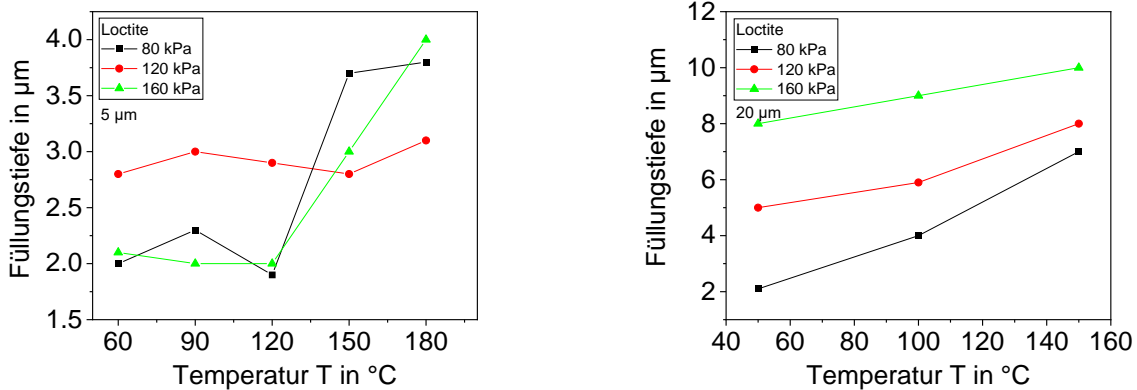
**Abb. 55:** links; Schematische Darstellung des Herstellungsprozesses von PDMS-Template durch Negativabformung eines mikrostrukturierten Silizium-Wafers, rechts; Füllungsprozess von PDMS-Template durch den ausgehärteten Primer

Um das Fließen des Primers zu charakterisieren wurden zunächst Streifen der zwei Primersysteme (Loctite und Dualbond) komplett ausgehärtet. Daraufhin wurde die vorgeheizte PDMS-Schablone auf die Streifen gedrückt und mit einem heißen Metallblock beschwert. Nach einer definierten Kontaktzeit (30 Minuten) wird die Heizquelle entfernt und das PDMS-Template, nach raschem Abkühlen auf Raumtemperatur, entfernt. In dem Versuchsprogramm wurden unterschiedliche Temperaturen (60, 90, 120, 150 und 180 °C) mit unterschiedlichen Druckwerten (80, 120, und 160 kPa) eingesetzt. Die PDMS-Schablonen weisen Löcher mit unterschiedlichen Durchmessern (5, 6, 7, 8, und 9  $\mu\text{m}$ ) und einer Tiefe von 14  $\mu\text{m}$  auf. Der Füllungsprozess wurde mittels Weißlichtinterferometrie untersucht und die Höhe der abgeformten Elemente auf dem Haftvermittlerstreifen bestimmt. Die Ergebnisse wurden mit den Soll-Geometrien der Siliziumwafer verglichen und ein Füllungsgrad bestimmt. Abb. 56 zeigt eine mit Weißlichtinterferometrie aufgenommene Oberfläche eines mit PDMS-Schablone strukturierten Haftvermittlers Loctite (Löcher mit 5  $\mu\text{m}$  Durchmesser, links: bei 90 °C unter 160 kPa, rechts: bei 150 °C unter 120 kPa).



**Abb. 56:** Weißlichtinterferometrie Aufnahmen strukturierter Loctite-Oberflächen mit 5  $\mu\text{m}$  PDMS-Template; links: bei 90 °C unter 160 kPa, rechts: bei 150 °C unter 120 kPa

In Abb. 57 ist die Fülltiefe über der Temperatur in Abhängigkeit des Drucks für unterschiedliche PDMS-Schablonen aufgetragen. Für Loctite ist eine Zunahme der Füllungstiefe mit steigender Temperatur sowie steigendem Druckes zu erkennen. Bei PDMS-Template mit Durchmesser 20 µm wird eine höhere Füllungstiefe erreicht als bei 5 µm.



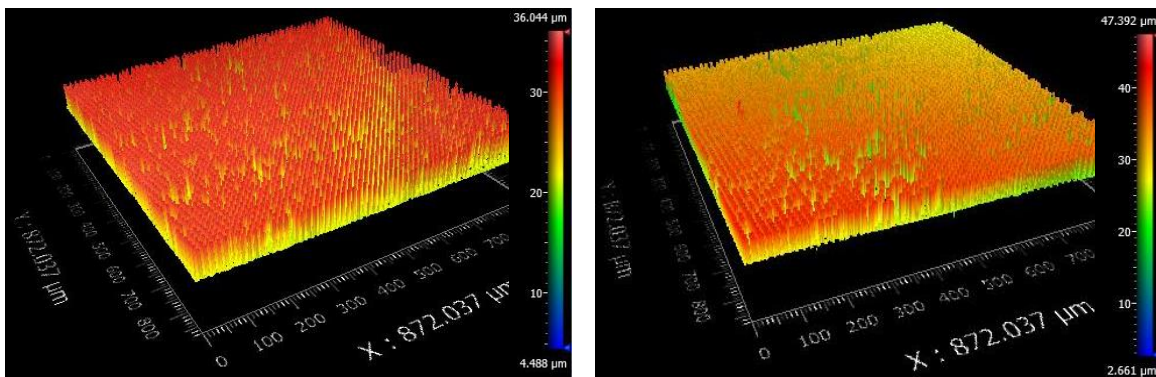
**Abb. 57:** Füllungstiefe von Loctite in Abhängigkeit von Druck und Temperatur mit unterschiedlichen PDMS-Template (Durchmesser 5 µm links und 20 µm rechts)

Die Dualbond-Streifen wurden analog zu Loctite mit PDMS-Schablonen mit unterschiedlichen Durchmessern (5, 10, 15, und 20 µm) charakterisiert. Die Proben wurden vor der Prüfung mit unterschiedlichen Vorhärtungszeiten (5, 10, 15, 20, 25 und 30 min) bei 75 °C thermisch ausgehärtet. Die bis 75 °C vorgeheizte PDMS-Schablone wurde mit 160 kPa für 30 Minuten auf die Proben gepresst. In Tab. 8 ist der Versuchsplan der Abformung von Dualbond gelistet.

**Tab. 8:** Arbeitsprogramm für Füllungscharakterisierung des Dualbonds durch die PDMS-Schablonen

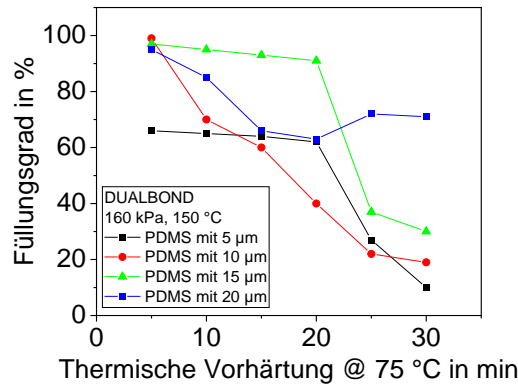
Vorhärtungszeit in min (75 °C)	PDMS-Schablonen Durchmesser in µm			
	5	10	15	20
5	D.t5.d5	D.t5.d10	D.t5.d15	D.t5.d20
10	D.t10.d5	D.t10.d10	D.t10.d15	D.t10.d20
15	D.t15.d5	D.t15.d10	D.t15.d15	D.t15.d20
20	D.t20.d5	D.t20.d10	D.t20.d15	D.t20.d20
25	D.t25.d5	D.t25.d10	D.t25.d15	D.t25.d20
30	D.t30.d5	D.t30.d10	D.t30.d15	D.t30.d20

Abb. 58 zeigt eine Weißlichtinterferometrie-Aufnahmen strukturierter Dualbond-Oberflächen mit der PDMS-Schablone (links: Probe mit 10 Minuten Vorhärtungszeit, mit 5 µm PDMS-Template bei 75 °C und 160 kPa, rechts: Probe mit 5 Minuten Vorhärtungszeit, mit 10 µm PDMS-Template bei 75 °C und 160 kPa).



**Abb. 58:** Weißlichtinterferometrie-Aufnahmen strukturierter Dualbond-Oberflächen

In Abb. 59 ist der Füllungsgrad über der thermischen Vorhärungszeit für unterschiedliche Porendurchmesser der PDMS-Schablonen aufgetragen. Der Füllungsgrad sinkt mit zunehmender Vorhärungszeit, was auf eine reduzierte Fließfähigkeit von Dualbond durch zunehmende Vernetzungspunkte zurückzuführen ist. Wie auch bei Loctite, kann ein höherer Füllungsgrad mit zunehmendem Porendurchmesser erreicht werden.

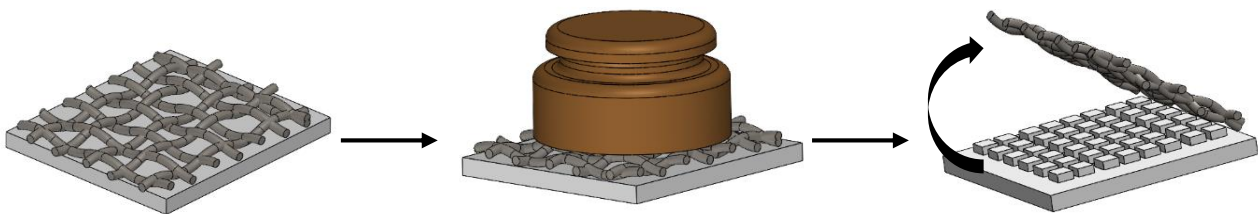


**Abb. 59:** Darstellung des Füllungsgrads in der Abhängigkeit zu der thermischen Vorhärtung mit unterschiedlichen PDMS-Templates (5, 10, 15, und 20 µm)

Eine komplette Füllung der Poren konnte von den beiden Haftvermittlern nicht nachgewiesen werden. Dies konnte auf vorhandene Luft in Poren zurückgeführt werden. Die Luft kann im oberen Teil komprimiert werden und somit das vollständige Füllen der Poren verhindern. Es konnte auch sein, dass der Primer an den Wänden der Poren haftet und bei dem Abformungsprozess abreißt. Ausschlaggebend, dass Loctite in ausgehärtetem Zustand kann fließen aber Dualbond nicht, zumindest bei 0,16 MPa.

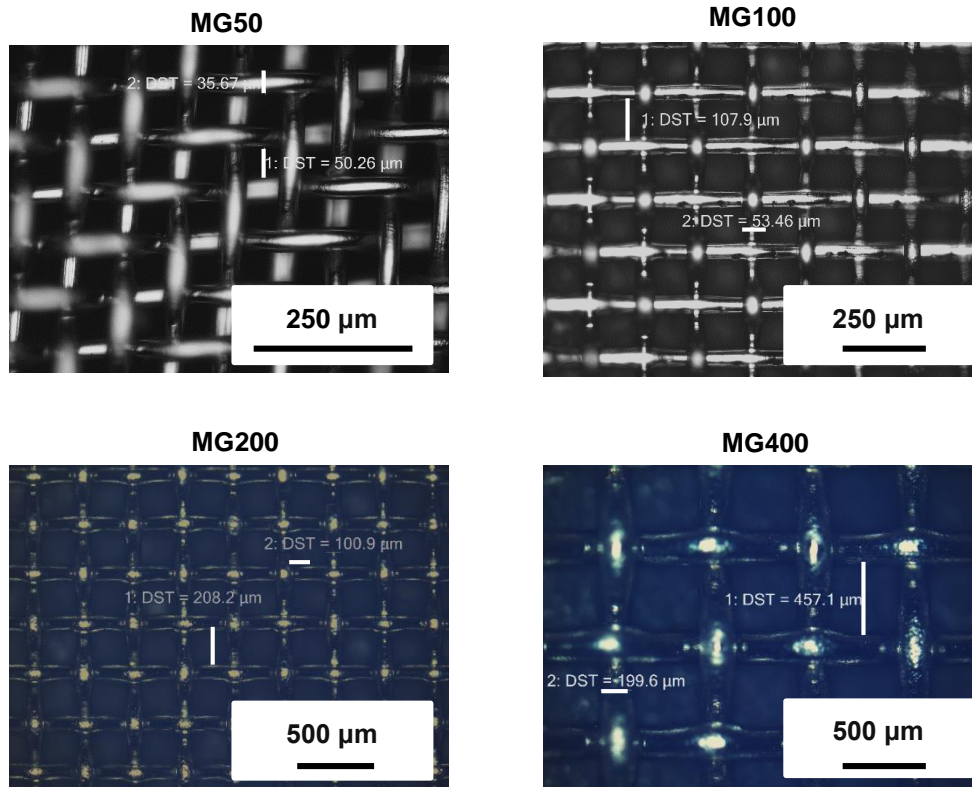
#### 4.3.13.2 Charakterisierung der Füllungsfähigkeit an Metallgittern

Die Füllungsfähigkeit wurde zusätzlich mit kommerziell erhältlichen Metallgittern unterschiedlicher Maschenweite charakterisiert. Hierfür wurden Streifen des Haftvermittlers hergestellt und in unterschiedlichem Maße, bis vollständig ausgehärtet. Die Metallgitter wurden anschließend auf die Streifen gedrückt und mit einem heißen Metallblock beschwert. Nach einer definierten Kontaktzeit (30 Minuten) wurde die Heizquelle entfernt und das Metallgitter, nach raschem Abkühlen auf Raumtemperatur, entfernt (Abb. 60). Die Strukturierung durch die Gitter wurde anschließend mittels Weißlichtinterferometrie untersucht.



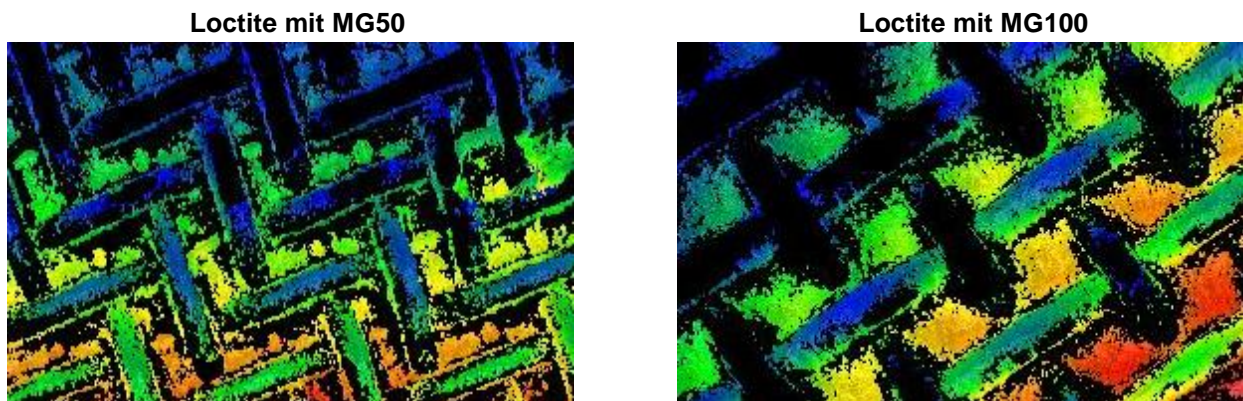
**Abb. 60:** Schematische Darstellung des Strukturierungsprozesses von mikrostrukturierten Polymeroberflächen mit einem Metallgitter

Die Strukturierung erfolgte bei den Temperaturen 50, 100, und 150 °C mit unterschiedlichen Maschenweiten (50, 100, 200, und 400 µm) bei einem Druck von 160 kPa. Die Bezeichnung der verwendeten Parameter setzt sich im Folgenden aus der Abkürzung des Metallgitters (MG) sowie der Maschenweite in Mikrometer zusammen (z.B. MG50 = Maschenweite 50 µm). Mikroskopische Aufnahmen der Metallgitter sind in Abb. 61 dargestellt.



**Abb. 61:** Mikroskopische Aufnahmen der zur Strukturierung verwendeten Edelstahlgitter mit den Maschenweiten: 50 µm (MG50), 100 µm (MG100), 200 µm (MG200) und 400 µm (MG400)

Abb. 62 zeigt Weißlichtinterferometrie-Aufnahmen der mit unterschiedlichen Metallgittern bei 150 °C strukturierten Loctite-Oberflächen. In allen Weißlichtinterferometrie-Aufnahmen ist zu sehen, dass Loctite, unabhängig von der Maschenweite, in die Löcher des Metallgitters einfließen kann.



**Abb. 62:** Weißlichtinterferometrie-Aufnahmen strukturierter Primer-Oberflächen durch Metallgitter mit unterschiedlichen Maschenweiten bei 150 °C

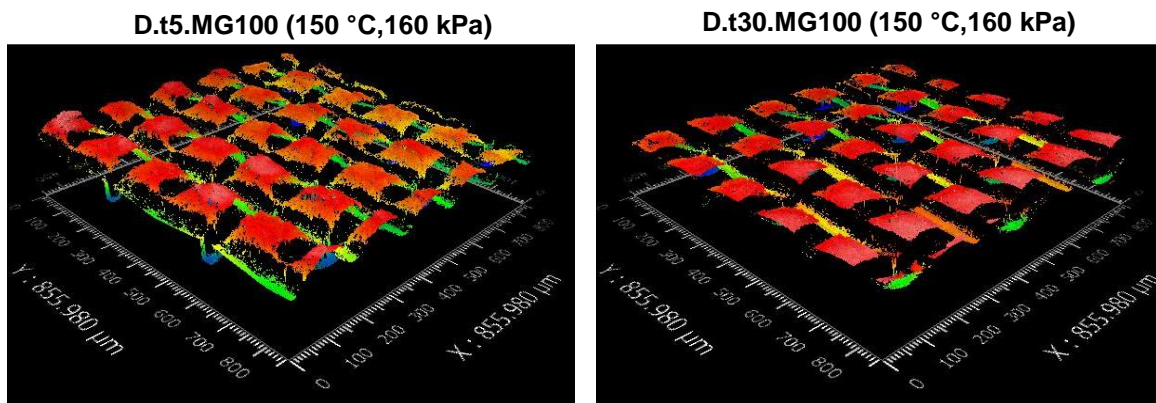
Analog dazu erfolgt die Prüfung von Dualbond-Proben nach unterschiedlichen Vorhärtungszeiten (5, 15, und 30 min, bei 75 °C). Die Strukturierung wurde bei 150 °C, einem Druck von 160 kPa und einer Kontaktzeit von 30 Minuten durchgeführt. In Tab. 9 findet sich das Arbeitsprogramm für die Dualbond Untersuchungen.



**Tab. 9:** Arbeitsprogramm für Füllungscharakterisierung des Dualbond durch Metallgitter

Vorhärtungszeit in min	Maschenweite in $\mu\text{m}$			
	50	100	200	400
5	D.t5.MG50	D.t5.MG100	D.t5.MG200	D.t5.MG400
15	D.t15.MG50	D.t15.MG100	D.t15.MG200	D.t15.MG400
30	D.t30.MG50	D.t30.MG100	D.t30.MG200	D.t30.MG400

Abb. 63 zeigt Weißlichtinterferometrie-Aufnahmen der mit MG100 bei 150 °C strukturierten Dualbond-Oberflächen mit verschiedenen Vorhärtungszeiten. Es konnte gezeigt werden, dass auch Dualbond, unabhängig von den Vorhärtezeiten, in die Löcher des Metallgitters einfließen kann.



**Abb. 63:** Weißlichtinterferometrie Aufnahmen strukturierter Dualbond-Probenoberflächen durch MG100 bei 150 °C mit unterschiedlichen Vorhärtungszeiten

## 4.4 Simulationen

### 4.4.1 Statisch-mechanische Simulationen

Die aufgrund unterschiedlicher thermischer Ausdehnungskoeffizienten zwischen Metall- und Polymerwerkstoff auftretenden mechanischen Spannungen bzw. Dehnungen wurden mittels FEM-Simulation in Ansys bestimmt. Die Spannungen und Dehnungen wurden temperaturabhängig mit einem einfachen Verbundsystem, mit und ohne Haftvermittler, nach der Herstellung und unter Temperaturschockbelastung berechnet. Die reversible elastische Dehnung ( $\varepsilon_{el}$ ) ist mit der mechanischen Spannung durch die Beziehung  $\sigma = \varepsilon_{el} \cdot E_T$  verknüpft. Dabei ist  $E_T$ , der temperaturabhängige E-Modul. Abb. 64 zeigt den Verlauf des temperaturabhängigen E-Moduls für die Werkstoffe PA66 GF35 und CuFe2P.

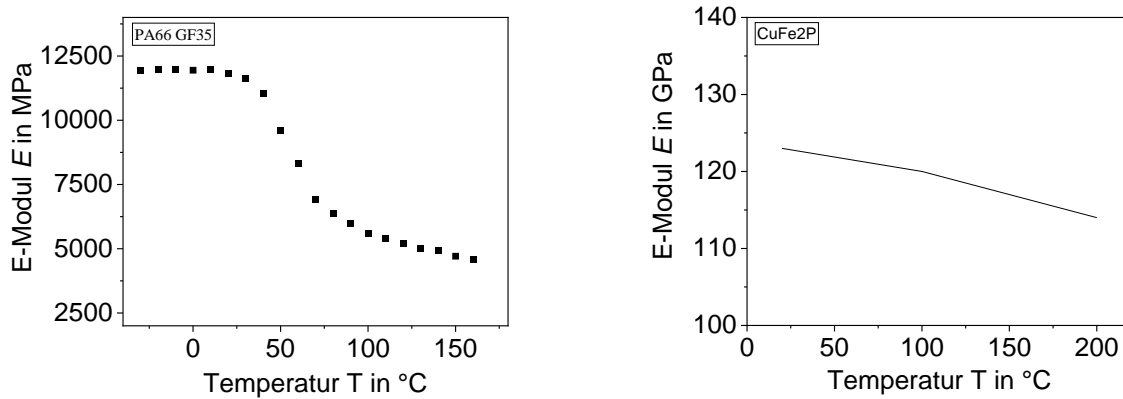


Abb. 64: Temperaturabhängiger E-Modul für PA 66 GF35 [39] und CuFe2P [41]

Für statisch-mechanische FEM-Analysen ist zudem der thermische Ausdehnungskoeffizient der Materialien  $\alpha(T)$  relevant. In Tab. 10 sind die thermischen Ausdehnungskoeffizient der Materialien verwendeten Materialien, richtungs- und temperaturabhängig, gelistet.

Tab. 10: Temperaturabhängiger thermischer Ausdehnungskoeffizient von PA 66 GF35 und CuFe2P

Kupfer (CuFe2P)	
Temperatur in °C	CTE in $10^{-6}/K$
Von 20 bis 100	15,4
Von 20 bis 200	15,9
Von 20 bis 300	16,3
PA66 GF35	
Längenausdehnungskoeffizient, parallel	22
Längenausdehnungskoeffizient, senkrecht	93

Verwendete Materialdaten von PA66GF35 und CuFe2P für thermisch-transiente Analyse sind in der Tab. 11 aufgelistet.

Tab. 11: Materialdaten für thermisch-transiente Analysen

Material	Wärmeleitfähigkeit in W/mK	Dichte in $kg/m^3$	Spez. Wärmekapazität in J/kg·K
PA 66 GF 35	0,27	1410	1500
CuFe2P	262	8780	380

Für die FEM-Analyse wurde in SolidWorks ein einfaches Verbundsystem konstruiert, dass aus einem Metalleinleger, einer optionalen Haftvermittlerschicht und einer Kunststoffumspritzung besteht. In Abb. 65 ist das verwendete System im Ganzen (links) und im Schnitt (rechts) mit Haftvermittlerbeschichtung dargestellt.



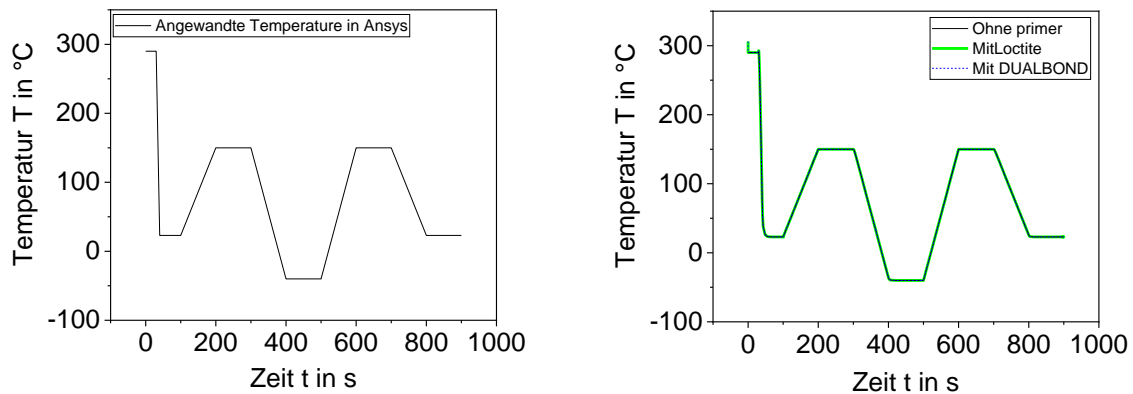
Abb. 65: Eingesetztes Modell für die FEM-Simulationsprogramm ANSYS zur Analyse der Metall-Kunststoff-Verbindung

Die für die beiden FE-Modelle verwendeten Geometrieparameter sind in Tab. 12 gegeben.

**Tab. 12:** Geometrische Parameter der FE-Modelle

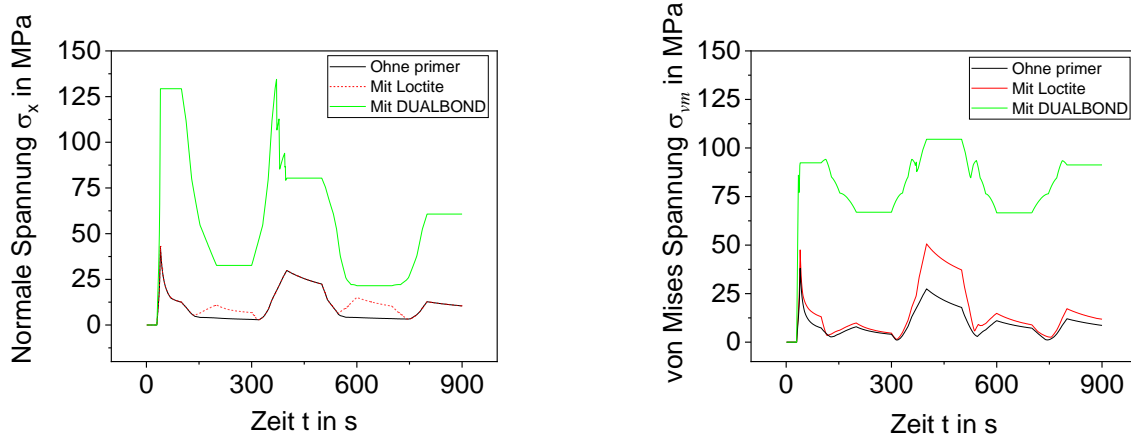
Material	Breite in mm	Länge in mm	Dicke in mm
Metalleinlage (CuFe2P)	5	100	1
Polymer (PA66 GF35)	8	80	4
Primer (Loctite und Dualbond)	5,2	60	0,2

Der Verlauf der Temperatur im Material während der Temperaturschockzyklen wurde mittels thermisch-transienter Analyse bestimmt (Abb. 66). Die angewandten Temperaturen der Analyse sind in Abb. 66, links angegeben. Die hierbei resultierenden Temperaturverläufe (Abb. 66, rechts) wurden bei statisch-mechanischer Analyse verwendet.



**Abb. 66:** Links: Angewandte Temperaturen für die thermisch-transienten Analysen; rechts: Temperaturverlauf im PA 66 GF35 in der Nähe der Metall-Kunststoff-Verbindung während der Temperaturschockbelastung -40/150 °C

Abb. 67 zeigt den Verlauf der mechanischen Spannungen bzw. Normalspannungen nach dem Herstellungsprozess und den Temperaturschockbelastungen des modellierten Versuchsträgerabschnitts mit und ohne Haftvermittler. Der Haftvermittler im Versuchsträger weist eine hohe Dehnung auf, was zu einer höheren Spannung bzw. höhere Kriechdehnung im Kunststoff der Versuchsträger mit Haftvermittler, verglichen mit denen ohne Haftvermittler, führt. Der Versuchsträgerabschnitt mit Dualbond zeigt eine höhere mechanische Spannung, verglichen mit dem Loctite-Versuchsträgerabschnitt, was auf den hohen E-Modul von Dualbond zurückgeführt werden kann. Abb. 67, links zeigt den zeitlichen Verlauf der mechanischen Spannungen über der Zeit. Es ist zu erkennen, dass die mechanische Spannung im Kunststoff bei der spannungsfreien Temperatur von 290 °C null beträgt. Die Spannung nimmt während der Abkühlung des Versuchsträgers stark zu, dagegen baut sich die mechanische Spannung während der Erwärmung um etwa 70 % ab.



**Abb. 67:** Verlauf der mechanischen Spannungen über der Zeit im PA66 in der Nähe der Metall-Kunststoff-Verbindung nach der Abkühlung aus dem Spritzguss und während der Temperaturschockbelastung  $-40/+150\text{ °C}$  (linear elastische FE-Simulationen)

#### 4.5 Herstellung einfacher Probekörper und Technologietransfer auf industrielle Gehäuseformen

Die Forschungsziele und Arbeitspakete im Vorhaben „SelHG“ werden in vier systematisch aufeinander aufbauenden Versuchsreihen umgesetzt (Tab. 13). Dabei spielen sowohl die Materialauswahl als auch die Prozessoptimierung eine entscheidende Rolle. Zur Untersuchung der verschiedenen Einflussgrößen wurden verschiedene Prozessparameter ausgewählt und in den Versuchsreihen variiert. Die ersten zwei Versuchsreihen wurden am LKT umspritzt. Die dritte und die vierte Versuchsreihe wurden bei der Firma Söhner durchgeführt.

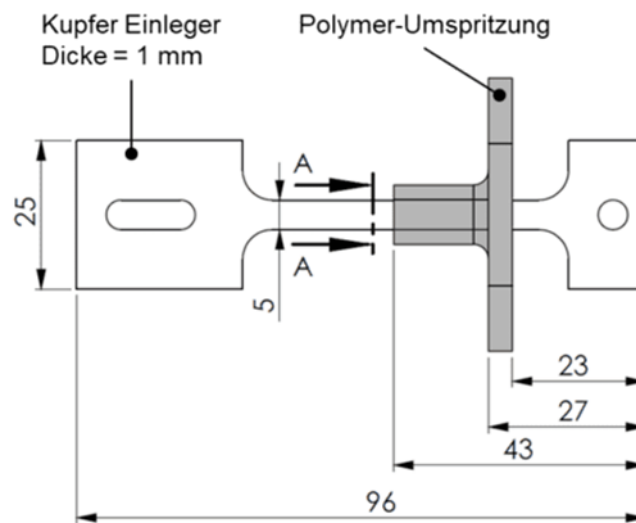
**Tab. 13:** Übersicht der systematischen Versuchsreihen im Vorhaben „SelHG“

	Serie 1	Serie 2	Serie 3	Serie 4
<b>Probekörper/ Zweck</b>	LKT-Probe Viele Variationen	LKT-Probe, Große Stichproben	LKT-Probe modifiziert mit Draht	Industrielle Gehäuseform
<b>Einlegermaterial</b>	CuSn 0,15	CuFe2P + Al	CuFe2P	CuFe2P
<b>Polymermatrix</b>	A3EG7	A3K und A3EG7	A3EG7	A3EG7
<b>Schichtdicke</b>	Dünn und dick	Dünn	Dünn	Dünn
<b>Belichtungszeit</b>	6, 9 und 12 s	0, 3 und 6 s	Ausgehärtet	Je nach Primer
<b>Dichtbereich</b>	Eingeschlossen	Eingeschlossen	Vollflächig	Eingeschlossen + Vollflächig

##### 4.5.1 Definition einfacher Probekörper

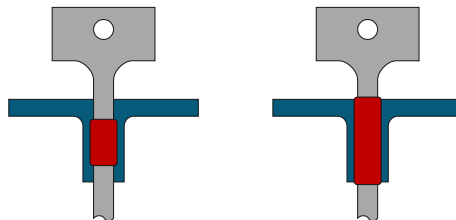
Zur Erfassung des Einflusses verschiedener Spritzgussparameter auf unterschiedliche Bauteileigenschaften, wie die erzielbare Dichte, wurden zunächst Kupfereinleger (CuSn015) ohne Haftvermittler bei unterschiedlichen Parametersätzen mit PA66 A3K und A3EG7 auf der Spritzgussanlage Allrounder 370 U700-30-30 (Arburg GmbH & Co KG, Loßburg) umspritzt. Das PA66 wurde vor der Verarbeitung bei  $80\text{ °C}$  für 12 h vorgetrocknet. Die Metalleinleger wurden über das automatisierte Roboter-Handlingsystem in stets gleichen zeitlichen Abständen in das Werkzeug eingelegt, was gleichbleibende thermische Bedingungen sicherstellt.

Da ein Vorheizen der beschichteten Einleger den Vorvernetzungsgrad sowie die Viskosität des Haftvermittlers verändern kann, wurde auch bei den Referenzprobekörpern auf ein Vorheizen mittels Heizplatte verzichtet. In Abb. 68 sind relevante Maße der Probekörper dargestellt.



**Abb. 68:** Bemaßte Darstellung des „einfachen“ Probekörpers

Die Beschichtung der Metaleinleger erfolgte, wie in Abb. 69 schematisch dargestellt, in zwei unterschiedlichen Ausführungen. Eine Variante ist vollflächig über den Bereich der Umspritzung hinaus und eine partiell, vom der Umspritzung eingeschlossen, ausgeführt. Durch ein Einschließen des Haftvermittlers soll der Aufbau eines hydrostatischen Drucks im Haftvermittler bei Temperaturwechseln erleichtert werden.

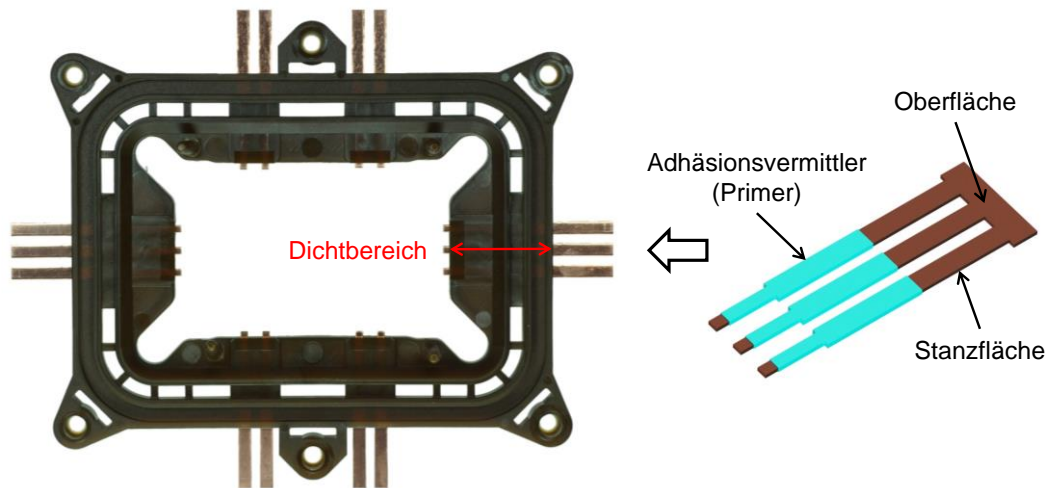


**Abb. 69:** LKT-Probe mit einem Vollflächigen- (links) und einem eingeschlossenen Dichtbereich (rechts)

#### 4.5.2 Industrielle Gehäuseformen

Die Ausführung der Gehäuseprobekörper wurde zu Beginn des Vorhabens in Absprache mit dem PA festgelegt. Die Versuche sollten an einer industrienahen Gehäuseform durchgeführt werden, bei der die Herstellung der Metaldurchführungen sowie das Umspritzen des Gehäuses auf industriellen Prozessen basieren. Ausgewählt wurde das bereits im IGF Vorhaben 18734 N PRIME verwendete Rahmengehäuse der Firma Walter Söhner (Abb. 70), mit 14 Durchführungen.

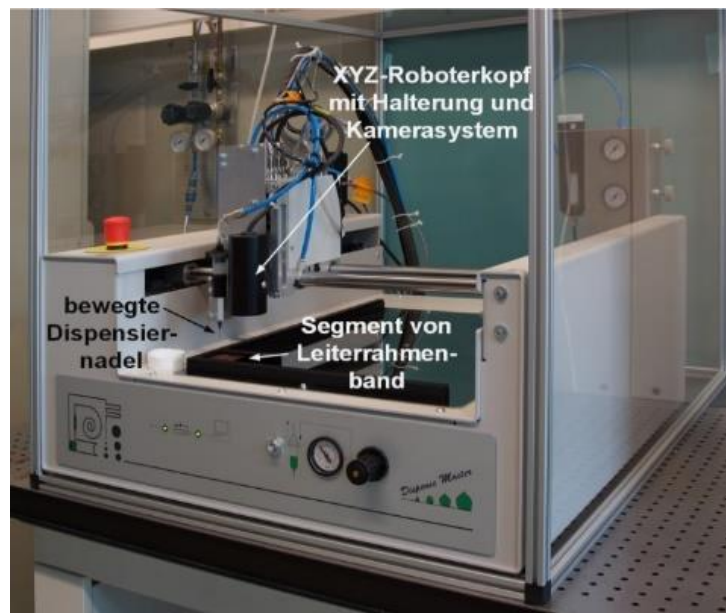
Bei den Einlegeteilen handelt es sich um sechs Stanzgitter, die in 2-poliger und 3-poliger Form aus Bandmaterial gestanzt sind. Die Vielzahl an Metaldurchführungen bei dem Versuchsträger eignet sich besonders, um einerseits die Wirkung des Haftvermittlers in der Metall-Kunststoff-Hybridstruktur sowie andererseits die Reproduzierbarkeit eines homogenen Auftrags effizient zu untersuchen.



**Abb. 70:** Industrielles Rahmengehäuse aus Kunststoff mit vierzehn Metalldurchführungen (Stanzteile)

#### 4.5.3 Dosierautomat zum selektiven Auftrag von Haftvermittlern

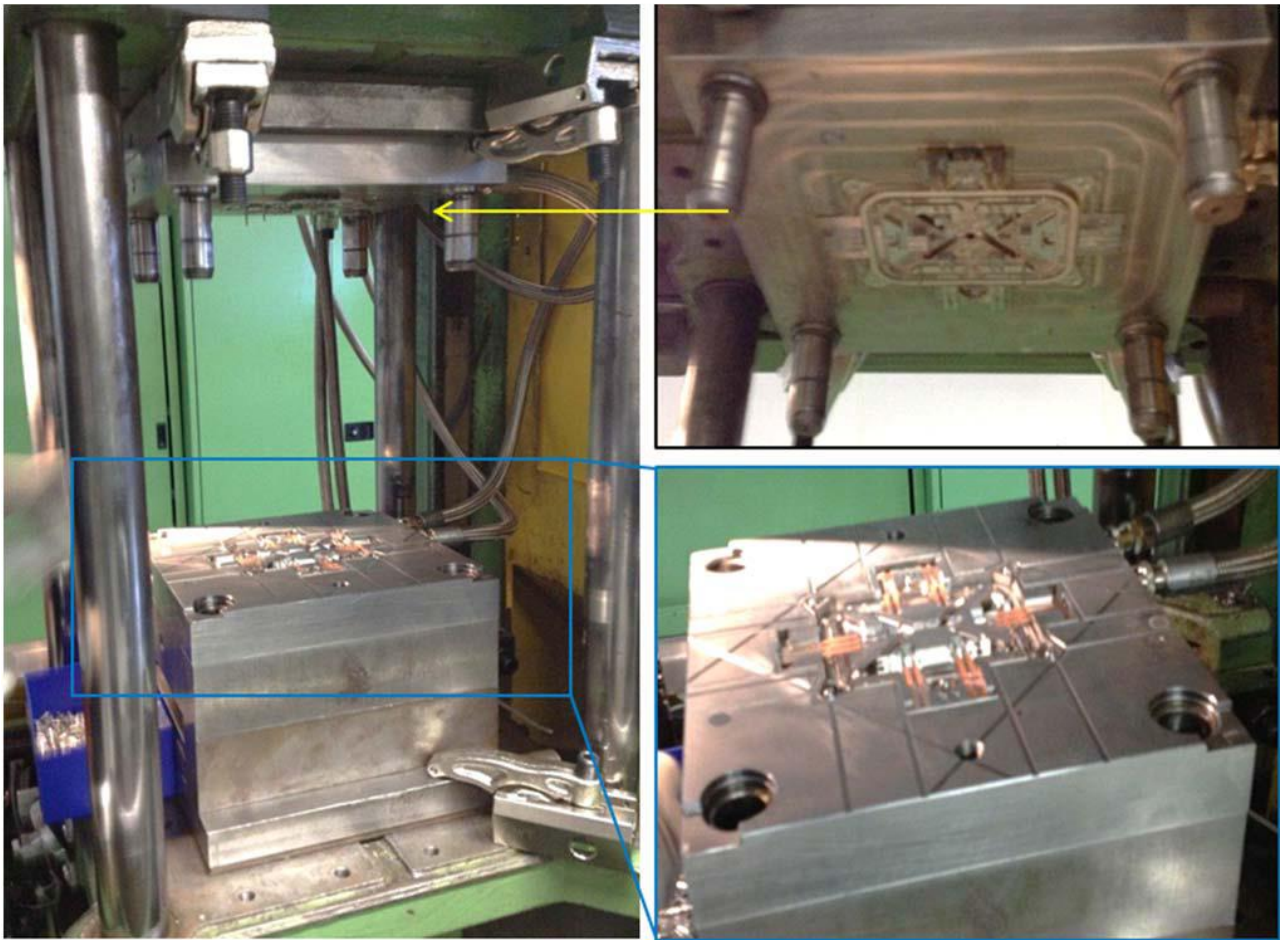
In allen Versuchsreihen und für die umfangreichen Charaktarisierungen wurde sowohl Dualbond als auch Loctite automatisiert aufgetragen. Dazu wurde ein Dosierautomat von der Firma DIMA am IMTEK verwendet, mit dem ein selektiver, homogener und inlinefähiger Auftrag erprobt werden konnte. Der Dosierautomat Dispense Master DD-500 verfügt über einen XYZ-Kopf, der über einen Bereich von 320 x 420 x 100 mm<sup>3</sup> präzise verfahren werden kann. Am Kopf können unterschiedliche Varianten zum Dosieren oder Beschichten installiert werden. In Abb. 71 ist das Mikrodosiersystem bzw. -ventil MDS 3200+ HS von der Firma Vermes dargestellt.



**Abb. 71:** Dosierautomat Dispense Master DD-500 der Firma DIMA

#### 4.5.4 Herstellung der Industriellen Gehäuseformen

Die Fertigung der Versuchsträger wurde durch die Firma Söhner durchgeführt und erfolgte im Zeitraum Juli 2021 bis Dezember 2021. Für die Umspritzung der Stanzgitterrahmen wurde PA66 GF35 (Ultramid A3EG7) der Firma BASF verwendet. Die Abb. 72 zeigt das geöffnete verwendete Werkzeug auf der Spritzgussmaschine Aarburg 320c bei der Fa. Walter Söhner GmbH.



**Abb. 72:** Herstellung der Versuchsträger mittels Spritzguss an der Aarburg 320c Anlage durch iwis mechatronics GmbH & Co. KG.

#### 4.5.5 Temperaturschocks an Luft

Ausschlaggebend für die Bewertung des Entwicklungserfolgs ist zunächst die Untersuchung des Zustands der Probekörper direkt nach der Fertigung, der als Ausgangszustand für die Belastungsuntersuchung herangezogen wird. In Absprache mit dem PA wurde als beschleunigten Alterung eine Temperaturschockprüfung an Luft nach DIN EN 60068 gewählt, mit der die Langzeitbeständigkeit der Probekörper und die Wirkzusammenhänge der selbstheilenden Mechanismen untersucht werden sollten. Als Zielgröße wurde die langzeitbeständige Dichtheit der Probekörper über 1000 Temperaturschockzyklen definiert. Abb. 73 zeigt die Lagerung der Probekörper in der Prüfkammer des 2-Kammer-Temperaturschockschranks vom Typ VT7012 S2 der Firma Vötsch. Die Proben lassen sich zwischen den beiden Temperaturniveaus über eine Hubeinheit verfahren. Die ausgewählten Temperaturgrenzen betragen  $-40$  und  $+150$  °C, die Zyklusdauer ist 1 h. Die maximale Temperaturänderungsgeschwindigkeit beim Aufheizen von  $-40$  auf  $+140$  °C liegt bei  $>90$  K/min.

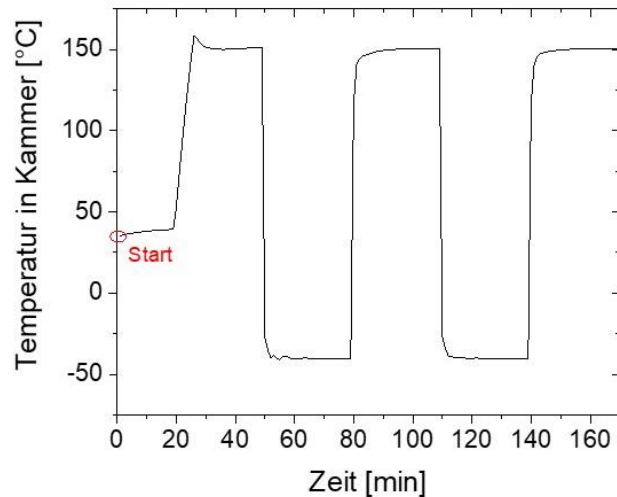


Abb. 73: Prüfkammer mit Probekörper (links) sowie Verlauf der Temperaturschockzyklen an Luft (rechts)

#### 4.5.6 Definition und Klassifizierung der Leckrate

Tab. 14 beschreibt den Zusammenhang zwischen der Leckrate  $Q$ , einem äquivalenten Lochdurchmesser und einer Leckbeschreibung. Die Leckbeschreibung (Klassifizierung) erfolgt in erster Linie über die Benennung von Medien, Stoffen oder ähnlichem, welche bei den angebenen Werten nicht mehr eindringen können. Definiert ist die Leckrate nach  $Q_L = V \cdot \Delta p / \Delta t$  über das Prüfvolumen  $V$  multipliziert mit dem Quotienten aus Druckabfall  $\Delta p$  und Zeitdifferenz  $\Delta t$ . Daraus ergibt sich die Einheit der Leckrate  $[Q_L] = \text{mbar} \cdot \text{l/s}$ . Das L im Index steht dabei für das Prüfmedium Luft. Wie im vorangegangenen Forschungsvorhaben wird eine Mediendichtheit für die spritzgegossenen Hybridstrukturen aus Metall und Kunststoff angestrebt. Dies entspricht einer Leckrate im Bereich von  $<10^{-2}$  bis  $>10^{-6}$   $\text{mbar} \cdot \text{l/s}$ , was also mindestens eine Dampfdichtheit voraussetzt und bis zur Benzindichtheit reicht.

Tab. 14: Beschreibung der Leckrate und des äquivalenten Lochdurchmessers, Quelle: innotec Test- und Sonderanlagen GmbH

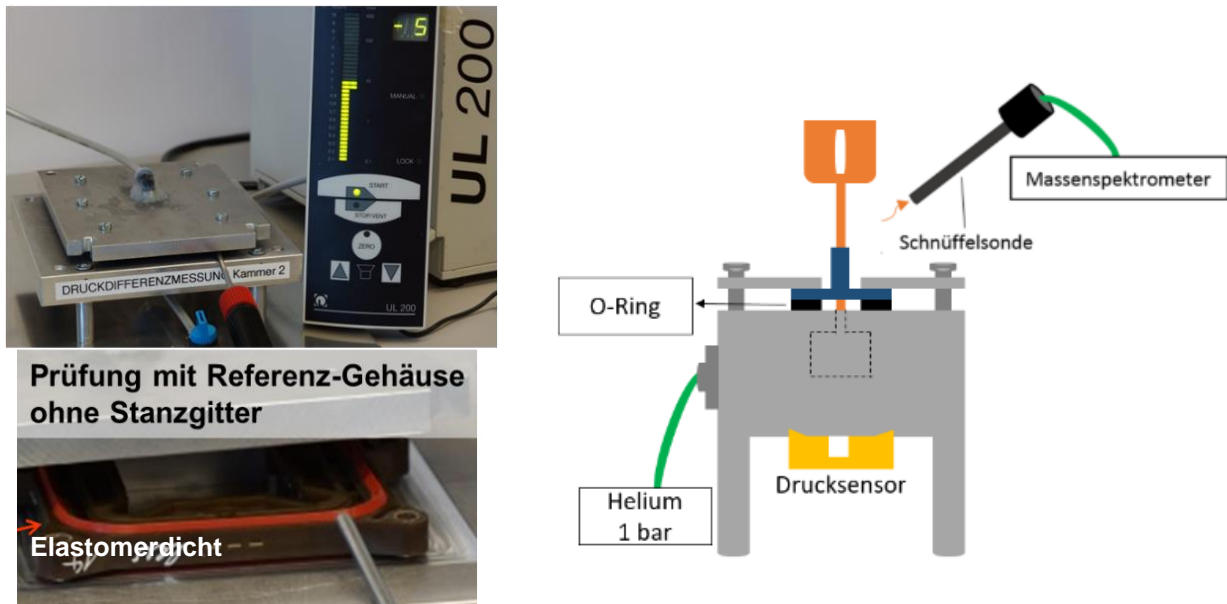
Lochdurchmesser	Leckrate in $\text{mbar} \cdot \text{l/s}$	Leckbeschreibung ( $\Delta p = 1 \text{ bar}$ )	Gasleckbeschreibung ( $\Delta p = 1 \text{ bar}$ )
$\approx 0,03 \text{ mm}$	$10^{-1}$	Tropfender Wasserhahn	$\approx 1 \text{ cm}^3$ Gasverlust in 10 sec.
$\approx 0,01 \text{ mm}$	$10^{-2}$	Wasserdicht (tropft nicht)	$\approx 1 \text{ cm}^3$ Gasverlust in 100 sec.
$\approx 3 \text{ }\mu\text{m}$	$10^{-3}$	Dampfdicht (Schwitzen)	$\approx 1 \text{ cm}^3$ Gasverlust in 16 Minuten
$\approx 1 \text{ }\mu\text{m}$	$10^{-4}$	Bakteriendicht	$\approx 1 \text{ cm}^3$ Gasverlust in 160 Minuten
$\approx 0,3 \text{ }\mu\text{m}$	$10^{-5}$	Benzin- und öldicht	$\approx 1 \text{ cm}^3$ Gasverlust in 26 Stunden
$\approx 0,1 \text{ }\mu\text{m}$	$10^{-6}$	Virendicht	$\approx 1 \text{ cm}^3$ Gasverlust in 11 Tagen
$\approx 0,03 \text{ }\mu\text{m}$	$10^{-7}$	Gasdicht	$\approx 1 \text{ cm}^3$ Gasverlust in 110 Tagen

#### 4.5.7 Messplätze und Messprozedur zur Bestimmung der Leckrate

Für die Bewertung des Entwicklungserfolgs ist die Beschreibung der Dichtheit entlang der Metall-Kunststoff-Durchführungen ein wichtiges Kriterium. Bei Dichtheitsprüfungen wird grundlegend zwischen lokalen oder integralen Prüfmethode unterschieden [46, 47]. Im Forschungsvorhaben wurden zwei Messvorrichtungen zur

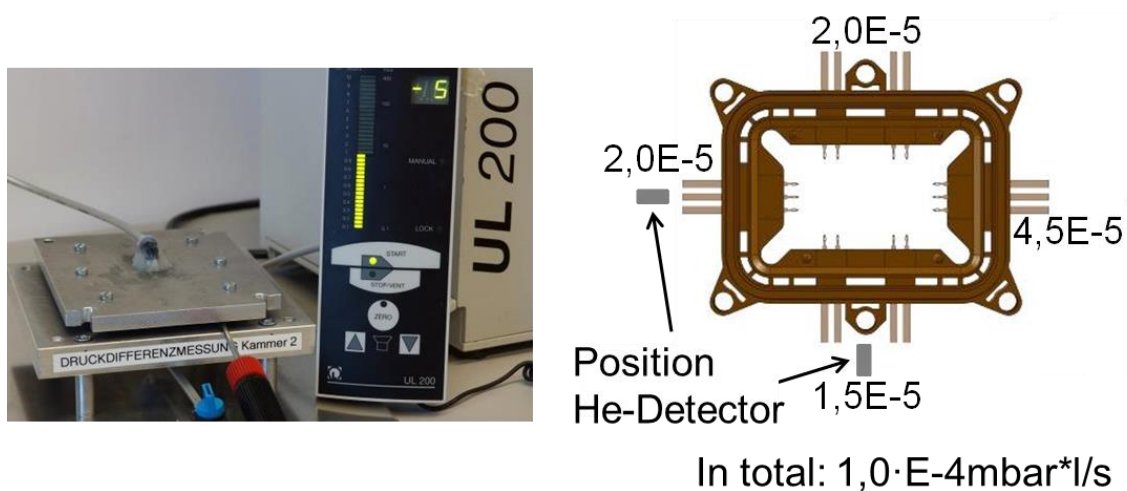


Bestimmung der Leckrate verwendet. Abb. 74 zeigt zwei unterschiedlichen Messplätze und -prinzipien. Anhand von Druckabfallmessung können spritzgegossene Gehäusestrukturen mit Metalldurchführungen integral in ihrer Dichtheit beschrieben werden. Ein Bezug auf einzelne Durchführungen ist hierbei nicht möglich. Ein Helium-Lecksuchgerät ermöglicht die Lecklokalisierung sowie eine orts aufgelöste Messung der Leckrate.



**Abb. 74:** Messplätze zum Test der Dichtheit und der Lokalisierung von Leckpfaden für die Mechatronik Gehäuse (links) und für die LKT-Probe (rechts)

Abb. 75 links zeigt den Messaufbau des Heliumleckttests. Die Überprüfung erfolgt im Heliumleckttest mit dem Heliumleckttester UL200, der Firma Leybold. Dazu wurde der Heliumaustritt an den vier Rahmenseiten der Testrahmen mit dem integrierten Massenspektrometer erfasst. Die Sonde wird dazu in der Nähe der Stanzgitter positioniert. Werden die vier Leckraten addiert, ergibt sich die Gesamtleckrate für den getesteten Gehäuserahmen.



**Abb. 75:** Messaufbau des Heliumleckttesters Leybold UL200 (links), getesteter Rahmen ohne Stanzteile (rechts)

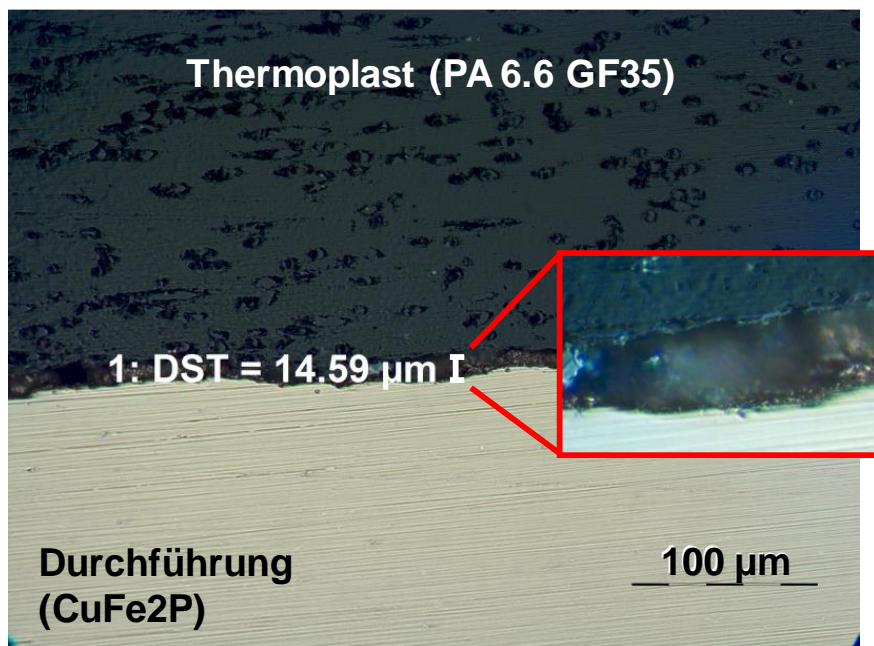
#### 4.5.8 Schliffpräparationen

Mit Schliffpräparationen, die quer zur Grenzfläche angefertigt werden, können Risse und Spalten in einer Metall-Kunststoff-Hybridstruktur identifiziert und untersucht werden. Entscheidend ist dabei eine möglichst schonende

**Präparation der Probekörper. Mechanische Belastungen beim Auftrennen sowie thermische Belastungen beim Aushärten der Einbettmasse, mit der das Segment des Probekörpers vor dem anschließenden Schleif- und Poliervorgang umgeben wird, wurden durch Material- und Werkzeugauswahl minimiert.**

Abb. 76 zeigt die Grenzfläche einer spritzgegossenen Hybridstruktur aus der Kupferlegierung CuFe2P und dem glasfasergefüllten Thermoplast PA 6.6 GF35. Deutlich zu erkennen ist ein Spalt zwischen Kupfer und Thermoplast von rund 15 µm. Da der Spalt im Sinne einer Delamination homogen über die gesamte Betrachtungsebene bzw. entlang der gesamten Durchführung verläuft, kann hier von einem Leckpfad gesprochen werden. Dieser verbindet das Innere des Gehäuses entlang der Metaldurchführung mit dem Äußeren und reduziert die Dichtheit der Verbindung erheblich.

Eine hohe Bedeutung erhält die Schliiffpräparation bei der Analyse der Schadensmechanismen, die infolge der Belastungen bei der beschleunigten Alterung auftreten können und die Leckrate gegenüber dem Ausgangszustand reduzieren.



**Abb. 76:** Schliiffbild einer Metall-Kunststoff-Grenzfläche (ohne Haftvermittler) mit ~15 µm Leckpfad (Spalt) zwischen den Verbundwerkstoffen für den Ausgangszustand

## 4.5.9 Ergebnisse

### 4.5.9.1 Versuchsreihe 1

In der ersten Versuchsreihe wird der LKT-Probekörper mit verschiedenen Einflussgrößen und verschiedenen Prozessparameter hergestellt. Die statistische Versuchsplanung umfasst damit 14 Varianten, welche in Tab. 15 dargestellt sind.

**Tab. 15:** Übersicht der statistischen Versuchsplanung der ersten Versuchsreihe

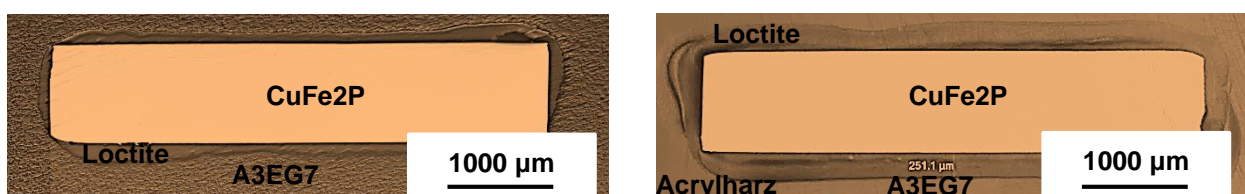
Versuchsnummer	Schichtdicke in $\mu\text{m}$	Belichtungszeit in s	Schmelzetemperatur in $^{\circ}\text{C}$
S1-K1-A3EG7	0	0	270
S1-K2-A3EG7		0	290
S1-K3-A3EG7		6	270
S1-K4-A3EG7		6	290
S1-K5-A3EG7	100 - 150	9	270
S1-K6-A3EG7		9	290
S1-K7-A3EG7		12	270
S1-K8-A3EG7		12	290
S1-K9-A3EG7	200 - 250	6	270
S1-K10-A3EG7		6	290
S1-K11-A3EG7		9	270
S1-K12-A3EG7		9	290
S1-K13-A3EG7		12	270
S1-K14-A3EG7		12	290

Die Metaleinleger wurde vor der Beschichtung chemische mit Aceton, Isopropanol und DI-Wasser gereinigt. Der Haftvermittler (Loctite) wird anschließend über einen Dosierroboter mit Schichtdicken von 100-150  $\mu\text{m}$  und 200-250  $\mu\text{m}$  aufgetragen. Tab. 16 zeigt die Prozessparameter zum Auftrag des Haftvermittlers. Die aufgetragene Primerschicht wird über eine UV-Lichtquelle mit 365 nm Wellenlänge fixiert.

**Tab. 16:** Parameter des Druck-Zeit-Dispensers für Loctite OM (42 18-39-3 + 1 % Thixotropiermittel)

Schichtdicke	Nadeldurchmesser in mm	Abstand Düse – Substrat in mm	Druck in bar	Geschwindigkeit in mm/s
Dünn (150 $\mu\text{m}$ )	0,58	0,2	3	2
Dick (250 $\mu\text{m}$ )		0,2	3,5	3

In Abb. 77 sind Schlibfbilder der in Acrylharz eingebetteten Proben unterschiedlicher Schichtdicke dargestellt. Es ist zu erkennen, dass der Haftvermittler mit thixotropem Additiv ein homogenes Beschichtungsprofil ausbildet.



**Abb. 77:** Schlibfbilder der in Acrylharz eingebetteten Proben unterschiedlicher Schichtdicke dargestellt, vor dem Umspritzen (links), nach dem Umspritzen (rechts)

Die LKT-Proben werden an Luft zwischen -40 °C und +150 °C zyklisch temperiert und nach 100, 300, 500, 750 und 1000 Zyklen mittels Heliumlecktest im Messaufbau Leybold UL200 (Abb. 74) auf Dichtheit überprüft. In Abb. 78 sind die Leckraten der ersten Versuchsreihe nach den jeweiligen Temperaturzyklen aufgetragen. Durch den Einsatz von Haftvermittler kann die Leckrate nach 1000 Zyklen um ca. zwei Größenordnungen von etwa  $8 \cdot 10^{-7}$  mbar·l/s auf  $1 \cdot 10^{-8}$  mbar·l/s reduziert werden. Die Varianten ohne Haftvermittler (S1K1A3EG7 und S2K2A3EG7) weisen bereits im Ausgangszustand eine höhere Leckrate auf. Diese steigt im Verlauf der Temperaturschockzyklen noch weiter an. Leckagen der Varianten mit Haftvermittler steigen erst nach 750 Zyklen, was auf Spalte zwischen Kupfer und Haftvermittler zurückgeführt werden kann (Abb. 79, rechts). Proben mit dünner Haftvermittlerschicht zeigen nach 1.000 Zyklen geringere Leckraten als Proben mit dicker, was sich durch die lokale Verschiebung dickerer Haftvermittlerschichten beim Spritzgießen erklären lässt. Der Einfluss der Haftvermittlerschicht auf die Formstabilität konnte in Schlibbildern bestätigt werden. Für Folgeuntersuchungen wurde eine dünne Schichtdicke ausgewählt.

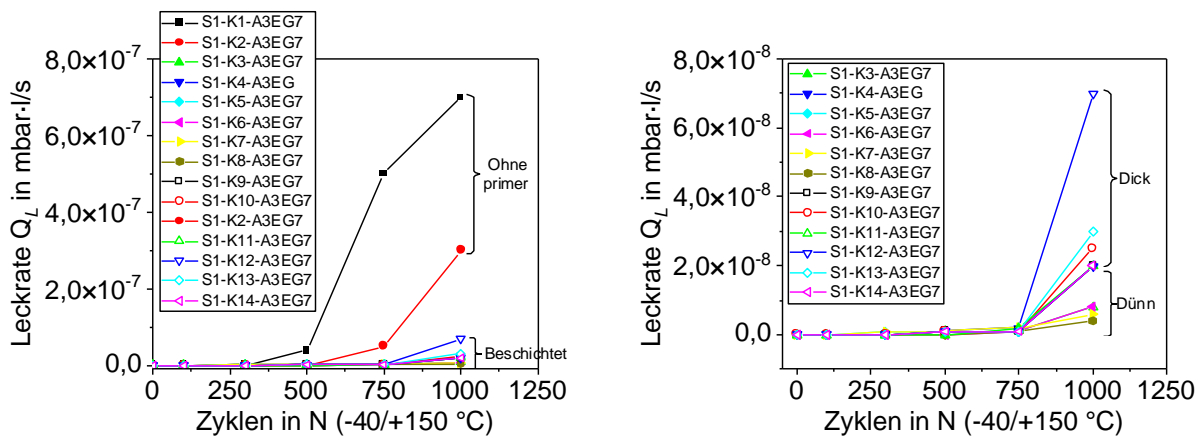


Abb. 78: Leckraten für Serie 1 der LKT-Probe (CuSn 0,15, Loctite, A3EG7) vor und nach Temperatur-Zyklen

Abb. 79 zeigt die Grenzfläche spritzgegossener Hybridstrukturen aus CuFe<sub>2</sub>P, Haftvermittler und A3EG7 nach unterschiedlichen Temperaturzyklen (TS). Erst nach 1000 TS sind Spalten zwischen Kupfer und Haftvermittler zu erkennen. Da jedoch offenbar noch keine homogene Delamination über die gesamte Betrachtungsebene bzw. entlang der gesamten Durchführung entsteht, ist nicht von einem durchgängigen Leckagepfad auszugehen, was die nur geringe Zunahme der Leckrate nach 1000 TS bestätigt.

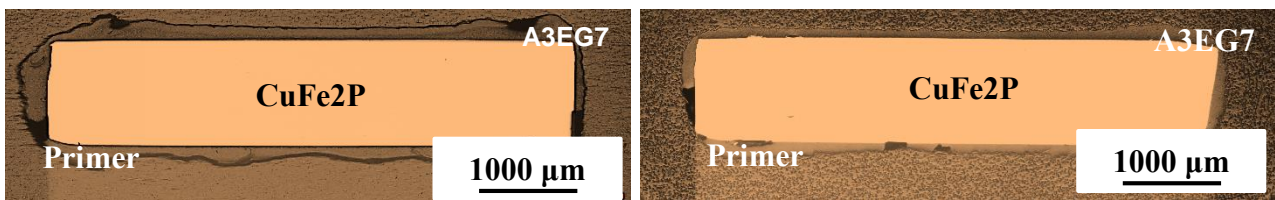
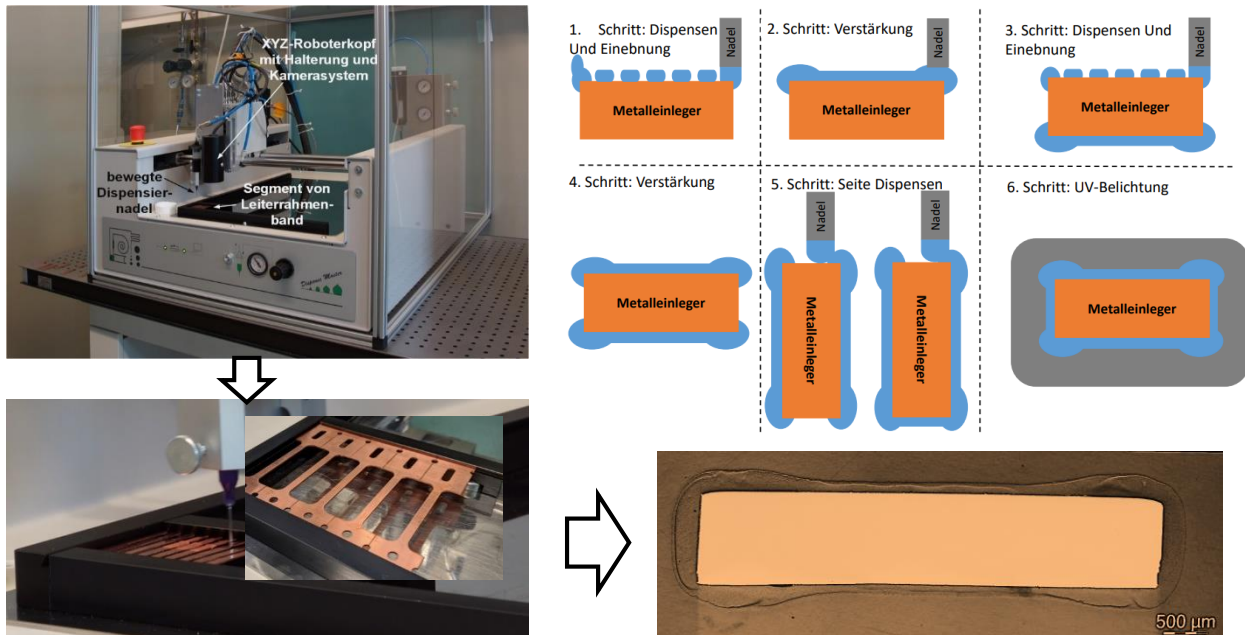


Abb. 79: Schlibbild der Metall-Kunststoff-Grenzflächen mit Haftvermittler nach 750 (links) und 1000 TS (rechts)

#### 4.5.9.2 Versuchsreihe 2

Proben der 2 Versuchsreihe sind mit unterschiedlichen Haftvermittlern (Loctite, Wellmann, und Silikon) mit dünnen Schichten ausgeführt. Der Beschichtungsprozess wurde durch eine Dispense Master durchgeführt. Abb. 80 links zeigt den Dispense Master DD-500, in der eingesetzten Dispensierkonfiguration. Neben der Kamera befindet sich eine Halterung für die Kartusche, die an eine Druckluftzufuhr angeschlossen ist. Das

Drehventil und die entsprechende Druckluftanzeige befinden sich an der Front des Dosierautomaten und werden manuell eingestellt.



**Abb. 80:** Dispense Master DD-500 der Firma DIMA mit Dispensiernadel (links), Prozessschritte beim Dispensieren von Haftvermittlermaterial auf Stanzgittern zum Erzeugen einer knochenähnlichen Schichtstruktur (rechts)

Abb. 80 rechts zeigt den Ablauf des Dispensierprozesses für den UV-Primer anhand von sechs Prozessschritten. Zunächst wird der Haftvermittler über elf Linien auf dem Metalleinleger aufgetragen. Der Haftvermittler hat die Eigenschaft bei gut gereinigten Oberflächen zusammenzufließen und einen homogenen Schichtfilm auszubilden (1. Schritt). Danach werden die Stanzkanten zusätzlich mit vier Linien verstärkt, was eine knochenähnliche Schichtstruktur ergeben sollte (2. Schritt). Im Dosierautomat müssen die Metalleinleger anschließend manuell um 180° gedreht werden, um eine vollumfängliche Beschichtung zu realisieren (3. Und 4. Schritt). Die Metalleinleger werden um  $\pm 90^\circ$  gedreht, um eine Beschichtung der Seite zu ermöglichen (5. Schritt). Anschließend wird die Beschichtung mittels geeignetem UV-Licht von den beiden Seiten fixiert (6. Schritt). Die Schichtdicke liegt zwischen 100 und 150  $\mu\text{m}$  und zeigt die angestrebte knochenähnliche Struktur. Tab. 17 enthält die Prozessparameter zum Auftrag des Haftvermittlers mittels Druck-Zeit-Dispenser.

**Tab. 17:** Parameter des Druck-Zeit-Dispensers für Loctite OM (4218-39-3 + 1 % Thixotropiermittel)

Schichtdicke $\mu\text{m}$	Nadeldurchmesser in mm	Abstand Düse – Substrat mm	Druck Bar	Geschwindigkeit mm/s
Dünn (100 - 150)	0,58	0,2	2,7	3,5

Das Beschichtungsprofil wurde in einer im Querschnitt knochenähnlichen Struktur aufgetragen, um ein Freiliegen der Stanzkanten zu vermeiden. Vor der Umspritzung wurde das Beschichtungsprofil in Querschliffen mit der Sollstruktur verglichen. Abb. 81 zeigt beispielhaft das tatsächliche Dispensierprofil von zwei Proben

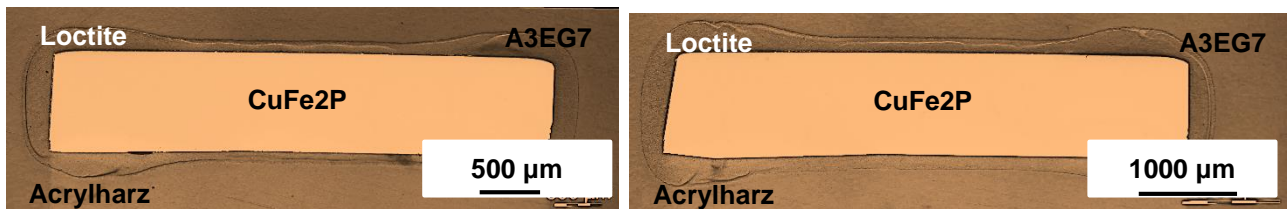


Abb. 81: Querschliffe von Beschichtungsprofilen mit einer knochenähnlichen Struktur

Im Forschungsvorhaben werden in der Versuchsreihe 2 neue Materialien wie z.B. Aluminium und PA66-A3K getestet. Zusätzlich wurde ein neues, ebenfalls UV-vernetzbares Haftvermittler System der Firma CollTech R&D Center GmbH mit der Bezeichnung Photowell 2057 als Vergleich zu Loctite eingesetzt. Außerdem wurde eine kurze Reihe mit Silikon (SYLGARD™ 184 SILIKON ELASTOMER) beschichtet. Die statistische Versuchsplanung umfasst damit 17 Varianten, welche in Tab. 18 dargestellt sind.

Tab. 18: Übersicht der statistischen Versuchsplanung der zweiten Versuchsreihe

Versuchsnummer	Schichtdicke µm	Belichtungszeit	Versuchsnummer	Schichtdicke µm	Belichtungszeit
Kupfer, A3EG7, und Loctite			Loctite, Aluminium und A3EG7		
S2-K1-A3EG7	0	--	S2-AL1-A3EG7	--	0 s
S2-K2-A3EG7-L		0 s	S2-AL2-A3EG7-L		0 s
S2-K3-A3EG7-L	100 - 200	3 s	S2-AL3-A3EG7-L	100 - 200	3 s
S2-K4-A3EG7-L		6 s	S2-AL4-A3EG7-L		6 s
Kupfer, A3K, und Loctite			Kupfer, A3K, und Wellmann, und Silikon		
S2-K1-A3K	--	0 s	S2-K1-A3EG7	--	--
S2-K2-A3K-L		0 s	S2-K2-A3EG7-W		0 s
S2-K3-A3K-L	100 - 200	3 s	S2-K3-A3EG7-W	100 - 200	3 s
S2-K4-A3K-L		6 s	S2-K4-A3EG7-W		6 s
			S2-K2-A3EG7-S		-----

Für jede Variation wurden 50 Proben hergestellt, davon 30 für die Charakterisierung der Dichtheit und 20 für die Zugscherprüfung. Probekörper für die Zugscherprüfung weisen eine reduzierte Länge der Beschichtung (3 mm) auf, wie in Abb. 82, rechts dargestellt.



Abb. 82: Links: Probenvariation für Dichtheits-Charakterisierung, Rechts: Proben Variation für Zugscherprüfung

Die erste Erprobungsphase beinhaltete 1000 Temperaturschockzyklen von -40 °C bis 150 °C an Luft. Die Zykluszeit von einer Stunde beinhaltet 30 min Haltezeit bei -40°C und 30 min bei 150 °C. Die Leckraten wurden in definierten Abständen nach 250, 500, 750 und 1000 Zyklen mittels Heliumlecktest bestimmt. Eine Versuchsvariante (z.B. S2-K1-A3EG7) umfasst jeweils 30 Proben, gefertigt mit denselben Parametern. In Abb. 83 sind die Leckraten über den Temperatur-Zyklen aufgetragen. Die Varianten mit dem Wellmann-Haftvermittler weisen höhere Leckraten auf, die im Verlauf der Temperaturschockzyklen noch weiter ansteigen. Die starke Zunahme der Leckraten wird auf die thermische Instabilität des Haftvermittlers zurückgeführt. In Abb. 83 ist zu erkennen, dass die Varianten mit Silikon nach 500 Zyklen höhere Leckraten aufweisen.

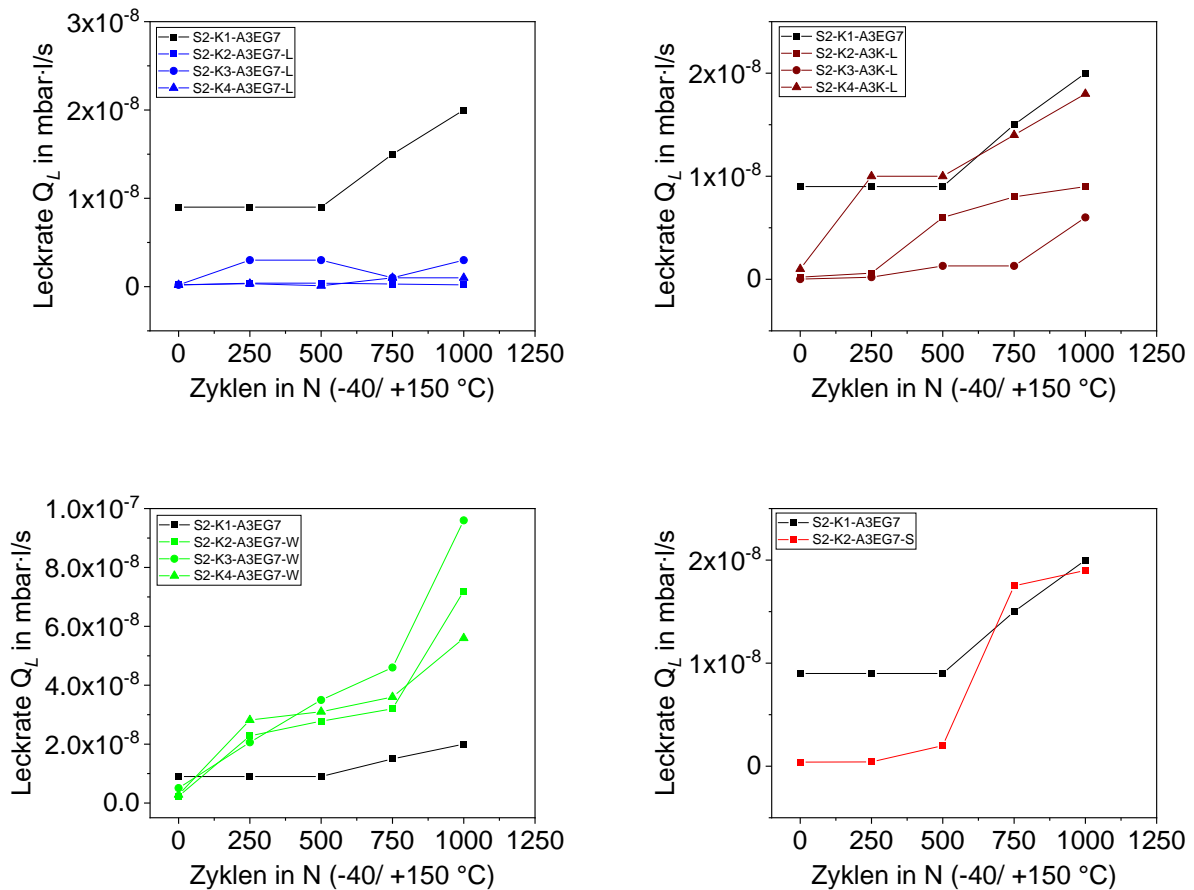


Abb. 83: Leckraten für Serie 2 der LKT-Probe vor und nach Temperatur-Zyklen

Im Beschichtungsprozess des Silikons kommt es zu einer starken Ansammlung des Materials in der Mitte des Metalleinlegers und somit zu einem Freilegen der Kanten (Abb. 84). Die Proben mit Henkel-Haftvermittler zeigen hingegen eine stabile Leckrate bis zu 1000 Temperaturzyklen. Die Varianten mit dem Aluminium Metalleinleger weisen nach 250 Zyklen eine höhere Leckrate auf. Diese steigt im Verlauf der Temperaturschockzyklen noch weiter an, was auf die schlechte Haftung des Haftvermittlers an die Aluminiumoberfläche zurückgeführt werden kann.

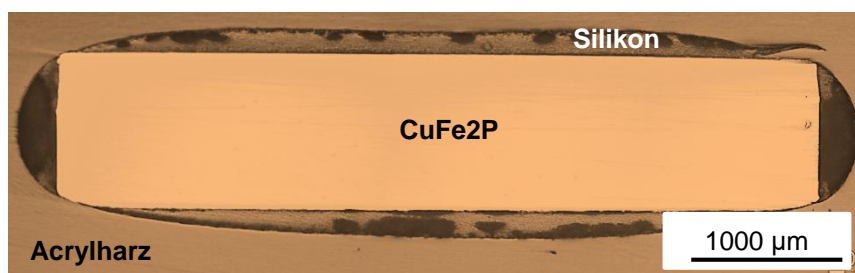
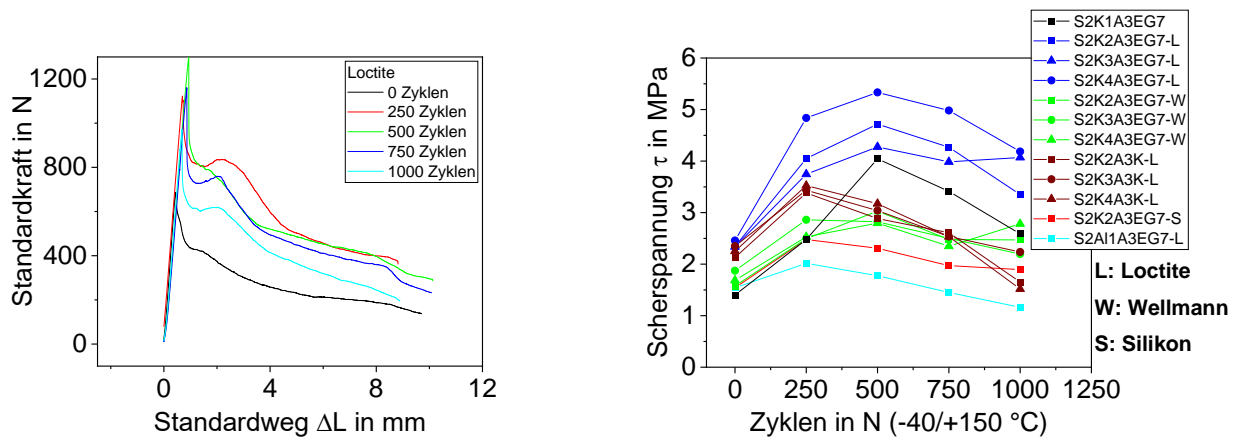


Abb. 84: Querschliffe von Silikon-Beschichtungsprofil

Die Charakterisierung des Metall-Kunststoff-Verbunds wird über eine Zugscherprüfungen realisiert. Untersucht werden soll, wie sich die Belastung bei der beschleunigten Alterung auf die Zugscherfestigkeit wirkt. Über entsprechende Vorrichtungen können die Metaldurchführungen mit einer Universalprüfmaschine vom Typ Z010 der Firma Zwick aus der Kunststoffumspritzung herausgezogen werden. Neben der quantitativen Aussage über die Scherhaftung ist auch das Bruchverhalten interessant.



**Abb. 85:** Kraftverläufe der Zugscherprüfung an die Versuchsnummer S2-K2-A3EG7-H vor und nach Temperatur Zyklen (rechts), maximale Scherspannungen von Metall-Kunststoff-Durchführungen mit und ohne reaktive Haftschrift vor und nach Temperatur-Zyklen (links)

Bei den Untersuchungen der Haftungseigenschaften wurden die Ergebnisse der Zugscher- als auch der Dichtheitsprüfung herangezogen, um die Wirkung der Haftvermittler zu quantifizieren. Abb. 85 rechts zeigt beispielhaft den Kraft-Weg Verlauf während der Zugscherprüfung an einem Probekörper mit Haftvermittler (S2-K2-A3EG7-H). Durch den Auszug des Metalleinlegers aus der Umspritzung kommt es zu einer Scherbelastung an der Grenzfläche und im Haftvermittler. In Abb. 85 rechts sind die Maximalkräfte über den Temperaturzyklen aufgetragen. Varianten mit Haftvermittler zeigen eine Zunahme der maximalen Zugscherkräfte nach 250 und 500 Temperaturschockzyklen. Die erhöhte Scherfestigkeit kann mit einer weiteren Aushärtung der polymeren Haftvermittler begründet werden, die voraussichtlich bereits im ersten Zyklus beim Temperieren auf 150 °C für 30 min erfolgt. Nach weiteren Temperaturschocks verschlechtert sich die Scherfestigkeit der Systeme mit Wellmann, Aluminium und Silikon. Die Ergebnisse der Zugscherprüfung korrelieren mit der Dichtheitsprüfung, in der Wellmann und Silikon schlechter als Loctite ausfallen. Hingegen zeigt die Variante S2A3EG7-L also in Bezug auf die Temperaturschockzyklen an Luft ein stabiles Verhalten bis 750 TS.

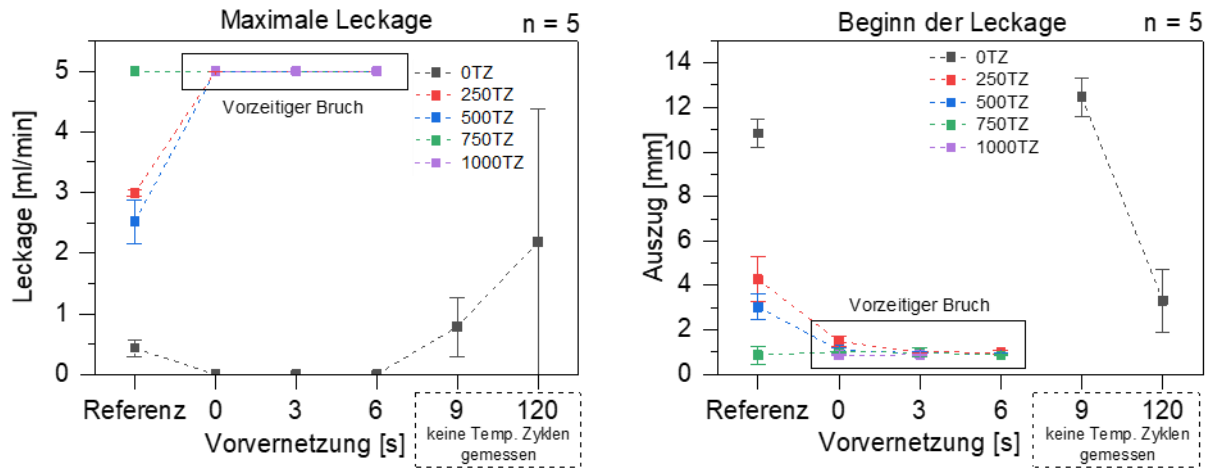
#### 4.5.9.3 Versuchsreihe 3

Zur Messung entstehender Leckagen während mechanischen Belastungen bzw. Relativbewegungen zwischen Metalleinlegen und Kunststoffumspritzungen wurde im Rahmen des Projekts ein Online-Prüfstand entwickelt und aufgebaut. Die Bestimmung des Druckabfalls erfolgt während Auszugsversuchen in der Universalprüfmaschine bei 1 bar Prüfdruck über der gesamten Prüfdauer. Um messbare Leckagen in den Bauteilen erzeugen zu können, musste eine Auszugslänge von 15 mm gewählt werde.

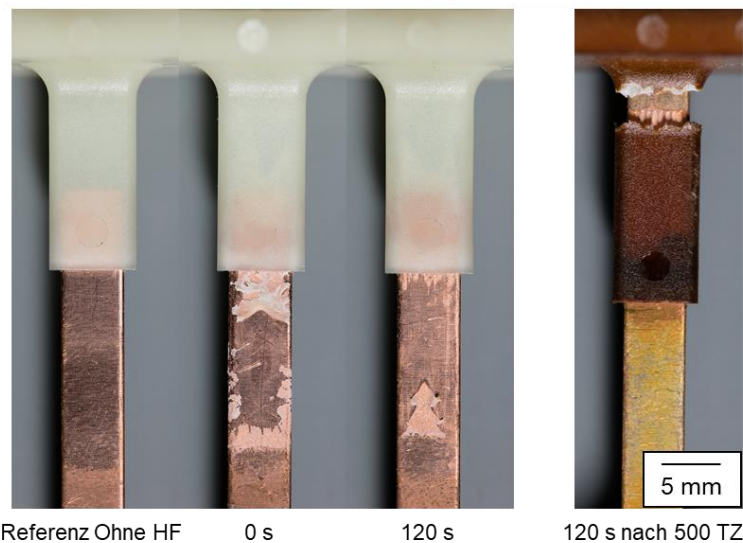
In Abb. 86, links sind die maximal gemessenen Leckagen im messbaren Bereich bis 5 ml/min für 20 mm umspritzte Probekörper, vor sowie nach unterschiedlichen Temperaturzyklen, dargestellt. Die Untersuchungen bestätigen, dass Haftvermittler mit nur geringen Vorvernetzungsgraden Leckagen, trotz großer Auszugslängen (15 mm), effektiv verhindern. Bei längeren Vorvernetzungen (9 und 120 s) treten hingegen wiederum Leckagen auf. Es kann davon ausgegangen werden, dass die gesteigerten Festigkeiten der stärker vernetzten Haftvermittler zu Schädigungen an den Grenzflächen führen, während restviskose Haftvermittler in entstehende Leckagepfade „geschmiert“ werden. Dieser Zusammenhang kann für Probekörper nach Temperaturzyklen nicht mehr beobachtet werden, da es jeweils zum Bruchversagen am Kragen der Kunststoffumspritzungen und somit zu einem drastischen Anstieg der Leckagen kommt. Der Beginn der Leckagen sowie auch der Bruch des Bauteils (Abb. 86, rechts) tritt, nach 0 und 250 Temperaturzyklen, für



höhere Vorvernetzungsgrade früher ein. Nach 500 Temperaturzyklen ist kaum ein Unterschied aufgrund der Vorvernetzung zu erkennen, was durch eine erhöhte thermische Nachvernetzung erklärt werden kann. Bauteilfotos ausgezogener Probekörper mit unterschiedlichen Vorvernetzungsgraden und nach 500 Temperaturzyklen sind exemplarisch in Abb. 87 dargestellt.

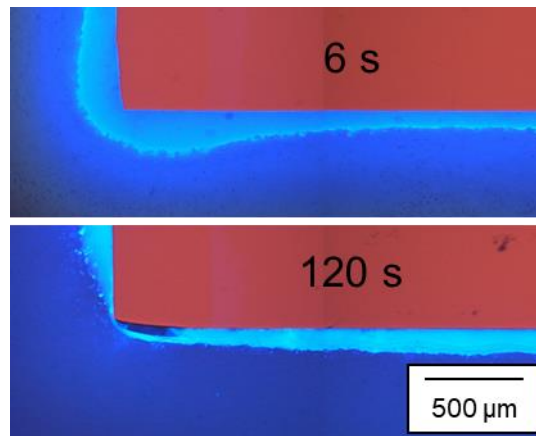


**Abb. 86:** Maximale Leckage (links, max. messbare Leckage = 5 ml/min) und Beginn der Leckage (rechts) im Online-Prüfstand, vor und nach verschiedenen Temperaturzyklen (TZ) für Referenzproben und beschichtete Einleger mit unterschiedlicher UV-Vorvernetzung



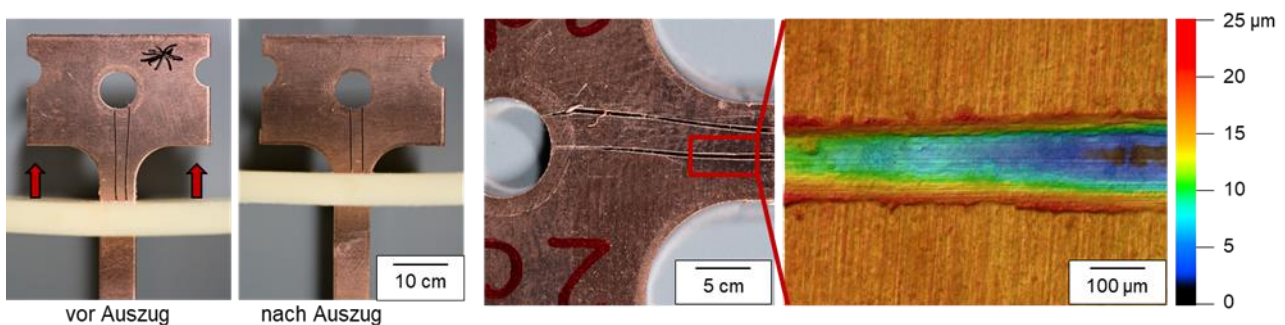
**Abb. 87:** Anschliff geprüfter Probekörper mit unterschiedlichem Vorvernetzungsgrad, mit und ohne erkennbarem Leckagepfad

Abb. 88 sind beispielhaft Schliffbilder geprüfter Probekörper mit unterschiedlich stark vorvernetztem Haftvermittler gezeigt. Bei hochvernetztem HV entstehen Leckagepfade an Kanten der Kupfer-Haftvermittler-Grenzfläche, während bei niedrigerer Vorvernetzung keine sichtbaren Leckagepfade erkennbar sind.



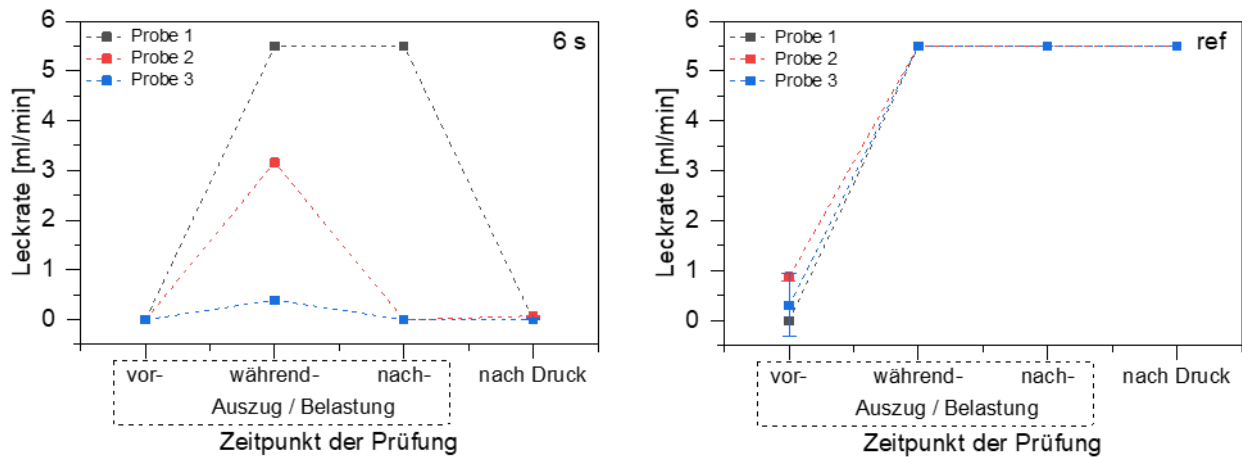
**Abb. 88:** Schliffbilder ausgezogener Probekörper mit Haftvermittler unterschiedlicher UV-Vorvernetzung in Sekunden. Oben keine sichtbaren Leckagen, unten freiliegende Metallkannte erkennbar.

Zur Erzeugung von Leckagen nach geringeren Auszugslängen, wurden Probekörper mit nur 4 mm Umspritzlänge gefertigt und im Online-Dichtepfstand untersucht. Alle Probekörper mit Haftvermittler blieben bis zur maximalen Auszugslänge von 4 mm dicht, während Probekörper ohne Haftvermittler undicht wurden. Um Leckagen in Proben mit Haftvermittler zu erzeugen, wurde eine neue Prüfreihe mit gekerbten Metalleinlegern erstellt. Die Einleger wurden hierfür bis zur Umspritzung beidseitig, wie in Abb. 89 dargestellt, jeweils zweimal mit einer 100 µm dicken Stahlspitze gekerbt. Die Tiefe der Kerben beträgt im Mittel etwa 15 µm, die Höhe der sich an den Rändern der Kerben bildenden Grate beträgt etwa 5 µm. Die Probekörper wurden im Online-Dichtepfstand eingespannt und die Kunststoffumspritzung 4 mm, über den gekerbten Bereich des Einlegers gezogen, was bei allen Proben zu einem Anstieg der Leckrate bis zur Messgrenze von 5 ml/min führte. Die Proben werden anschließend, mit dem Ziel den restviskosen Haftvermittler in die eingebrachten Kerben zu forcieren und die Leckagefuge zu schließen, mit 0,33 MPa bei 150 °C für 10 min druckbelastet.



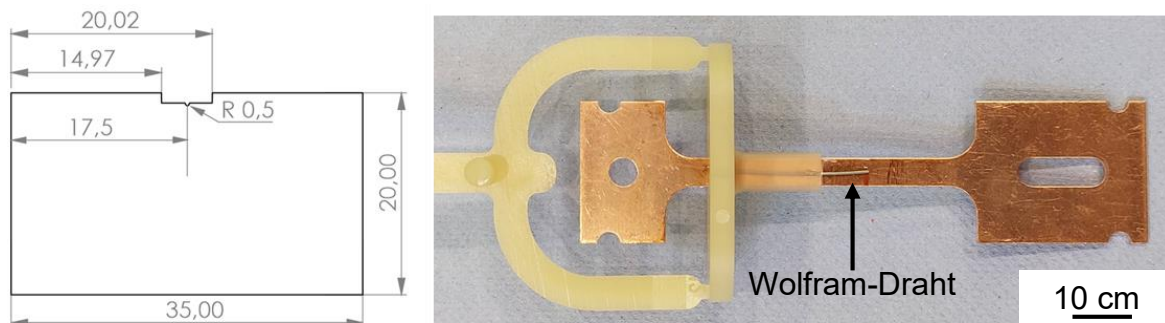
**Abb. 89:** Gekerbter Kupfereinleger als definierter Leckagepfade vor und nach Auszug in Online-Dichtemessung. Rechts Höhenprofil bestimmt im Konfokalen Laserscanning-Mikroskop

In Abb. 90 sind gemessene Leckagen beispielhafter Probekörper mit restviskosem HV (Loctite) vor, während und nach dem Auszug der Einleger sowie nach einer anschließenden Druckbelastung aufgetragen. Die während der Belastung gemessenen Leckraten sinken teilweise bei niedrigviskosem HV bereits nach Beenden der Belastung. Durch die anschließend aufgebrachte Druckbelastung bei erhöhter Temperatur kann ein signifikanter Rückgang der Leckraten für fast alle Probekörper mit HV beobachtet werden. Die Referenzproben ohne HV zeigen hingegen keinen Rückgang der Leckraten. Ein erfolgreiches Verschließen der Leckagefuge kann demnach auf das Eindringen des restviskosen Haftvermittlers zurückgeführt werden.



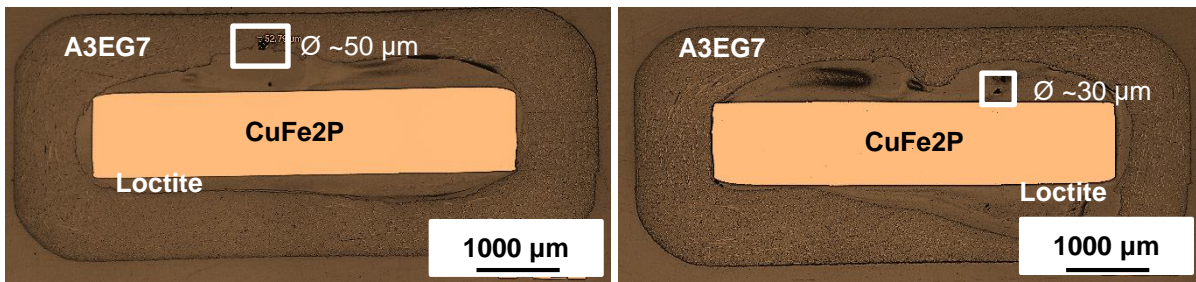
**Abb. 90:** Gemessene Leckagen vor, während und nach einer Relativbewegung zwischen gekerbtem Einleger und 4 mm Umspritzung sowie nach einer Druckbelastung (0,33 MPa bei 150 °C für 10 min) für Probekörper mit HV Loctite – 6s vorvernetzt (links) und ohne (rechts), umspritzt mit 290 °C Schmelzetemperatur

Als weiteren Ansatz, zur Bewertung einer Selbstheilung im Bauteilinneren, wurden Probekörper mit ausziehbarem Wolfram-Draht (500 µm) hergestellt. Der Draht wurde im Bereich der Beschichtung, längs auf dem Einleger positioniert, mit Haftvermittler beschichtet und fixiert. Zur Weiterverarbeitung im Spritzgussprozess wurde ein angepasster Werkzeugeinsatz, wie in Abb. 91, links dargestellt, mit einer Öffnung für den herausragenden Draht versehen. Den umspritzten Proben (Abb. 91, rechts) wurde anschließend der Draht ausgezogen und so ein Kanal im Haftvermittler und Kunststoff erzeugt. Die Kanäle werden vor und nach einer thermischen Belastung im Schlibbild mikroskopisch untersucht, und ein potentielles Verschließen der eingebrachten Schädigungen bewertet.



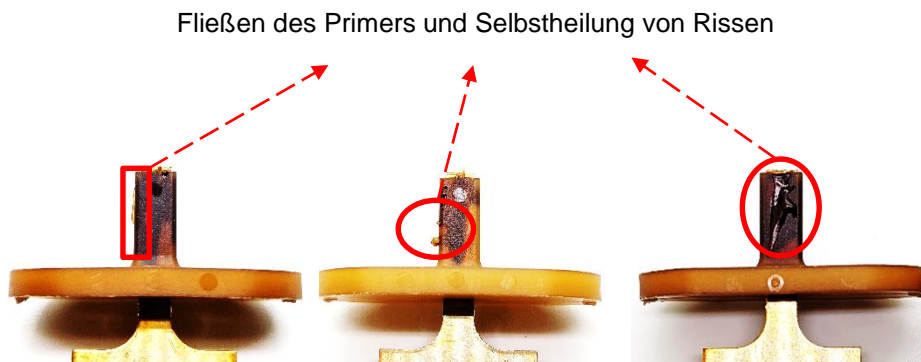
**Abb. 91:** Umspritzter Metalleinleger mit ausziehbarem Wolfram-Draht und angepasster Werkzeugeinsatz

Nach dem Ziehen des Wolframdrahts wurden die Loctite LKT-Proben mit eingebrachtem Kanal an Luft zwischen -40 °C und +150 °C für 100, 250, und 1000 Temperaturzyklen thermisch zyklert. Abb. 92 zeigt Querschnitte der Loctite LKT Proben nach 100 (links) und 250 (rechts) Zyklen. Die Durchmesser der eingebrachten Kanäle wurden durch die thermische Alterung von 500 µm um bis zu 95 %, auf unter 50 µm reduziert. Hohlräume die durch das Fließen des Primers in den Kanal entstehen, können potentiell durch Schrumpf, bedingt durch thermische Alterung, ausgeglichen werden. Die geänderte Geometrie der Haftvermittlerbeschichtung (originale Geometrie ist eine knochenähnliche Schichtstruktur) im Querschnitt, kann durch das Fließen des Primers in Mikrolöcher erklärt werden.



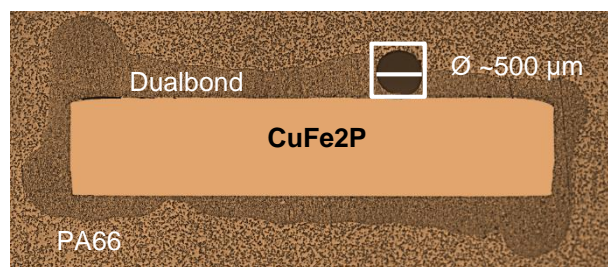
**Abb. 92:** Querschnitte der Loctite LKT-Probe mit dem handgefertigten Kanal nach 100 (links) und 250 (rechts) Temperaturzyklen

Der mittels Draht eingebrachte Kanal bildet eine Schwachstelle in der Polymerumspritzung, an den Rissen unter thermischer Alterung wachsen können. In Abb. 93 sind exemplarische drei Probekörpern nach 1000 Temperaturzyklen dargestellt, bei denen sich Risse bis zur Oberfläche der Umspritzung ausgebreitet haben. Aufgrund des während Temperaturzyklen wirkenden hydrostatischen Drucks, ist der Haftvermittler (Loctite) in die Risse eingeflossen und hat sie vollständig ausfüllen.



**Abb. 93:** Bilder der Loctite LKT-Probe mit dem handgefertigten Kanal nach 1000 Temperaturzyklen

Die mit Dualbond beschichtete LKT-Probe mit eingebrachtem Kanal wurden ebenfalls an Luft zwischen  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$  und  $+150\text{ }^{\circ}\text{C}$  für 250, 500, und 1000 Temperaturzyklen thermisch gealtert. Abb. 94 zeigt Querschnitte der Dualbond LKT-Proben nach 500 Zyklen. Fließen oder Selbstheilung durch den Haftvermittler unter thermischer Spannung ist in der metallographischen Untersuchung nicht erkennbar, was auf die hohe Steifigkeit von Dualbond und eine hohe Haftfestigkeit mit Kupfer und PA66 zusammenhängen kann.



**Abb. 94:** Querschnitte der Dualbond LKT-Probe mit dem handgefertigten Kanal nach 250 Temperaturzyklen

Da Dualbond vollflächig und nicht vom Polymer eingeschlossen aufgetragen ist, kann der Haftvermittler bis zum 2 mm in Y-Richtung, parallel zur Kavität, unter der entstehenden thermischen Spannung aus der Probe herausfließen (Abb. 95). Wäre der Haftvermittler in einem eingeschlossenen Dichtbereich beschichtet, könnte ein Verschließen des Kanals möglich sein, da höhere thermische Spannungen entstehenden würden. Dualbond Proben mit einem eingeschlossenen Beschichtungsbereich konnten jedoch nicht untersucht werden, da es stets zu einem Bruch des Wolframdrahts beim Auszug gekommen ist.



Abb. 95: Bilder der Dualbond LKT-Probe mit dem handgefertigten Kanal nach 1000 Temperaturzyklen

#### 4.5.9.4 Versuchsreihe 4

In vorangegangenen Untersuchungen sowie in den ersten zwei Versuchsreihen konnte identifiziert werden, dass eine reduzierte Schichtdicke des Haftvermittlers die Lagestabilität im Spritzgussprozess verbessert, weshalb in Versuchsreihe 4 weiterhin mit einer geringen Schichtdicke gearbeitet wird. Um freiliegende Kanten sicher zu vermeiden, soll das Beschichtungsprofil die Kanten des Metalleinlegers in einer knochenähnlichen Struktur umschließen. Abb. 96 zeigt beispielhaft das tatsächliche Beschichtungsprofil in Querschliffen. Die Schichtdicke liegt zwischen 100 und 150  $\mu\text{m}$  und zeigt die angestrebte knochenähnliche Struktur.

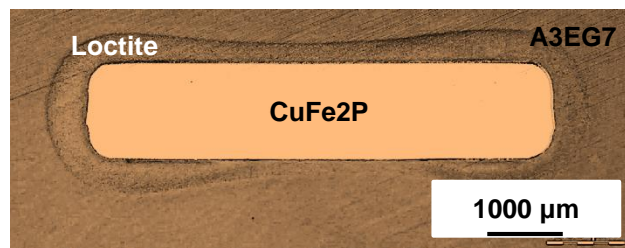


Abb. 96: Querschliffe von Beschichtungsprofilen mit einer knochenähnlichen Struktur

Die Prozessparameter des Schichtauftrags sind in Tab. 19 aufgeführt.

Tab. 19: Parameter des Druck-Zeit-Dispensers für Loctite OM (42 18-39-3 + 1 % t Thixotropiermittel)

Schichtdicke $\mu\text{m}$	Nadeldurchmesser in mm	Abstand Düse – Substrat mm	Druck Bar	Geschwindigkeit mm/s
Dünn (100 - 150)	0.58	0.2	2.7	3.5

Die statistische Versuchsplanung umfasst 10 Varianten, die in Tab. 20 dargestellt sind

Tab. 20: Übersicht der statistischen Versuchsplanung der zweiten Versuchsreihe

Versuchsnummer	Geometrie	Dichtbereich	Schichtdicke in $\mu\text{m}$	Vorhärtung
S4-K1-A3EG7	Stanzkanten	-----	0	-----
S4-K2-A3EG7	Geprägte Kanten			
S4-K3-A3EG7-L	Stanzkanten	Vollflächig	100-200	UV, 9 s
S4-K4-A3EG7-L	Geprägte Kanten			
S4-K5-A3EG7-L	Stanzkanten	Eingeschlossen		UV, 9 s
S4-K6-A3EG7-L	Geprägte Kanten			
S4-K7-A3EG7-D	Stanzkanten	Vollflächig	100-200	60 °C/30 min
S4-K8-A3EG7-D	Geprägte Kanten			60 °C/30 min
S4-K9-A3EG7-D	Stanzkanten	Eingeschlossen		60 °C/30 min
S4-K10-A3EG7-D	Geprägte Kanten			60 °C/30 min

Die gefertigten Gehäuseprobekörper wurden wie die LKT-Probe mit 1000 Temperaturschockzyklen von -40°C bis 150°C an Luft belastet. Die Leckraten wurden in definierten Abständen nach 250, 500, 750 und 1000 Zyklen mittels Heliumlecktest bestimmt. Abb. 97 zeigt die gemessenen Leckraten an 2-fach-Fingern der in Tab. 20 aufgeführten Varianten, vor sowie nach den jeweiligen Temperaturzyklen. Eine Versuchsvariante umfasst jeweils 8 Proben, gefertigt mit denselben Parametern. Varianten ohne Haftvermittler bzw. die mit Dualbond beschichteten Proben weisen bereits nach 250 Zyklen erhöhte Leckraten auf, die im Verlauf weiterer Temperaturschockzyklen weiter ansteigen. Dies kann mit einer schwachen Haftung von Dualbond an die Kupferoberfläche begründet werden. Die mit Loctite beschichteten Proben zeigen hingegen eine stabile, geringe Leckrate bis zu 750 Temperaturzyklen. Einen Unterschied zwischen den gestanzten (S3K3) und geprägten (S3K4) Proben kann bis 1000 Temperaturzyklen nicht festgestellt werden, was auf den positiven Effekt der knochenähnlichen Auftragsstrategie des Haftvermittlers zurückgeführt werden kann.

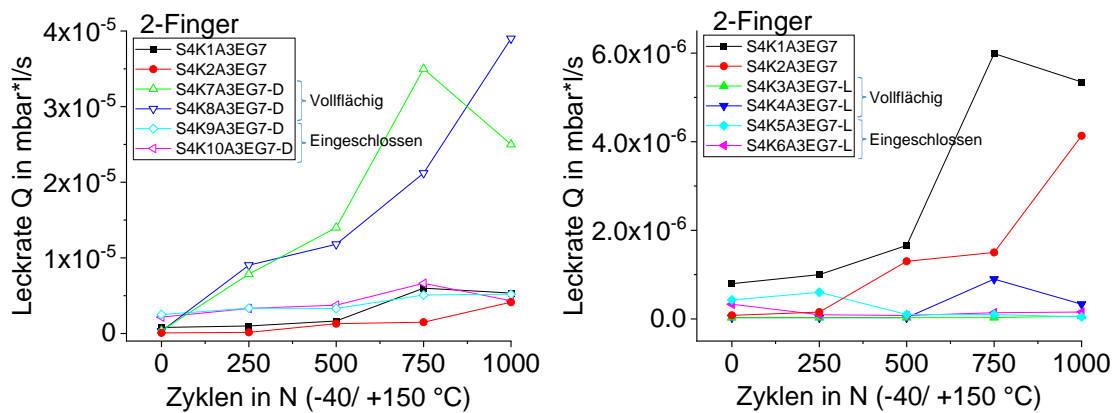


Abb. 97: Leckraten für Serie 4 der Mechatronikgehäuse vor und nach Temperatur-Zyklen (Leckraten an 2-fach Fingern)

Abb. 98 zeigt die gemessenen Leckraten an 3-fach Fingern der in Tab. 20 aufgeführten Varianten, vor sowie nach den jeweiligen Temperaturzyklen.

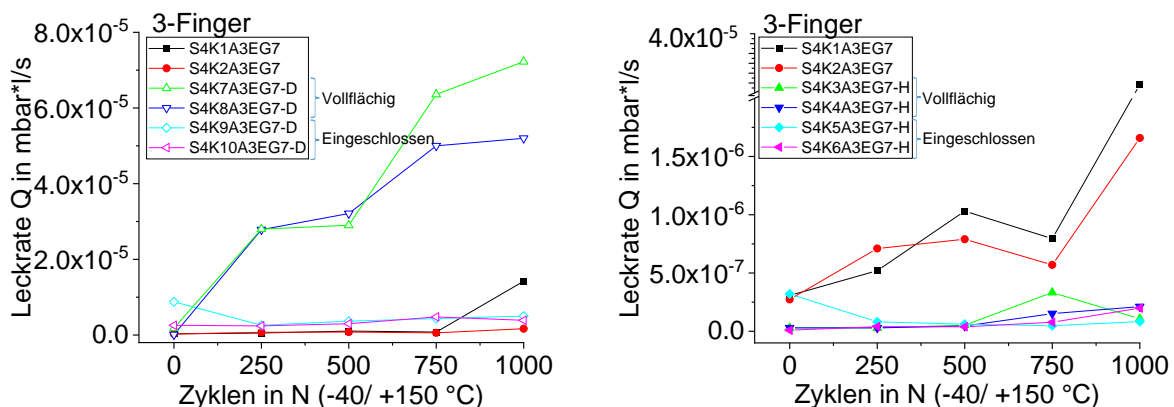


Abb. 98: Leckraten für Serie 4 der Mechatronik Gehäuse vor und nach Temperatur-Zyklen (3-fach Fingern)

## 5 Zusammenfassung

Im Vorhaben „SelHG“ wurden Selbstheilungsmechanismen zur Prävention und Versiegelung von Schädigungen in spritzgegossenen Kunststoffgehäusen an metallischen Durchführungen wissenschaftlich untersucht. Die ausgewählten Strategien der Selbstheilung bzw. Selbstdichtung basieren auf dem Einsatz flexibler/viskoser Zwischenschichten aus Haftvermittlern zwischen Metalleinleger und Kunststoffgehäuse, die in Schädigungen wie Risse eindringen und diese am Wachstum hindern oder sie in der Entstehungsphase direkt wieder verschließen.

Die Entwicklung des ausgewählten Selbstheilungsmechanismus fußt auf den detaillierten Untersuchungen in den Bereichen der Materialcharakterisierung, der Prozessoptimierung und des Bauteilverhaltens der dicht umspritzten Hybridbauteile. Diese Zusammenhänge wurden systematisch aufeinander abgestimmt, um die Wirkung des Selbstheilungsmechanismus zu erzielen.

Die ausgewählten, kommerziell erhältlichen Kunststoffe und Haftvermittler wurden umfangreich analytisch charakterisiert. Hierfür wurden die relevanten thermischen, rheologischen und mechanischen Eigenschaften bestimmt. Die vernetzungsbedingten rheologischen Eigenschaften der Haftvermittler wurden in einem breiten Temperaturbereich von -20 °C bis 175 °C untersucht. Dies ermöglichte ein besseres Verständnis der Wirkzusammenhänge der sich ergebenden Bauteileigenschaften sowie der beobachteten Selbstheilungseffekte. Die Fließfähigkeit des Haftvermittlers in Mikrorisse wurde anhand unterschiedlicher, speziell entwickelter Verfahren, wie dem Abformen in mikrosystemtechnisch hergestellte PDMS-Schablonen untersucht und validiert. Die temperatur- und vernetzungsgradabhängigen Fließfähigkeiten der restviskosen Haftvermittler wurden analytisch in einem Zylinder-Stempel-Druckversuch bestimmt und mit dem Eindringverhalten korreliert. Prozessseitige Einflüsse und Zusammenhänge wurden in zwei systematisch aufeinander aufbauenden Versuchsreihen, mit einer einfachen Stecker-Geometrie, untersucht. Der Einfluss verschiedener Spritzgießparameter, wie Masse- und Werkzeugtemperatur, Einspritzgeschwindigkeit und Nachdruckhöhe/-zeit auf die Mediendichtheit, den Vorvernetzungsgrad der Haftvermittler und speziell auf die selbstheilenden Mechanismen konnte wissenschaftlich beschrieben werden.

Auf Grundlage der Erkenntnisse aus den drei Untersuchungsserien wurden industrielle Gehäuseformen mit bestmöglicher Selbstheilung/-dichtung mit einer Vielzahl an metallischen Durchführungen gefertigt. Die Bauteile wurden unter anwendungsnahen Bedingungen auf ihr Langzeitverhalten untersucht. Die industriellen Gehäuse zeigten selbst nach intensiver thermomechanischer Belastung stabil geringe Leckraten dank der nachgewiesenen Selbstheilungsmechanismen.

## 5.1 Gegenüberstellung der durchgeführten Arbeiten und des Ergebnisses mit den Zielen des Projektes

Es erfolgt eine Gegenüberstellung der geplanten Arbeiten mit den durchgeführten Arbeitsschritten sowie der entsprechenden erhaltenen Ergebnisse mit den Zielen laut Projektantrag.

### AP 1: Werkstoffauswahl und Probekörperdefinition

Geplante Arbeiten / Ziel	Durchgeführte Arbeiten / Ergebnis
Auswahl der Versuchs- und Funktionsmuster	Es erfolgte die Definition von Probekörper und industrienahe Gehäusestruktur sowie die Festlegung der Geometrien der Metaldurchführungen. Alle für das Versuchsprogramm nötigen Teile wurden mit dem PA ausgewählt und beschafft oder eigens hergestellt.
Festlegung der Versuchsmaterialien	Die festgelegte Matrix der Materialien umfasst für das Gehäuse das Polyamid in 2 Varianten, je einen Primer aus Acrylat und Epoxid sowie Leadframes aus Al und Cu.
Festlegung der Selbstheilungs- bzw. Selbstdichtungsstrategien	Hier wurde Selbstheilung durch viskoplastisches Fließen definiert. Zudem wurden Belastungs- und Zuverlässigkeitsanforderungen sowie Nachweise dafür festgelegt

### AP 2: Compound- und Haftvermittlerherstellung

Geplante Arbeiten / Ziel	Durchgeführte Arbeiten / Ergebnis
Herstellung von Compounds	Speziell erzeugte Compounds waren bei der gewählten Selbstheilungsstrategie nicht mehr notwendig.
Herstellen von Haftvermittlern mit intrinsischen Selbstheilungsmechanismen durch Zuarbeit von PA und IMTEK	Den Firmen Loctite Henkel und Delo wurden speziell zu adaptierende Primersysteme (Multi-Stage Epoxid sowie UV-härtende Acrylate) definiert und von diesen spezifische Varianten erzeugt.

### AP 3: Werkstoffcharakterisierung

Geplante Arbeiten / Ziel	Durchgeführte Arbeiten / Ergebnis
Kunststoffkomponenten (Gehäusewerkstoffe)	Auch im Hinblick auf Simulationen wurde das thermisch-mechanische Verhalten der Polyamide umfassend mit Thermoanalysen (TMA und DMA) sowie fließtechnisch ermittelt.
Haftvermittler	Thermisch-mechanisches Verhalten und Härstungsstufen der beiden Haftvermittler wurden umfassend mit Methoden der thermischen Analyse (TMA und DMA) sowie rheologisch bestimmt.

### AP 4: Bruchmechanische Simulation

Geplante Arbeiten / Ziel	Durchgeführte Arbeiten / Ergebnis
Prozesssimulation Spritzguss	Basierend auf PVT-Diagrammen der spezifischen Materialien wurde der Spritzgussprozess fließmechanisch analysiert. Dabei wurden die relevanten, auf die Materialien einwirkenden Größen, ermittelt.
Bruchmechanik	Es wurden die erwarteten Belastungen beim Scherzugversuch durch Simulation mit ANSYS untersucht.

### AP 5: Probekörperherstellung

Geplante Arbeiten / Ziel	Durchgeführte Arbeiten / Ergebnis
Erkennen der Einflüsse von - Prozessführung beim Spritzgießen - Haftvermittlern - Additiv- und Füllstoffgehalten	Es wurden diverse Probenserien hergestellt, für die die gesamte Materialmatrix und das mögliche Programm an Geometrien und Prozessparametern variiert wurde. Die



	so erzeugten speziellen LKT-Proben waren besonders für Festigkeitstests und Dichtheitsmessungen geeignet.
--	-----------------------------------------------------------------------------------------------------------

### AP 6: Dichtheitsprüfung vor und nach gezielter Belastung

Geplante Arbeiten / Ziel	Durchgeführte Arbeiten / Ergebnis
Charakterisierung der Leckraten und Leckpfade nach Belastungsuntersuchungen mit erhöhter Schädigungswirkung	Die Proben wurden bis 1000 Zyklen im Temperaturschocktest -40 °C bis 150 °C getestet. Nachfolgend wurden Helium-Lecktests in speziell erstellten Halterungen durchgeführt.

### AP 7: Fraktographische Untersuchung und Simulationsabgleich

Geplante Arbeiten / Ziel	Durchgeführte Arbeiten / Ergebnis
Fraktographische Untersuchungen hatten das Ziel, den Schädigungsmechanismus bei Nichtdichtigkeit aufzuklären.	Die Ursachen von Undichtheit nach dem Umspritzen und nach Zugschertests sowie nach Lebensdauertests wurden durch visuelle Inspektion und Materialographie (Schliffe und Mikroskopie) ermittelt.
Simulationsabgleich	Im Vorhaben wurde der Einsatz der Computersimulation beschränkt. Als wesentlich zielführender erwies sich die experimentelle Simulation bestimmter Leck- und Selbstheilungsszenarien an speziellen Grundlagenproben.

### AP 8: Technologietransfer auf industrielle Gehäuseformen

Geplante Arbeiten / Ziel	Durchgeführte Arbeiten / Ergebnis
Verifikation des Selbstheilungskonzepts an einer industriellen Gehäuseformen mit mehreren metallischen Durchführungen unter anwendungsnahen Bedingungen	Es wurde eine Serie von Prüflingen mit einer praxisnahen Gehäusebauform beim PA-Mitglied IWIS hergestellt. Die Probe war in einem früheren AIF-Vorhaben entwickelt worden. Projektziele bezüglich Dichtheit und Zyklusbeständigkeit wurden erreicht.

### AP 9: Untersuchung der Langzeitbeständigkeit

Geplante Arbeiten / Ziel	Durchgeführte Arbeiten / Ergebnis
Entwicklung von Belastungsprüfungen	Nach Konsultation mit dem PA wurden die Belastungsprüfungen auf die o.g. Temperaturschocktest begrenzt. Zyklische Öllagerung wurde so beurteilt, dass hieraus wegen der komplexen Kontaminationseinflüsse keine eindeutigen Ergebnisse zu erwarten waren.
Beschreibung der Langzeitbeständigkeit und Belastungsfähigkeit	Die gewählte Teststrategie erlaubte es, Dichtheit und Langzeitbeständigkeit nachzuweisen und die o.g. Einflussgrößen bezüglich ihrer Wirkung zu bewerten.

### AP 10: Ableitung von Gestaltungshinweisen / Abschlussbericht

Geplante Arbeiten / Ziel	Durchgeführte Arbeiten / Ergebnis
Dokumentation und Angaben zur Gestaltung von selbstheilenden Primeranordnungen.	Die Angaben sind Bestandteil dieses Abschlussberichts im Rahmen der Angaben zu erfolgreichen Prozessparametern.

Die Arbeitspunkte aller Arbeitspakete wurden entsprechend den Planungen bearbeitet und die dabei angestrebten Ziele und Ergebnisse wurden allesamt erreicht. Der chronologische Ablauf der Bearbeitung war in mehreren sequentielle Serien bzw. Proben-Kampagnen über die gesamte Projektlaufzeit organisiert.

## 6 Ergebnistransfer in die Wirtschaft

### 6.1 Ergebnistransfer während der Projektlaufzeit

Maßnahme	Ziel	Rahmen	Datum/Zeitraum
Bereits durchgeführte Transfermaßnahmen			
Ergebnispräsentation und Beratung	Ergebnispräsentation und Diskussion der durchgeführten und geplanten Arbeiten	1. PA Sitzung (LKT)	11.12.2019
Forschungsreport	Fortschrittsbericht, Diskussionen, Festlegungen,	FA10-Sitzung	04.12.2019
Ergebnispräsentation und Beratung	Ergebnispräsentation und Diskussion der durchgeführten und geplanten Arbeiten	PA AK "Kunststoffe"	05.02.2020 bis 06.02.2020
Forschungsreport	Fortschrittsbericht, Diskussionen, Festlegungen,	Sitzung PA Mechatronik (FVA)	19.05.2020
Forschungsreport	Fortschrittsbericht, Diskussionen, Festlegungen,	FA10-Sitzung	19.05.2020
Ergebnispräsentation und Beratung	Ergebnispräsentation und Diskussion der durchgeführten und geplanten Arbeiten	2 u 3. PA Sitzung (online)	16.06.2020
Ergebnispräsentation und Beratung	Ergebnispräsentation und Diskussion der durchgeführten und geplanten Arbeiten	PA KS "Kunststoffe"	07.07.2020 bis 08.07.2020
Ergebnispräsentation und Beratung	Ergebnispräsentation und Diskussion der durchgeführten und geplanten Arbeiten	2 u 3. PA Sitzung (online)	17.09.2020
Forschungsreport	Fortschrittsbericht, Diskussionen, Festlegungen,	Sitzung PA Mechatronik (FVA)	05.11.2020
Forschungsreport	Fortschrittsbericht, Diskussionen, Festlegungen,	FA10-Sitzung	05.11.2020
Ergebnispräsentation und Beratung	Ergebnispräsentation und Diskussion der durchgeführten und geplanten Arbeiten	4. PA Sitzung (online)	14.01.2021
Ergebnispräsentation und Beratung	Ergebnispräsentation und Diskussion der durchgeführten und geplanten Arbeiten	5. PA Sitzung (online)	14.04.2021
Forschungsreport	Fortschrittsbericht, Diskussionen, Festlegungen,	FA10-Sitzung	04.05.2021
Forschungsreport	Fortschrittsbericht, Diskussionen, Festlegungen,	Sitzung PA Mechatronik (FVA)	20.05.2021
Ergebnispräsentation und Beratung	Ergebnispräsentation und Diskussion der durchgeführten und geplanten Arbeiten	KST PA "Kunststoffe" (online)	29.06.2021 bis 30.30.2021

Ergebnispräsentation und Beratung	Ergebnispräsentation und Diskussion der durchgeführten und geplanten Arbeiten	6. PA Sitzung (online)	08.09.2021
Forschungsreport	Fortschrittsbericht, Diskussionen, Festlegungen,	Sitzung PA Mechatronik (FVA)	10.11.2021
Ergebnispräsentation und Beratung	Ergebnispräsentation und Diskussion der durchgeführten und geplanten Arbeiten	7. PA Sitzung (online)	23.11.2021
Forschungsreport	Fortschrittsbericht, Diskussionen, Festlegungen,	FA10-Sitzung	02.12.2021
Ergebnispräsentation und Beratung	Ergebnispräsentation und Diskussion der durchgeführten und geplanten Arbeiten	KST AK "Kunststoffe" (online)	08.02.2022 bis 09.02.2022
Ergebnispräsentation und Beratung	Ergebnispräsentation und Diskussion der durchgeführten und geplanten Arbeiten	8. PA Sitzung (online)	28.02.2022
Ergebnispräsentation und Beratung	Ergebnispräsentation und Diskussion der durchgeführten und geplanten Arbeiten	9. PA Sitzung (online)	21.04.2022
Forschungsreport	Fortschrittsbericht, Diskussionen, Festlegungen,	Sitzung PA Mechatronik (FVA)	10.05.2022
Forschungsreport	Fortschrittsbericht, Diskussionen, Festlegungen,	FA10-Sitzung	17.05.2022
Forschungsreport	Fortschrittsbericht, Diskussionen, Vorstellung Projektantrag für Nachfolgeprojekt	10. PA Sitzung (online)	23.05.2022
Ergebnispräsentation und Beratung	Ergebnispräsentation und Diskussion der durchgeführten und geplanten Arbeiten	PA AK "Kunststoffe" in Erlangen	07.07.2022 bis 08.07.2022
Aufnahme der Ergebnisse in die Universitäre Lehre und Weiterbildung von Studenten	Information von Studenten über die Forschungsergebnisse, Ergebnistransfer in die Wirtschaft über die Absolventen	Vorlesungen, z. B. im Rahmen den Vorlesung: „Advanced Assembly and Packaging“ sowie Abschlussarbeiten und Hiwi-Tätigkeiten	Vorlesungseinheit im SoSe 2019 SoSe 2020 SoSe 2021 Betreuung von Abschlussarbeiten

## 6.2 Geplanter Ergebnistransfer nach Abschluss des Vorhabens

Maßnahme	Ziel	Rahmen	Datum/Zeitraum
Geplante spezifische Transfermaßnahmen nach Abschluss der Projektlaufzeit			
Forschungsreport	Ergebnispräsentation und Diskussion der durchgeführten Arbeiten	DVS CONGRESS 2022	19.09.2022 bis 21.09.2022
Abschlussbericht	Zusammenstellung und vertiefte Darstellung der Forschungsergebnisse, Veröffentlichung TIB Hannover und FreiDok <i>plus</i>	Online-Veröffentlichung und als Druckversion (z. B. in Schrifreihe „Forschungshefte Forschungsvereinigung Antriebstechnik e. V.“)	nach Abschluss des Vorhabens
Fachzeitschrift	Wissenstransfer an KMU gerichtete Fachzeitschrift	z. B. Adhäsion, Dicht, Joining Plastics, Schweißen und Schneiden, Light Weight Design etc.	4-6 Monate nach Abschluss
Fachtagungen und -konferenzen	Wissenstransfer an KMU gerichtete Fachtagung bzw. in die Fachwelt der Verbindungstechnik	z. B. Technobond, VDI-Konferenz, Fügen im Automobilbau, APC etc.	4-6 Monate nach Abschluss
Aufnahme der Ergebnisse in die Universitäre Lehre	Information an Studenten über die Forschungsergebnisse, Ergebnistransfer in die Wirtschaft über die Absolventen	Vorlesungen in der Fachrichtung Ingenieurwissenschaften, z.B. im Rahmen der Vorlesungen: „Leichtbau“, „Aufbau- und Verbindungstechnik“, „Advanced Assembly and Packaging“, „Qualitätsmanagement“	ab Semester nach Beendigung des Vorhabens
Weiterbildung von Studenten	Ergebnisse werden direkt in den Wissensschatz der Studenten über unterschiedliche Aktivität am Lehrstuhl und der Technischen Fakultät aufgenommen und anschließend gewinnbringend am späteren Arbeitsplatz angewandt.	Hiwi-Tätigkeiten	15.11.2022 bis Projektende (IMTEK)
		Masterarbeit	<ul style="list-style-type: none"> <li>22.02.2021 bis 04.10.2021 (IMTEK)</li> <li>27.07.2021 bis 05.05.2022 (IMTEK)</li> </ul>
		Vertiefungs- und Forschungspraktika im Studiengang „Sustainable Materials - Functional Materials“	15.09.2021 bis 15.01.2022 (IMTEK)
Dissertation(en)	Verbreitung einfach zugänglicher Ergebnisse	Dissertation	1 bis 2 Jahre nach Beendigung des Vorhabens

### **6.3 Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens für KMU**

Zum Schutz mechatronischer Systeme werden aus Gründen der Leistungsfähigkeit, Kosten, Gestaltungsfreiheit und Multifunktionalität Kunststoffgehäuse (Premolded Packages) in Großserie durch Spritzgießen hergestellt. Typische Thermoplaste für die Anwendung in Gehäusen zum Schutz elektrischer Komponenten sind Polyamid 6.6 (PA66) oder Polybutylenterephthalat (PBT). Diese sind auch für hohe Anwendungstemperaturen geeignet, kostengünstig und daher im Markt weit und branchenübergreifend verbreitet. Leider erlaubt die stoffschlüssige Verbindung zwischen Polymer und Leiterraum keine langzeitige Dichtheit. Daher müssen derartige Gehäuse mit Silikonem gefüllt werden, was u.a. Nachteile für Kosten und Recyclingfähigkeit bedingt. Das hier erfolgreich erprobte Konzept selbstheilender Primerstrukturen erlaubt einen wesentlich sparsameren Materialeinsatz. Es ist geeignet für sehr hohe Einsatztemperaturen bis 150 °C. Somit werden durch das Verfahren sehr robuste Gehäuse bei gleichzeitig wirtschaftlichen Vorteilen möglich. Laut Analyse für den Antrag basierte das Geschäft von 243 deutschen Unternehmen, hauptsächlich KMU auf „Kunststoffspritzteilen mit Metalleinlage“. Der Markt für spritzgegossene Kunststoffgehäuse ist also groß und er hat weiterhin ein hohes Wachstumspotenzial. Entlang der Wertschöpfungskette können insbesondere KMU die erwarteten Ergebnisse des Vorhabens intensiv nutzen. Im Einzelnen handelt es sich bei den KMU um Hersteller von elektronischen Bauelementen, mechatronischen Systemen, Stanzbiegeteilen mit Bandgalvanik, Beschichtungsanlagen, Kunststoffspritzgussteile, Spezial-Kunststoffe, Klebstoffe, Metalle sowie um Dienstleister für Prozesse im Rahmen des Produktentstehungsprozesses der Premolded Packages.

### **6.4 Einschätzung der Realisierbarkeit des Transferkonzepts**

Die Realisierbarkeit des Transferkonzepts wird als sehr realistisch angesehen, da im Vorhaben – immer in enger Abstimmung mit dem PA – weitestgehend Verfahren und Charakterisierungsmethoden angewandt wurden, die bereits in der Industrie verwendet werden. Außerdem wurden in AP8 auf Grundlage der Erkenntnisse aus AP4-7 industrielle Gehäuseformen mit einer Vielzahl an metallischen Durchführungen hergestellt. Diese wurden bezüglich des Langzeitverhaltens unter anwendungsnahen Bedingungen untersucht. Ziel des Vorhabens ist die wissenschaftlich fundierte Untersuchung von Selbstheilungsmechanismen zur Prävention und Versiegelung von Schädigungen in spritzgegossenen Kunststoffgehäusen an metallischen Durchführungen, die infolge von Alterung, thermischer und mechanischer Belastung entstehen, und zu Leckagen führen können. Diese Selbstheilungsmechanismen wurden schon in LKT-Proben bzw. in industriellen Gehäuseformen der Firma IWIS aus dem projektbegleitenden Ausschuss bereits erfolgreich eingesetzt. Daher ist davon auszugehen, dass auch weitere Unternehmen das vorgestellte Selbstheilungsmechanismen in die bestehenden Hybridsystemen und Entwicklungsprozesse integrieren können und werden.

### **6.5 Veröffentlichungen im Rahmen des Vorhabens**

- I. Hallak A, Mathpati M and Wilde J, "Self-Healing Mechanisms in Thermoplastic, Media-Tight Injection-Molded Housings", 2021 44th International Spring Seminar on Electronics Technology (ISSE), 2021, pp. 1-7, doi: 10.1109/ISSE51996.2021.9467648

- II. Hallak A and Wilde J, "Assessment of High-Temperature Reliability of Adhesion Promoter for Self-Healing Mechanisms in Thermoplastic, Media-Tight Injection Molded Housings", in in-adhesives, Symposium on Innovations in Adhesives and their Application, München, 2021, June 7-8
- III. Hallak A, Wilde J, "Optimization of the Curing Process of Dual-hardening Adhesive Used in Thermoplastic Injection Molded Housings", 2021 EURADH - 13th European Adhesion Conference, Antibes, France
- IV. Hallak A, Mathpati M, Wilde J, "Investigating the Adhesion Promoter Ability to Create Self-Healing Mechanisms in Thermoplastic, Media-Tight Injection-Molded Housings", Adhesives Technology for Electronic Applications, Zurich, Switzerland, January 14-15, 2022 (Paper ID: 22CH010069)
- V. Hallak A, Wilde J, "Optimizing the Curing Process of Dual-hardening Adhesion Promoter for Self-Healing Mechanisms in Thermoplastic, Media-Tight Injection Molded Housings", Material and Structural Design of Novel Adhesives, Adhesive Systems and Self-Healing Adhesives, Barcelona, Spain, February 15-16, 2022 (Paper ID: 22ES020025)
- VI. Hallak A, Seblini L, Wilde J, Frank R, Drummer Dietmar, "Assessment and Characterization of Dual-hardening Adhesion Promoter for Self-Healing in Metal-Plastic Hybrid System", Self-Healing Materials, Composites and Polymers, Paris, France, March 28-29, 2022 (Paper ID: 22FR030043)
- VII. A. Hallak, J. Wilde, M. Sharma und L. Seblini, "Investigation on Self-Healing Mechanisms in Metal-Polymer Structures", "23. Symposium Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde, Leoben, Österreich, 2022.

## 6.6 Abschluss- und Praktikumsarbeiten

- I. L. Seblini, "Assessment of Dual-Hardening Promoter for Self-healing Mechanisms in Hybrid Thermoplastic, Media-tight Injection Moulded Housings", Bericht zum Advanced Lab Course, Albert-Ludwigs-Universität Freiburg, IMTEK, AVT, 2022
- II. M. Mathpati, "Analysis of Adhesion Promoter for Self-Healing Mechanism in Injection Molded Housing", Master-Thesis, Albert-Ludwigs-Universität Freiburg, IMTEK, AVT, 2021
- III. M. Sharma, "Characterization of Mechanical and Flowing Properties of Primer for Self-Healing Mechanisms", Master Thesis, Albert-Ludwigs-Universität Freiburg, IMTEK, AVT, 2022

## 7 Sitzungen des projektbegleitenden Ausschusses

Treffen	Datum	Ort, Gastgeber, Art	Anzahl der Teilnehmer (nur Firmenvertreter)
1	11.12.2019	Erlangen, LKT	13
2	16.06.2020	Online, FVA	12
3	17.09.2020	Online, FVA	9
4	14.01.2021	Online, FVA	10
5	14.04.2021	Online, FVA	9
6	08.09.2021	Online, FVA	8
7	23.11.2021	Online, FVA	10

8	28.02.2022	Online, FVA	10
9	21.04.2022	Online, FVA	9
10	23.05.2022	Online, FVA	11

Die Mitglieder des projektbegleitenden Ausschusses waren (in alphabetischer Reihenfolge):

<i>BRACE GmbH</i>
<i>Henkel AG</i>
<i>Inovan GmbH</i>
<i>John P. Kummer GmbH</i>
<i>Konzelmann GmbH</i>
<i>OSRAM Opto Semiconductor GmbH</i>
<i>psm protech GmbH</i>
<i>Robert Bosch GmbH</i>
<i>iwis SE &amp; Co. KG</i>
<i>Walther Spritz- und Lackier. GmbH</i>
<i>ZF Friedrichshafen AG</i>

## 8 Erläuterung zur Verwendung der Zuwendung, Notwendigkeit und Angemessenheit der Arbeiten

Im Folgenden sind die geleisteten Personenmonate (nur wissenschaftliche Mitarbeiter) dargestellt.

Haushaltsjahr	PM FE1	PM FE2
2019	1,13	0
2020	10,63	3
2021	15	25
2022	4	2
Summe	30,76	30

Einzelansatz B (Gerätebeschaffung) und Einzelansatz C (Leistungen Dritter) waren im Finanzierungsplan nicht beantragt.

Die durchgeführten Arbeiten zur Erreichung des Projektziels waren notwendig und angemessen. Sie entsprechen dem Arbeitsplan und wurden in Abstimmung mit dem projektbegleitenden Ausschuss durchgeführt.

Es wurden keine gewerblichen Schutzrechte erworben oder angemeldet.

## 9 Danksagung

Das Forschungsvorhaben IGF20.177N/DVS-Nr.11.940/17-FVA-Projekt 8771 der Forschungsvereinigung Schweißen und verwandte Verfahren e.V. des DVS wurde im Programm zur Förderung der „Industriellen

Gemeinschaftsforschung (IGF)“ vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz über die AiF finanziert. Die Forschungseinrichtung 1 (FE1) Albert-Ludwigs-Universität Freiburg - IMTEK und die Forschungseinrichtung 2 (FE2) Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg - LKT möchten für diese Förderung und Unterstützung an dieser Stelle ausdrücklich danken. Unser Dank geht natürlich auch an Forschungsvereinigung Antriebstechnik e.V. (FVA) für die Förderung und Unterstützung.

Die Forschungseinrichtungen danken weiterhin den Mitgliedern des projektbegleitenden Ausschusses für die Unterstützung bei der Bearbeitung des Forschungsvorhabens durch die fruchtbaren Diskussionen und kritischen Anmerkungen bei der Planung des Projektes, in den Sitzungen des projektbegleitenden Ausschusses und bei den Arbeitstreffen in den Unternehmen und in den Forschungsstellen. Besonderer Dank gilt den Unternehmen für Materiallieferungen und die Herstellung der Versuchsbauteile.



## 10 Literaturverzeichnis

- [1] M. Bonnet, *Kunststoffe – Grundlagen, Verarbeitung, Werkstoffe und Fallbeispiele*, Wiesbaden: Springer Vieweg, 2014.
- [2] R. Maier und D. Michael, *Handbuch Kunststoff-Additive*, München: Carl Hanser Verlag, 2016.
- [3] M. Scheibitz, R. Kaneko und P. Spies, „Kunststoffe International,“ in *Polyamid 6 and 66 (PA6 und PA66), Demand for Polyamides is Determined by Asia and the Automotive Industry*, 2016, pp. 40-44.
- [4] P. Elsner, P. Eyerer und T. Hirth, „Polybutylenterephthalat (PBT),“ in *Kunststoffe. Eigenschaften und Anwendungen*, Berlin, Springer Verlag, 2008, pp. 855-856.
- [5] U. Schaefer, „Mikroelektronik – Trendanalyse bis 2021. Vorstellung langfristiger Trends 2011 – 2016 – 2021,“ in *ZVEI - Zentralverband Elektrotechnik- und Elektronikindustrie e. V., Fachverband Electronic Components and Systems*, Frankfurt am Main, 2017.
- [6] E. Schmachtenberg und S. Amesöder, „Montagespritzgießen - hochgefüllter Kunststoffe zur lokalen Funktionsintegration,“ Nr. Fachtagung: Montagespritzgießen, Lehrstuhl für Kunststofftechnik, Fürth, pp. 165-188, 2007.
- [7] M. Heinle, Dissertation: Montagespritzgießen von mechatronischen Komponenten, Lehrstuhl für Kunststofftechnik, Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg, Erlangen, 2014.
- [8] E. Schmachtenberg und F. Johannaber, „Montagespritzgießen - Verfahrensprinzipien und Definition“, Nr. Fachtagung: Montagespritzgießen, Lehrstuhl für Kunststofftechnik, Fürth, pp. 1-18, 2014.
- [9] L. Berchtold, *Spritzgießen und Umhüllen von Leitern und Bauelementen*, Düsseldorf: Kunststofftechnik Sensoren und Aktoren, 2005, pp. Berchtold, L.: "Spritzgießen und Umhüllen von Leitern und Bauelementen", in Ehrenstein, G.W.; Amesöder, S. (Hrsg.): *Kunststofftechnik Sensoren und Aktoren*, VDI-Verlag: Düsseldorf, 2005.
- [10] E. Zabler, S. Fingbeiner, W. Welsch, H. Kittel, C. Bauer, W. Müller, C. Bischoff, C. Pfahler und P. Weiberle, „Hauptanforderungen, Trends“, *Sensoren im Kraftfahrzeug*, Bd. 3, Nr. Vieweg+Teubner, pp. 16-23, 2012.
- [11] C. Heinle, M. Vetter, Z. Brocka-Krzeminska, G. Ehrenstein und D. Drummer, „Tight Material Bonds within Mechatronic Systems by Assembly Moulding“, Bd. 5, Nr. *Journal of Plastics Technology* 5, pp. 428-450, 2009.
- [12] C. Heinel, M. Vetter, G. Ehrenstein und D. Drummer, „Assembly Molding of Tight Mechatronic Systems - A Model Approach“, *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, Bd. 132, pp. 50-54, 2010.
- [13] S. Hins, Mediendichtigkeit von Hybridbauteilen, Innovative Verfahren der Spritzgießtechnik.
- [14] C. Wilde, „Vom Einlegeteil durch das Werkzeug zur Gesamtlösung,“ in *Technomer*, Chemnitz, 2007.
- [15] P. Frey, M. Heinle, D. Drummer und M. Merklein, „Influence of Metal Inserts with Microformed Edges on Subsequent Injection Assembly Moulding for Media Tight Electronic Systems“, *New Forming Technology*, pp. 13-17, 2015.

- [16] P. Frey, M. Heinle, C. Leisen, D. Drummer und M. Merklein, „Embossing of Metal Inserts for Subsequent Assembly Injection Moulding of Media Tight Electronic Systems,“ *Key Engineering Materials* 639, pp. 99-106, 2014.
- [17] „IGF-Nr.: 16161 N: Mediendichtes Umspritzen von Einlegeteilen aus Metall und Keramik“, Abschlussbericht, Laufzeit: 01.08.2009 – 31.07.2011.
- [18] M. Bastian, P. Heidenmeyer, T. Zentgraf und M. Popp, „Beim Umspritzen dicht gemacht“, *Plastverarbeiter*, pp. 54-55, 2012.
- [19] M. Fedler, „Mediendicht verbinden“, *Konstruktionspraxis*, pp. 24-25, 2012.
- [20] H. Kröger und V. Zeiher, „Kunststoffe für die Hybridtechnik,“ *hybridica Forum, Messe München*, 2008.
- [21] T. Schulz, „Methods and materials to achieve tight metal-polymer-composites“, *8th International Congress - Molded Interconnect Devices, Nürnberg-Fürth*, 2008.
- [22] I. Melamies, „Ultra-Strong and Media-Tight,“ *Kunststoffe international*, pp. 8-13, 2016.
- [23] B. Bonpain, Entwicklung und prozesstechnische Analyse eines festen und mediendichten Kunststoff-Metall-Verbundes, Dortmund: Lehrstuhl für Polymerwerkstoffe, Technische Universität Dortmund, 2017.
- [24] F. Eltermann und J. Wilde, „Innovative Prozesstechnologien für mediendichte Metaldurchführungen in thermo-plastischen Umformungen“, in *Dritte Tagung Industrielle Klebtechnik, Bad Hersfeld TechnoBond, Band: 3, 126-129, Germany*, 2017.
- [25] M. Heinle, D. Drummer und G. Ehrenstein, „Dichtheit von Steckverbindern unter Temperaturbelastung“, *4th International Connectors Symposium, Lemgo*, pp. 79-94, 2013.
- [26] T. Fellner und J. Wilde, „Beständige, dichte Metall-Kunststoff-Verbindungen an Premolded Gehäusen“, *Schlussbericht (IGF Nr.: 14.819 N), IMTEK, 2009*, 2009.
- [27] E. Rastjagaev und J. Wilde, Teilabschlussbericht zu IGF Nr.: 16482 N/2: "Anwendung von thermischen Raffungsmodellen auf mechatronische Systeme und Komponenten,“ Freiburg, IMTEK, 2012.
- [28] J. Eltermann und J. Wilde, „Improving Tightness of Injection Molding Housings by Using Advanced Adhesive Materials and Approaches“, *in-adhesives*, pp. 51-63, 2017.
- [29] D. Wu, „Self-healing polymeric materials: A review of recent developments“, *Progress in polymer science*, pp. 479-522, 2008.
- [30] S. Zwaag, *Self Healing Materials: An Alternative Approach to 20 Centuries*, Springer-Verlag, 2007.
- [31] S. Ghosh, „Self-healing Materials: Fundamentals, Design Strategies and Applications,“ Nr. WILEY-VCH Verlag: Weinheim, 2009.
- [32] K. Last, „Chemie.de,“ [Online]. Available: <https://www.chemie.de/whitepaper/126521/mikroverkapselung-die-clevere-methode-additive-und-wirkstoffe-gezielt-einzusetzen.html>. [Zugriff am 06 August 2022].
- [33] R. Trask und I. Bond, „Biomimetic self-healing of advanced composite structures using hollow glass fibres,“ *Smart Materials and Structures*, Bd. 15, pp. 704-710, 2006.
- [34] W. Binder, „Self-Healing Polymers – From Principles to Applications,“ Bd. 1, Nr. Wiley-VCH: Weinheim, 2013.

- [35] A. Schüssele, Dissertation: Neue Additive und thermoreversible Conetzwerksysteme für selbstheilende NBR-Elastomere, Germany : Uni Freiburg, 2012.
- [36] „Clarivate Analytics: Onlinedatenbank, Web of Science,“ Juni 2017. [Online]. Available: [https://apps.webofknowledge.com/Search.do?product=UA&SID=U13vyzBR8tjZWLT57Q&search\\_mode=GeneralSearch&prID=0403a870-5c8a-49ee-8289-5a45ae48ba79](https://apps.webofknowledge.com/Search.do?product=UA&SID=U13vyzBR8tjZWLT57Q&search_mode=GeneralSearch&prID=0403a870-5c8a-49ee-8289-5a45ae48ba79).
- [37] „Self-healing composites for aerospace applications,“ in *Advanced Composite Materials for Aerospace Engineering - Processing, Properties and Applications*, Swaston,, Woodhead Publishing, 2016.
- [38] J. Green, „Future Materials Here Today: Self-Healing Concrete, Biological Bricks, and More“, The Dirt - The American Society of Landscape Architects,“ June 2017. [Online]. Available: unter: <https://dirt.asla.org/2017/04/07/the-revolution-in-materials-self-healing-concre>.
- [39] BASF, „Campusplastics,“ [Online]. Available: <https://www.campusplastics.com/campus/de/datasheet/Ultramid%C2%AE+A3EG7/BASF/20/334bc999>. [Zugriff am 05 03 2022].
- [40] BASF, „Campusplastics,“ [Online]. Available: <https://www.campusplastics.com/campus/de/datasheet/Ultramid%C2%AE+A3K/BASF/20/268755c6>. [Zugriff am 05 03 2022].
- [41] D. Kupferinstitute, „Kupferinstitut,“ [Online]. Available: [https://www.kupferinstitut.de/fileadmin/user\\_upload/kupferinstitut.de/de/Documents/Shop/Verlag/Downloads/Werkstoffe/Datenblaetter/Niedriglegierte/CuFe2P.pdf](https://www.kupferinstitut.de/fileadmin/user_upload/kupferinstitut.de/de/Documents/Shop/Verlag/Downloads/Werkstoffe/Datenblaetter/Niedriglegierte/CuFe2P.pdf). [Zugriff am 05 03 2022].
- [42] F. Tanaka und S. F. Edwards, „Viscoelastic properties of physically crosslinked networks. 1. Transient network theory,“ in *Macromolecules, vol. 25, issue 5, pp. 1516-1523*, 1992.
- [43] „GOM Gesellschaft für Optische Messtechnik,“ in *Handbuch Aramis*, 2012.
- [44] F. Schneider, T. Fellner, J. Wilde und U. Wallrabe, F Schneider et al J. Micromech. Microeng. 18 065008, "Mechanical properties of silicones for MEMS,“ in *Journal of Micromechanics and Microengineering, Volume 18, Number 6*, 2008.
- [45] R. M. German, „Sintering With External Pressure,“ in *Sintering: From Empirical Observations to Scientific Principles*, <https://doi.org/10.1016/C2012-0-00717-X>, Butterworth-Heinemann, 2014, pp. 306-356.
- [46] S. Schröder, „Neue Norm zur Auswahl eines geeigneten Verfahrens zur Lecksuche und Dichtheitsprüfung,“ *ZfP-Zeitung*, Bd. 74, pp. 31-39, 2001.
- [47] „Innomatec Test- und Sonderanlagen GmbH,“ [www.innomatec.de](http://www.innomatec.de), 2019. [Online].