TECHNISCHE UNIVERSITÄT WIEN
Vienna | Austria

**Diplomarbeit**

# Elektrisch isolierendes Verbundelement in einem Cochlea-Implantat

ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades eines Diplom-Ingenieurs (Dipl.-Ing. oder DI), eingereicht an der TU Wien, Fakultät für Maschinenwesen und Betriebswissenschaften, von


**Lukas DOLEZAL**

Mat.Nr.: 51831904

unter der Leitung von

Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Jürgen Stampfl

Institut für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologie


Wien, August 2022


Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

*Eidesstattliche Erklärung:*

Ich erkläre an Eides statt, dass die vorliegende Arbeit nach den anerkannten Grundsätzen für wissenschaftliche Abhandlungen von mir selbstständig erstellt wurde. Alle verwendeten Hilfsmittel, insbesondere die zugrunde gelegte Literatur, sind in dieser Arbeit genannt und aufgelistet. Die aus den Quellen wörtlich entnommenen Stellen, sind als solche kenntlich gemacht.

Das Thema dieser Arbeit wurde von mir bisher weder im In- noch Ausland einer Beurteilerin/einem Beurteiler zur Begutachtung in irgendeiner Form als Prüfungsarbeit vorgelegt. Diese Arbeit stimmt mit der von den Begutachterinnen/Begutachtern beurteilten Arbeit überein.

Ich nehme zur Kenntnis, dass die vorgelegte Arbeit mit geeigneten und dem derzeitigen Stand der Technik entsprechenden Mitteln (Plagiat-Erkennungssoftware) elektronisch-technisch überprüft wird. Dies stellt einerseits sicher, dass bei der Erstellung der vorgelegten Arbeit die hohen Qualitätsvorgaben im Rahmen der geltenden Regeln zur Sicherung guter wissenschaftlicher Praxis „Code of Conduct“ an der TU Wien eingehalten wurden. Zum anderen werden durch einen Abgleich mit anderen studentischen Abschlussarbeiten Verletzungen meines persönlichen Urheberrechts vermieden.

| | |
|---|---|
| *Stadt und Datum* | *Unterschrift* |

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

# Danksagung

Mein Dank gilt MED-EL, im Besonderen meinen Vorgesetzten Herrn Dominik Hammerer und Herrn Bernhard Fritz für das Zustandekommen dieser Arbeit, der Freiheit bei der Gestaltung und der tollen Zusammenarbeit, auf die ich mich auch in Zukunft sehr freue.

Weiters bedanke ich mich bei meinen engen Arbeitskollegen Frau Hannelore Mattausch und Herrn Marco Fischer, denen ich neben den guten konstruktiven und hilfreichen Hinweisen auch eine sehr schöne Zeit im Büro, die zum Glück über das Praktikum hinausgehen wird, zu verdanken habe.

Zusätzlich möchte ich mich bei allen Arbeitskollegen bedanken, die mir nicht nur in unterschiedlichen Phasen der Diplomarbeit geholfen haben, sondern auch bei dem einen oder anderen Kaffee die richtige Inspiration für die Fertigstellung der Arbeit gegeben haben.

Mein Dank gilt im Besonderen meinem Betreuer Herrn Jürgen Stampfl für die Freiheit und Flexibilität in der Umsetzung dieser Arbeit und den konstruktiven und strukturierten Hinweisen für die Verfassung dieser Arbeit.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

# Inhaltsverzeichnis

**INHALTSVERZEICHNIS** **I**

**ABSTRACT** **III**

**KURZFASSUNG** **IV**

**1 EINLEITUNG** **1**

**2 ANFORDERUNGEN** **2**

**3 GRUNDLAGEN** **3**

3.1 COCHLEA-IMPLANTAT (CI) 3

*3.1.1 Funktionsweise* *3*

*3.1.2 Normen* *4*

3.2 KLEBSTOFF 6

*3.2.1 Überblick* *6*

*3.2.2 Haftungsmechanismen* *6*

*3.2.3 Epoxidharze* *7*

*3.2.4 Viskoelastische Eigenschaften* *9*

3.3 MESSMETHODEN 12

*3.3.1 Rheometer* *12*

*3.3.2 Dynamisch mechanische Analyse (DMA)* *17*

*3.3.3 Dynamische Differentialkalorimetrie (DSC)* *19*

**4 EXPERIMENTELLES** **22**

4.1 KONSTRUKTION DER PRÜFKÖRPER 22

*4.1.1 Prüfkörper und Zentrierung* *23*



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

*4.1.2 Toleranzen* *26*

*4.1.3 Klebstoffsysteme* *28*

4.2 CHARAKTERISIERUNG DER KLEBSTOFFE 30

*4.2.1 Überblick* *30*

*4.2.2 Rheometer* *31*

*4.2.3 DMA* *32*

*4.2.4 DSC* *33*

*4.2.5 Restgasanalyse (RGA)* *36*

4.3 FERTIGUNG DER PRÜFKÖRPER 38

4.4 CHARAKTERISIERUNG DER PRÜFKÖRPER 40

*4.4.1 Überblick* *40*

*4.4.2 Kapazität* *41*

*4.4.3 Ausdrucktest* *42*

**5 RESULTATE UND DISKUSSION** **44**

5.1 CHARAKTERISIERUNG DER KLEBSTOFFE 44

*5.1.1 Rheometer* *44*

*5.1.2 DMA* *56*

*5.1.3 DSC* *59*

*5.1.4 RGA* *65*

5.2 CHARAKTERISIERUNG DER PRÜFKÖRPER 67

*5.2.1 Kapazität* *67*

*5.2.2 Ausdrucktest* *69*



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

**6 SCHLUSSFOLGERUNG** **76**

**LITERATURVERZEICHNIS** **73**

**ABBILDUNGSVERZEICHNIS** **76**

**TABELLENVERZEICHNIS** **80**

**NOMENKLATUR** **82**

**ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS** **84**

**ANHANG** **85**

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

# Abstract

Adhesives play an important role in the fixation of components in cochlea implants. The aim of this study is to build a specimen, which consists of a titanium part, an electrically isolating adhesive bond and a stainless-steel cylinder and to test it after the requirements of a cochlea implant to find a suitable adhesive.

First, the construction of the specimen is discussed, then the characterization of the adhesives, the manufacturing and finally the characterization of the specimen.

During the construction, specimens with three differently sized adhesive gaps are designed, and five different low-viscosity adhesives are chosen. Afterwards the adhesives are characterized with regard to their viscoelastic properties using a rheometer and a dynamic mechanical analysis (DMA). The differential scanning calorimetry is examining the curing reactions and the residual gas analysis the outgassing of moisture. After the specimen is manufactured, its capacitive properties are examined. The mechanical properties are measured in form of push out tests before and after altering.

The rheometer tests the viscoelastic properties of the uncured adhesives, which are all suited for the dispensing process. According to the obtained results from DMA measurements, three of the five adhesives are not suited for an application at body temperature. The differential scanning calorimetry defines the curing time of the adhesives, which varies between 1.5 hours and 14 hours. Only one adhesive, which is assessed by the residual gas analysis, has favorable outgassing properties. The capacitive properties are similar for all adhesives except one and are fulfilling the requirements for the medium and large spaced adhesive gap. The results of the push out tests are affected by the type of failure and only two adhesives have the desired mechanical properties under all conditions.

One adhesive is chosen, which fulfills all the requirements except the outgassing. The corresponding adhesive gap lies between the small and medium sized gap. Further optimization is needed to reduce the amount of outgassing.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

# Kurzfassung

Klebstoff spielt eine wichtige Rolle in der Fixierung von Komponenten in einem Cochlea-Implantat. Ziel dieser Arbeit ist die Konstruktion und Herstellung eines Prüfkörpers, welcher aus einem Titanbauteil, einer elektrisch isolierenden Klebung und einem Edelstahlzylinder besteht und auf die verschiedenen Anforderungen in einem Cochlea-Implantat getestet wird, um einen geeigneten Klebstoff zu finden.

Zuerst wird die Konstruktion des Prüfköpers behandelt, anschließend die Charakterisierung der Klebstoffe, die Herstellung und schlussendlich die Charakterisierung der Prüfkörper.

Während der Konstruktion wird der Prüfkörper mit drei verschieden dimensionierten Klebefugen konzipiert. Für den Klebeprozess werden fünf verschiedene niedrigviskose Klebstoffe ausgewählt. Anschließend werden die viskoelastischen Eigenschaften der Klebstoffe im unausgehärteten Zustand mit einem Rheometer und im ausgehärteten Zustand mit einer dynamisch mechanischen Analyse ermittelt. Die dynamische Differentialkalorimetrie untersucht die Vernetzung und die Restgasanalyse das Ausgasverhalten. Weiters werden die kapazitiven Eigenschaften der Prüfkörper ermittelt und die mechanischen Eigenschaften in Form eines Ausdrucktests ohne und mit Alterung gemessen.

Im unausgehärteten Zustand sind alle Klebstoffe für den Klebeprozess geeignet, während im ausgehärteten Zustand die Einsatztemperatur von drei Klebstoffen unter der Körpertemperatur liegt. Die dynamische Differentialkalorimetrie definiert die Aushärtedauer, welche zwischen 1,5 und 14 Stunden liegt. Nur einer der Klebstoffe entspricht den Ausgasanforderungen, welche mit der Restgasanalyse ermittelt werden. Die kapazitiven Eigenschaften sind, mit Ausnahme von einem Klebstoff, für das mittlere und große Spaltmaß der Klebefuge geeignet. Die mechanischen Eigenschaften sind stark von der Bruchart abhängig. Zwei Klebstoffe entsprechen allgemein den mechanischen Anforderungen.

Schlussendlich wird ein Klebstoff in Kombination mit einem Spaltmaß, welches zwischen dem kleinen und mittleren liegt, gewählt. Es werden alle Anforderungen, mit Ausnahme des Ausgasverhaltens, erfüllt. Für eine erfolgreiche Anwendung im Cochlea-Implantat sind weitere Optimierungen nötig.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

# 1 Einleitung

Der Gehörsinn ist ein elementarer Bestandteil der zwischenmenschlichen Kommunikation. Über 20% der Weltbevölkerung leidet unter Gehörverlust, welcher die Lebensqualität stark beeinflusst [1]. Wie sich das auswirkt, kann von sozialen und ökonomischen Faktoren abhängig sein.

Bei Kindern spielt der Gehörsinn eine wichtige Rolle in der mentalen und sprachlichen Entwicklung. Vor allem im Kindesalter kann eine Hörschwäche oder ein Gehörverlust schwerwiegende und langfristig negative Folgen auf die Lebensqualität haben.

Die Betroffenen haben ein geringeres Selbstvertrauen und eine schlechtere physische und mentale Gesundheit. In Hinblick auf zwischenmenschliche Beziehungen wirkt sich das in einer vermehrten sozialen Isolation aus [2].

Die gesellschaftlichen Auswirkungen werden auch durch die Schwere der Hörschwäche, bzw. des Gehörverlusts, bestimmt. Es gibt eine Vielzahl an verschiedenen Gehörverlusten und Kombinationen, die sich grundsätzlich von der Position in der Hörkette, die sie betreffen, unterscheiden [3]. In der medizinischen Forschung gibt es mithilfe moderner Technologien gute Alternativen für verschiedene Arten von Gehörverlust. Neben oberflächlichen Hörhilfen gibt es auch Implantatsysteme, welche direkt das Mittelohr oder Innenohr stimulieren [4, 5]. Um diese Implantate zu verbessern, wird unter anderem die Größe verringert. Das hat zur Folge, dass diese Implantatsysteme, bzw. die Teilkomponenten in der Prozessierbarkeit herausfordernder werden. In den meisten Fällen werden die elektrischen Komponenten in einem schützenden Titangehäuse fixiert und dürfen gleichzeitig keinen elektrischen Kontakt zu diesem haben [6]. Diese Isolierung kann durch einen Isolator, bzw. durch ausreichenden Abstand zum Gehäuse realisiert werden. Um Platz und Prozessschritte zu sparen, wäre es von Vorteil, die Isolierung möglichst klein zu halten oder durch eine alternative Lösung zu ersetzen.

Ziel dieser Arbeit sind die Herstellung und Charakterisierung eines Prüfkörpers. Dieser ist ein Verbundelement aus einem Titanbauteil, einer isolierenden Klebung und einem Edelstahlzylinder. Die rheologischen, elektrischen und mechanischen Eigenschaften und die Vernetzungsreaktion werden anschließend mit verschiedenen Prüfmethoden untersucht.



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

# 2 Anforderungen

Die Diplomarbeit wird im Rahmen eines Praktikums bei MED-EL Elektromedizinische Geräte GmbH (Innsbruck, Österreich) verfasst.

Es werden verschiedene Anforderungen an den zu konstruierenden Prüfkörper gestellt. Die Klebung ist Teil eines Cochlea-Implantats (CI) und hat besondere Anforderungen bezüglich Temperatur, Verarbeitung, Ausgasung, elektrischen und mechanischen Eigenschaften.

Der Prüfkörper soll aus einem Edelstahlzylinder, einer Klebung und einem Titanbauteil bestehen. Der Zylinder hat Maße von 2,54 mm * 2,54 mm und soll im Titanbauteil isolierend fixiert werden. Für die Isolierung ist die Kapazität des Verbundelements, welche 2,2 pF nicht überschreiten darf, entscheidend. Die Herstellung der Klebung erfolgt bei maximal 60 °C, um Komponenten im CI nicht zu beschädigen. Um eine effiziente Produktion zu ermöglichen, wird eine Topfzeit der Klebstoffe von mindestens 8 Stunden gefordert. Die Maximalkraft der Prüfkörper bei einem Ausdrucktest muss mindestens 200 N erreichen. Die Klebung nimmt während der Produktion aus der Umgebungsluft Feuchtigkeit auf, welche über einen langen Zeitraum ausgegast wird und die Atmosphäre im CI verändert. Der Feuchtigkeitsgehalt im CI darf die elektrischen Komponenten nicht schädigen. Die Mindestanforderungen der Ausgasung und der Alterung von CI werden in der ISO 14708-7, ISO 14708-1 und ANSI_AAMI_CI86_2017 definiert.

Der Klebstoff Polytec EP601 wird in einer ähnlichen Anwendung bei MED-EL eingesetzt und dient als Referenzwerkstoff.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

# 3 Grundlagen

## 3.1 Cochlea-Implantat (CI)

### 3.1.1 Funktionsweise

Das CI und ein äußerer Audioprozessor bilden das CI-System und sind hinter dem Ohr magnetisch miteinander verbunden (Abbildung 1). Der Audioprozessor beinhaltet das Mikrofon und eine Stromquelle und leitet über eine Spule die erfassten Audiosignale an das CI weiter. Dieses empfängt und verarbeitet das Signal, um es über einen mit Silikon umhüllten Elektrodenstrang an die Cochlea weiterzuleiten. Dieser Elektrodenstrang wird über das runde Fenster in die Cochlea eingeführt. Er besteht aus mehreren Elektroden, welche die Cochlea, abhängig von der Position, mit verschiedenen Frequenzen stimulieren. Über den Hörnerv wird das Signal an das Gehirn weitergeleitet und als Ton, Klang oder Sprache wahrgenommen [5, 7].

Entscheidend für ein funktionierendes CI-System ist die Weitergabe des angepassten Audiosignals an die jeweilige Elektrode. Für die Teilung des Signals sind die Komponenten im CI zuständig [6]. Diese können über eine Klebung, Lötung oder Schweißung fixiert werden. Klebstoff hat für diese Anwendung vorteilhafte Eigenschaften, welche beim Löten und Schweißen gar nicht umsetzbar sind, wie z. B. eine elektrische Isolation oder einen geringen Wärmeeintrag [8].

Implantate haben hohe spezifische Anforderungen an die verwendeten Werkstoffe. Die Mindestansprüche werden in Normen definiert, welche im nächsten Abschnitt behandelt werden.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

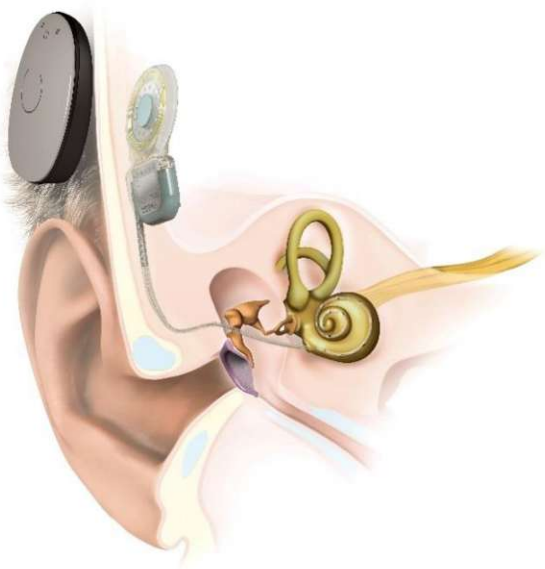

Abbildung 1: Schematische Darstellung eines implantierten CI [9]

### 3.1.2 Normen

Durch die invasive Anwendung werden an Implantate andere Anforderungen gestellt als an Teile, die außerhalb des Körpers getragen werden, wie z. B. dem Audioprozessor.

Das CI ist ein aktives implantierbares medizinisches Gerät, das über einen elektrischen Strom, welcher nicht vom Körper oder der Schwerkraft angetrieben wird, versorgt wird. Es wird komplett in den menschlichen Körper eingesetzt.

Die Mindestanforderungen an ein CI-System werden in den Normen ISO 14708-7, ISO 14708-1 und ANSI_AAMI_CI86_2017 definiert.

Es wird in weiterer Folge auf die Ausgasung, die thermischen und die mechanischen Anforderungen eingegangen.

**Ausgasung**

Das Implantat ist ein hermetisch verkapseltes System, welches den Eintritt von Feuchtigkeit in die Kavität verhindert. Der Feuchtigkeitsgehalt im Implantat wird in der Norm ANSI/AAMI CI86:2017 definiert. Der innere Feuchtigkeitsgehalt des Implantats darf über die definierte Lebensdauer des Implantats 5000 ppm nicht übersteigen. Um diesen Wert zu über-



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

prüfen, wird eine RGA (Restgasanalyse) oder ein gleichwertig validierter Test vorgeschrieben.

**Thermische Anforderungen**

Der Schutz vor Beschädigung durch Temperaturunterschiede ist im Falle von Implantaten auf den Transport und die Lagerung bezogen. Laut ISO 114708-1 variiert die Temperatur zwischen höchstens -10 °C ± 3 °C und mindestens 55 °C ± 2 °C. Die Prüfmethode wird mit einem verpackten CI mit einer Temperaturrampe von 1 °C/min ± 0,2 °C/min durchgeführt. Anschließend muss das Implantat laut Herstellerspezifikationen funktionieren.

**Mechanische Anforderungen**

Für die mechanischen Anforderungen werden die Kräfte berücksichtigt, welche bei normalem und falschem Gebrauch entstehen können. Normale Bedingungen, welche bei der Handhabung vor der Implantation entstehen, werden mit einem Vibrationstest simuliert. Bedingungen, welche bei einer falschen Handhabung während der Implantation entstehen können, werden mit einem mechanischen Schocktest simuliert (ISO 114708-1 2014).

Der Vibrationstest wird laut IEC 60068-3-64:2008 definiert:

- Frequenzbereich: 5 Hz bis 500 Hz
- Spektrale Beschleunigungsdichte: 0,7 $(m/s^2)^2/Hz$
- Form der spektralen Beschleunigungsdichtekurve: flach und horizontal
- Prüfdauer: 30 Minuten in jede der drei rechtwinkligen Achsen

Der Schocktest wird laut IEC 60068-2-27:2088 definiert:

- Schockform: Sinushalbwelle
- Spitzenbeschleunigung: 5000 $m/s^2$ (500g)
- Schockdauer: 1 ms
- Richtung: Ein Schock in jede Richtung der drei Hauptachsen
- Anzahl: insgesamt 6 Schocks

Nach den jeweiligen Tests soll die Funktionsweise des CI laut Herstellerspezifikationen gegeben sein.



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

## 3.2 Klebstoff

### 3.2.1 Überblick

Kleben gehört neben Schweißen und Löten zu den stoffschlüssigen Fügeverfahren. Diese werden über die Verwendung eines zusätzlichen Stoffes definiert.

Klebstoff hat sehr vielseitige Eigenschaften, welche einen großen Entwicklungsspielraum ermöglichen. Dieser bringt viele Vorteile mit sich. Die Klebung ermöglicht eine flächige Kraftübertragung, ohne die Fügeteile zu schwächen. Es sind Materialkombinationen möglich, ohne die spezifischen Materialeigenschaften der beiden Klebepartner zu ändern. Der Klebstoff passt sich der Geometrie von Bauteilen an, was Unebenheiten und Materialtoleranzen ausgleicht. Dadurch ist auch eine Kombination mit formschlüssigen Fügeverfahren möglich.

Neben isolierenden Klebstoffen gibt es auch elektrisch leitende, was eine vielseitige Anwendung in Bezug auf die elektrischen Eigenschaften ermöglicht.

Zu den größten Nachteilen gehören eine geringere Festigkeit der Klebung im Vergleich zu Metallbindungen und eine schwere Abschätzung der Alterung. Weiteres sind zerstörungsfreie Prüfverfahren nur begrenzt möglich. Für einige Materialien sind, um eine gute Adhäsion zu gewährleisten, zusätzliche Arbeitsschritte in Form von einer Oberflächenbehandlung nötig [8, 10, 11].

### 3.2.2 Haftungsmechanismen

Die Haftung zwischen zwei Phasen wird als Adhäsion bezeichnet. Sie entsteht aus sekundären Bindungen, überwiegend aus van-der-Waals-Kräften. Falls Hydroxyl- und Aminogruppen vorhanden sind, können auch Wasserstoffbrücken entstehen.

Die Adhäsion entsteht an der Grenzfläche der Klebschicht mit dem Fügeteil im Bereich von 0,5 nm, weshalb die Oberfläche des Bauteils eine wichtige Rolle einnimmt.

Um eine gute Adhäsion zu gewährleisten, ist eine gute Benetzung des Bauteils mit dem Klebstoff nötig. Der Randwinkel zwischen dem Klebstoff und dem Fügeteil gilt als Maß der Benetzbarkeit (Abbildung 2).



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Sie ist von der Oberflächenspannung des Fügeteils und des Klebstoffes abhängig und entsteht aus Kohäsionskräften.

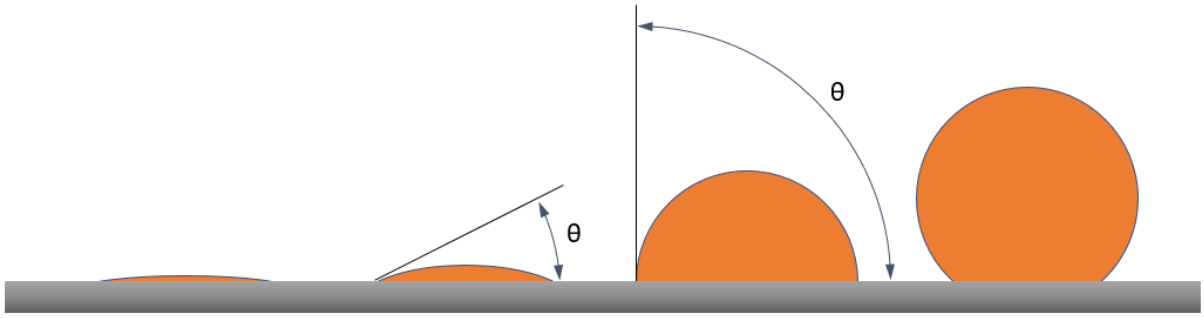


Abbildung 2: Sehr gute bis unzureichende Benetzung einer Flüssigkeit auf einer festen Oberfläche mit dem Randwinkel θ (von links nach rechts)

Die Kohäsion hat nicht nur auf die Benetzung, sondern auch auf die Eigenschaften des Klebstoffes einen großen Einfluss. Im unausgehärteten Zustand drückt sie sich in Form vom Fließverhalten aus und im ausgehärteten Zustand in Form der mechanischen Eigenschaften. Die Kohäsionskräfte entstehen aus den Bindungskräften innerhalb einer Phase. Sie setzen sich aus kovalenten Bindungen zwischen Atomen oder einzelnen Polymersträngen, sekundären Bindungen oder molekularen Verschlaufungen zusammen [8, 10, 11].

### 3.2.3 Epoxidharze

#### Chemische Zusammensetzung

Epoxide bestehen zunächst aus niedermolekularen und damit niederviskosen Substanzen. In diesen liegen reaktive Monomere bzw. Präpolymere vor, welche unter bestimmten Bedingungen miteinander reagieren und dabei polymere Stoffe mit hohen Molekularmassen bilden können. Die Fügeteile müssen zueinander fixiert werden, bis die Klebschicht sich zumindest teilweise verfestigt hat.

Die Besonderheit von Epoxiden ist eine große strukturelle Variabilität der organischen Grundbausteine. Diese ermöglicht Formulierungen, die auf vielfältige Anwendungen angepasst sein können. Die Epoxidgruppe bildet einen reaktiven Oxiranring aus zwei Kohlenstoff-



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

atomen und einem Sauerstoffatom (Abbildung 3). Dieser hat eine große Reaktionsbereitschaft mit anderen Monomeren.

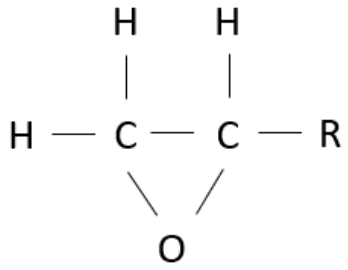


Abbildung 3: Schematische Darstellung einer Epoxidgruppe

Die Vernetzung von Epoxiden kann über Polyaddition oder Ringöffnungspolymerisation folgen. Beide Reaktionen haben eine Öffnung des Oxiranrings zur Folge.

Die Polyaddition führt zwei verschiedene Monomere, einen Härter und Epoxidgruppen, zusammen. Der Härter ist eine starke polare Gruppe, die sich während der Ringöffnung an die Epoxidgruppe lagert. Das Reaktionsprodukt hat durch die -OH Gruppe eine hohe Polarität, welche das Adhäsionsverhalten begünstigt. Die Polyaddition benötigt ein definiertes Mengenverhältnis der Reaktionspartner, während bei der Ringöffnungs-Polymerisation eine kleine Menge von einem Initiator nötig ist.

Bei der Ringöffnungs-Polymerisation wird die Reaktion über eine Substanz eingeleitet, welche sich an die Epoxidgruppe anlagert. Diese Substanz aktiviert die Öffnung des Oxiranrings, welcher wiederum einen neuen Oxiranring öffnen kann, was zu einer Kettenreaktion führt.

Es entstehen weniger polare Gruppen als bei der Polyaddition durch das Fehlen des Härters. Die Reaktion läuft in einem kurzen Zeitraum ab, was die Verarbeitung erschwert. Sie findet Anwendung bei der Härtung unter UV-Strahlung (ultraviolett).

Die Eigenschaften können über die Komponenten und Verarbeitungsbedingungen geändert werden. Epoxidharze mit mehr als zwei Epoxidgruppen ergeben mehr Vernetzungspunkte, was zu einer engeren Vernetzung führt [8, 10, 11].

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

**Eigenschaften**

Epoxidharze haben einen hohen Vernetzungsgrad und deshalb eine hohe Festigkeit, eine gute Alterungsbeständigkeit und eine geringe Feuchtigkeitsempfindlichkeit. Sie haben eine geringe Neigung zum Kriechen und gute Hafteigenschaften auf einer Vielzahl von Materialien.

Epoxidharze gehören zu den Reaktionsklebstoffen und sind chemisch abbindend. Die Reaktion wird z.B. durch Wärme oder dem Mischen von 2 Komponenten initiiert. Die zwei wichtigsten Faktoren für die Aushärtung sind die Zeit und die Temperatur. Durch eine Erhöhung der Temperatur kann die Aushärtedauer verkürzt werden.

Bei 1-K-Klebstoffen (1-Kompenente-Klebstoffe) ist eine physikalische oder chemische Blockade der Klebstoffe nötig, damit diese nicht vorzeitig aushärten. Die Reaktion kann über Wärmezufuhr, durch Strahlung, anaerob oder unter Feuchtigkeitseinfluss erfolgen. Die 2-K-Klebstoffe (2-Komponenten-Klebstoffe) bestehen aus mindestens zwei Reaktionspartnern, einem Harz und einem Härter. Diese werden mechanisch blockiert, indem sie getrennt hergestellt und angeliefert werden. Die Eigenschaften von 2-K-Klebstoffen werden vom Mischverhältnis beeinflusst [8, 10, 11].

### 3.2.4 Viskoelastische Eigenschaften

Die Rheologie befasst sich mit dem viskoelastischen Verhalten von Werkstoffen. Dieses kann über das Speichermodul und dem Verlustmodul definiert werden. Das Speichermodul entspricht der Energie, welche gespeichert und wieder abgegeben werden kann und das Verlustmodul der Energie, welche durch interne Reibung im Werkstoff verloren geht. Der elastische Anteil wird durch das Hooke‘sche Gesetz definiert mit der Zugspannung σ, dem Elastizitätsmodul E und der Dehnung ε [12]:

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \tag{1}$$

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

Der viskose Anteil folgt dem newtonschen Gesetz für Fluide mit der von der Flüssigkeit ausgeübten Scherspannung τ, der dynamischen Viskosität η und dem Geschwindigkeitsgradienten senkrecht zur Scherrichtung du/dy [12]:

$$\tau = \eta \frac{du}{dy} \tag{2}$$

Der Punkt, an dem der elastische und viskose Anteil gleich groß sind, wird als Gelpunkt bezeichnet [13].

Die Werkstoffeigenschaften von Klebstoffen hängen von verschiedenen Faktoren, wie z. B. der Temperatur, der Art und Geschwindigkeit der mechanischen Belastung oder dem Vernetzungsgrad ab. Um einen Klebstoff optimal anwenden zu können, sind die Kenntnisse der viskoelastischen Eigenschaften im unausgehärteten und ausgehärteten Zustand unerlässlich [14].

Im unausgehärteten Zustand wird als Hauptgröße die Viskosität η gemessen. Sie ist der Fließwiderstand eines Werkstoffes, der durch innere Reibung entsteht. Ein Fluid kann ideal viskos (newtonisch), strukturviskos (scherverdünnend) oder dilatant (scherverdickend) sein (Abbildung 4) [13]. Klebstoff zeigt üblicherweise ein strukturviskoses Verhalten [15].

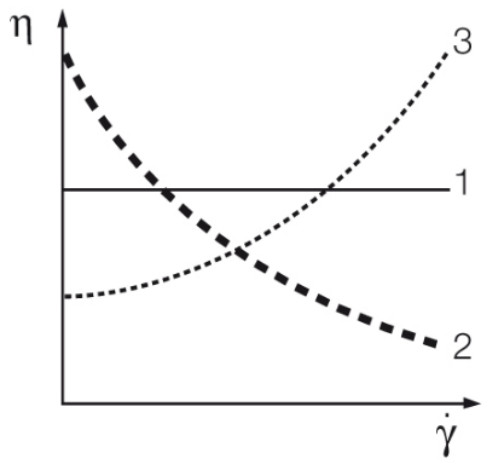


Abbildung 4: Schematische Darstellung von Viskositätskurven für ideal viskoses (1), scherverdünnendes (2) und scherverdickendes Fließverhalten (3) [13]

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

Im ausgehärteten Zustand sind die Hauptgrößen für Klebstoff die thermomechanischen Eigenschaften. Dabei ist vor allem der Glasübergang von Interesse, da dieser die maximal zulässige Einsatztemperatur des Materials definiert. Die Glasübergangstemperatur bezeichnet einen Temperaturbereich, in dem Sekundärbindungen aufbrechen und sich die Mobilität der Polymerketten erhöht. Daraus resultiert eine Erweichung des Materials, die einen großen Einfluss auf den Anwendungsbereich des Klebstoffs haben kann [16].

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

## 3.3 Messmethoden

### 3.3.1 Rheometer

Das Rheometer misst die viskoelastischen Eigenschaften von Materialien zwischen zwei Platten. Die untere Platte ist stationär, während die andere rotiert, bzw. oszilliert. Während der Messung entsteht durch die Viskosität der Probe ein Widerstand auf der oberen Platte, welcher in einer Auslenkung resultiert. Die gemessenen Werte sind das Drehmoment, die Winkelauslenkung und die Winkelgeschwindigkeit.

Es können rotatorische und oszillatorische Messungen durchgeführt werden (Abbildung 5). Die rotatorische Messung untersucht die viskosen Eigenschaften einer Probe und hat als Messgröße die Viskosität η. Die oszillatorische Messung untersucht zusätzlich die elastischen Eigenschaften und hat als Messgrößen die komplexe Viskosität |η*|, das Speichermodul G‘ und das Verlustmodul G‘‘. Der Scherbereich von der rotatorischen Messung ist deutlich größer als von der oszillatorischen Messung.

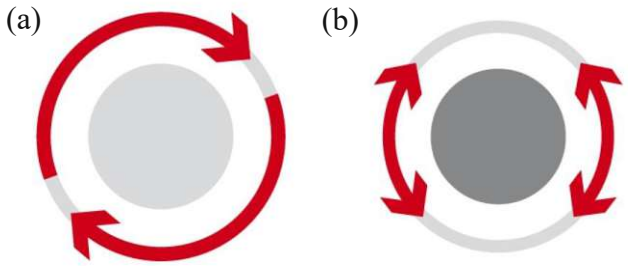


Abbildung 5: Funktionsprinzip der rotatorischen (a) und oszillatorischen (b) Messung

Scherraten können abhängig von der Anwendung sehr unterschiedlich sein. Während beim Absinken durch die Schwerkraft der übliche Scherratenbereich 0,1 $s^{-1}$ bis 1 $s^{-1}$ beträgt, sind es für Rühr- oder Extrusionsprozesse 10 $s^{-1}$ bis 10000 $s^{-1}$. Bei der Anwendung von Klebstoffen sind beim Klebeprozess langsame Extrusionsprozesse und in der Klebefuge das Absinken durch die Schwerkraft relevant [13].

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

### Berechnungen

Die Funktionsweise eines Rheometers basiert auf einem Zwei-Platten-Modell. Es gibt eine Vielzahl an verschiedenen Messgeometrien. Das CP-System (Kegel-Platte) und PP-System (Platte-Platte) können, abhängig vom Durchmesser, für niedrigviskose Flüssigkeiten bis hin zu weichen Werkstoffen verwendet werden (Abbildung 6). Der Unterschied zwischen beiden Messgeometrien ist der Kegelwinkel α. Er ermöglicht für das CP-System eine konstante Scherdeformation, schränkt jedoch die Wahl des Spaltmaßes und die Größe der Füllstoffpartikel ein [13].

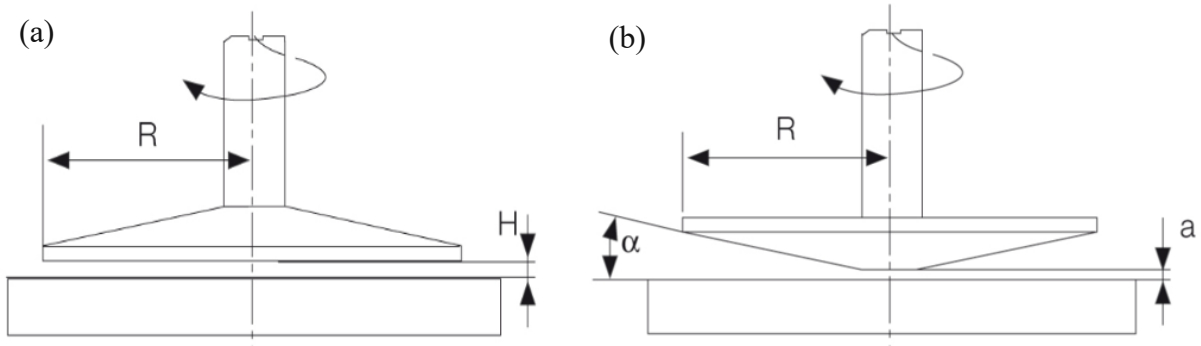


Abbildung 6: Schematische Darstellung des PP- (a) und CP-Messsystems (b)

### Rotatorische Messungen

Um die Viskosität anhand der rotatorischen Messung zu bestimmen, werden die Scherrate $\dot{\gamma}$ und die Schubspannung $\tau$ über die Scherkraft F, der Scherfläche A, der Schergeschwindigkeit v und dem Spaltabstand h ermittelt (Abbildung 7):

$$\tau = \frac{F}{A} \tag{3}$$

$$\dot{\gamma} = \frac{v}{h} \tag{4}$$

Es folgt für die Viskosität $\eta$ aus dem Newtonschen Gesetz [13]:

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \tag{5}$$



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

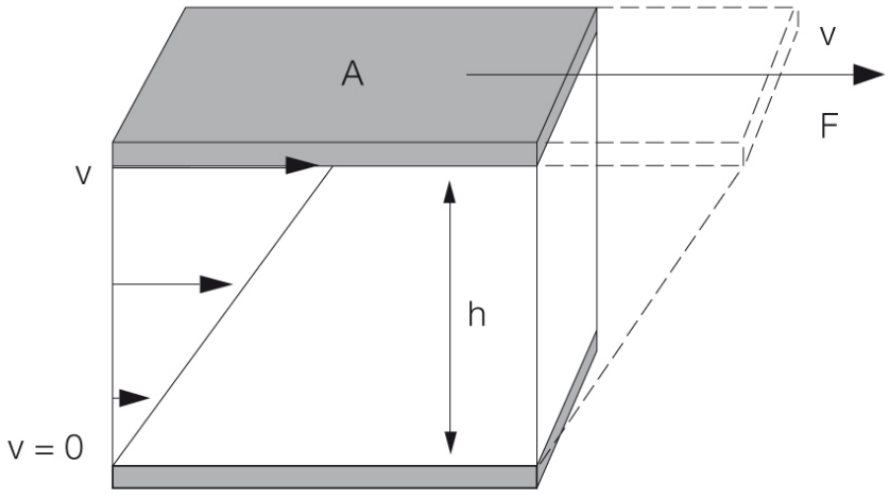


Abbildung 7: Schematische Darstellung des zwei Platten-Modells mit A als Scherfläche, v als Schergeschwindigkeit, h als Spaltabstand und F als Scherkraft [13]

**Oszillatorische Messungen**

Bei der oszillatorischen Messung können ein Amplituden- und ein Frequenzsweep durchgeführt werden. Um Beschädigungen der Probenstruktur während des Frequenzsweeps auszuschließen, wird anhand des Amplitudensweeps eine Scherdeformation aus dem linear-viskoelastischen Bereich (LVE-Bereich) gewählt. Die Scherdeformation γ wird durch die Auslenkung s und dem Spaltmaß h erzeugt:

$$\gamma = \frac{s}{h} \tag{6}$$

Die Abbildung 8 zeigt das Verhalten der Scherdeformation während dem Amplituden- und Frequenzsweep. Die Beanspruchung der Probe erfolgt in sinusoidalen Kurven.

Beim Amplitudensweep wird die Amplitude der Scherdeformation bei einer konstanten Kreisfrequenz von üblicherweise 10 rad/s erhöht. Der LVE-Bereich entspricht dem horizontalen linearen Anteil des Speichermoduls am Anfang der Messung.

Beim Frequenzsweep wird die Kreisfrequenz ω der Scherdeformation erhöht, um das Verhalten bei verschiedenen Belastungen zu untersuchen.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

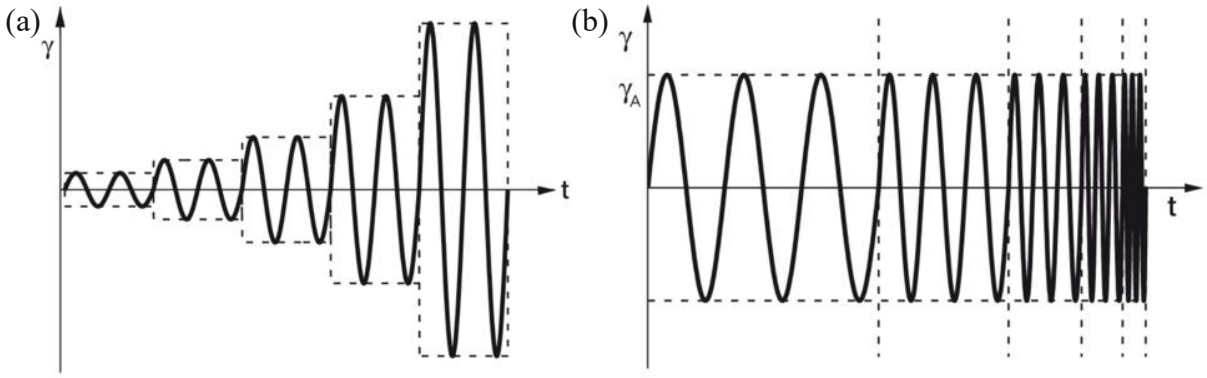


Abbildung 8: Verhalten der Scherdeformation während einem Amplitudensweep (a) und einem Frequenzsweep (b)

Durch die oszillatorische Beanspruchung entsteht bei viskoelastischen Proben zwischen der applizierten und der gemessenen Belastung ein Phasenverschiebungswinkel δ, welcher zwischen 0° und 90° liegt. Ein rein elastisches Material hat eine Phasenverschiebung von 0°, während ideal viskoses Material ein gegengleiches Signal mit einer Phasenverschiebung von 90° erzeugt. Damit können die Anteile der viskosen und elastischen Eigenschaften ermittelt werden.

Es folgt aus dem Hooke'schen Elastizitätsgesetz für das komplexe Schubmodul G*:

$$G^* = \frac{\tau_A}{\gamma_A} \tag{7}$$

Das komplexe Schubmodul kann als Vektor dargestellt werden und mit dem Phasenverschiebungswinkel (Abbildung 9) in das Speicher- und Verlustmodul unterteilt werden:

$$G' = |G^*| \cdot \cos\delta \tag{8}$$

$$G'' = |G^*| \cdot \sin\delta \tag{9}$$

Die komplexe Viskosität entspricht [13]:

$$|\eta^*| = \frac{G^*}{\omega} \tag{10}$$



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

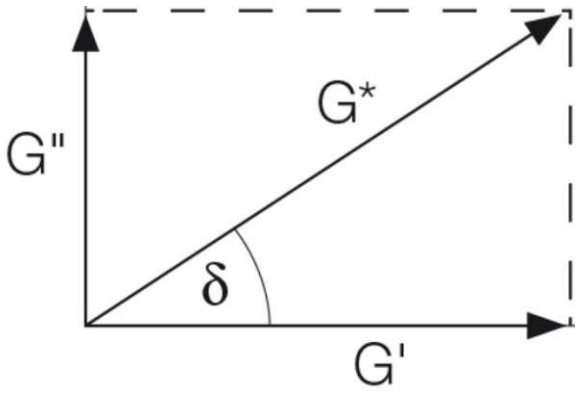


Abbildung 9: Vektordiagramm des komplexen Schubmoduls G* mit dem Speichermodul G‘, Verlustmodul G", und Phasenverschiebungswinkel δ [12]

**Cox-Merz Regel**

Die rotatorischen und oszillatorischen Messungen unterscheiden sich in der Applikation der Belastungen, was zu verschiedenen Viskositätswerten führen kann. Bei hohen Scherraten stellt das Heraustreten der Probe ein Problem bei den rotatorischen Messungen dar, während bei oszillatorischen Messungen auch höhere Kreisfrequenzen ohne diesen Effekt möglich sind. Die Cox-Merz Regel lässt von der oszillatorischen auf die rotatorische Viskosität schließen:

$$\eta(\dot{\gamma}) = |\eta * (\omega)|_{\omega=\dot{\gamma}} \tag{11}$$

Sie besagt, dass die Viskosität η mit der komplexen Viskosität |η*| korreliert, wenn die Scherrate und die Kreisfrequenz gleichgesetzt werden. Es wird experimentell eine mögliche Anwendung der Cox-Merz-Regel festgestellt. Damit kann für eine Vielzahl von Polymerlösungen die rotatorische Viskosität für hohe Scherraten ermittelt werden [17, 18].

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

### 3.3.2 Dynamisch mechanische Analyse (DMA)

Die DMA ist eine vielseitige Prüfmethode, welche die viskoelastischen Eigenschaften von Feststoffen untersucht. Es sind verschiedene Belastungen, wie z.B. Zug, Druck, Torsion oder Biegung möglich. Die Werkstoffe können unter verschiedenen Temperaturen oder Frequenzen gemessen werden. Das temperaturabhängige Verhalten des Speichermoduls von Polymeren ist eine wichtige Eigenschaft in Hinblick auf die Anwendungstemperatur.

Messungen können einerseits über eine oszillierende Dehnung und der resultierenden Kraft und andererseits über eine periodische Belastung und der resultierenden Dehnung durchgeführt werden [16, 19].

**Berechnungen**

Die DMA analysiert das Speichermodul E‘, das Verlustmodul E‘‘, den Verlustfaktor tan δ und das komplexe Modul |E*|.

Die Berechnungen des komplexen Schubmoduls, des Speicher- und Verlustmoduls folgen demselben Prinzip wie die oszillierenden Messungen am Rheometer und werden in Abschnitt 3.3.1 ausgeführt. Für die DMA entspricht das komplexe Schubmodul |G*| dem komplexen Modul |E*|, die Scherkraft τ der Spannung σ, die Deformation γ der Dehnung ε und das Speicher- und Verlustmodul E‘ und E‘‘. Der Verlustfaktor tan δ wird folgendermaßen berechnet[16]:

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'} \tag{12}$$

**Auswertung**

Mit dem Speichermodul kann mithilfe von Referenzproben das E-Modul und die Steifigkeit bestimmt werden. Am Anfang einer DMA-Messung nimmt es üblicherweise leicht ab, bis es sich anschließend in Form einer Stufe bis zu einem Bruchteil des eigentlichen Wertes verringert (Abbildung 10). Diese Abnahme entspricht dem Glasübergang.

Das Verlustmodul ist um einiges kleiner als das Speichermodul und ist bis auf einen großen Peak im Glasübergang konstant niedrig.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

Der Verlustfaktor verhält sich ähnlich wie das Verlustmodul, mit dem Unterschied, dass sich sein Peak am Ende des Glasübergangs befindet.

In der Literatur werden verschiedene Methoden angewandt, um die Glasübergangstemperatur von Materialien zu bestimmen. Diese kann über den Onset des Speichermoduls, dem Maximalwert des Verlustmoduls oder dem Maximalwert des Verlustfaktors bestimmt werden. Der Onset des Speichermoduls ist bei Klebstoffen üblicherweise schwer zu bestimmen, weil das Speichermodul vor dem Glasübergang oft nicht linear abnimmt. Weiters werden Klebstoffe unter dem Glasübergang verwendet, weshalb die Bestimmung über den Verlustfaktor wenig aussagt. Aus diesem Grund wird üblicherweise der Maximalwert des Verlustmoduls als Glasübergangstemperatur verwendet.

Weil bei den verschiedenen Anwendungen von Klebstoffen die Bindungsstärken variabel, bzw. die Bindungszustände zu inhomogen sind, ist die Einsatztemperatur nicht eindeutig bestimmbar und muss für jeden Klebstoff, abhängig von der Anwendung, individuell ermittelt werden. [16, 19].

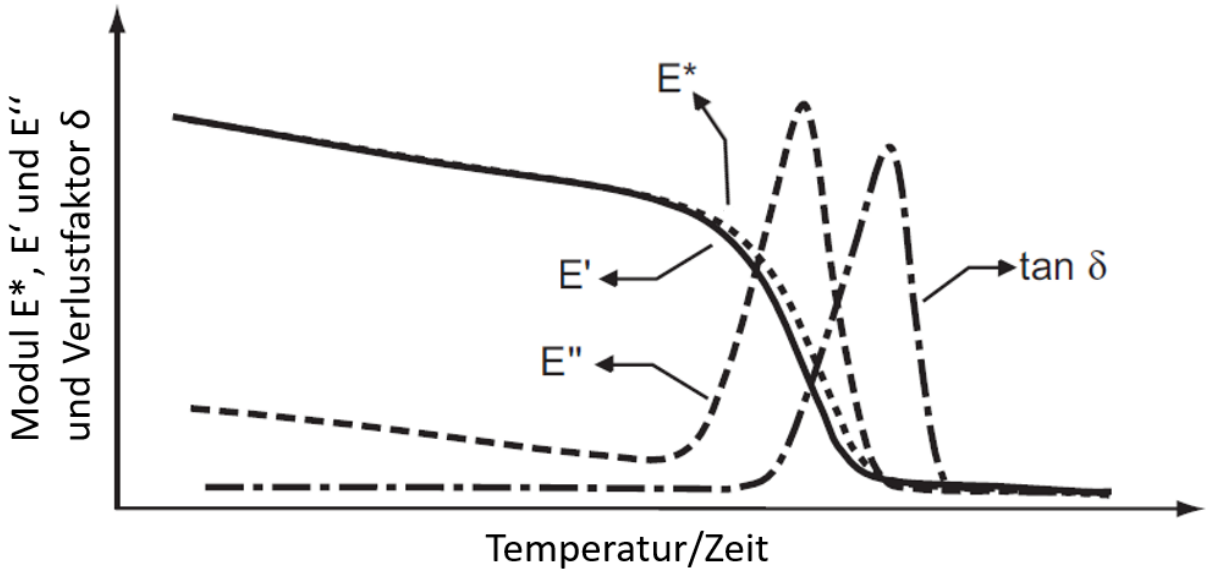


Abbildung 10: Schematische Darstellung einer DMA-Messung eines Polymers [16]

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

### 3.3.3 Dynamische Differentialkalorimetrie (DSC)

Die DSC untersucht die absorbierte oder emittierte Wärmemenge einer Probe. Diese gibt Auskunft über die Enthalpie, die der internen Energie der Probe entspricht. Durch die Änderung von zwei Enthalpiezuständen können physikalische oder chemische Prozesse einer Probe analysiert werden. Schmelzen, Verdampfen oder der Glasübergang erhöhen die Enthalpie und gehören zu den endothermen Prozessen. Kristallisationsvorgänge, Vernetzungen oder Dekompositionen des Werkstoffs verringern die Enthalpie und gehören zu den exothermen Prozessen. Diese Einblicke sind vor allem für die Anwendung von teilkristallinen Kunststoffen und Klebstoffen von Interesse.

Für die Auswertung sind Enthalpieunterschiede und nicht die Absolutzahlen von Relevanz, weshalb der Unterschied des Wärmestroms von einem Probentiegel und einem leeren Referenztiegel gemessen wird. Beide Messungen werden mit demselben Temperatur-Zeit-Programm durchgeführt. Der Aufbau und die Funktionsweise einer DSC werden in der ISO 11357-1 definiert (Abbildung 11). Weil die zu messenden Prozesse atmosphärenabhängig sind, wird der Ofenraum mit einem inerten oder reaktiven Gas gespült. Üblicherweise wird Stickstoff für eine inerte Atmosphäre und Raumluft für eine oxidative Atmosphäre verwendet [16, 20].

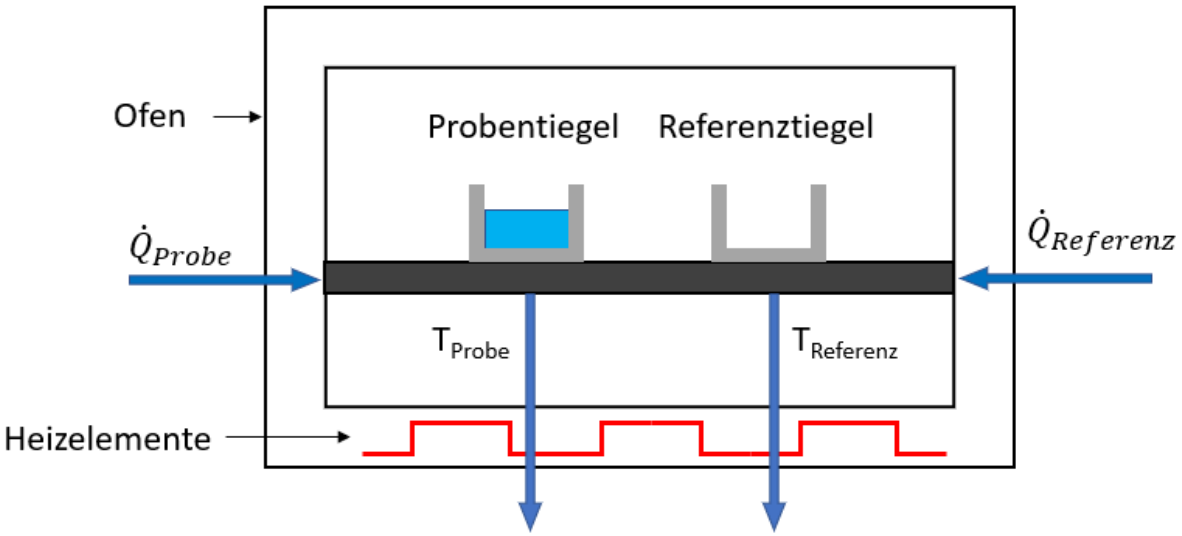


Abbildung 11: Schematische Darstellung einer DSC mit dem Wärmestrom Q̇ und der Temperatur T

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

### Berechnung

Die Enthalpieänderung ΔH wird mit der spezifischen Wärmekonstante $c_p$ über die Temperatur T ausgedrückt:

$$\Delta H = \int c_p \cdot dT \tag{13}$$

Bei der DSC wird statt der spezifischen Wärmekonstante der Wärmestrom $\dot{Q}$ gemessen. Dieser ist über die Heizrate v proportional zu $c_p$ und misst die Wärmemenge, die über die Zeit und Masse m transferiert wird. [16, 20, 21].

$$\frac{\dot{Q}}{m} = v \cdot c_p \tag{14}$$

### Auswertung

Mit der DSC kann beispielsweise die Vernetzung eines Epoxidharzes bei unterschiedlichen Temperaturen untersucht werden (Abbildung 12). Das Signal wird über eine Basislinie ermittelt. Sie ist horizontal und entspricht Bedingungen, an denen keine Reaktionen oder Übergänge stattfinden. Die exothermen Peaks stellen die Aushärtung dar und flachen bei sinkender Aushärtetemperatur ab. Die Fläche unter den Peaks entspricht der Wärmemenge, die für die Vernetzung benötigt wird. Diese ist im Falle einer vollständigen Aushärtung für alle vier Aushärtetemperaturen gleich.

Neben der Aushärtung ist der Glasübergang für Klebstoffe im ausgehärteten Zustand relevant (Abbildung 13). Um diesen zu messen, wird eine ausgehärtete Probe dynamisch in einem Temperaturbereich rund um die Glasübergangstemperatur gemessen. Die Glasübergänge sind in Form von Stufen sichtbar, und können anhand vom Onset, Mittelpunkt oder Offset ermittelt werden. Die Aushärte- und Glasübergangstemperaturmessung können miteinander kombiniert werden, indem nach der isothermen Aushärtung die Probe abgekühlt wird und anschließend wieder auf hohe Temperaturen aufgeheizt wird. Damit wird auch eine vollständige Aushärtung sichergestellt. Falls ein exothermer Peak sichtbar wäre, initiieren die höheren Temperaturen eine Resthärtung, die auf eine nicht vollständige Vernetzung schließen lässt [16, 21].

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

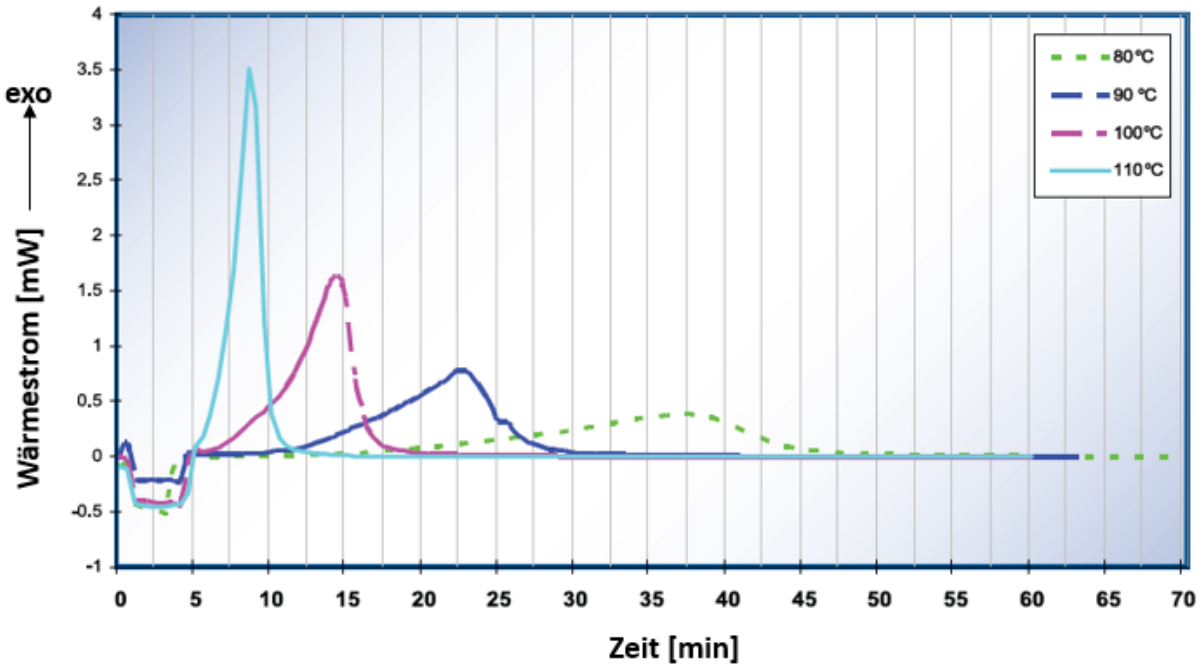


Abbildung 12: Schematische Darstellung von isothermen Aushärtemessungen von Epoxidharzen [22]

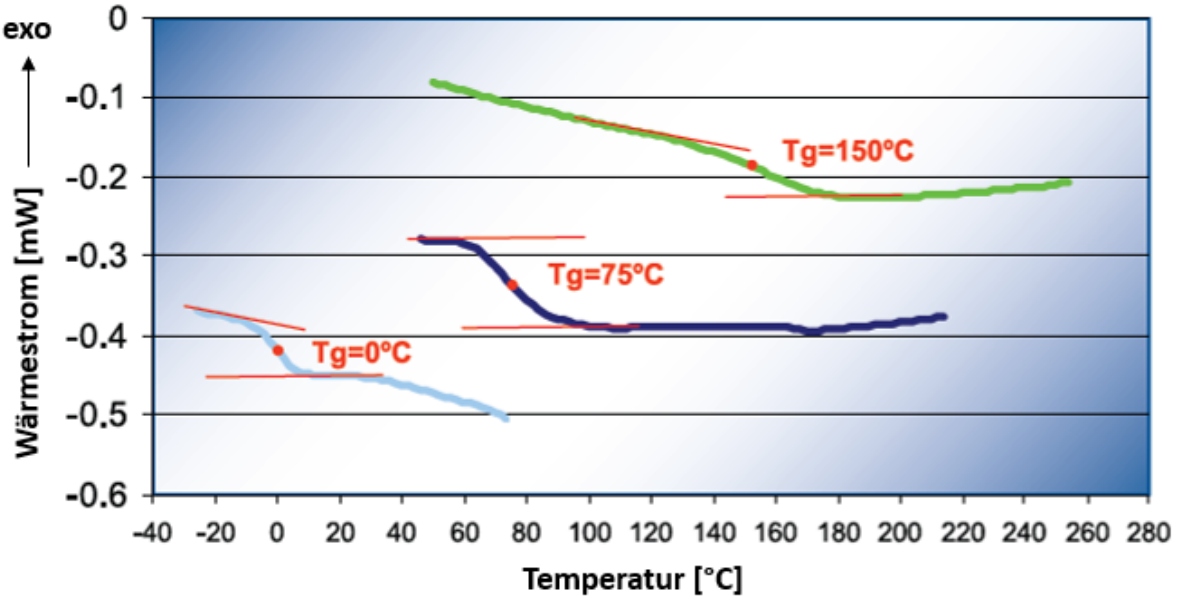


Abbildung 13: Schematische Darstellung von DSC-Glasübergangstemperaturmessungen von ausgehärteten Epoxidharzen [22]

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

# 4 Experimentelles

Der experimentelle Teil wird in vier Bereiche unterteilt (Abbildung 14).

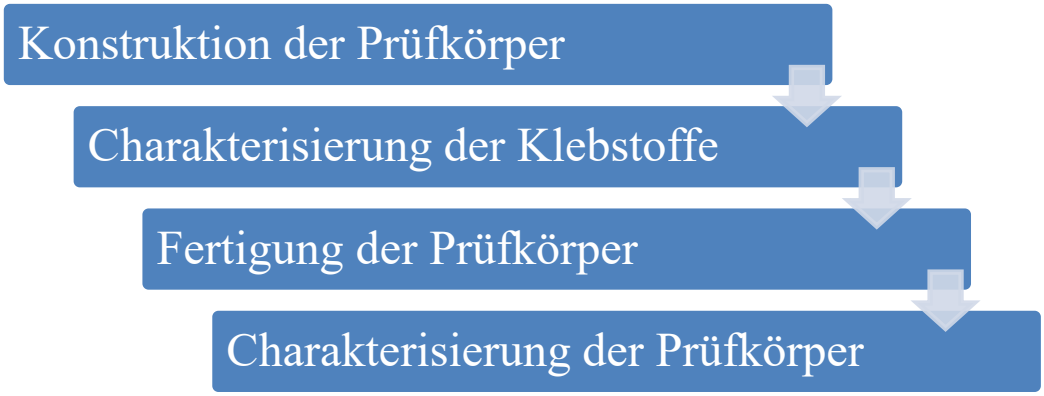


Abbildung 14: Arbeitsschritte des experimentellen Teils

## 4.1 Konstruktion der Prüfkörper

Die Konstruktion der Prüfkörper erfolgt über mehrere Arbeitsschritte (Abbildung 15).

Im Designkonzept wird der Edelstahlzylinder mit einer Klebung mittig in einer Bohrung des Titangehäuses fixiert (Abbildung 16). Für die Anwendung werden Klebstoffe anhand der Datenblätter von Delo (DELO Industrie Klebstoffe GmbH &CO.KGaA, Windach, Deutschland), Panacol (Panacol-Elosol GmbH, Steinbach, Deutschland), Epotek (Meridian Adhesives Group, Houston, TX, USA) und Polytec (Polytec Incorporated, Irvine, CA, USA) ausgesucht.

Anschließend wird für die Konstruktion der Prüfkörper und der Zentrierung das CAD-Programm (Computer-Aided-Design-Programm) Solidworks Premium 2020 SP5.0 (Dassault Systèmes Solidworks Corporation, Waltham, MA, USA) verwendet. Die Ermittlung passender Toleranzen erfolgt mit Excel (Microsoft Corporation, Redmond, WA, USA).

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

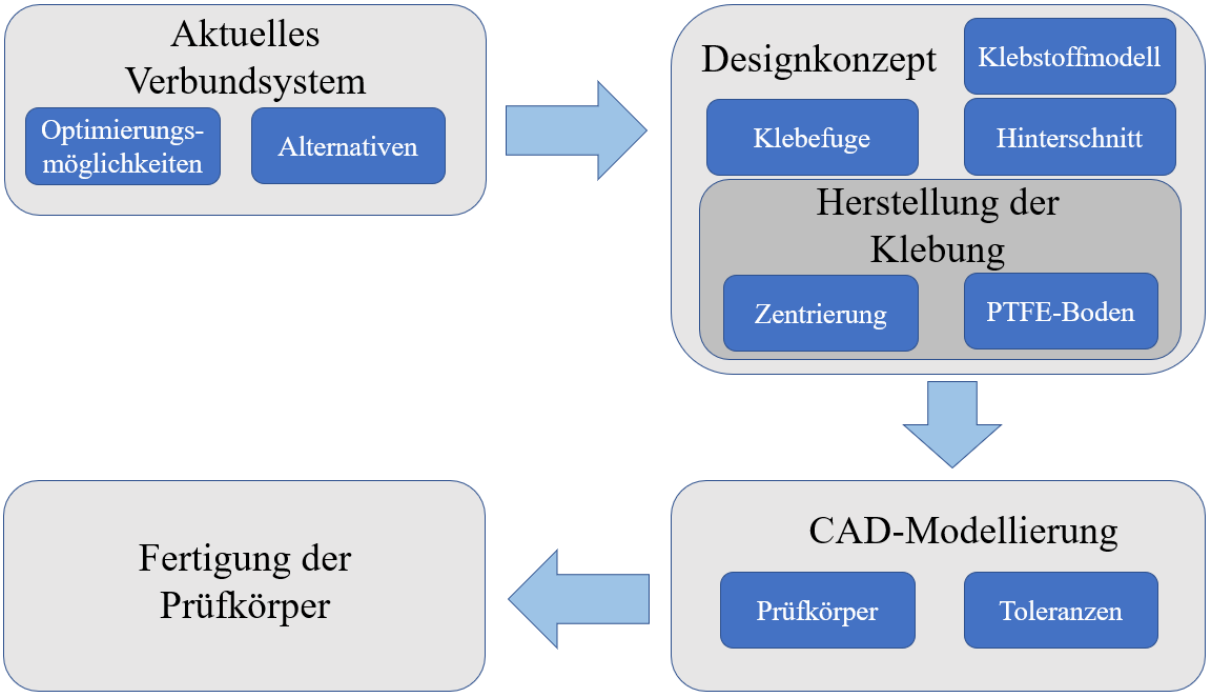


Abbildung 15: Arbeitsschritte im Zuge der Konstruktion der Prüfkörper

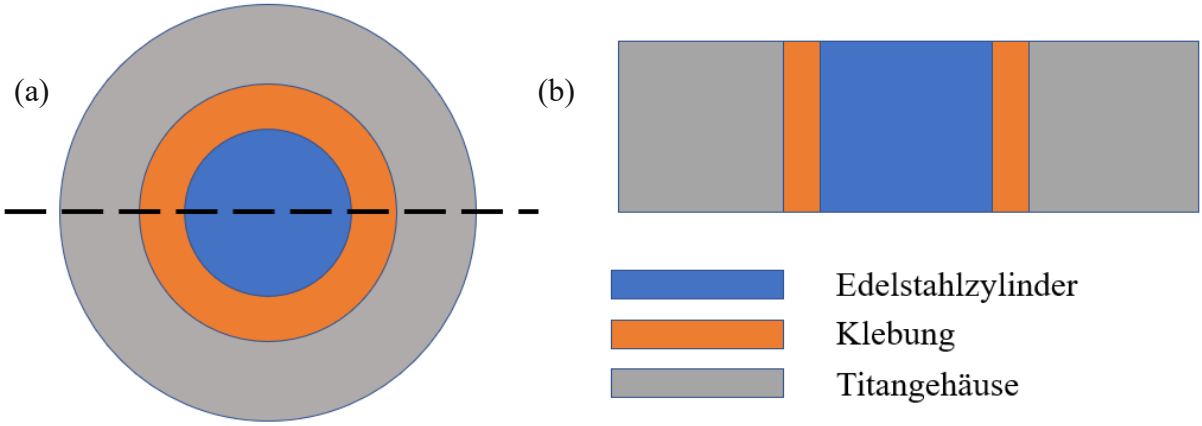


Abbildung 16: Skizze des Designkonzepts in der Draufsicht (a) und als Schnitt in der Vorderansicht (b)

### 4.1.1 Prüfkörper und Zentrierung

Der Prüfkörper besteht aus einem anodisierten Titanbauteil, einer Klebung und einem Edelstahlzylinder. Der Zylinder mit den Maßen 2,54 mm * 2,54 mm wird in einer erhöhten Bohrung des Titanbauteils platziert. Der Außendurchmesser dieser Erhöhung beträgt 5,5 mm. Für



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

den Außendurchmesser des runden Titanbauteils wird 20 mm gewählt, um eine gute Einspannung während den Versuchen zu ermöglichen. In weiterer Folge wird das Titanbauteil als Scheibe bezeichnet.

Die Klebefuge wird über den Abstand des Zylinders und der Scheibe definiert. Bei einer ähnlichen Anwendung von MED-EL, bei der eine Kunststoffisolierung verwendet wird, beträgt der Abstand zwischen Scheibe und Zylinder 830 µm. Dieses Maß wird als maximale Klebefuge gewählt. Als kleinste Klebefuge wird 330 µm gewählt, um die Machbarkeit der Klebung zu gewährleisten. Der Mittelwert des minimalen und maximalen Maßes wird als dritter Wert angenommen (Tabelle 1).

Neben der Dimensionierung beeinflussen auch die Oberflächeneigenschaften der Fügepartner die Klebung. Die Oberflächenspannung von anodisiertem Titan ist deutlich schlechter als Edelstahl [23, 24]. Dadurch wird die Benetzung des Klebstoffes erschwert, was eine verminderte Adhäsion zur Folge hat. Um dem entgegenzuwirken, wird in der Scheibe ein Formschluss an der Klebefläche in Form von einem Hinterschnitt hinzugefügt (Abbildung 17 - a).

Tabelle 1: Durchmesser Ø der verschiedenen Prüfkörper in Bezug zum Spaltmaß

| **Prüfkörper** | **1** | **2** | **3** |
|---|---|---|---|
| **Ø Bohrung Scheibe [mm]** | 3,20 | 3,70 | 4,20 |
| **Spaltmaß [µm]** | 330 | 580 | 830 |

### Zentrierung und Zentrierstift

Während der Klebung wird der Zylinder mittig in der Bohrung platziert. Die Ausrichtung erfolgt über eine Zentrierung und einen Zentrierstift (Abbildung 18), der den Zylinder an der Oberseite in einer Teilbohrung fixiert (Abbildung 19). Das kegelförmige Ende des Zentrierstifts appliziert über die Schwerkraft Druck auf den Zylinder.

Die Zentrierung basiert auf dem Design einer Zentrierglocke, die an dem Außendurchmesser der Bohrerhöhung an der Scheibe ansetzt. Um den Zugang zur Klebefuge mit einer Dispensnadel zu ermöglichen, wird Material an den Seiten ausgespart. Damit kann von drei verschiedenen Seiten Klebstoff zugeführt werden (Abbildung 19).



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

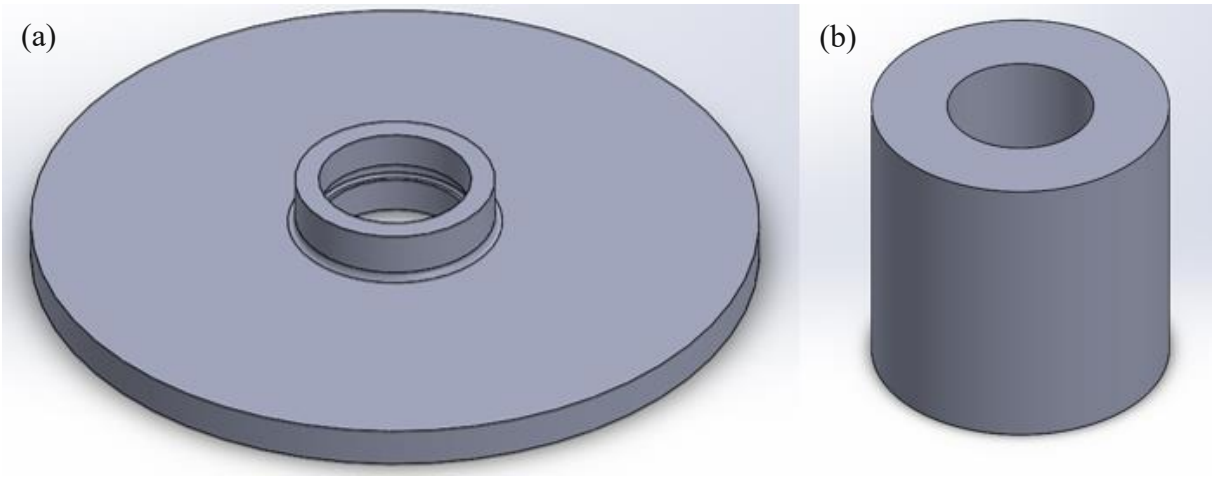


Abbildung 17: CAD-Abbildung der Scheibe mit dem Spaltmaß von 830 µm (a) und des Zylinders (b)

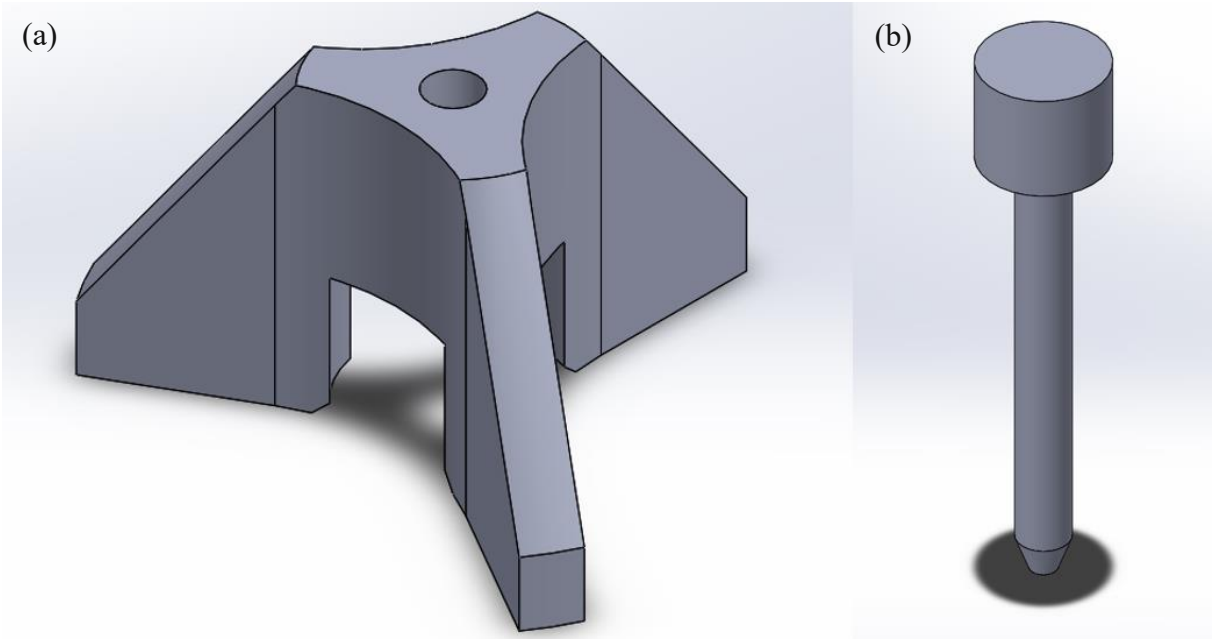


Abbildung 18: CAD-Abbildung der Zentrierung (a) und des Zentrierstiftes (b)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

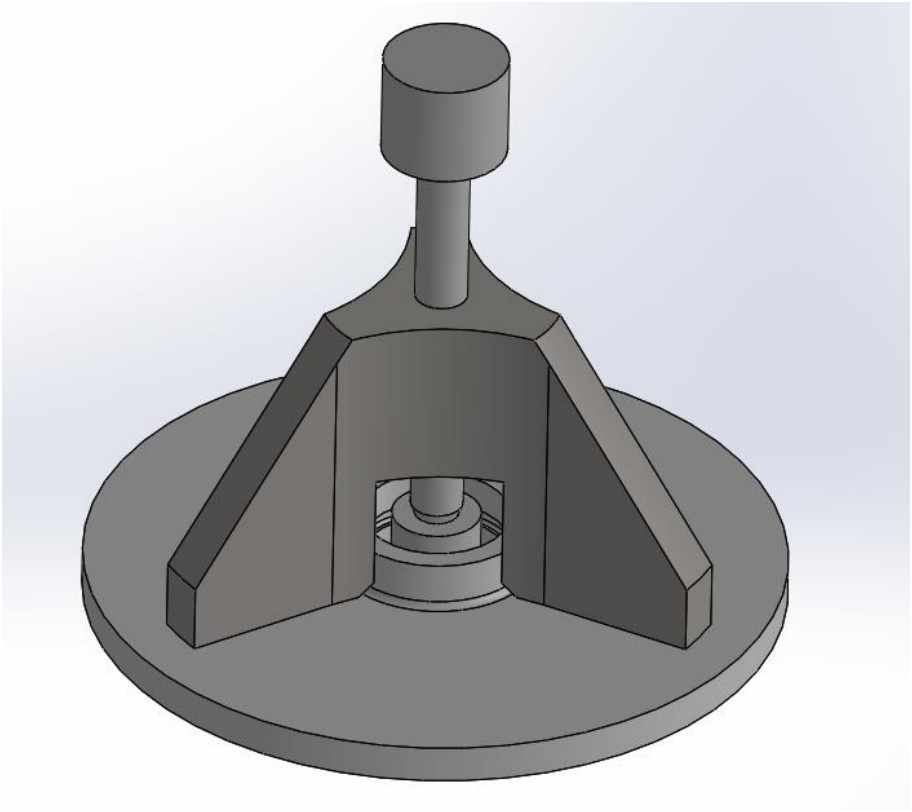

Abbildung 19: CAD-Abbildung der ganzen Baugruppe mit einem Spaltmaß von 830 µm

### 4.1.2 Toleranzen

Um einen signifikanten Unterschied der Spaltmaße mit der mittigen Ausrichtung des Zylinders während des Klebeprozesses zu gewährleisten, müssen die richtigen Toleranzen zwischen Scheibe, Zylinder und Zentrierung gewählt werden.

Die maximale Variation des Spaltmaßes wird mit den relevanten Maßen der Prüfkörper (Tabelle 1 und Tabelle 2) berechnet. Um die Herstellungskosten zu minimieren, werden die Toleranzen so groß wie möglich und so klein wie nötig gewählt. Durch das konzentrische Spaltmaß können für die Bohrung der Scheibe und des Zylinders symmetrische Toleranzen angenommen werden (Tabelle 3). Zwischen der Zentrierung und der Scheibe, bzw. dem Zentrierstift wird eine Spielpassung benötigt. Anzumerken ist ein Abtrag von 10 µm während der Anodisierung der Scheibe.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

Das Spaltmaß kann mit den gewählten Toleranzen eine maximale Variation von 0,22 mm erreichen (Tabelle 4). Damit sind keine Überschneidungen zwischen den verschiedenen Spaltmaßen möglich.

Tabelle 2: Maße der Zentrierung und des Zentrierstifts

| Ø Bohrung [mm] | Bohrungstiefe [mm] | Ø Zentrierstift [mm] | Ø Aufsatz [mm] | Abstand - Zentrier-stift/Bohrung [mm] |
|---|---|---|---|---|
| 1,25 | 5 | 1,25 | 5,5 | 2,5 |

Tabelle 3: Die gewählten Toleranzen der Maße, die Einfluss auf das Spaltmaß haben

| Toleranzen | Maßbezeichnung | Untermaß [mm] | Obermaß [mm] |
|---|---|---|---|
| **Scheibe** | Ø Bohrung | -0,03 | 0,03 |
| | Ø Erhöhung | -0,03 | 0 |
| **Zylinder** | Ø | -0,03 | 0,03 |
| **Zentrierung** | Zentrierstift | -0,03 | 0 |
| | Ø Bohrung | 0 | 0,03 |
| | Ø Teilbohrung an der Unterseite | 0 | 0,03 |

Tabelle 4: Die Variation der Maße, welche Einfluss auf das Spaltmaß haben

| Variation des Spalt-maßes [mm] | Untermaß [mm] | Obermaß [mm] | Variation [mm] |
|---|---|---|---|
| **Scheibe/Zylinder** | -0,06 | 0,06 | 0,12 |
| **Zentrier-stift/Führung** | -0,03 | 0 | 0,03 |
| **Zentrierung/Scheibe** | -0,06 | 0 | 0,06 |
| **Anodisierung – Zentrierung/Scheibe** | -0,01 | 0 | 0,01 |
| **Maximale Variation** | -0,16 | 0,06 | 0,22 |



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

### 4.1.3 Klebstoffsysteme

Die Klebstoffe werden anhand von Datenblättern ausgewählt. Der Polytec EP601 dient als Referenzwerkstoff und wird mitbehandelt.

Durch ihre vorteilhaften Eigenschaften werden Epoxidharze für diese Anwendung gesucht (siehe 3.2.3). 1-K Klebstoffe werden bevorzugt, weil bei der Mischung von zwei Komponenten Variationen entstehen können. Es besteht jedoch bei manchen Herstellern die Möglichkeit, vorgemischte 2-K Klebstoffe zu bestellen, die im Mischverhältnis nicht variieren. Weil der Hinterschnitt in der Klebefuge für UV-Strahlung schwer zugänglich ist, wird eine thermische Aushärtung gewählt. Eine UV-hybride Anwendung wäre unter Umständen möglich.

Die maximale Viskosität wird anhand des kleinsten Spaltmaßes bestimmt. Eine Viskosität von maximal 5000 mPas gewährleistet ein gutes Auffüllen der Klebefuge. Als Vergleich dienen z.B. dünnflüssige Honigsorten, welche bei Raumtemperatur eine Viskosität von 10000 mPas haben und für diese Anwendung zu dickflüssig wären [25].

Der Klebstoff sollte bei 60 °C oder weniger aushärten können und eine Mindesttopfzeit von 8 Stunden haben (siehe Kapitel 2).

Die ausgewählten Klebstoffe und der Polytec EP601 sind in der Tabelle 5 ersichtlich. Der Panacol Structalit 5511 ist zwar der einzige 1-K Klebstoff, die restlichen Modelle können jedoch vorgemischt bestellt werden. Somit entsprechen die ausgewählten Klebstoffe mit Ausnahme des Polytec EP601, den Anforderungen der Vorauswahl. Die Topfzeit des Polytec EP601 unterschreitet 8 Stunden.

Neben den Parametern der Tabelle 5 hat der Delo Dualbond LT2208 Füllstoffe in Form von 15 µm großen Mineralien und eine UV-thermische Aushärtung. Er benötigt eine Lichtfixierzeit von 1-5 Sekunden bei 365 nm bei einer Lichtintensität von 200 mW/cm$^2$.

In weiterer Folge werden die Klebstoffe mit ihrer Modellnummer genannt.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

Tabelle 5: Parameter der ausgewählten Klebstoffe

| Modell | Dualbond LT2208 | Structalit 5511 | 301-2 | 301-2-FL | EP601 |
|---|---|---|---|---|---|
| **Hersteller** | Delo | Panacol | Epotek | Epotek | Polytec |
| **Komponenten** | two | single | two | two | two |
| **Aushärtung** | UV-thermisch | thermisch | ther-misch | thermisch | thermisch |
| **Glasübergangstempera-tur [°C]** | 32 | 30-45 | ≥80 | ≥45 | 73 |
| **Aushärtung** | 60 °C / 1 h | 60 °C / 0,66 h | 23 °C/ 48 h; 80 °C/3 h | 23 °C / 72 h; 80 °C / 3 h | 23 °C / 24-48 h; 80 °C / 1,5 h |
| **Viskosität [mPas]** | 1500 | 800-1,200 | 225-425 | 100-200 | 460 |
| **Topfzeit [h]** | 72 | 24 | 8 | 10 | 4 |
| **Dielektrizitätskonstante** | 4,39 | N/A | 3,8 | 3,54 | 2,76 |

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

## 4.2 Charakterisierung der Klebstoffe

### 4.2.1 Überblick

Die Eigenschaften der Klebstoffe werden mit unterschiedlichen Prüfmethoden gemessen (Abbildung 20).

**Viskoelastische Eigenschaften**

Die viskoelastischen Eigenschaften der unausgehärteten Klebstoffproben sind während der Verarbeitung und Herstellung der Klebung relevant und werden mit dem Rheometer gemessen. Die DMA misst die viskoelastischen Eigenschaften der ausgehärteten Proben bei verschiedenen Temperaturen und ermittelt anhand der Glasübergangstemperatur die maximale Einsatztemperatur der Klebung.

**Reaktionskinetik**

Die DSC untersucht die Reaktionskinetik während der Aushärtung und die Glasübergangstemperatur von ausgehärteten Klebstoffproben. Damit können die Parameter für eine vollständige Vernetzung bei 60 °C ermittelt werden.

**Ausgaseigenschaften**

Im Zuge der RGA wird der Feuchtigkeitsgehalt der Ausgasung der Klebstoffe gemessen. Die Ausgasung soll 5000 ppm nicht übersteigen, um die elektrischen Komponenten nicht zu beschädigen (siehe 3.1.2).

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

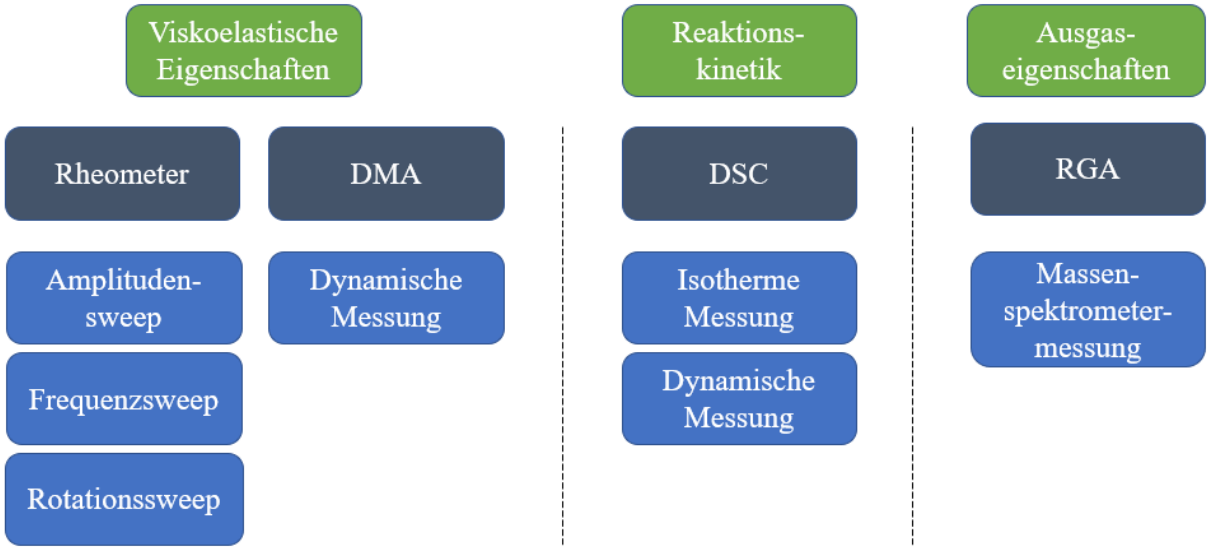


Abbildung 20: Messungen für die Charakterisierung der Klebstoffe

### 4.2.2 Rheometer

Für die rheologischen Messungen wird das MCR 302 Rheometer (Anton Paar GmbH, Graz, Österreich) verwendet.

Es werden folgende Messungen mit dem Rheometer durchgeführt:

- Amplitudensweep
- Frequenzsweep
- Rotationssweep

Für jeden Klebstoff werden für jede Messung jeweils zwei unausgehärtete Proben untersucht. Für den Amplituden- und Frequenzsweep werden die Einwegplatte PP-25 mit einem Durchmesser von 25 mm und einem Spaltmaß von 1 mm verwendet und für den Rotationssweep die Messplatte CP-40 mit einem Durchmesser von 40 mm und einem Spaltmaß von 0,167 mm. Für alle Versuche werden Einwegschalen verwendet. Jede Messung erfolgt mit 30 Datenpunkten und der automatischen Messdauer des Rheometers bei 25 °C. Die Parameter für den Amplituden- und Frequenzsweep sind in der Tabelle 6 ersichtlich. Für den Rotationssweep wird eine Scherrate von 0,001-100 $s^{-1}$ gewählt.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

Tabelle 6: Parameter des Amplituden- und des Frequenzsweeps

| Messung | Scherdeformation [%] | Kreisfrequenz [rad/s] |
|---|---|---|
| **Amplitudensweep** | 0,01-250 | 10 |
| **Frequenzsweep** | Laut Amplitudensweep | 0,01-500 |

### 4.2.3 DMA

Bei der DMA werden die viskoelastischen Eigenschaften und die Glasübergangstemperaturen von den ausgehärteten Klebstoffproben bei einem 3-Punkt-Biegeversuch gemessen. Die Messungen werden auf der DMA 850 (Texas Instruments Incorporated, Dallas, TX; USA) durchgeführt. Es wird eine Probengröße von 20 * 2,5 * 1 mm gewählt.

**Probenherstellung**

Für die Probenherstellung wird mit Solidworks Premium 2020 SP5.0 (Dassault Systèmes Solidworks Corporation, Waltham, Waltham, MA, USA) eine Prüfform konstruiert, welche von MED-EL gefertigt wird. Die Prüfform besteht aus zwei PTFE-Platten (Polytetrafluorethylen), welche von zwei Alu-Platten in vertikaler Richtung mit 2 M3 Schrauben und Muttern fixiert werden. In eine PTFE-Platte werden die Probendimensionen von 20 * 2,5 * 1 mm gefräst. In die andere werden zwei 1 mm Löcher gebohrt, um ein Befüllen und Entweichen der Kavität mit Klebstoff zu ermöglichen (Abbildung 21). Es wird jeder Klebstoff nach seinen individuellen Parametern in der Prüfform ausgehärtet (Tabelle 7).

Tabelle 7: Aushärtezeiten der DMA-Proben bei 60 °C

| Klebstoff | LT2208 | 5511 | 301-2 | 301-FL | EP601 |
|---|---|---|---|---|---|
| **Aushärtezeit [h]** | 1,5 | 1,5 | 14 | 14 | 11 |

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

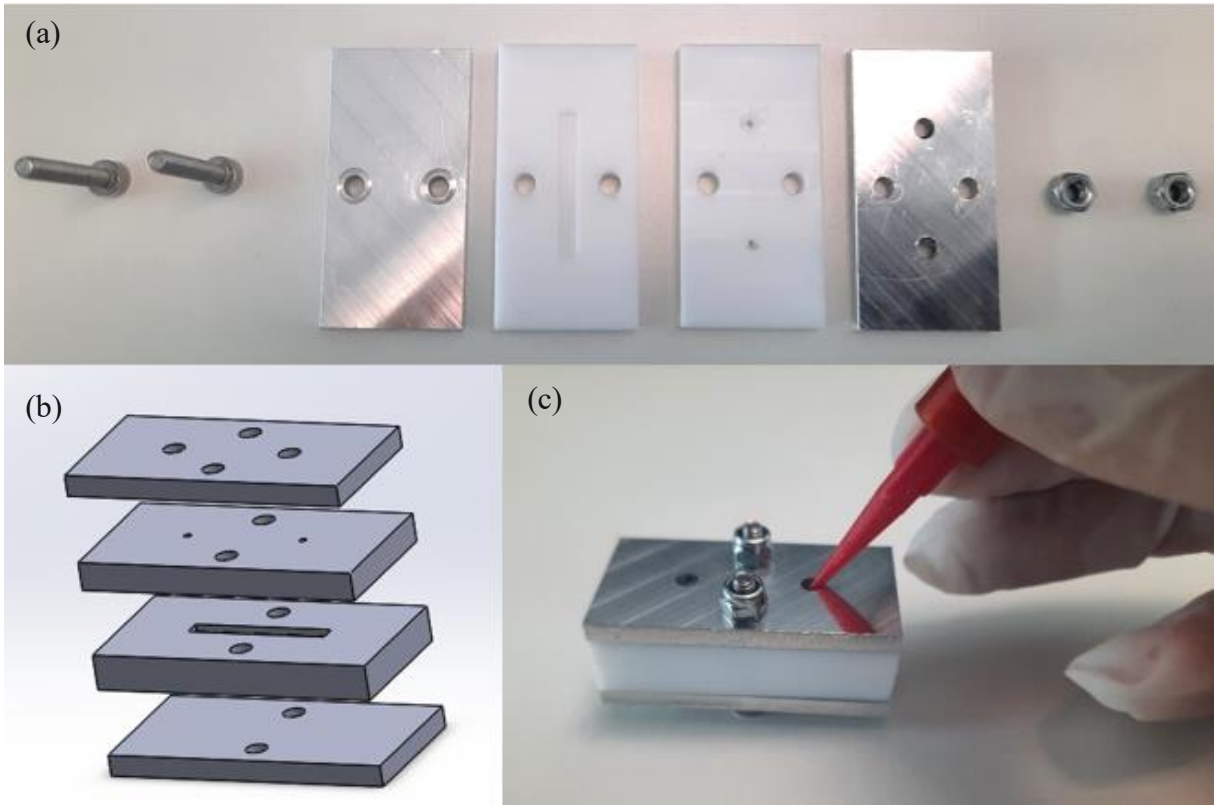


Abbildung 21: Die verschiedenen Einzelteile (a), eine CAD-Abbildung (b) und die zusammengebaute Prüfform während der Auffüllung mit Klebstoff (c)

**Parameter**

Es wird eine 3-Punkt-Biegeversuchvorrichtung mit einem Auflagerabstand von 6,4 mm gewählt und eine Messung pro Klebstoff durchgeführt. Die Oszillationsamplitude beträgt 10 µm bei einer Frequenz von 1 Hz. Der gemessene Temperaturbereich beträgt 0 °C bis 80 °C mit einer Aufheizrate von 2 °C/min. Die Glasübergangstemperatur wird anhand des Maximalwertes des Verlustmoduls ermittelt.

### 4.2.4 DSC

Für die DSC-Messungen wird das DSC3+ Differenzkalorimeter (Mettler-Toledo, Columbus, OH, USA) verwendet. Es wird das Aushärteverhalten und die Glasübergangstemperatur der Proben untersucht.



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

**Aushärteversuch**

Es werden für jeden Klebstoff mindestens zwei Aushärteversuche mit den Parametern der Tabelle 8 durchgeführt. Als Aufheiz- und Abkühlrate wird 10 K/min gewählt. Die Aushärtedauer der ersten Messung orientiert sich an den Angaben der Datenblätter der Klebstoffe. Die Aushärtedauer der zweiten Messung wird anhand des Vernetzungsgrades der ersten Messung gewählt.

Für den LT2208 wird zusätzlich eine UV-Messung mit den Parametern der

Tabelle 9 durchgeführt. Die UV-Aushärtung erfolgt mit dem Steuergerät Omnicure LX500 UV-LED-Punktstrahler (Excelitas Technologies Corp., Waltham, MA, USA) und dem Aufsatz Photocalorimetry Kit DSC (Mettler-Toledo, Columbus, OH, USA). Die Bestrahlung der Probe wird manuell 6 Sekunden bei einer Intensität von 200 mW/cm$^2$ während Abschnitt 1 durchgeführt. Anschließend wird die Probe ohne UV-Aufsatz in der DSC mit den Parametern der Abschnitte 3 und 4 der Tabelle 8 gemessen.

**Glasübergangstemperatur**

Die Klebstoffproben werden laut individuellen Parametern ausgehärtet (Tabelle 10), bevor die Glasübergangstemperaturmessungen durchgeführt werden. Bei einer Aushärtung in der DSC, erfolgt die Auswertung der Glasübergangstemperatur anhand des Abschnittes 4 des Aushärteversuchs (Tabelle 8). Bei einer Aushärtung der Probe im Memmert Wärmeschrank Typ 14 (Memmert GmbH + Co.KG, Schwabach, Deutschland) wird im Anschluss eine DSC-Messung mit den Parametern der Abschnitte 3 und 4 (Tabelle 8) durchgeführt.

Die Ermittlung der Glasübergangstemperatur erfolgt mit der STARe-Excellence-Software V16.20c (Mettler-Toledo, Columbus, OH, USA). Es wird der Mittelpunkt laut ISO 11357-1 gewählt.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

Tabelle 8: DSC-Parameter des Aushärteversuchs der verschiedenen Klebstoffe

| Abschnitt | Art | Temperatur [°C] | Dauer [min] |
|---|---|---|---|
| **1** | Isotherm | 60 | Siehe Tabelle 10 |
| **2** | Dynamisch | 60-0 | 6 |
| **3** | Isotherm | 0 | 10 |
| **4** | Dynamisch | 0-200 | 20 |

Tabelle 9: DSC-Parameter der UV-Messung des LT2208

| Abschnitt | Art | Temperatur [°C] | Dauer [min] |
|---|---|---|---|
| **1** | Isotherm – 6 s manuelle UV-Bestrahlung | 25 | 3 |
| **2** | Dynamisch | 25-60 | 1,75 |
| **3** | Isotherm | 60 | 90 |

Tabelle 10: Aushärteparameter der DSC-Messungen der verschiedenen Klebstoffe

| Klebstoff | Aushärteversuch | | Glasübergangstemperatur | |
|---|---|---|---|---|
| | Aushärtedauer der ersten Messung [h] | Aushärtedauer der zweiten Messung [h] | Aushärtedauer [h] | Aushärtung |
| **LT2208** | 1 | 1,5 | 1,5 | DSC |
| **5511** | 1 | 1,5 | 1 | DSC |
| **301-2** | 8 | 15 | 24 | Ofen |
| **301-2FL** | 10 | 15 | 24 | Ofen |
| **EP601** | 6,7 | 12 | 6,5 | Ofen |



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

### 4.2.5 Restgasanalyse (RGA)

Die RGA wird im Zuge einer IVA (Internal Vapor Analysis) mit ausgehärteten Klebstoffproben durchgeführt. Es werden RGA-Dosen (Abbildung 22) mit einem Volumen von 910 $mm^3$ vorbereitet. Es werden drei Messungen pro Klebstoff durchgeführt. Die Dosen werden in einem Isopropanol-Ultraschallbad für 15 Minuten gereinigt. Anschließend werden die Isopropanolrückstände bei 100 °C für 20 Minuten verdampft. Es wird jeweils ein Klebstoffvolumen von 21,2 $mm^3$ appliziert, um die Volumenverhältnisse im Implantat zu simulieren. Das entspricht einer großen Kavität mit 10,2 $mm^3$ und fünf kleinen Kavitäten mit 2,2 $mm^3$.

Der Klebstoff wird bei 60 °C laut individuellen Parametern ausgehärtet (Tabelle 11) und einem Ausgasprozess bei 55 °C für 9 Stunden in einem Ofen unterzogen. Der LT2208 wird vor der Aushärtung im Ofen 5 Sekunden mit dem LED Spot 100 HP IC im LED Cube 100 (Dr. Hönle AG, Gilching, Deutschland) mit einer Wellenlänge von 365 nm und einer Intensität von 100 % bestrahlt.

Anschließend wird der Deckel mit einem Laser an die RGA-Dose geschweißt. Die RGA wird extern durchgeführt. Die Dosen werden bei 100 °C zwischen 16 und 24 Stunden konditioniert. Anschließend werden die Dosen aufgestochen und die Gase mit einem Massenspektrometer ermittelt.

Der LT2208 und 5511 werden am gleichen Tag dispenst, ausgeheizt und zugeschweißt. Der EP601, 301-2 und 301-2FL werden zwischen dem Aushärteprozess und dem Ausheizprozess drei Tage bei Raumtemperatur gelagert.

Tabelle 11: Aushärteparameter der RGA-Dosen bei 60 °C

| **Klebstoff** | **LT2208** | **5511** | **301-2** | **301-2FL** | **EP601** |
|---|---|---|---|---|---|
| **Aushärtedauer [h]** | 1 | 1 | 24 | 24 | 6,5 |

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

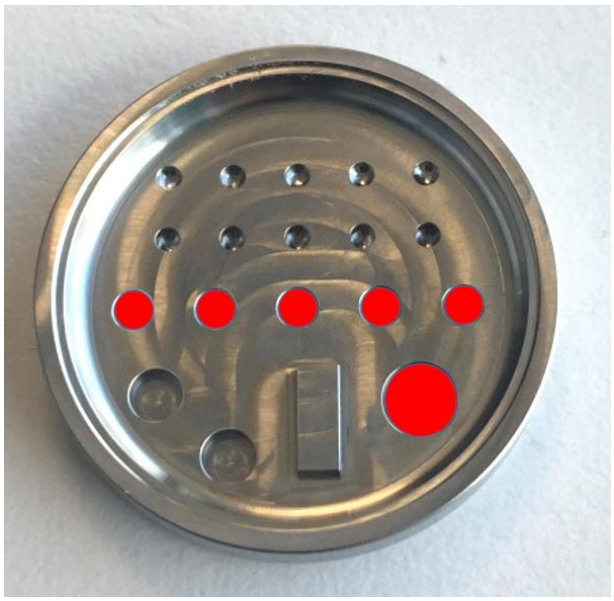

Abbildung 22: Die RGA Dose ohne Deckel, die befüllten Kavitäten sind in rot markiert

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

## 4.3 Fertigung der Prüfkörper

Die Scheibe und der Zylinder werden von der Sistro Präzisionstechnik GmbH (Hall, Österreich) gefertigt. Die Anodisierung der Scheibe wird bei MED-EL durchgeführt.

Die Verarbeitung der Klebstoffe erfolgt mit dem volumetrischen Dispenser Precifluid PDS (Meridian Adhesives Group, Houston, TX, USA). Die Aushärtung erfolgt im Memmert Wärmeschrank Typ 14 (Memmert GmbH + Co.KG, Schwabach, Deutschland). Die mittige Ausrichtung des Zylinders während der Aushärtung wird mit der Zentrierung und dem Zentrierstift sichergestellt. Um bei der Aushärtung des Klebstoffes eine Haftung des Klebstoffes am Ofen zu vermeiden, erfolgt die Aushärtung auf einer PAS-PTFE Platte (Polyarylensulfone-Polytetrafluorethylen) mit einer Stärke von 1 mm (faigle Industrieplast GmbH, Hard, Österreich) und einer ausgeschnittenen Viton-Fluoroelastomer Unterlage (The Chemours Company, Wilmington, DE, USA). Der Prüfkörper wird über jeweils vier Magnete (zwei auf der Oberseite, zwei auf der Unterseite) von MED-EL, auf einer Viton-Unterlage und der PTFE-Platte fixiert (Abbildung 23 und Abbildung 24 - c). Die Aushärtedauer bei maximal 60 °C wird anhand der DSC ermittelt (Tabelle 17).

Für die kapazitiven Messungen werden nur mittig zentrierte Prüfkörper akzeptiert, für die mechanischen Prüfmethoden auch axial nicht zentrierte (Abbildung 24). Nach dem Klebeprozess sind auf dem Großteil der Scheiben sehr kleine Klebstoff- und Vitonrückstände sichtbar, welche in den Prüfmethoden durch die geringe Dimension vernachlässigt werden.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

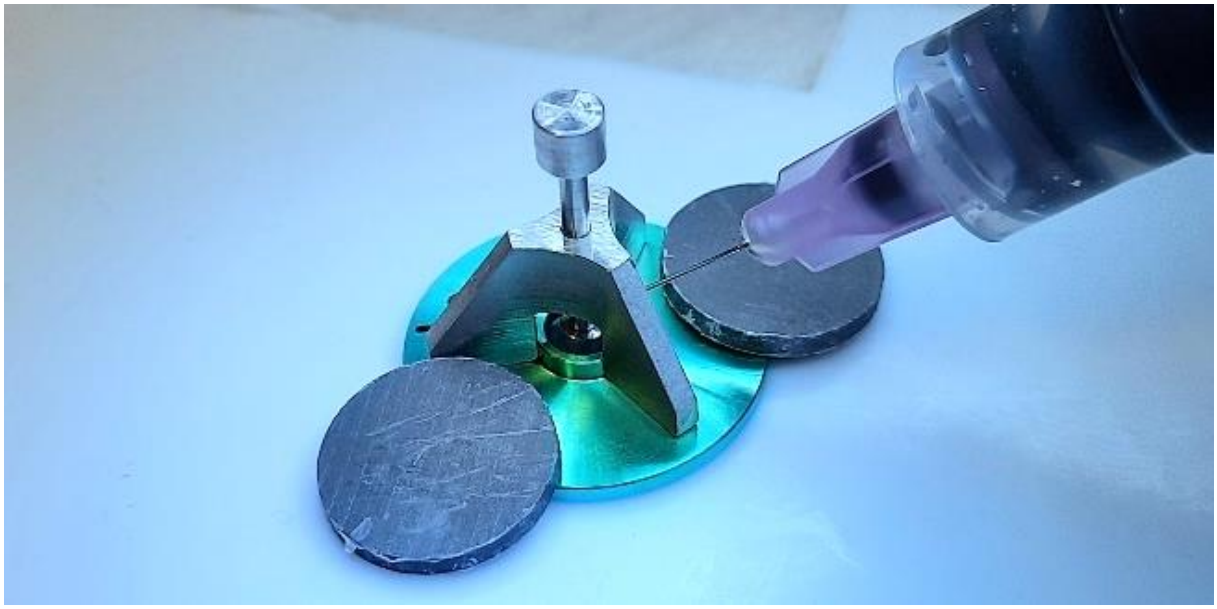

Abbildung 23: Dispensen des Klebstoffes in der Klebefuge des fixierten Prüfkörpers

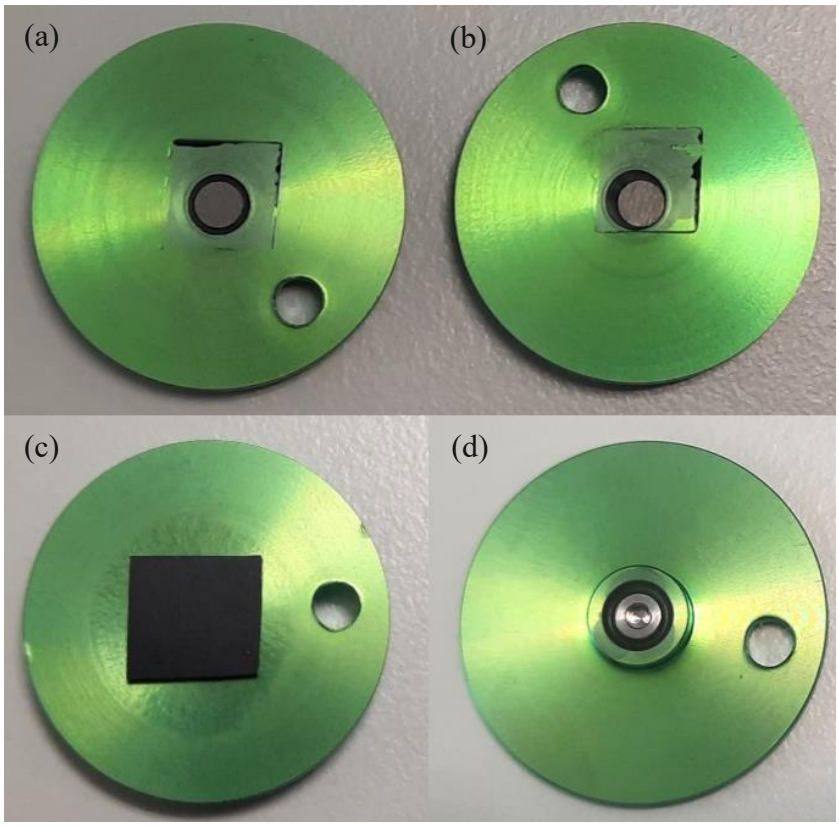


Abbildung 24: Prüfkörperunterseite mit einem zentrierten (a) und einem axial nicht zentrierten (b) Zylinder, Prüfkörperunterseite mit der Positionierung der Viton-Unterlage (c) und Prüfkörperoberseite (d)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

## 4.4 Charakterisierung der Prüfkörper

### 4.4.1 Überblick

Die Charakterisierung der Prüfkörper erfolgt über elektrische und mechanische Prüfmethoden (Abbildung 25).

**Elektrische Prüfmethoden**

Um die Isolierung zu überprüfen, wird die Kapazität berechnet und gemessen. Sie gibt Auskunft über den Blindwiderstand, der die Funktion des CI beeinflusst.

**Mechanische Prüfmethoden**

Bei den mechanischen Prüfmethoden werden Ausdrucktests mit Prüflingen ohne und mit Alterung durchgeführt. Die Alterung findet über einen Temperatur-, einen Vibrations- und einen mechanischen Schocktest statt, um eine verlängerte Lebensdauer des Prüfkörpers zu simulieren.

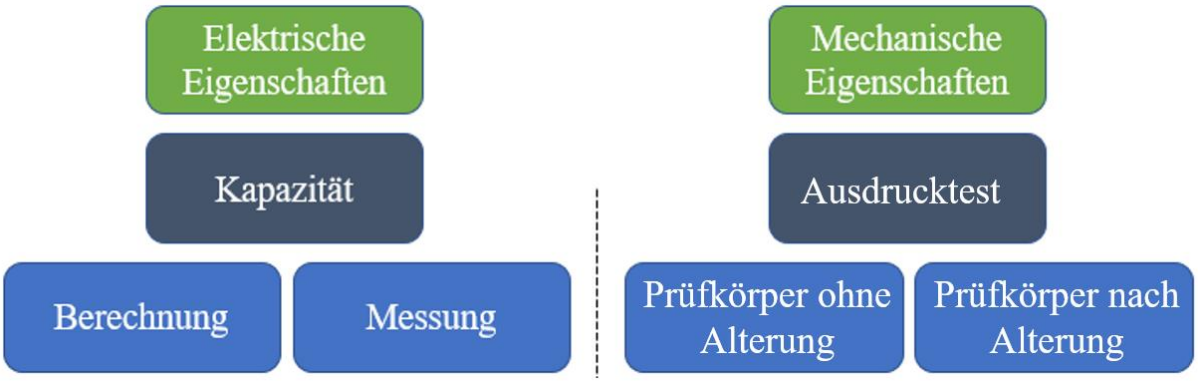


Abbildung 25: Messungen für die Charakterisierung der Prüfkörper

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

### 4.4.2 Kapazität

**Berechnung**

Die Form des Kondensators ist ein Zylinderkondensator. Um die Kapazität zu errechnen, wird folgende Formel angewandt [26]:

$$C = 2\pi\varepsilon_0\varepsilon_r \frac{l}{\ln(\frac{R_2}{R_1})} \tag{15}$$

C – Kapazität [F]

ε0 – Dielektrizitätskonstante

εr – Permittivität des Dielektrikums

R1 – Radius des Zylinders [m]

R2 – Radius der Bohrung [m]

Die Geometrie der Klebung ist bekannt (Tabelle 1) und für die Berechnungen wird der Hinterschnitt der Scheibe vernachlässigt (siehe 4.1.1). Mit Ausnahme des Klebstoffs 5511 sind die Dielektrizitätszahlen der Klebstoffe bekannt (Tabelle 5). Die Dielektrizitätskonstante des Vakuums beträgt $8{,}85 \cdot 10^{-12}$ C/Vm.

**Messung**

Die kapazitiven Messungen werden mit der LCR Pro1 Plus Pinzette (LCR Research LTD, Toronto, Kanada) durchgeführt. Es werden fünf Prüfkörper pro Spaltmaß und Klebstoff gemessen. Die Messungen werden mit einer Spannung von 1 V bei einer Frequenz von 10 kHz durchgeführt. Die Messkontakte sind in der Bohrung des Zylinders und an der Erhöhung der Scheibe. Um eine genaue Messung zu ermöglichen, wird die Anodisierschicht am Kontaktpunkt der Scheibe mit der Messpinzette mit einer Feile abgeschliffen.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

### 4.4.3 Ausdrucktest

Die Ausdrucktests werden mit der Material-Prüfmaschine Zwick Röll Z010 und der Lastzelle Z&R X-Force HP10kN (ZwickRoell Gmbh & Co. KG, Ulm, Deutschland) mit den Parametern der Tabelle 12 durchgeführt. Bei diesen Tests wird der Zylinder mit einem Pin mit einem Durchmesser von 1 mm aus der Klebung gedrückt. Es werden pro Klebstoff und Spaltmaß jeweils fünf Prüfkörper im gealterten und fünf im nicht gealterten Zustand getestet.

Es wird für jeden gealterten Prüfkörper eine Temperatur- und Vibrationsalterung und ein mechanischer Schocktest durchgeführt (Tabelle 13). Diese entsprechen den Mindestanforderungen aus den Normen (siehe 3.1).

Für die Temperaturalterung wird der Klebstoff laut seinen individuellen Parametern ausgehärtet (Tabelle 10) und anschließend im Temperaturschockschrank CTS TSS-70/130 (CTS GmbH, Hechingen, Deutschland) einer zyklischen Temperaturalterung unterzogen.

Der Vibrationstest wird mit dem VibPilot VP4 (m+p international Mess- und Rechnertechnik GmbH, Hannover, Deutschland) durchgeführt.

Beim mechanischen Schocktest werden zwei Schocks, jeweils in entgegengesetzter Richtung, axial auf den Prüfkörper appliziert. Es wird dafür eine geführte Falltestprüfvorrichtung von MED-EL verwendet. Die Prüfkörper werden aus einer Höhe, bei der beim Aufprall 500g entstehen, fallen gelassen. Die Höhe wird mit dem Vibrationssensor PCB-352C22 (PCB Piezotronics Incorporated, Depew, NY, USA) ermittelt.

Tabelle 12: Parameter des Ausdrucktest

| **Vorbelastung [mm/min]** | **Vorbelastungsgrenze [N]** | **Prüfgeschwindigkeit [mm/s]** | **Prüfende [mm]** |
|---|---|---|---|
| 1 | 0.5 | 0,1 | 1,5 |

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

Tabelle 13:Parameter der Alterungsmethoden

| **Alterungs-methode** | **Temperatur** | | **Vibration** | **Mechanischer Schock** |
|---|---|---|---|---|
| | Isotherm | Zyklisch | | |
| **Parameter** | 60 °C, individuelle Aushärtedau-er | 120 Zyklen von -30 °C bis 70 °C bis -30 °C mit 10 K/min | 5-500 Hz, 0,7 (m/s2)2/Hz, 30 min pro Achse | 2 Schocks mit 500g in entgegen-gesetzter axialer Richtung |

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

# 5 Resultate und Diskussion

## 5.1 Charakterisierung der Klebstoffe

### 5.1.1 Rheometer

#### 5.1.1.1 Amplitudensweep

Die Amplitudensweeps zeigen mit Ausnahme des LT2208 eine große Variation und nicht reproduzierbare Kurven (Abbildung 26 und Abbildung 27), was auf Fehler in der Messdurchführung hindeutet.

Der LVE-Bereich des LT2208 (Abbildung 26) erstreckt sich bis zirka 0,2 % Scherdeformation. Für den Frequenzsweep wird eine Scherdeformation im LVE-Bereich von 0,1 % gewählt.

In den Amplitudensweeps des 5511, EP601, 301-2 und 301-2FL ist durch die Variationen kein LVE-Bereich definierbar (Abbildung 27), welcher für die richtige Parameterwahl des Frequenzsweeps nötig ist. Die Ursachen werden in weiterer Folge untersucht.

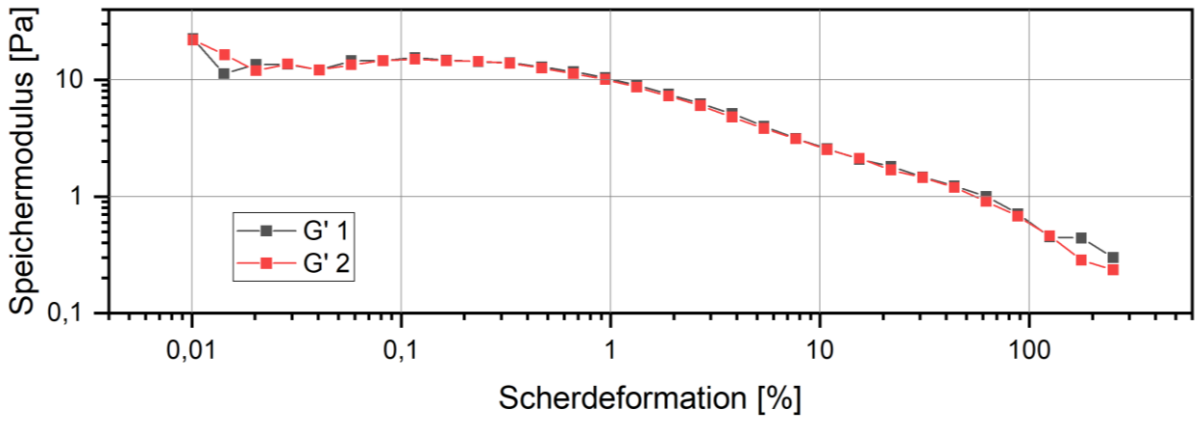


Abbildung 26: Amplitudensweeps des LT2208

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

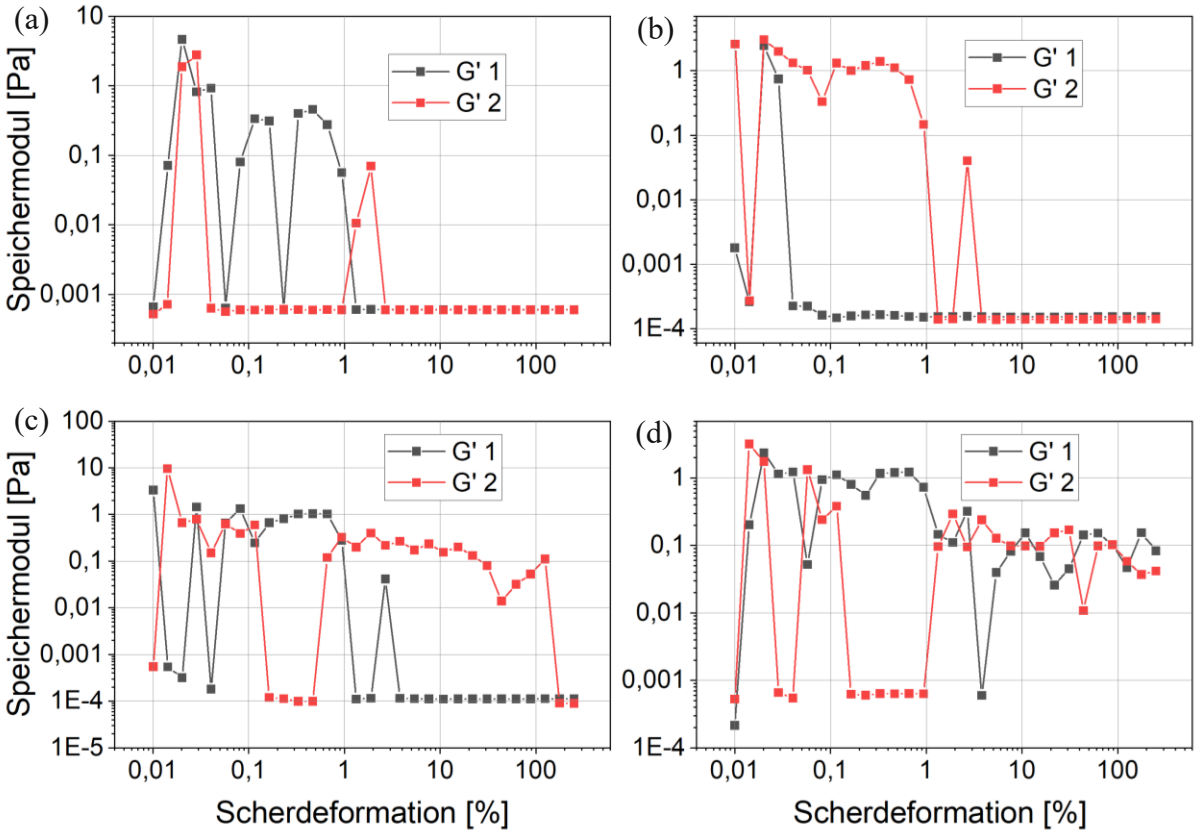


Abbildung 27: Amplitudensweeps des 5511 (a), des 301-2 (b), des 301-2FL (c) und des EP601 (d)

### 5.1.1.2 Untersuchung der Messvariationen

Im folgenden Abschnitt werden Parameter, welche die Messqualität beeinflussen, untersucht. Diese sind der Spaltabstand, der Messplattendurchmesser, die Messdauer, die Messgenauigkeit und die Parameterwahl beim Amplituden- und Frequenzsweep.

**Variation von Spaltabstand und Messplattendurchmesser**

Bei Proben mit einer geringen Viskosität, kann ein zu großer Spaltabstand zu einer ungleichmäßigen Scherung der Probe führen, wodurch die Messung beeinflusst wird. Dem kann mit einer Verringerung des Spaltabstands entgegengewirkt werden. Zusätzlich kann mit einem vergrößerten Plattendurchmesser eine größere Scherkraft erzeugt werden, was das Messsignal verstärkt.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

Es werden mit dem 5511 zwei Frequenzsweeps mit einer Scherdeformation von 0,01 % bei 1-500 rad/s durchgeführt. Die Scherdeformation sollte durch ihre geringe Größe im LVE-Bereich des 5511 liegen. Beide Messungen werden mit geringeren Spaltmaßen, bzw. eine Messung zusätzlich mit einer größeren und konischen Messplatte durchgeführt.

Das Spaltmaß der ersten Messung mit der Messplatte PP-25 beträgt 0,5 mm. Für die zweite Messung wird die Messplatte CP-40 mit einem Durchmesser von 40 mm und einem Spaltmaß von 0,167 mm verwendet.

Das geringere Spaltmaß und die größere Messplatte führen zu keiner Verbesserung der Variationen (Abbildung 28).

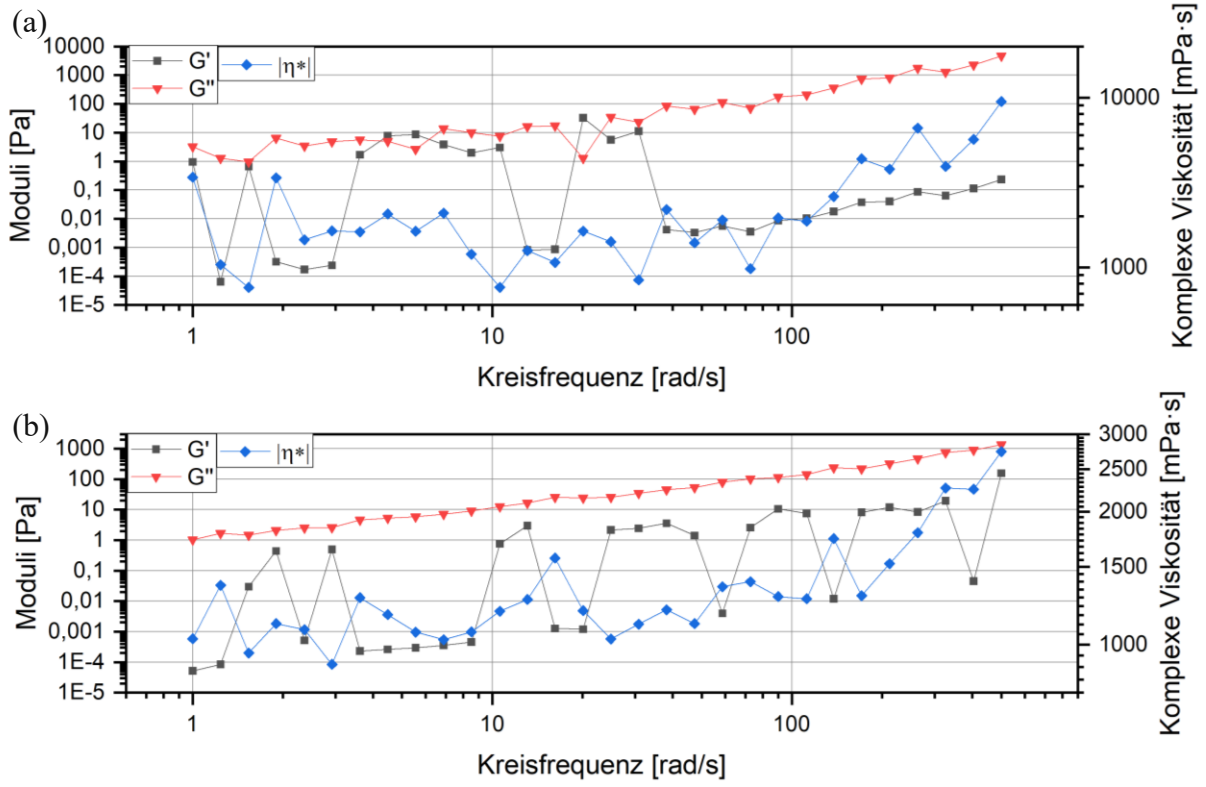


Abbildung 28: Frequenzsweeps des 5511 mit PP-25 (a) und CP-40 (b) mit einem verringerten Spaltabstand

### Größere Messdauer

Eine zu kurz gewählte Messdauer kann zu großen Variationen führen. Es ist mindestens die reziproke Messdauer der zu messenden Frequenz zu wählen. Die automatisch gewählte Mess-



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

dauer des Gerätes ist länger als die in der Literatur empfohlenen Messdauer [13]. Beispielsweise würde die Messdauer bei der Anfangsfrequenz von 0,01 rad/s einer Mindestmessdauer von 100 s entsprechen.

**Messgenauigkeit**

Die gemessenen Werte befinden sich im Messbereich, der von Anton Paar im Datenblatt angegeben wird. Laut Datenblatt beträgt das minimale Drehmoment 0,5 nNm. Der kleinste gemessene Wert wird im ersten Amplitudensweep des EP601 mit 2 nNm gemessen. Durch eine ansteigende Scherrate wird das gemessene Drehmoment immer höher und das minimale Drehmoment wird um ein Vielfaches überschritten.

**Amplitudensweep mit verschiedenen Kreisfrequenzen**

Es werden verschiedene Kreisfrequenzen des 301-2 im Zuge von Amplitudensweeps untersucht. Neben einer Kreisfrequenz von 10 rad/s werden auch Messungen mit 1 rad/s und 20 rad/s durchgeführt. Bei den Messungen von 10 rad/s und 20 rad/s ist kein eindeutiger LVE-Bereich erkennbar. Allerdings gibt es bei 1 rad/s einen LVE-Bereich von 0,2 % bis zirka 20 %, was einem großen Bereich der Scherdeformation entspricht.

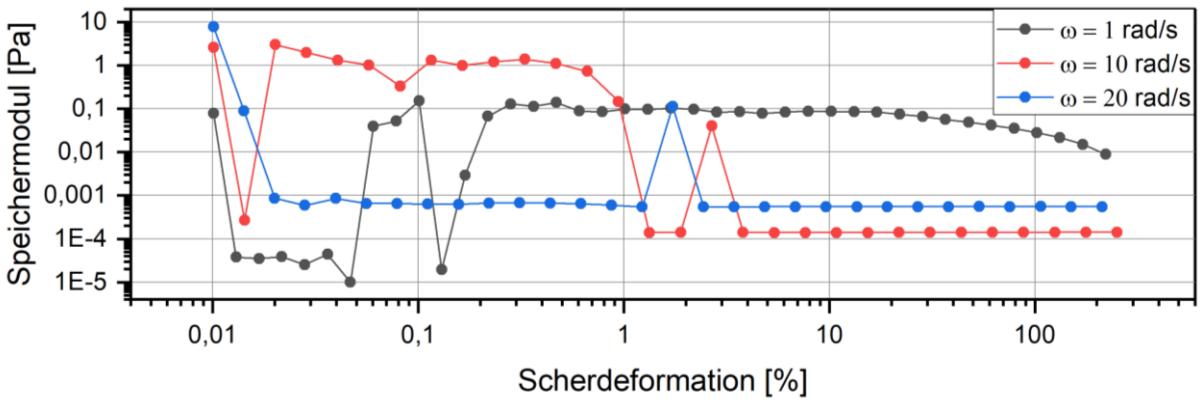


Abbildung 29: Amplitudensweeps des 301-2 mit verschiedenen Kreisfrequenzen

**Frequenzsweep mit verschiedenen Scherdeformationen**

Um einen großen Messbereich der Scherdeformation (Abbildung 29) abzudecken, werden Frequenzsweeps des 5511 mit 0,01 %, 1 % und 20 % Scherdeformation durchgeführt



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

(Abbildung 30). Es ist bei steigender Scherdeformation eine geringer werdende Variation erkennbar. Bei einer Scherdeformation von 20 % kann ein Signal ohne Variationen gemessen werden. Dementsprechend werden die Scherdeformationen der Frequenzsweeps für die verschiedenen Klebstoffe mit Ausnahme des LT2208 sehr hoch gewählt (Tabelle 14). In der Literatur wird keine vergleichbare Messkurve, in dem ein LVE-Bereich erst bei größeren Scherdeformationen startet, gefunden.

Tabelle 14: Gewählte Scherdeformationen der verschiedenen Klebstoffe während den Frequenzsweeps

| **Klebstoff** | **LT2208** | **5511** | **301-2** | **301-2FL** | **EP601** |
|---|---|---|---|---|---|
| **Scherdeformation [%]** | 0,1 | 20 | 16 | 16 | 8 |

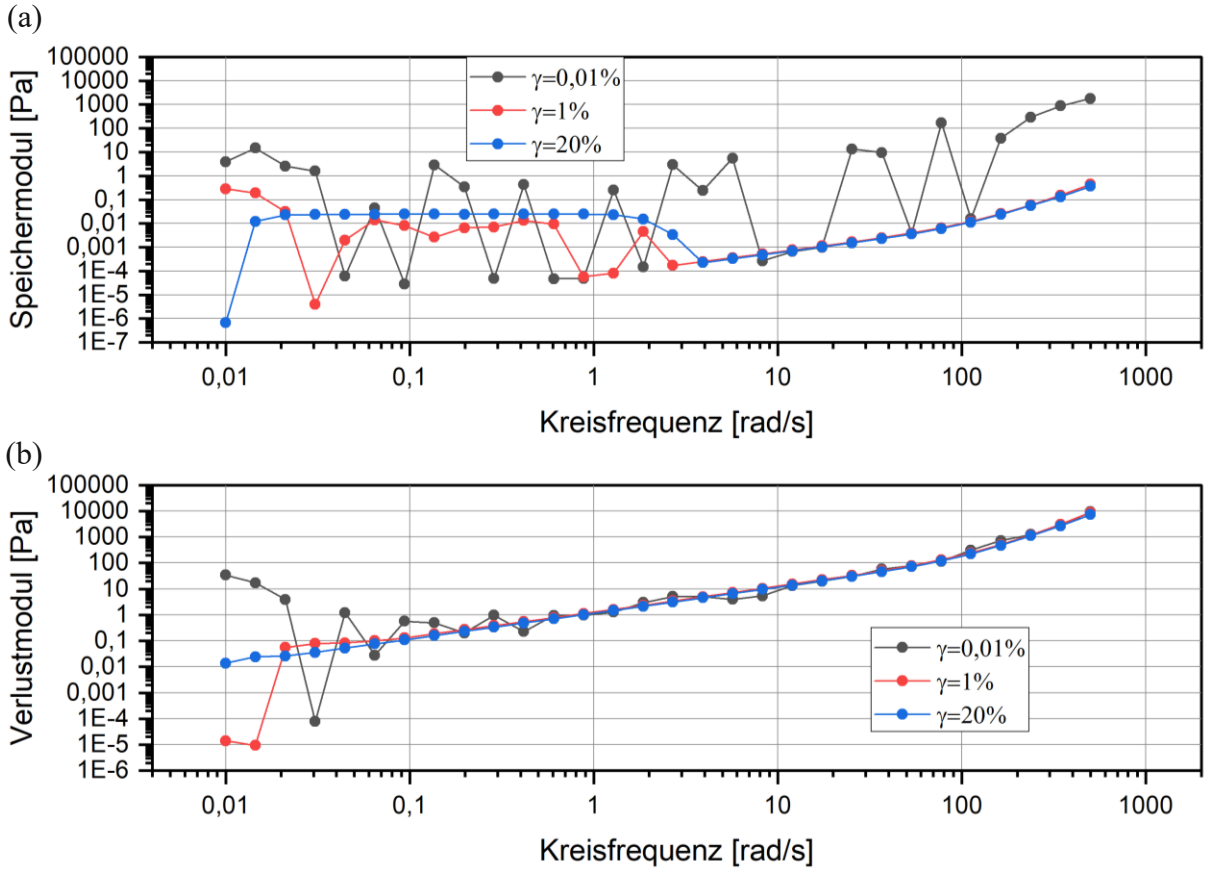


Abbildung 30: Speichermodul G‘ (a) und Verlustmodul G‘‘ (b) von Frequenzsweeps des 5511 mit verschiedenen Scherdeformationen γ



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

#### 5.1.1.3 Frequenzsweep

Der Frequenzsweep des LT2208 (Abbildung 31) unterscheidet sich von den Frequenzsweeps der anderen Klebstoffe (Abbildung 32).

Der LT2208 erreicht bei den Messungen zwei Gelpunkte. Der erste ist am Anfang der Messung bei 0,01 rad/s und der zweite bei 2-3 rad/s. Zwischen den Gelpunkten überwiegt das elastische Verhalten des Klebstoffes, was jedoch für den Dispensprozess nicht relevant ist, da dieser hauptsächlich von der Viskosität abhängt. Weiters ist das Speichermodul der ersten Messung ab dem zweiten Gelpunkt deutlich höher als von der zweiten Messung. Die Ursache könnte die höhere Topfzeit der zweiten Probe sein.

Die Frequenzsweeps der restlichen Klebstoffe zeigen ein sehr spezielles Verhalten, zu welchem in der Literatur keine vergleichbaren Messkurven gefunden werden. Das Verlustmodul steigt linear und nimmt ab zirka 50 rad/s schneller zu. Das Speichermodul verläuft bis auf zwei Messkurven sehr ähnlich. Das Speichermodul hat anfangs bis etwa 3-10 rad/s einen konstanten Wert von zirka 0,01 Pa, bevor es sprunghaft in Form einer Stufe auf zirka 0,0001 Pa absinkt. Anschließend steigt es leicht bis zum Ende der Messung an. Auffällig sind vereinzelte Ausreißer am Anfang und Ende der Messung.

Die Stufe könnte durch eine Inhomogenität erklärt werden, welche z.B. durch Füllstoffe erzeugt wird. Es sind jedoch alle Klebstoffe mit Ausnahme des LT2208 niedrigviskos, zum Teil transparent und ungefüllt. Der 5511 ist zusätzlich ein 1-K Klebstoff, weshalb eine Inhomogenität unwahrscheinlich ist.

Die Speichermoduli in der ersten Messung des 301-2 und des EP601 (Abbildung 32) verhalten sich anders als die restlichen Messkurven.

Eine Ursache der Variation der Messung des EP601 ist die Wahl einer niedrigeren Scherdeformation im Vergleich zu den anderen Klebstoffen.

Das Speichermodul des 301-2 deutet jedoch auf keinen Messfehler hin, weil es ein homogenes Verhalten zeigt. Darauf wird im nächsten Abschnitt näher eingegangen.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

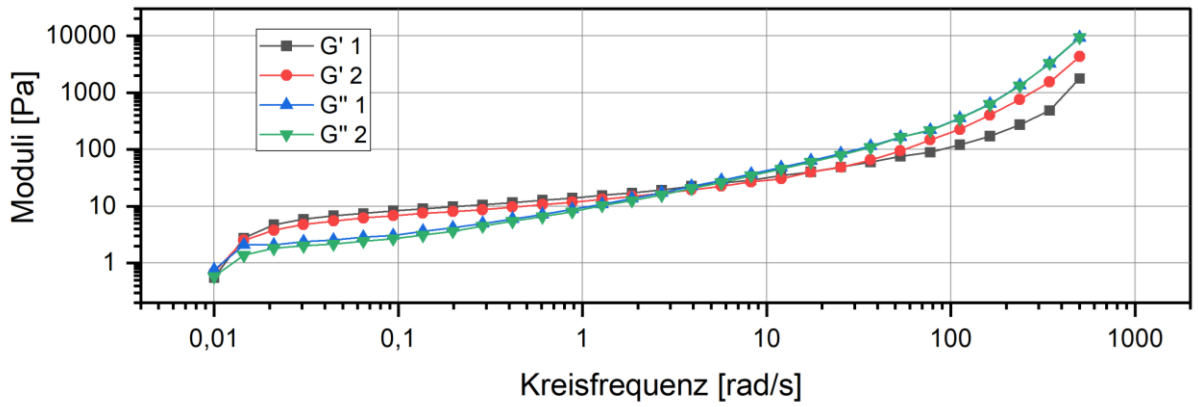


Abbildung 31: Frequenzsweeps des LT2208

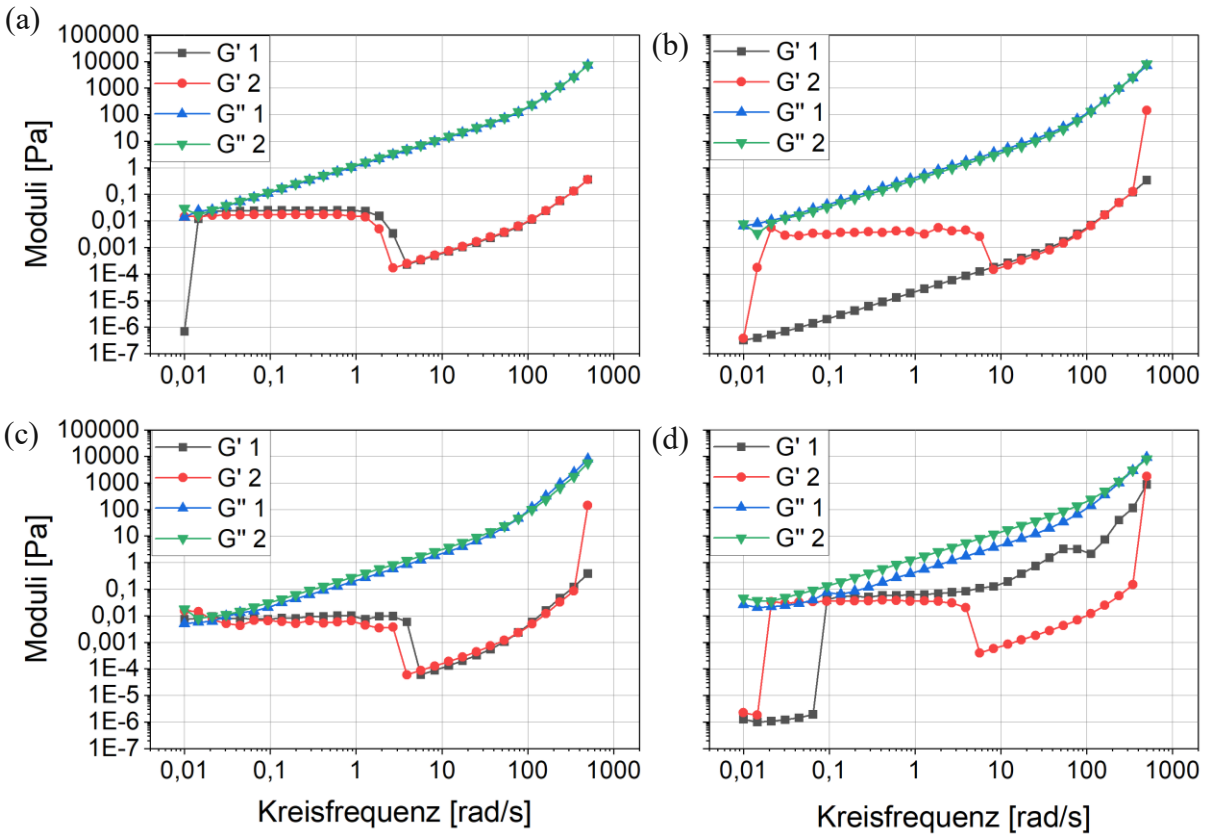


Abbildung 32: Speicher- und Verlustmodul aus den Frequenzsweeps des 5511 (a), des 301-2 (b), des 301-2FL (c) und des EP601 (d)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

#### 5.1.1.4 Variationsursache

Die erste Messung des 301-2 zeigt ein homogenes Verhalten, welches nicht reproduzierbar ist (Abbildung 32). Das Speicher- und Verlustmodul steigen konstant den Großteil der Messung an. Das Speichermodul der zweiten Messung ist beim ersten Messwert und ab der Stufe bei 8 rad/s deckungsgleich mit der ersten Messung. Das deutet darauf hin, dass die Stufe ein reproduzierbarer Messfehler des Rheometers ist. Der erste Messwert der ersten Messung des 5511 und der Messungen des EP601 befinden sich an ähnlichen Positionen. Diese Werte sind demnach keine Ausreißer, sondern beschreiben das spezifische Verhalten des Materials.

Diese Hypothese wird durch die konstante Phasenverschiebung von 90° während der ersten Messung des 301-2 bekräftigt. Die Phasenverschiebungen der anderen Klebstoffe weisen ab der Stufe des Speichermoduls ebenfalls 90° auf. Das würde ein ideal viskoses Verhalten und einen fehlenden LVE-Bereich der vier Klebstoffe bedeuten. Das hätte zur Folge, dass das Speichermodul gleich null ist und ein kleiner Messfehler der Phasenverschiebung große Variationen des Speichermoduls zur Folge hat (siehe 3.3.1). Der zweite Amplitudensweep des 5511, bzw. der Erste des 301-2, bekräftigen diese Annahme.

Zwei Phänomene sprechen gegen die ideale Viskosität der Klebstoffe:

- Es ist ein Speichermodul messbar.
- Eine konstante Phasenverschiebung von 90° ist nicht reproduzierbar

Diese zwei Hypothesen werden in der Literatur erläutert [27]. Der Anstieg des Speichermoduls ist durch einen Trägheitseffekt in der Probe zu erklären. Durch die Oszillationsbewegungen entsteht eine Schwingung der Probe, welche sich bei steigender Frequenz verstärkt und zu einem scheinbaren Anstieg des Speichermoduls führt.

Des Weiteren führt die Winkeltoleranz des Drehmomentaufnehmers des Rheometers zu einem Fehler des gemessenen Phasenwinkels.

Neben diesen Effekten wird auch die Messgenauigkeit des Rheometers untersucht. Die Angaben aus dem Datenblatt unterscheiden sich von der reellen Messgenauigkeit, weil das kleinste messbare Drehmoment durch die Reibung der Lager des Rheometers vorgegeben wird. Das erklärt den konstanten Wert des Speichermoduls vor der Stufe im Frequenzsweep (Abbildung 32).



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Daraus ergibt sich das Verhalten des Amplitudensweeps mit verschiedenen Frequenzen (Abbildung 29 ) und des Frequenzsweeps mit verschiedenen Scherdeformationen (Abbildung 30). Das Messsignal wird mit steigender Scherdeformation oder Kreisfrequenz verstärkt. Dadurch kann das Rheometer die Phasenverschiebung besser bestimmen und die Messkurve nähert sich dem richtigen Messsignal an. In diesem Spezialfall ist die Messung irreführend, weil das Speichermodul ausschließlich aus dem Trägheitseffekt der Probe entsteht.

#### 5.1.1.5 Viskositätsmessungen

Wie bei den bisherig analysierten Rheometermessungen unterscheidet sich das Verhalten des LT2208 von den restlichen Klebstoffen (Abbildung 33 und Abbildung 34).

Die Cox-Merz-Regel ist auf den LT2208 nicht anwendbar, weil sich die rotatorischen und oszillatorischen Viskositätsmessungen nicht decken. Am Anfang der Messkurven steigt die Viskosität leicht an, bevor sich der LT2208 strukturviskos verhält. Die komplexe Viskosität steigt durch einen Molekülabbau bei sehr hohen Frequenzen an, weil durch die kürzeren Moleküle Verschlaufungen gebildet werden. Die maximalen Viskositätswerte unterscheiden sich zwischen der rotatorischen Messung mit 25500 mPas und der oszillatorischen Messung mit 245000 mPas um zirka eine Potenz. Dieser große Unterschied entsteht durch unterschiedliche Belastungsarten. Bei der rotatorischen Messung können sich die Molekülketten durch die konstante Scherung besser anordnen und zeigen eine geringere Reibung untereinander als bei der oszillatorischen Messung.

Die rotatorische Viskosität der weiteren Klebstoffe (Abbildung 34) ist großteils ideal viskos und deckungsgleich mit der komplexen Viskosität. Ähnlich wie beim LT2208 bewirken die hohen Frequenzen einen Anstieg der Viskosität am Ende der oszillatorischen Messungen.

Bei jedem Klebstoff mit Ausnahme des LT2208 gibt es zumindest bei einer rotatorischen Messung einen negativen Startwert. Weil die Viskosität nicht negativ sein kann, handelt es sich um einen Messfehler. In der Literatur [27] werden ähnliche Kurven, welche mit negativen Werten starten, bei newtonschen Flüssigkeiten gemessen. Das bestätigt, dass sich die Messkurve am Anfang außerhalb der realen Messgenauigkeit des Rheometers befindet. Weil die oszillatorischen Messungen anfangs auch fehlerhaft sind, wird die Viskosität erst ab dem newtonschen Plateau berücksichtigt.



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Die Cox-Merz-Regel ist auf die Klebstoffe 5511, 301-2 und 301-2FL bis 100 rad/s, bzw. 100 $s^{-1}$ anwendbar, weil die rotatorischen und oszillatorischen Messkurven deckungsgleich sind. Beim EP601 befindet sich die rotatorische Viskosität zwischen den beiden oszillatorischen Messungen, was auch auf eine mögliche Anwendung der Cox-Merz-Regel hindeutet.

Die Unterschiede der oszillatorischen Messungen des EP601 entstehen durch verschiedene Zeitpunkte in der Topfzeit. Die erste Messung mit der geringeren Viskosität von 445 MPas wird am Anfang der Topfzeit gemessen, während die zweite Messung in der zweiten Hälfte der Topfzeit durchgeführt wird.

Die Viskosität des LT2208 übersteigt als einziger Klebstoff 5000 mPas (Tabelle 15). Bei der Anwendung wird primär die rotatorische Viskosität berücksichtig, weil diese mit der Scherbelastung des Klebeprozesses vergleichbar ist. Der LT2208 hat laut Datenblatt eine Viskosität von 1500 mPas, während die gemessene rotatorische Viskosität zwischen 1100 mPas und 25500 mPas liegt. Beim LT2208 erreicht die Viskosität mehr als 25000 mPas, was den maximalen Wert von 5000 mPas um ein Vielfaches übersteigt und die Applizierung und die Benetzung des LT2208 im Prüfkörper erschwert.

Das ideal viskose Verhalten der restlichen Klebstoffe ist vorteilhaft für den Klebeprozess, da deren Fließverhalten konstant bleibt.

Die Messungen am Rheometer geben Auskunft über das Fließverhalten und dienen als Kontrolle der Angaben aus den Datenblättern. Dadurch wird die Wahl des passenden Klebstoffes auch für zukünftige Anwendungen erleichtert und die Wahl der Klebeparameter, wie z. B. Dispensnadeldurchmesser oder Dispensgeschwindigkeit, kann effizienter gestaltet werden.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Tabelle 15: Viskositätswerte der Datenblätter, der Rotations- und Frequenzsweeps

| Klebstoff | Viskosität laut Datenblatt [mPas] | Viskosität η [mPas] | Komplexe Viskosität \|η*\| [mPas] |
|---|---|---|---|
| **LT2208** | 1500 | 1100-25500 | 3000-245000 |
| **5511** | 800-1200 | 1300 | 1160-1300 |
| **301-2** | 225-425 | 380-420 | 350-430 |
| **301-2FL** | 100-200 | 205-215 | 220-305 |
| **EP601** | 460 | 750 | 445-1390 |

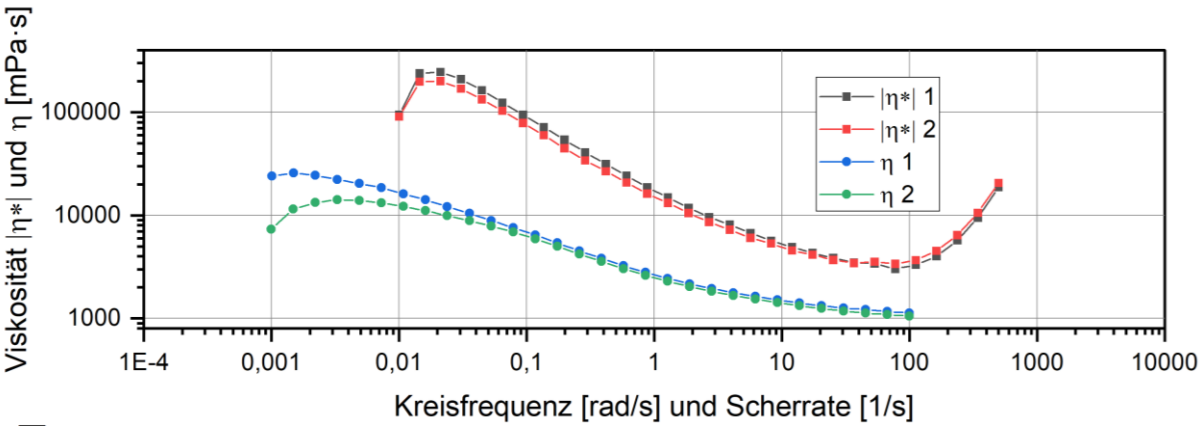


Abbildung 33: Viskositätsmessungen des LT2208

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

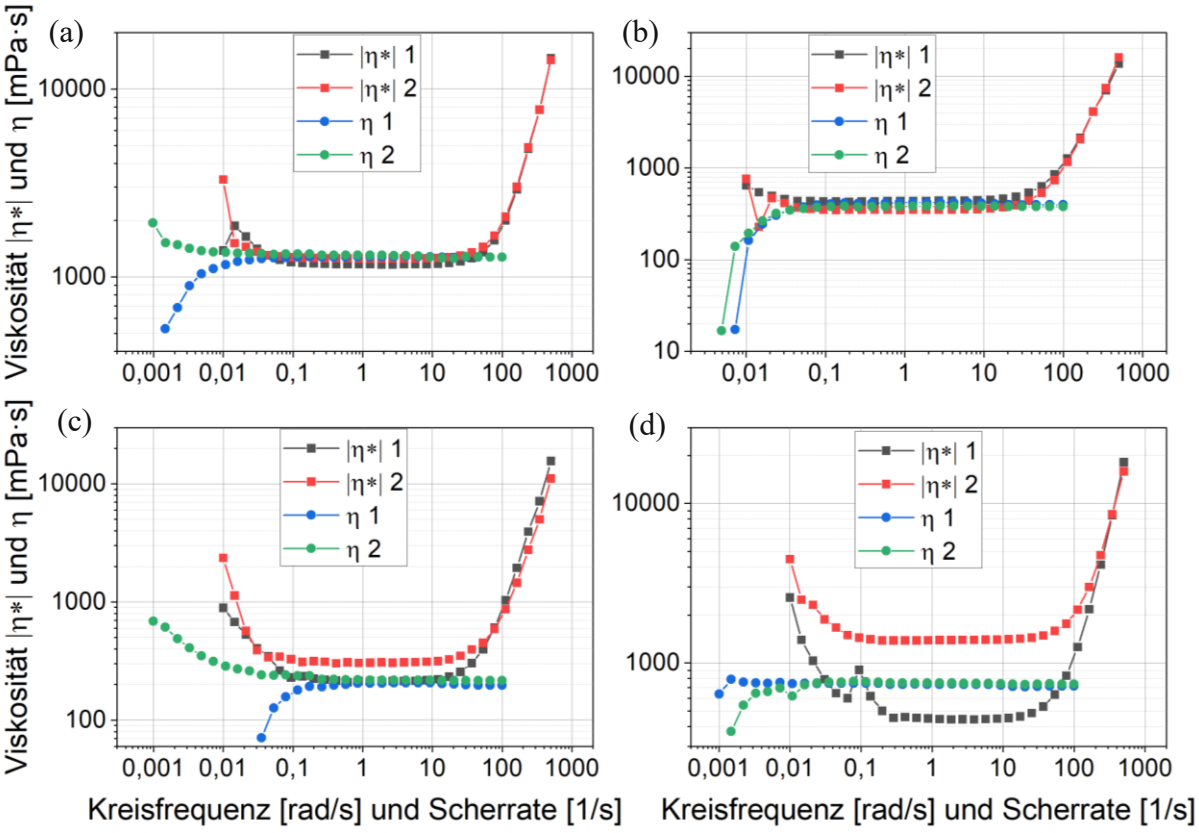


Abbildung 34: Viskositätsmessungen des 5511 (a), des 301-2 (b), des 301-2FL (c) und des EP601 (d)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

### 5.1.2 DMA

Die DMA-Messungen von ausgehärteten Klebstoffproben geben Auskunft über die Einsatztemperatur der Klebung. Neben dem Glasübergang, der dem Maximalwert des Verlustmoduls entspricht, können die mechanischen Eigenschaften anhand des Speichermoduls analysiert werden.

Die mit der DMA ermittelten Glasübergangstemperaturen (Tabelle 16) sind den Werten aus den Datenblätter (Tabelle 5) sehr ähnlich.

Die Änderungen der mechanischen Eigenschaften in Bezug zur Temperatur und der Glasübergangstemperatur sind sehr groß (Abbildung 35 und Abbildung 36). Relevante Temperaturen für die Klebung sind die Raumtemperatur bei 25 °C und die Körpertemperatur zwischen 35 °C bis 40 °C.

Der 5511 und LT2208 haben bei Raumtemperatur Speichermoduli um die 1300 MPa. Zwischen 25 °C und 35 °C erfahren beide eine große Abnahme der mechanischen Eigenschaften. Das Speicher- und Verlustmodul sinken bei 35 °C auf unter 100 MPa ab. Diese beiden Klebstoffe sind für eine Anwendung im CI bei Körpertemperatur nicht geeignet.

Der 301-2FL hat eine etwas höhere Glasübergangstemperatur von 40 °C. Die mechanischen Eigenschaften nehmen von 20 °C bis 50 °C ab. Bei 25 °C beträgt das Speichermodul über 1700 MPa. Der Glasübergang befindet sich im Körpertemperaturbereich, was eine Abnahme des Speichermoduls von 400 MPa zwischen 35 °C und 40 °C bewirkt. Weil die Körpertemperatur nicht bei jeder Person konstant ist, können die mechanischen Eigenschaften des 301-2FL personenabhängig sehr verschieden sein. Diese Unterschiede erschweren die Einschätzung der mechanischen Eigenschaften, weshalb der 301-2FL nicht für eine Anwendung im CI geeignet ist.

Der 301-2 hat bei 40 °C ein Speichermodul von 1900 MPa und der EP601 über 2000 MPa. Neben den höchsten Speichermoduli haben der 301-2 und EP601 auch die höchsten Glasübergangstemperaturen von den untersuchten Klebstoffen. Das zeichnet sich durch eine leichte Abnahme bis 60 °C und einem anschließenden Abfall des Speichermoduls bei über 60 °C ab. Die mechanischen Eigenschaften bleiben im Bereich der Körpertemperatur konstant.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Zusammenfassend sind der LT2208, 5511 und 301-2FL nicht geeignet für eine Anwendung bei Körpertemperatur. Der 301-2 und EP601 haben vorteilhafte Eigenschaften in Bezug auf die Einsatztemperatur im CI.

Tabelle 16: Werte der DMA-Glasübergangstemperaturen der verschiedenen Klebstoffe

| **Klebstoff** | **LT2208** | **5511** | **301-2** | **301-2FL** | **EP601** |
|---|---|---|---|---|---|
| **Glasübergangs-temperatur [°C]** | 25 | 29 | 68 | 40 | 68 |

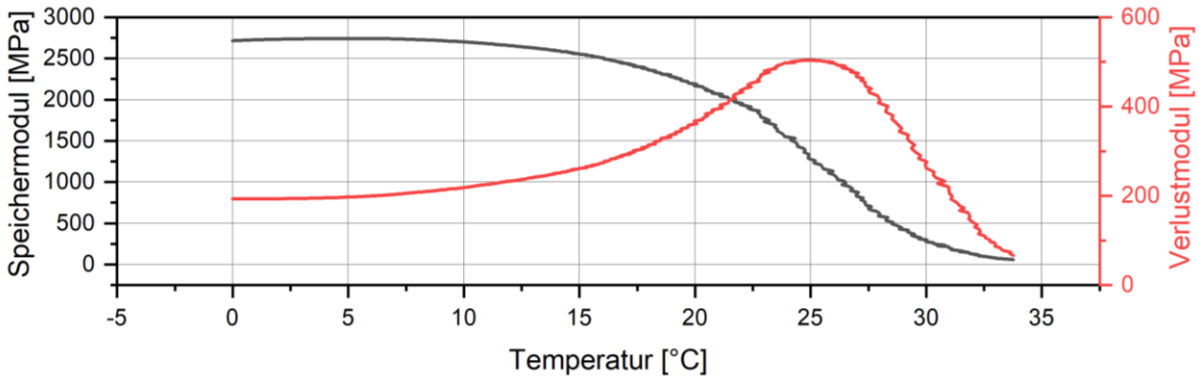


Abbildung 35: DMA-Messung des LT2208

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

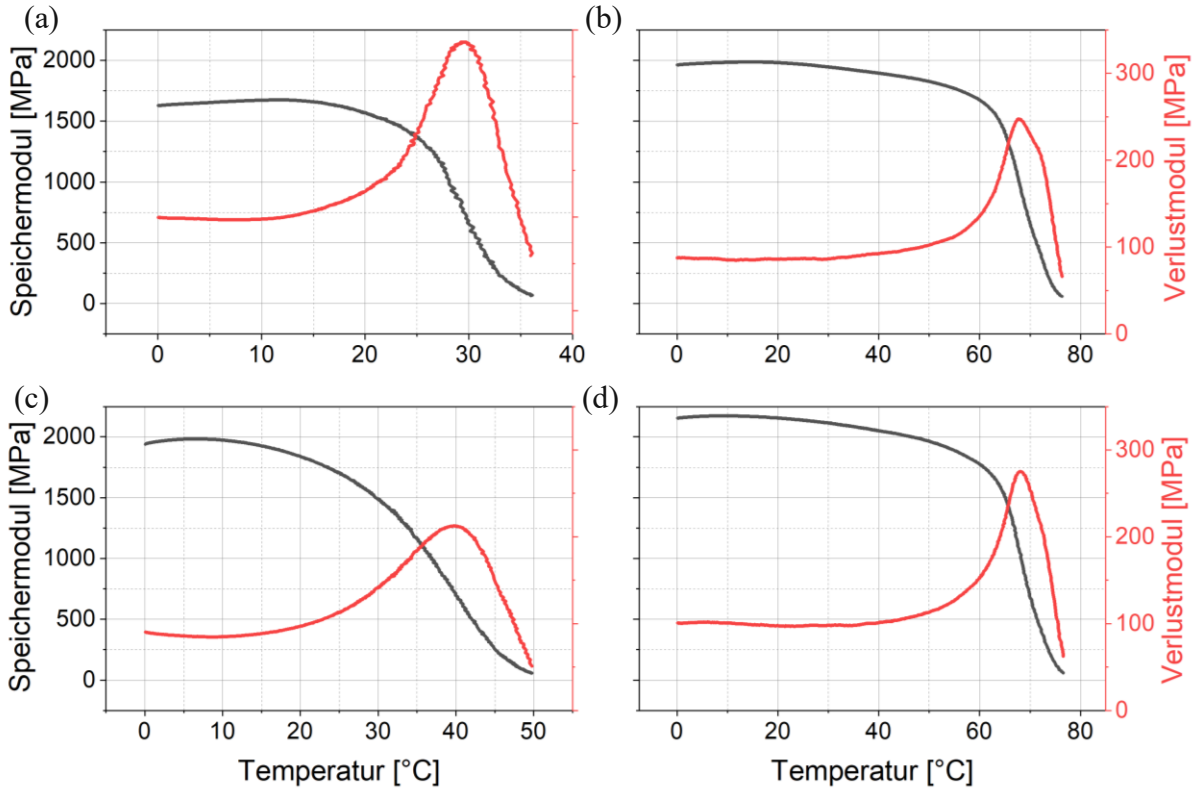


Abbildung 36: DMA-Messungen des 5511 (a), des 301-2 (b), des 301-2FL (c) und des EP601 (d)

Die Messungen der DMA (Abbildung 35 und Abbildung 36) brechen vor dem geplanten Messende bei 80 °C ab. Die Proben erreichen in der 3-Punkt-Biegevorrichtung die maximale Deformation in der Biegevorrichtung. Die Proben des 5511 und LT2208 verformen sich im Anschluss der Messung elastisch zurück, während die Proben des 301-2, 301-2FL und des EP601 sich während der Messung plastisch verformen (Abbildung 37). Die Messungen des 5511 und des LT2208 brechen unter 40 °C ab, während der Abbruch der restlichen Klebstoffe bei über 50 °C stattfindet. Eine größere Dimensionierung der Probe und eine andere Einspannung wirken der Deformation entgegen [19]. Eine Single- oder Double-Cantilevereinspannung reduziert die applizierte Kraft auf die Probe. Jede Messung hat jedoch genug Messwerte, um die mechanischen Eigenschaften über die relevanten Temperaturen und die Glasübergangstemperatur zu analysieren.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

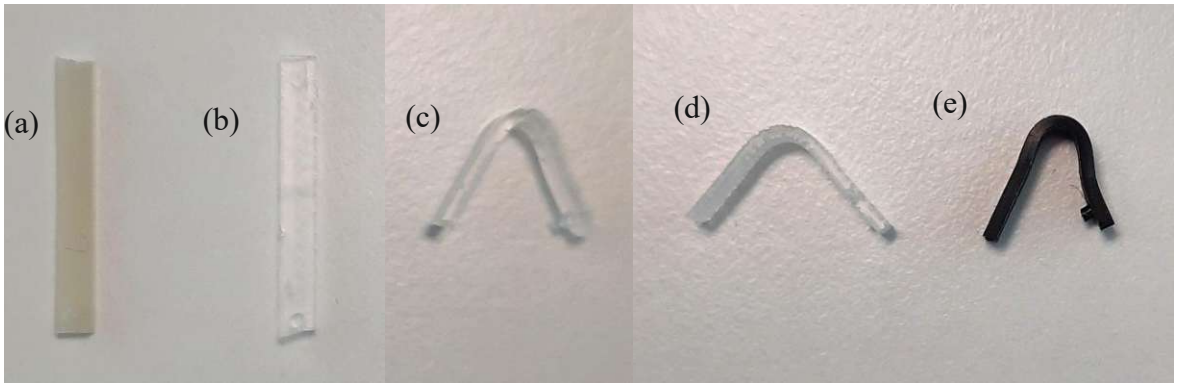


Abbildung 37: Die DMA-Proben der Klebstoffe LT2208 (a), 5511 (b), 301-2 (c), ‚301-2FL (d) und EP601 (e) im Anschluss der Messung

### 5.1.3 DSC

**Aushärteversuch**

Anhand der DSC-Messungen werden die Aushärtezeiten der Klebstoffe festgelegt. Die Auswertung erfolgt mit einer repräsentativen Messung der isothermen Aushärtung und anschließenden dynamischen Messungen von 0 °C - 200 °C, um eine vollständige Vernetzung sicherzustellen (Abbildung 38, Abbildung 39 und Abbildung 40). Um die Vernetzungsreaktion deutlicher hervorzuheben, wird zusätzlich zum Messsignal der isothermen Messung eine horizontale Basislinie eingezeichnet.

Die Klebstoffe haben unterschiedliche Aushärtemechanismen. Der LT2208 und der 5511 haben steile Peaks und härten schnell aus, während der 301-2, 301-2FL und der EP601 sehr flache Peaks und eine langsame Vernetzungsreaktion haben. Durch den flachen Kurvenverlauf ist die Ermittlung der benötigten Wärmemenge in Form von einer Kurvenintegration schwer durchführbar. Aus diesem Grund wird auf die benötigte Wärmemenge nicht eingegangen.

Während der UV-Aushärtung des LT2208 (Abbildung 38 - a) entsteht ein schmaler exothermer Peak mit einer geringen Amplitude von unter 0,8 mW. Anschließend gibt es keine Reaktion, was auf eine nicht ausreichende Aushärtetemperatur und eine fehlende Vernetzung hindeutet. Die dynamische Messung (Abbildung 38 - b) bestätigt diese Annahme, weil eine Vernetzung in Form von einem exothermen Peak stattfindet.



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Die zwei Maxima der rein thermischen Aushärtung des LT2208 (Abbildung 38 - c) lassen auf zwei überlagernde Peaks schließen. Diese können durch zwei verschiedene Komponenten oder durch unterschiedliche kristalline Größen, entstehen. Bei der rein thermischen Aushärtung ist nach 63 Minuten der exotherme Peak abgeflacht. Bei den dynamischen Messungen befinden sich kleine Maxima bei 600 Sekunden, die einer kleinen exothermen Reaktion entsprechen. Durch die geringe Größe wird jedoch eine vollständige Aushärtung des LT2208 bei 60 °C angenommen.

Die fehlende Vernetzung bei 60 °C des LT2208 nach der UV-Bestrahlung kann durch eine verringerte Beweglichkeit der Monomere im Netzwerk erklärt werden. Die UV-Aushärtung behindert die Diffusion der Monomere, was die Aushärtung erschwert und die benötigte Aushärtetemperatur erhöht.

Der 5511 zeigt einen sehr homogenen Peak, welcher nach zirka 67 Minuten abgeflacht ist (Abbildung 39). Die dynamische Messung bestätigt, dass der Klebstoff nach 60 Minuten bereits ausgehärtet ist.

Die Klebstoffe 301-2, 301-2FL und EP601 zeigen ein ähnliches Verhalten in der DSC (Abbildung 39 und Abbildung 40): Bei diesen Klebstoffen wird keine Aushärtung bei 60 °C im Datenblatt angegeben, jedoch eine mögliche Aushärtung bei 23 °C. Das drückt sich in einer sehr langsamen Vernetzungsreaktion aus. Für den 301-2 und 301-2FL ist nach 6,9 Stunden und für den EP601 nach 5,6 Stunden keine Reaktion messbar. Bei einer Aushärtedauer von 10 Stunden zeigt der 301-2FL eine Resthärtung (Abbildung 40 – b), während nach einer Aushärtedauer von 15 Stunden keine Reaktion mehr messbar ist. Beim Erreichen der Basislinie ist der 301-2FL demnach noch nicht vollständig vernetzt.

Beim 301-2 und EP601 wirkt sich die längere Aushärtezeit in Form von einer größeren Überschwingung der Glasübergangstemperatur aus. Diese Überschwingung wird durch eine engmaschigere Vernetzung und eine größere Temperaturresistenz bewirkt [16]. Im nächsten Abschnitt der Glasübergangstemperatur wird näher auf diesen Prozess eingegangen.

Weil die Temperaturverteilung im Ofen nicht immer homogen ist, die Geometrie der Klebefuge sich von der Tiegelgeometrie unterscheidet und nicht erfasste chemische Vorgänge in der Probe auftreten können, wird die Aushärtedauer im Ofen länger gewählt als die messbare Vernetzung in der DSC. Für die schnell härtenden Klebstoffe LT2208 und 5511 wird die



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Vernetzung der DSC für die ermittelte Aushärtedauer im Ofen um die Hälfte verlängert, während für die langsam härtenden Klebstoffe 301-2, 301-2FL und EP601 die doppelte Dauer gewählt wird (Tabelle 17).

Tabelle 17: Ermittelte Aushärtedauer der verschiedenen Klebstoffe

| **Klebstoff** | **LT2208** | **5511** | **301-2** | **301-FL** | **EP601** |
|---|---|---|---|---|---|
| **Vernetzung DSC [h]** | 1,06 | 1,11 | 6,94 | 6,94 | 5,55 |
| **Aushärtedauer Ofen [h]** | 1,5 | 1,5 | 14 | 14 | 11 |

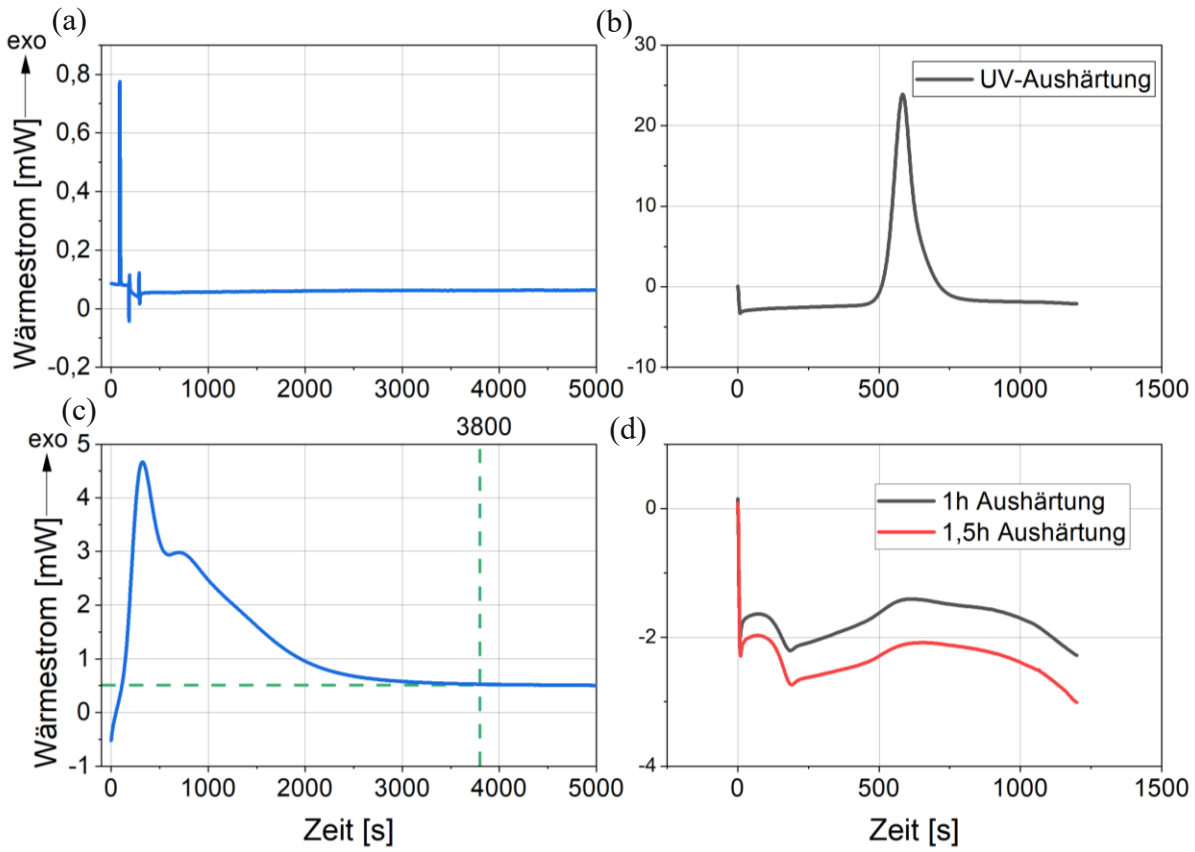


Abbildung 38: DSC-Aushärteversuch bei 60 °C und die Resthärtung des LT2208 mit UV-thermischer Aushärtung (a und b) und rein thermischer Aushärtung (c und d)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

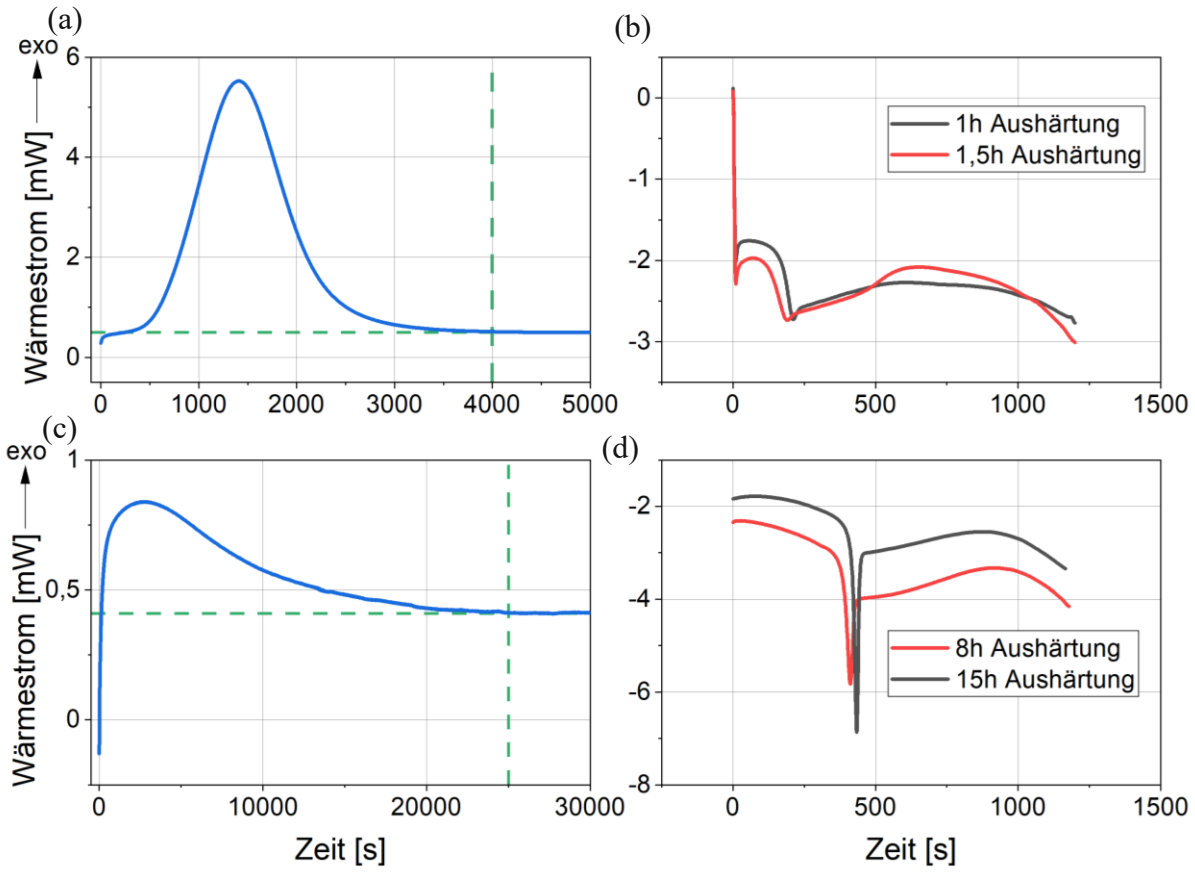


Abbildung 39: DSC-Aushärteversuch bei 60 °C und die Resthärtung des 5511 (a und b) und des 301-2 (c und d)

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

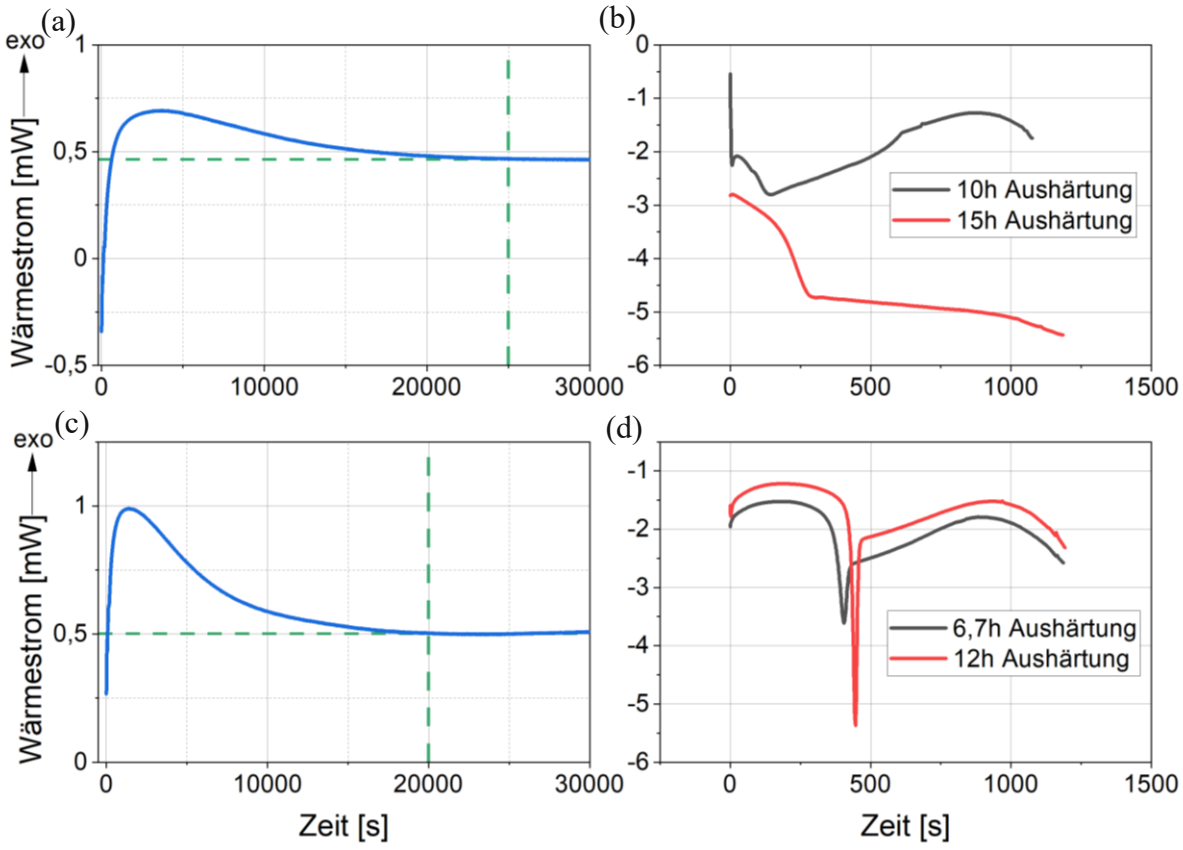


Abbildung 40: DSC-Aushärteversuch bei 60 °C und die Resthärtung des 301-2FL (a und b) und des EP601 (c und d)

### Glasübergangstemperatur

Die Werte der DSC-Glasübergangstemperaturen werden mit ausgehärteten Proben ermittelt und entsprechen in etwa den Werten der Datenblättern und der DMA (Tabelle 18), sind aber mit Ausnahme des 5511 kleiner als der angegebene Wert. Der EP601 weicht um 12 °C von der angegeben Glasübergangstemperatur des Datenblatts ab.

Zwischen der DSC und der DMA unterscheiden sich die gemessenen Werte um maximal 4 °C, mit Ausnahme des EP601, bei dem der Unterschied 7 °C beträgt. Das ist unter anderem mit den unterschiedlichen Aushärtezeiten zwischen der DSC-Probe mit 6,5 Stunden und der DMA-Probe mit 11 Stunden erklärbar, wodurch die Moleküle anders angeregt werden. Durch einen höheren Vernetzungsgrad ist die gemessene Glasübergangstemperatur höher [28]. Die allgemein höheren Werte der Datenblätter können z.B. durch andere Auswertemethoden wie



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

z.B. der Wahl von der Onset Temperatur [16] oder durch eine Aushärtung bei einer höheren Temperatur als 60 °C entstehen.

Es wird pro Klebstoff eine repräsentative Messung der Glasübergangstemperatur gezeigt (Abbildung 41). Die Stufe des Glasübergangs nimmt für jeden Klebstoff verschiedene Formen an. Die Überschwingung des Glasübergangs des LT2208 ist sehr klein, während sie sich vom 301-2 über fast 2 mW erstreckt. Dieses Verhalten entsteht durch molekulare Orientierungen oder interne Spannungen in den Proben, welche bei der Vernetzung entstehen und bei einer Wärmeaufnahme wieder aufgelöst werden können. Beim Erreichen der Glasübergangstemperatur werden dieses Prozesse durch die mobileren Makromoleküle stark angeregt, was sich in einer sprunghaften Änderung im Wärmestrom und einem Überschwingen des Messsignals beim Glasübergang auswirkt [16, 21].

Tabelle 18: Werte der Glasübergangstemperaturen des Datenblatts, der DMA und der DSC

| **Klebstoff** | | **LT2208** | **5511** | **301-2** | **301-2FL** | **EP601** |
|---|---|---|---|---|---|---|
| **Glasübergangs-temperatur [°C]** | Datenblatt | 32 | 30–45 | ≥80 | ≥45 | 73 |
| | DMA | 25 | 29 | 68 | 40 | 68 |
| | DSC | 26 | 31 | 72 | 38 | 61 |

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

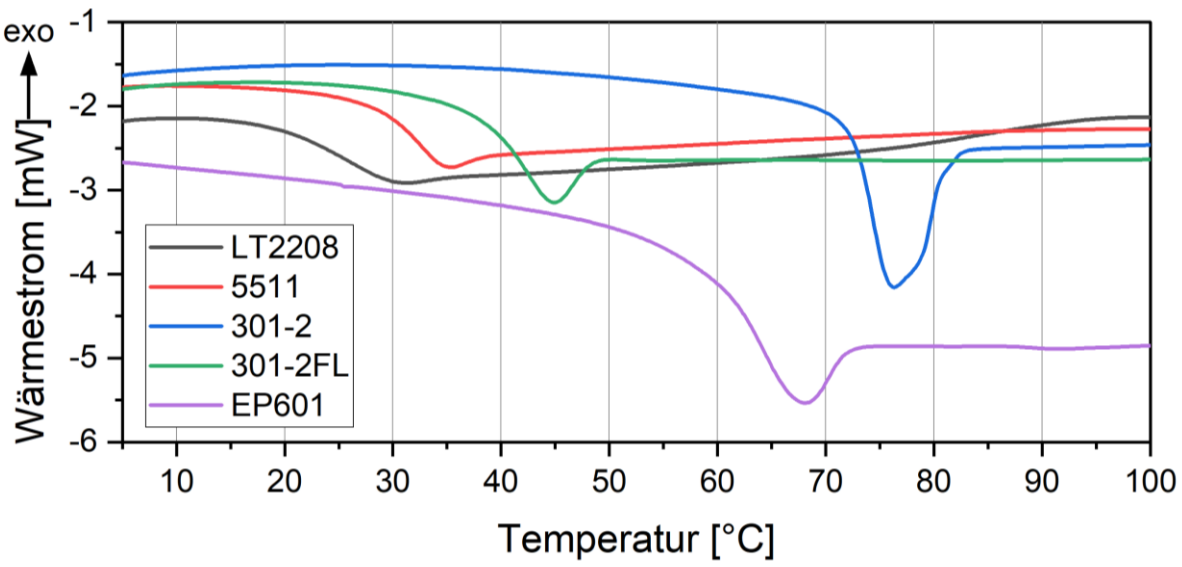


Abbildung 41: DSC-Messungen der Glasübergangstemperatur der verschiedenen ausgehärteten Klebstoffe

### 5.1.4 RGA

Durch einen hohen Feuchtigkeitsgehalt im CI können die elektrischen Komponenten beschädigt werden, weshalb die Ausgasung der Klebung so gering wie möglich sein sollte.

Bei der RGA unterschreitet der LT2208 bei der Ausgasung der Feuchtigkeit als einziger Klebstoff 5000 ppmv (siehe 3.1.2). Die Werte des 5511 liegen zwischen 5000 ppmv und 10000 ppmv und die der restlichen Klebstoffe zwischen 30000 ppmv und 60000 ppmv, welche für diese Anwendung zu hoch sind (Abbildung 42).

Der LT2208 hat sehr gute Werte, die bei der RGA mit einer UV-thermisch ausgehärteten Probe ermittelt werden. Mit den Erkenntnissen der DSC-Messungen (siehe 5.1.3), wird dieser Klebstoff in weiterer Folge rein thermisch ausgehärtet. Trotz einer unterschiedlichen Aushärtung deuten die Resultate der RGA auf eine geringe Ausgasung hin.

Der Feuchtigkeitsgehalt des 5511 übersteigt 5000 ppmv. Die Aushärtedauer des Klebstoffes für die RGA weicht von der ermittelten Aushärtedauer der DSC ab (siehe 5.1.3), wodurch sich das Ausgasverhalten des 5511 noch ändern könnte (Tabelle 7 und Tabelle 17).



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Der EP601 übersteigt mit knapp 60000 ppmv um ein Vielfaches den gewünschten Wert. Weil der EP601 als Referenzklebstoff dient, werden der 301-2 und 301-2FL trotz Werten von 30000 ppmv bis 50000 ppmv weiter in Betracht für diese Anwendung gezogen.

Die hohen Werte des 301-2 und des 301-2FL sind überraschend, weil diese zwei Klebstoffe laut Datenblatt den NASA-Ausgasanforderungen entsprechen. Die hohen Werte könnten einerseits durch die niedrigere Aushärtetemperatur der Klebstoffproben entstehen, andererseits durch die mehrtägige Lagerung bei Raumtemperatur. Das könnte eine Aufnahme der Feuchtigkeit verstärken, weil diese über zeit- und temperaturabhängige Diffusionsprozesse stattfindet [29]. Um die Luftfeuchtigkeitsaufnahme bei einer wärmeren Aushärtetemperatur oder der Lagerung bei Raumtemperatur zu untersuchen, wären weitere Messungen nötig. Mit Rücksichtnahme dieser Faktoren ist eine Reduzierung der Feuchtigkeit wahrscheinlich.

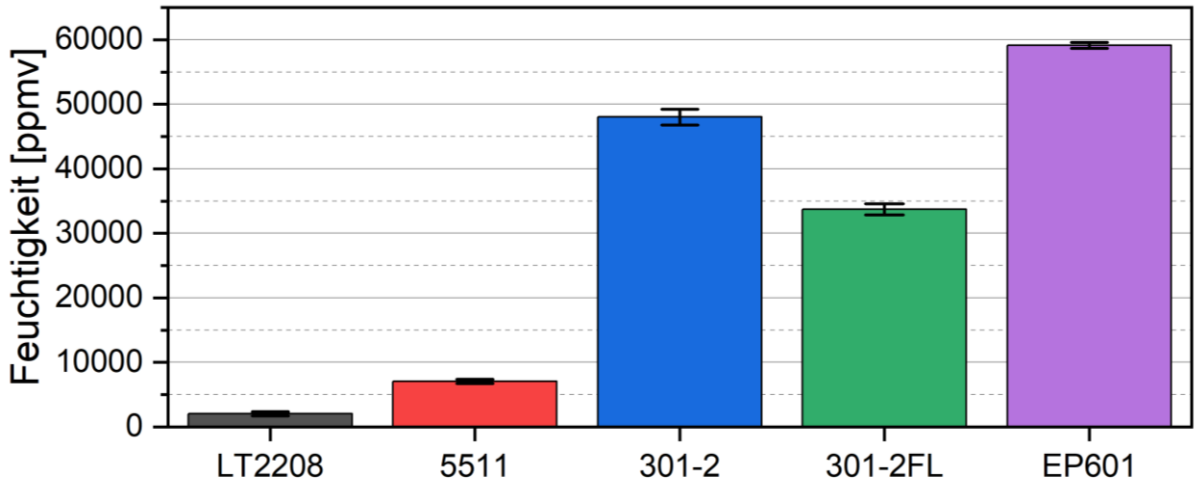


Abbildung 42: RGA-Feuchtigkeitswerte der verschiedenen Klebstoffe

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

## 5.2 Charakterisierung der Prüfkörper

### 5.2.1 Kapazität

Die gemessene Kapazität der Prüfkörper ist höher als die berechnete (Tabelle 19 und Abbildung 43). Bei den Messungen wird die maximale Kapazität von 2,2 pF (siehe 2) mit Ausnahme des 5511 von allen Klebstoffen bei einem Spaltmaß zwischen 400-500 µm erreicht. Die Kapazität des 5511 ist um mindestens 0,25 pF höher als von den anderen Klebstoffen und erreicht eine Kapazität von 2,2 pF bei einem Spaltmaß von über 600 µm.

Die Kapazitätsunterschiede der verschiedenen Klebstoffe steigen bei sinkendem Spaltmaß. Während der Kapazitätsunterschied beim kleinen Spaltmaß bei den Berechnungen bei 0,98 pF liegt, sind es bei den Messungen mit denselben Klebstoffen 0,37 pF. Die höheren Kapazitätswerte mit weniger Variation zwischen den Klebstoffen deuten auf zusätzliche Einflüsse der Messungen hin.

Die axiale Ausrichtung des Zylinders wirkt sich auf den Spaltabstand aus und beeinflusst dadurch die Kapazität. Falls der Zylinder nicht mittig in der Klebung positioniert wird, verkleinert sich stellenweise der Abstand zur Scheibe, was die Kapazität erhöht. Die Einflussnahme ist gering, weil die Variationen in einer Versuchsreihe bei maximal ± 0,17 pF liegen.

Ein weiterer Einfluss ist die Anodisierung, welche neben der Klebung eine zusätzliche isolierende Schicht zwischen Zylinder und Scheibe darstellt und eine höhere Dielektrizitätskonstante als Klebstoff aufweist [30, 31]. Diese zusätzliche Schicht wird bei den Berechnungen nicht berücksichtigt und könnte die Erhöhung der Kapazität zwischen den Berechnungen und Messungen erklären.

Weiters unterscheidet sich bei einem Vergleich der Berechnungen und Messungen die Reihenfolge der Klebstoffe. Für den 301-2, 301-2FL und EP601 kehrt sich beim kleinen Spaltmaß die Reihenfolge um. Dieses Verhalten kann einerseits durch den Vernetzungsgrad beeinflusst werden [32], andererseits könnte das auf inkorrekte Zahlen im Datenblatt hindeuten.

Abschließend kann die Dimensionierung des Spaltmaßes auf den jeweiligen Klebstoff angepasst werden. Durch zusätzliche Einflussfaktoren bei der Klebung sind die Kapazitätswerte höher und homogener als bei den Berechnungen. Die kleinstmöglichste Spaltfuge kann kleb-

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

stoffabhängig zwischen 400 µm und 500 µm gewählt werden, mit Ausnahme des 5511 mit 620 µm.

Tabelle 19: Berechnete und gemessene Kapazitätswerte für jedes Spaltmaß

| **Spaltmaß [µm]** | **330** | | **580** | | **830** | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | Berechnung | Messung | Berechnung | Messung | Berechnung | Messung |
| **LT2208 [pF]** | 2,64 | 2,78 ± 0,01 | 1,62 | 1,96 ± 0,08 | 1,21 | 1,49 ± 0,08 |
| **5511 [pF]** | N/A | 3,09 ± 0,1 | N/A | 2,30 ± 0,17 | N/A | 1,75 ± 0,03 |
| **301-2 [pF]** | 2,29 | 2,41 ± 0,1 | 1,4 | 1,71 ± 0,01 | 1,05 | 1,37 ± 0,04 |
| **301-2FL [pF]** | 2,13 | 2,53 ± 0,06 | 1,31 | 1,82 ± 0,05 | 0,979 | 1,47 ± 0,02 |
| **EP601 [pF]** | 1,66 | 2,64 ± 0,14 | 1,02 | 1,84 ± 0,06 | 0,763 | 1,45 ± 0,03 |

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

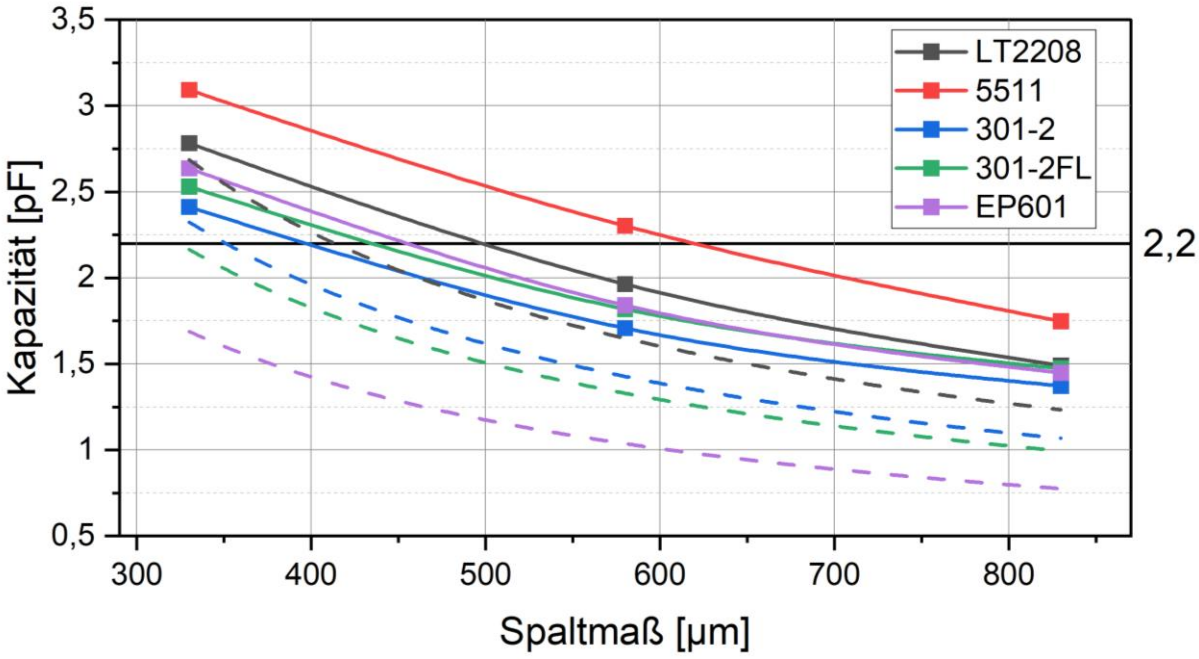


Abbildung 43: Berechnete (strichlierte Linien) und gemessene (volle Linien) Kapazitätswerte der verschiedenen Klebstoffe

### 5.2.2 Ausdrucktest

Während bei den Ausdrucktests ohne Alterung mit wenigen Ausnahmen ausschließlich die Adhäsion versagt, treten nach der Alterung auch vermehrt Misch- oder Kohäsionsbrüche auf. Weil Adhäsionsbrüche nicht vom Spaltmaß abhängig sind, werden die Resultate vorerst spaltunabhängig behandelt.

Die Ausdrucktests zeigen große Variationen (Abbildung 45). Tendenziell entstehen beim 301-2, 301-2FL und EP601 größere Ausdruckkräfte als beim LT2208 und 5511. Für den 5511, 301-2 und 301-2FL sinken die Werte nach der Alterung, während sie für den LT2208 und EP601 konstant bleiben. Der 301-2 und der EP601 erreichen als einzige Klebstoffe vor und nach der Alterung die Anforderung einer Maximalkraft über 200 N (siehe 2). Auf die Maximalkraft hat die Positionierung des Zylinders in der Scheibe keine merkbaren Einflüsse.

**Brucharten**

Die großen Variationen können zu einem Teil über drei Brucharten, die während den Ausdrucktests entstehen, erklärt werden (Abbildung 44):



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

- zwischen Klebung und Zylinder
- zwischen Klebung und Scheibe
- Mischbruch

Die Bruchstelle zwischen Klebung und Zylinder stellt einen reinen Adhäsionsbruch dar. Die anderen Bruchstellen versagen nicht nur in der Adhäsion, sondern auch in der Kohäsion. Beim Bruch zwischen der Klebung und der Scheibe versagt neben der Adhäsion am Titan auch der Formschluss. Bei den Mischbrüchen bleibt ein Teil der Klebung in axialer Richtung am Zylinder, der andere Teil an der Scheibe.

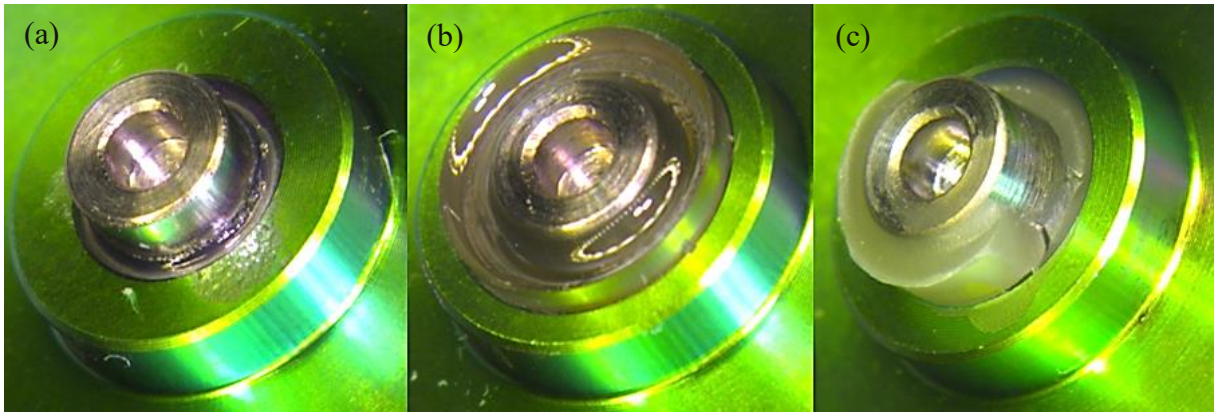


Abbildung 44: Bruch zwischen Klebung und Zylinder (a), Klebung und Scheibe (b) und Mischbruch (c) im Zuge der Ausdrucktests

**Adhäsionsbrüche ohne Alterung**

Bei den Ausdrucktests ohne Alterung entstehen hauptsächlich Adhäsionsbrüche zwischen Klebung und Zylinder.

Die Ausnahme stellt der 301-2 dar, bei dem zwei Brüche zwischen Klebung und Scheibe Ausdruckkräfte von 473 N bis 544 N erreichen. Diese hohen Werte deuten auf eine höhere Festigkeit der Klebung bei dieser Bruchart hin.

Weil es sich um Adhäsions- und nicht Kohäsionsbrüche handelt, korrelieren die Ergebnisse der Ausdrucktests ohne Alterung nicht mit den Speichermoduli der DMA (siehe 5.1.2), sondern den Viskositätsmessungen des Rheometers (siehe 5.1.1.5) und sind spaltunabhängig



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

(Abbildung 45). Eine geringere Viskosität der Klebstoffe begünstigt eine bessere Benetzung der Oberfläche und somit eine stärkere Adhäsion (siehe 3.2.2).

Der LT2208 mit der größten Viskosität hat tendenziell die niedrigsten Ausdruckwerte, während der 301-2FL mit der niedrigsten Viskosität die höchsten Werte erzielt. Die restlichen Klebstoffe bestätigen diese Annahme.

**Variationsunterschiede durch verschiedene Brucharten**

Nach der Alterung zeigen die Ausdrucktests mehr Variation als ohne Alterung, was durch das vermehrte Auftreten der anderen Brucharten erklärbar ist. Nach der Alterung entstehen 51 % der Brüche zwischen Klebung und Scheibe, 36 % zwischen Zylinder und Klebung und 13 % Mischbrüche.

Diese Veränderung im Bruchverhalten kann von verschiedenen Faktoren abhängen. Die Prüfkörper werden zufällig ausgesucht, was Chargenunterschiede der Klebstoffe bzw. Prüfkörperkomponenten unwahrscheinlich macht. Weiters finden die Ausdrucktests nach der Alterung eine Woche später statt. Neben dem zeitlichen Unterschied werden die gealterten Prüfkörper bei der Alterung Temperaturen bis 70 °C ausgesetzt (siehe 4.4.3), was weitere Reaktionen im Klebstoff initiieren könnte. Diese Faktoren könnten eine bessere Adhäsion zwischen Klebung und Zylinder bewirken, wodurch diese Schnittstelle in den meisten Fällen nicht mehr die größte Schwachstelle der Klebung darstellt.

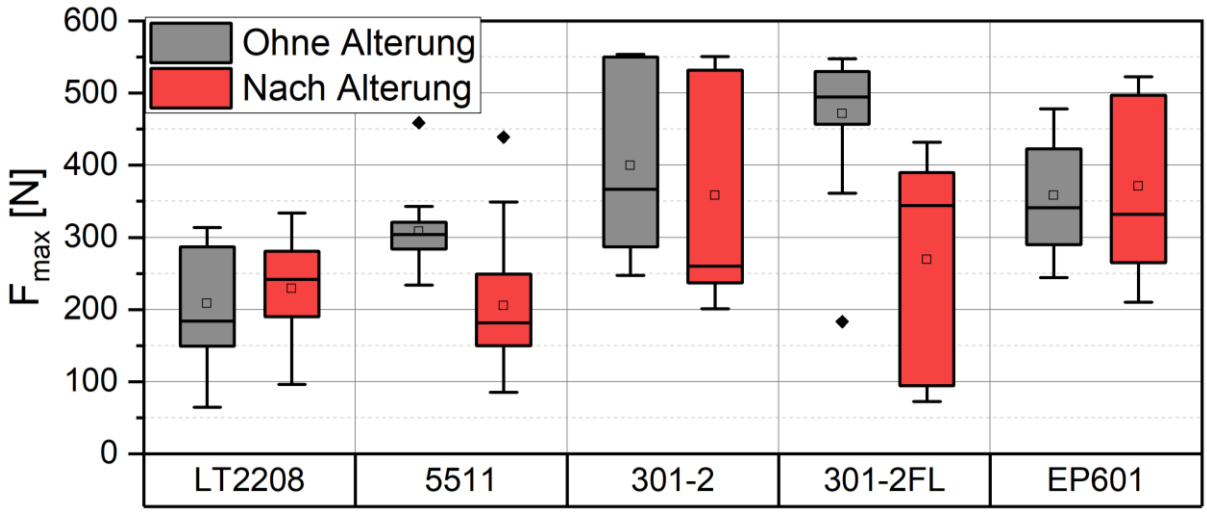


Abbildung 45: Maximale Kraft der verschiedenen Klebstoffe im Zuge der Ausdrucktests



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

### Unterschiede der Brucharten nach Alterung

Nach der Einteilung der Ausdrucktest in die verschiedenen Brucharten (Tabelle 20) wird die Variation stark reduziert und die Unterschiede zwischen den Klebstoffen werden deutlich (Abbildung 46). Bei einem Bruch zwischen Zylinder und Klebung treten die geringsten Kräfte auf, während bei einem Bruch zwischen Klebung und Scheibe die Höchsten auftreten. Mischbrüche haben eine größere Variation, mit den Werten der anderen Brucharten als obere und untere Grenze. Bei den Ausdrucktests ist ein Bruch zwischen Scheibe und Zylinder wünschenswert, um den höchstmöglichsten Wert zu erzielen. Dafür müssen die Adhäsionskräfte zwischen Zylinder und Klebung höher sein als zwischen Scheibe und Klebung. Um das zu erreichen, kann vor dem Klebeprozess mit einer Oberflächenreinigung, bzw. -behandlung des Zylinders eine konstant hohe Adhäsion erzielt werden.

Die Ausdrucktests des LT2208 und des 301-2FL erreichen für den Bruch zwischen Klebung und Scheibe über 200 N und entsprechen demnach, bei einer Verbesserung des Klebeprozesses, auch den Anforderungen im CI.

Tabelle 20: Anzahl der auftretenden Brucharten der Klebstoffe zwischen Klebung und Scheibe (S), zwischen Klebung und Zylinder (Z) und Mischbruch (MS) nach der Alterung

| **Klebstoff** | **LT2208** | | | **5511** | | **301-2** | | | **301-2FL** | | **EP601** | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Bruchart** | S | Z | MB | S | Z | S | Z | MB | S | Z | S | Z |
| **Anzahl** | 6 | 3 | 6 | 8 | 7 | 5 | 6 | 4 | 10 | 5 | 9 | 6 |

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

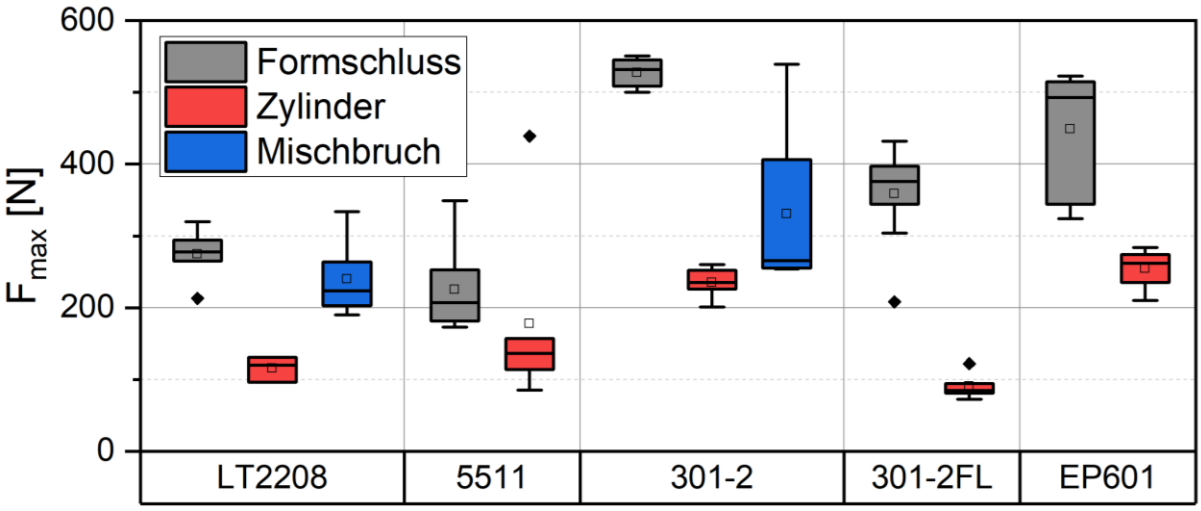


Abbildung 46: Einteilung der gealterten Ausdrucktests in die verschiedenen Brucharten

**Bruch zwischen Zylinder und Scheibe nach Alterung**

Bei Brüchen zwischen Zylinder und Scheibe versagt neben der Adhäsion auch die Kohäsion. Durch unterschiedliche Spaltmaße wird die Kraftverteilung in der Klebung verändert, wodurch die mechanischen Eigenschaften der Klebstoffe an Bedeutung gewinnen. Das wird durch die Speichermoduli der DMA bestätigt (siehe 5.1.2), welche mit den Resultaten der Ausdrucktests korrelieren. Der LT2208 und der 5511 haben die niedrigsten Speichermoduli und Maximalkräfte der Ausdrucktests, während der 301-2 und der EP601 die Höchsten erzielen.

Die Auswahl des Spaltmaßes hat einen Einfluss auf die Ausdrucktests. Durch die Wahl der kleineren oder mittleren Spaltfuge, werden für den 5511 bei einem Bruch zwischen Scheibe und Zylinder Ausdruckkräfte über 200 N erreicht.

Weiters wird für den LT2208 und 5511 die Ausdruckkraft bei steigendem Spaltmaß geringer, während sie für die Klebstoffe 301-2FL und EP601 steigt und für den 301-2 zirka konstant bleibt. Bei einem größeren Spaltmaß führt das höhere Moment zwischen Klebung und Scheibe zu einem schnelleren Versagen des LT2208 und 5511.

Ursachen für das Verhalten der restlichen Klebstoffe können einerseits die geringe Stichprobe (Tabelle 21) oder die Homogenität der Klebung sein. Durch ein größeres Spaltmaß hat der



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

Klebstoff mehr Möglichkeiten Fehlstellen auszugleichen, was unter Umständen zu größeren Ausdruckkräften führen kann.

Tabelle 21: Anzahl der Brüche zwischen Klebung und Scheibe der verschiedenen Klebstoffe und Spaltmaße (1 für 330 µm, 2 für 580µm und 3 für 830µm) nach der Alterung

| **Klebstoff** | **LT2208** | | **5511** | | | **301-2** | | | **301-2FL** | | | **EP601** | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Spaltmaß** | 1 | 3 | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 |
| **Anzahl** | 3 | 3 | 2 | 3 | 3 | 2 | 1 | 2 | 4 | 3 | 3 | 5 | 3 | 1 |

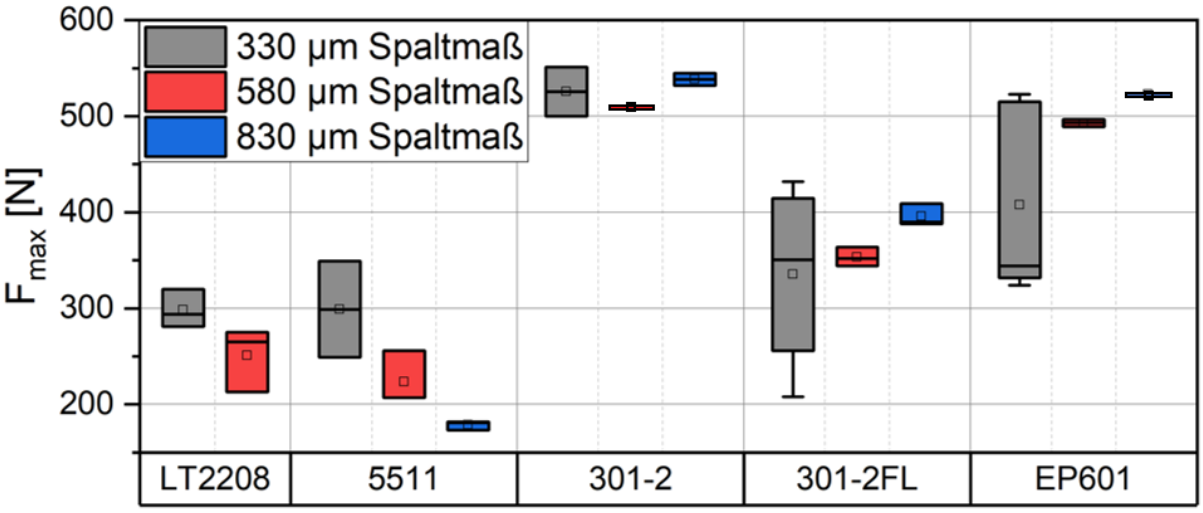


Abbildung 47: Einteilung der Brüche zwischen Scheibe und Zylinder der gealterten Ausdrucktest in die verschiedenen Spaltmaße

Zusammenfassend ist der größte Unterschied vor und nach der Alterung in Form vom Bruchverhalten auszumachen. Die höchsten Ausdruckkräfte werden bei einem Bruch zwischen Scheibe und Zylinder erzielt. Um einen Bruch zwischen Zylinder und Klebung weitgehend auszuschließen, kann in weiterer Folge eine Oberflächenreinigung oder -behandlung für die Zylinder durchgeführt werden.

Die Klebstoffe 301-2 und EP601 haben die höchsten Werte und erreichen allgemein eine Ausdruckkraft von über 200 N. Falls der Klebeprozess verbessert wird, sodass die Prüfkörper ausschließlich zwischen Klebung und Scheibe brechen, könnten der 301-2FL und der LT2208



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

auch eingesetzt werden. Für den 5511 müsste noch zusätzlich ein maximales Spaltmaß von 580 µm berücksichtigt werden. Bei diesen Ergebnissen wird die Einsatztemperatur der Klebstoffe nicht berücksichtigt.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

# 6 Schlussfolgerung

Neben der Wahl eines geeigneten Klebstoffes ist für eine erfolgreiche Umsetzung einer Klebung im CI auch die richtige Dimensionierung der Klebung entscheidend.

**Optimierung des Prüfkörpers**

Im Zuge der Charakterisierung der Klebstoffe und Prüfkörper werden verschiedene Optimierungsmöglichkeiten der Prüfkörper aufgezeigt. Diese können auf die Eigenschaften der Klebstoffe zugeschnitten werden.

Eine kleinere Spaltfuge hat unterschiedliche Anforderungen. Es ist ein niedrigviskoser Klebstoff nötig, damit sie homogen befüllt werden kann. Das hat positive Effekte auf die mechanischen Eigenschaften, weil mit der geringen Viskosität eine bessere Benetzung der Fügepartner ermöglicht wird.

Zusätzlich wird durch die kleinere Spaltfuge das benötigte Klebstoffvolumen verringert, was sich positiv auf die Ausgasung auswirkt. Durch das kleinere Volumen nimmt der Klebstoff weniger Feuchtigkeit auf, die wiederum weniger ausgegast werden kann.

Ein Vorteil der größeren Klebefuge ist eine homogene Befüllung, die auch mit einer höheren Viskosität möglich ist. Weiters werden die isolierenden Eigenschaften verstärkt, wodurch Klebstoffe mit einer höheren Dielektrizitätskonstante gewählt werden können.

Insgesamt ist eine kleine Spaltfuge mit einem niedrigviskosen Klebstoff vorteilhaft, schränkt jedoch die Klebstoffauswahl ein.

**Wahl des Klebstoffes**

Schlussendlich haben die verschiedenen Prüfmethoden für jeden Klebstoff Schwächen und Stärken aufgezeigt und bei drei Prüfmethoden, der DMA, der RGA und den Ausdrucktests, werden die Anforderungen nicht von allen Klebstoffen erfüllt. Bei der DMA erreichen der LT2208, 5511 und 301-2FL nicht die benötigte Glasübergangstemperatur und bei der RGA haben alle Klebstoffe, bis auf den LT2208, eine zu hohe Ausgasung bezüglich der Feuchtigkeit.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

Weil die Einsatztemperatur nur in sehr geringem Ausmaß beeinflusst werden kann, werden der LT2208, 5511 und 301-2FL für diese Anwendung nicht gewählt. Der EP601 ist durch seine zu geringe Topfzeit ebenfalls nicht geeignet.

Daraus ergibt sich die Wahl des 301-2. Neben seiner geringen Viskosität, die den Klebeprozess erleichtert und ein kleines Spaltmaß ermöglicht, hat er die besten kapazitiven Eigenschaften und die höchsten Werte der Ausdrucktests. Für einen Einsatz bei Körpertemperatur ist er gut geeignet, weil seine mechanischen Eigenschaften ab 60 °C abnehmen. Seine Nachteile sind jedoch eine lange Aushärtezeit von 14 Stunden, die allerdings bei einer guten Planung fließend in die Arbeitsprozesse des CI integriert werden kann.

Neben der langen Aushärtung muss die Ausgasung optimiert werden. Die Ausgasung hängt von Diffusionsvorgängen zwischen der Umgebungsluft und dem Klebstoff ab, die bei einer Minimierung der Stehzeiten der Klebung reduziert werden können.

Zusätzlich zur Wahl des kleinstmöglichen Spaltmaßes von 400 µm kann die Ausgasung auch über den Einsatz eines Gettermaterials reduziert werden, welches Gase im Implantat absorbiert [33, 34].

Letztendlich stellt ein Prüfkörper mit einem Spaltmaß von 400 µm in Kombination mit dem 301-2 eine vielversprechende Klebung dar, die in Bezug zur Ausgasung noch optimiert werden muss, um in einem CI eingesetzt zu werden.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

# Literaturverzeichnis


1. Haile, L.M., et al., *Hearing loss prevalence and years lived with disability, 1990–2019: findings from the Global Burden of Disease Study 2019.* The Lancet, 2021. **397**(10278): p. 996-1009.

2. Ayse Pelin, Y., et al., *Emotional and behavorial problems in children and adolescents with hearing loss and their effects on quality of life*, in *International Journal of Pediatric Otorhinolaryngology*. 2020.

3. Sindhar, S. und J.E. Lieu, *Overview of Medical Evaluation of Unilateral and Bilateral Hearing Loss in Children.* Otolaryngologic Clinics of North America, 2021. **54**(6): p. 1155-1169.

4. Gordon, K. und B. Papsin, *Special edition on unilateral deafness and hearing loss: an introduction and overview*. 2019. p. 1-2.

5. Lenarz, T., *Cochlear implant–state of the art.* Laryngo-rhino-otologie, 2017. **96**(S 01): p. 123-151.

6. Zeng, F.-G., et al., *Cochlear implants: system design, integration, and evaluation.* IEEE reviews in biomedical engineering, 2008. **1**: p. 115-142.

7. Hermann-Röttgen, M., *Cochlea-Implantat: Ein Ratgeber für Betroffene und Therapeuten*. 2009: Georg Thieme Verlag.

8. Brockmann, W., *Klebtechnik: Klebstoffe, Anwendungen und Verfahren*. 2005: John Wiley & Sons.

9. MED-EL Elektromedizinische Geräte GmbH. *Perfect Match*. [zitiert 2022; https://www.medel.com/de/hearing-solutions/cochlear-implants.

10. Habenicht, G., *Kleben—erfolgreich und fehlerfrei: Handwerk, Praktiker, Ausbildung, Industrie*. 2008: Springer.

11. Onusseit, H., *Praxiswissen Klebtechnik–Band 1: Grundlagen.* Hüthig, Heidelberg, 2008.




Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

12. Kumrić, H. und F. Roser, *Experimental-physik: Mechanik*. 2020: Springer.

13. Mezger, T.G., *Applied rheology: with Joe flow on rheology road*. 2015: Anton Paar.

14. Mphahlele, K., S.S. Ray, und A. Kolesnikov, *Cure kinetics, morphology development, and rheology of a high-performance carbon-fiber-reinforced epoxy composite.* Composites Part B: Engineering, 2019. **176**.

15. Yokozeki, T., et al., *Investigation of shear thinning behavior and microstructures of MWCNT/epoxy and CNF/epoxy suspensions under steady shear conditions.* European polymer journal, 2012. **48**(6): p. 1042-1049.

16. Ehrenstein, G.W., G. Riedel, und P. Trawiel, *Thermal analysis of plastics : theory and practice*. 2004, Munich: Hanser Gardner Publications distributor.

17. Ishii, M. und H. Nakamura, *Applicability of modified cox-merz rule to concentrated suspensions.* Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 2020. **282**.

18. Bair, S., et al., *Oscillatory and steady shear viscosity: The Cox–Merz rule, superposition, and application to EHL friction.* Tribology International, 2014. **79**: p. 126-131.

19. Deng, S., M. Hou, und L. Ye, *Temperature-dependent elastic moduli of epoxies measured by DMA and their correlations to mechanical testing data.* Polymer testing, 2007. **26**(6): p. 803-813.

20. Schick, C., *Differential scanning calorimetry (DSC) of semicrystalline polymers.* Analytical and bioanalytical chemistry, 2009. **395**(6): p. 1589-1611.

21. Frick, A. und C. Stern, *DSC-Prüfung in der Anwendung*. 2013: Carl Hanser Verlag GmbH Co KG.

22. Epoxy Technology Incorporated, *Epoxy Adhesive Application guide*. 2012: Billerica, MA, USA.

23. Marín-Sánchez, M., et al., *Durability of titanium adhesive bonds with surface pretreatments based on alkaline anodisation.* International Journal of Adhesion and Adhesives, 2016. **70**: p. 225-233.



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

24. Mantel, M. und J. Wightman, *Influence of the surface chemistry on the wettability of stainless steel.* Surface and Interface analysis, 1994. **21**(9): p. 595-605.

25. Cohen, I. und D. Weihs, *Rheology and microrheology of natural and reduced-calorie Israeli honeys as a model for high-viscosity Newtonian liquids.* Journal of Food Engineering, 2010. **100**(2): p. 366-371.

26. Giancoli, D.C., *Physik*. 2006: Pearson Deutschland GmbH.

27. Laun, M., et al., *Guidelines for checking performance and verifying accuracy of rotational rheometers: viscosity measurements in steady and oscillatory shear (IUPAC Technical Report).* Pure and Applied Chemistry, 2014. **86**(12): p. 1945-1968.

28. Michel, M. und E. Ferrier, *Effect of curing temperature conditions on glass transition temperature values of epoxy polymer used for wet lay-up applications.* Construction and Building Materials, 2020. **231**.

29. Heide-Jørgensen, S., C.H. Ibsen, and M.K. Budzik, *Temperature dependence of moisture diffusion in woven epoxy-glass composites: A theoretical and experimental study.* Materials Today Communications, 2021. **29**.

30. Ohtsuka, T. und T. Otsuki, *The influence of the growth rate on the semiconductive properties of titanium anodic oxide films.* Corrosion science, 1998. **40**(6): p. 951-958.

31. Poznyak, S., et al., *Impedance behaviour of anodic TiO2 films prepared by galvanostatic anodisation and powerful pulsed discharge in electrolyte.* Electrochimica Acta, 2012. **76**: p. 453-461.

32. Shao, X., et al., *Liquid/liquid interfacial cross-linking reaction of conjugated polymer prepared cross-linked films with improved electrochromic and capacitance properties.* Solar Energy Materials and Solar Cells, 2022. **240**: p. 111700.

33. Rizzi, E., et al., *Outgassing and gettering*, in *Handbook of Silicon Based MEMS Materials and Technologies*. 2015, Elsevier. p. 713-733.

34. Xu, Y., et al., *ZrCoCe getter films for MEMS vacuum packaging.* Journal of Electronic Materials, 2016. **45**(1): p. 386-390.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

# Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Schematische Darstellung eines implantierten CI [9] ..... 4

Abbildung 2: Sehr gute bis unzureichende Benetzung einer Flüssigkeit auf einer festen Oberfläche mit dem Randwinkel θ (von links nach rechts) ..... 7

Abbildung 3: Schematische Darstellung einer Epoxidgruppe ..... 8

Abbildung 4: Schematische Darstellung von Viskositätskurven für ideal viskoses (1), scherverdünnendes (2) und scherverdickendes Fließverhalten (3) [13] ..... 10

Abbildung 5: Funktionsprinzip der rotatorischen (a) und oszillatorischen (b) Messung ..... 12

Abbildung 6: Schematische Darstellung des PP- (a) und CP-Messsystems (b) ..... 13

Abbildung 7: Schematische Darstellung des zwei Platten-Modells mit A als Scherfläche, v als Schergeschwindigkeit, h als Spaltabstand und F als Scherkraft [13] ..... 14

Abbildung 8: Verhalten der Scherdeformation während einem Amplitudensweep (a) und einem Frequenzsweep (b) ..... 15

Abbildung 9: Vektordiagramm des komplexen Schubmoduls G* mit dem Speichermodul G‘, Verlustmodul G", und Phasenverschiebungswinkel δ [12] ..... 16

Abbildung 10: Schematische Darstellung einer DMA-Messung eines Polymers [16] ..... 18

Abbildung 11: Schematische Darstellung einer DSC mit dem Wärmestrom $\dot{Q}$ und der Temperatur T ..... 19

Abbildung 12: Schematische Darstellung von isothermen Aushärtemessungen von Epoxidharzen [22] ..... 21

Abbildung 13: Schematische Darstellung von DSC-Glasübergangstemperaturmessungen von ausgehärteten Epoxidharzen [22] ..... 21

Abbildung 14: Arbeitsschritte des experimentellen Teils ..... 22

Abbildung 15: Arbeitsschritte im Zuge der Konstruktion der Prüfkörper ..... 23



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Abbildung 16: Skizze des Designkonzepts in der Draufsicht (a) und als Schnitt in der Vorderansicht (b) ..... 23

Abbildung 17: CAD-Abbildung der Scheibe mit dem Spaltmaß von 830 µm (a) und des Zylinders (b) ..... 25

Abbildung 18: CAD-Abbildung der Zentrierung (a) und des Zentrierstiftes (b) ..... 25

Abbildung 19: CAD-Abbildung der ganzen Baugruppe mit einem Spaltmaß von 830 µm .... 26

Abbildung 20: Messungen für die Charakterisierung der Klebstoffe ..... 31

Abbildung 21: Die verschiedenen Einzelteile (a), eine CAD-Abbildung (b) und die zusammengebaute Prüfform während der Auffüllung mit Klebstoff (c) ..... 33

Abbildung 22: Die RGA Dose ohne Deckel, die befüllten Kavitäten sind in rot markiert..... 37

Abbildung 23: Dispensen des Klebstoffes in der Klebefuge des fixierten Prüfkörpers..... 39

Abbildung 24: Prüfkörperunterseite mit einem zentrierten (a) und einem axial nicht zentrierten (b) Zylinder, Prüfkörperunterseite mit der Positionierung der Viton-Unterlage (c) und Prüfkörperoberseite (d)..... 39

Abbildung 25: Messungen für die Charakterisierung der Prüfkörper..... 40

Abbildung 26: Amplitudensweeps des LT2208..... 44

Abbildung 27: Amplitudensweeps des 5511 (a), des 301-2 (b), des 301-2FL (c) und des EP601 (d)..... 45

Abbildung 28: Frequenzsweeps des 5511 mit PP-25 (a) und CP-40 (b) mit einem verringerten Spaltabstand..... 46

Abbildung 29: Amplitudensweeps des 301-2 mit verschiedenen Kreisfrequenzen..... 47

Abbildung 30: Speichermodul G‘ (a) und Verlustmodul G‘‘ (b) von Frequenzsweeps des 5511 mit verschiedenen Scherdeformationen γ..... 48

Abbildung 31: Frequenzsweeps des LT2208..... 50



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Abbildung 32: Speicher- und Verlustmodul aus den Frequenzsweeps des 5511 (a), des 301-2 (b), des 301-2FL (c) und des EP601 (d) ..... 50

Abbildung 33: Viskositätsmessungen des LT2208 ..... 54

Abbildung 34: Viskositätsmessungen des 5511 (a), des 301-2 (b), des 301-2FL (c) und des EP601 (d) ..... 55

Abbildung 35: DMA-Messung des LT2208 ..... 57

Abbildung 36: DMA-Messungen des 5511 (a), des 301-2 (b), des 301-2FL (c) und des EP601 (d) ..... 58

Abbildung 37: Die DMA-Proben der Klebstoffe LT2208 (a), 5511 (b), 301-2 (c), ,301-2FL (d) und EP601 (e) im Anschluss der Messung ..... 59

Abbildung 38: DSC-Aushärteversuch bei 60 °C und die Resthärtung des LT2208 mit UV-thermischer Aushärtung (a und b) und rein thermischer Aushärtung (c und d) 61

Abbildung 39: DSC-Aushärteversuch bei 60 °C und die Resthärtung des 5511 (a und b) und des 301-2 (c und d) ..... 62

Abbildung 40: DSC-Aushärteversuch bei 60 °C und die Resthärtung des 301-2FL (a und b) und des EP601 (c und d) ..... 63

Abbildung 41: DSC-Messungen der Glasübergangstemperatur der verschiedenen ausgehärteten Klebstoffe ..... 65

Abbildung 42: RGA-Feuchtigkeitswerte der verschiedenen Klebstoffe ..... 66

Abbildung 43: Berechnete (strichlierte Linien) und gemessene (volle Linien) Kapazitätswerte der verschiedenen Klebstoffe ..... 69

Abbildung 44: Bruch zwischen Klebung und Zylinder (a), Klebung und Scheibe (b) und Mischbruch (c) im Zuge der Ausdrucktests ..... 70

Abbildung 45: Maximale Kraft der verschiedenen Klebstoffe im Zuge der Ausdrucktests .... 71

Abbildung 46: Einteilung der gealterten Ausdrucktests in die verschiedenen Brucharten ..... 73



Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

Abbildung 47: Einteilung der Brüche zwischen Scheibe und Zylinder der gealterten Ausdrucktest in die verschiedenen Spaltmaße ..... 74

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

# Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Durchmesser Ø der verschiedenen Prüfkörper in Bezug zum Spaltmaß ..... 24

Tabelle 2: Maße der Zentrierung und des Zentrierstifts ..... 27

Tabelle 3: Die gewählten Toleranzen der Maße, die Einfluss auf das Spaltmaß haben ..... 27

Tabelle 4: Die Variation der Maße, welche Einfluss auf das Spaltmaß haben ..... 27

Tabelle 5: Parameter der ausgewählten Klebstoffe ..... 29

Tabelle 6: Parameter des Amplituden- und des Frequenzsweeps ..... 32

Tabelle 7: Aushärtezeiten der DMA-Proben bei 60 °C ..... 32

Tabelle 8: DSC-Parameter des Aushärteversuchs der verschiedenen Klebstoffe ..... 35

Tabelle 9: DSC-Parameter der UV-Messung des LT2208 ..... 35

Tabelle 10: Aushärteparameter der DSC-Messungen der verschiedenen Klebstoffe ..... 35

Tabelle 11: Aushärteparameter der RGA-Dosen bei 60 °C ..... 36

Tabelle 12: Parameter des Ausdrucktest ..... 42

Tabelle 13:Parameter der Alterungsmethoden ..... 43

Tabelle 14: Gewählte Scherdeformationen der verschiedenen Klebstoffe während den Frequenzsweeps ..... 48

Tabelle 15: Viskositätswerte der Rotations- und Frequenzsweeps ..... 54

Tabelle 16: Werte der DMA-Glasübergangstemperaturen der verschiedenen Klebstoffe ..... 57

Tabelle 17: Ermittelte Aushärtedauer der verschiedenen Klebstoffe ..... 61

Tabelle 18: Werte der Glasübergangstemperaturen des Datenblatts, der DMA und der DSC 64

Tabelle 19: Berechnete und gemessene Kapazitätswerte für jedes Spaltmaß ..... 68

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

Tabelle 20: Anzahl der auftretenden Brucharten der Klebstoffe zwischen Klebung und Scheibe (S), zwischen Klebung und Zylinder (Z) und Mischbruch (MS) nach der Alterung ..... 72

Tabelle 21: Anzahl der Brüche zwischen Klebung und Scheibe der verschiedenen Klebstoffe und Spaltmaße (1 für 330 µm, 2 für 580µm und 3 für 830µm) nach der Alterung ..... 74

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

# Nomenklatur

| Formelzeichen | Einheit | Beschreibung |
|---|---|---|
| θ | ° | Randwinkel |
| η | Pa s | Viskosität |
| \|η*\| | Pa s | Komplexe Viskosität |
| G‘ | Pa | Speichermodul |
| G‘‘ | Pa | Verlustmodul |
| γ | % | Scherung/Scherdeformation |
| ω | Rad/s | Winkelgeschwindigkeit / Kreisfrequenz |
| $\dot{\gamma}$ | 1/s | Scherrate |
| H | m | Spaltmaß PP |
| a | m | Spaltmaß CP |
| s | m | Auslenkung |
| α | ° | Kegelwinkel |
| τ | Pa | Schubspannung |
| F | N | Scherkraft |
| A | $m^2$ | Scherfläche |
| v | m/s / | Schergeschwindigkeit (Rheometer) / Heizrate (DSC) |
| h | m | Spaltmaß |
| δ | rad | Phasenverschiebungswinkel |
| G* | Pa | Komplexes Schubmodul |
| Tan δ | - | Verlustfaktor |

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

| | | |
|---|---|---|
| $\|E^*\|$ | Pa | Komplexes Modul |
| Q | J | Wärme |
| $\Delta H$ | J/kg | Enthalpieänderung |
| $c_p$ | J kg K | Spezifische Wärmekonstante |
| $\dot{Q}$ | W | Wärmestrom |
| T | °C | Temperatur |
| m | kg | Masse |
| Ø | m | Durchmesser |
| C | F | Kapazität |
| $\varepsilon_0$ | $C^2\ N^{-1}\ m^{-2}$ | Dielektrizitätskonstante |
| $\varepsilon_r$ | - | Permittivität des Dielektrikums |
| R | m | Radius |

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

# Abkürzungsverzeichnis

| Abkürzung | Beschreibung |
|---|---|
| Bzw. | Beispielsweise |
| CI | Cochlea Implantat |
| Z. B. | Zum Beispiel |
| UV | Ultraviolett |
| 1-K | 1-Komponente |
| 2-K | 2-Komponenten |
| DSC | Dynamische Differenzkalorimetrie |
| DMA | Dynamisch Mechanische Analyse |
| CP | Konus-Platte |
| PP | Platte-Platte |
| LVE | Linear Viskoelastisch |
| CAD | Computer Aided Design |
| PTFE | Polytetrafluorethylen |
| PAS | Polyarylensulfone |
| RGA | Restgasanalyse |
| IVA | Internal Vapor Analysis |
| RCL | Widerstand Kapazität Induktivität |
| S | Bruch zwischen Scheibe und Klebung |
| Z | Bruch zwischen Zylinder und Klebung |
| MS | Mischbruch |

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

# Anhang

TECHNISCHES DATENBLATT

DELO

## DELO DUALBOND® LT2208

**modifiziertes Epoxidharz | 1K | lichtfixierbar / warmhärtend**

frei von Lösungsmitteln | gefüllt | lichtfixierbar

**Produktbesonderheiten**
- konform zu RoHS Direktive 2015/863/EU
- konform mit den Grenzwerten für den VOC-Gehalt in Klebstoffen gemäß GB33372-2020

**Typischer Einsatzbereich**
- -40 - 150 °C

### Aushärtung

| | | |
|---|---|---|
| Geeignete Lampenarten | LED 365 nm, LED 400 nm | |
| Typische Lichtfixierzeit | | |
| *Intensität 200 mW/cm²*<br>*LED 400 nm* | 1 - 5 | s |
| Typische Aushärtungszeit | | |
| *bei +60 °C*<br>*im Umluftofen* | 45 | min |
| *bei +80 °C*<br>*im Umluftofen* | 30 | min |

### Verarbeitung

| | | |
|---|---|---|
| Typischer Klebstoffauftrag | Jetten, Nadeldosierung | |
| Konditionierungszeit (typisch) | | |
| *bei Kühllagerung*<br>*in Gebinden bis 10 ml* | 0,5 | h |
| Verarbeitungszeit | | |
| *bei Normklima +23 °C / 50 % r. F.* | 72 | h |
| Haltbarkeit im ungeöffneten Originalgebinde | | |
| *bei -25 °C bis -15 °C* | 6 | Monat(e) |

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

TECHNISCHES DATENBLATT

DELO

## Technische Eigenschaften

| | | |
|---|---|---|
| Farbe unausgehärtet | gelblich | |
| Füllstoffpartikelart | Mineralien | |
| Füllstoffpartikelgröße | d98 = 15 µm | |
| Füllstoffanteil | 13 | Gew. % |

## Kennwerte

| | | |
|---|---|---|
| Dichte<br>*DELO-Norm 13 / flüssig* | 1,3 | g/cm³ |
| Viskosität<br>*flüssig / Rheometer / Scherrate: 10 1/s / Spalt: 200 µm* | 1500 | mPa·s |
| Druckscherfestigkeit<br>*DELO-Norm 5 / **ABS** / **ABS** / 60 °C / 90 min* | 30 | MPa |
| Druckscherfestigkeit<br>*DELO-Norm 5 / **FR4** / **FR4** / 60 °C / 90 min* | 25 | MPa |
| Druckscherfestigkeit<br>*DELO-Norm 5 / **LCP GF30** / **LCP GF30** / 60 °C / 90 min* | 16 | MPa |
| Druckscherfestigkeit<br>*DELO-Norm 5 / **PC** / **PC** / 60 °C / 90 min* | 21 | MPa |
| Druckscherfestigkeit<br>*DELO-Norm 5 / **PMMA** / **PMMA** / 60 °C / 90 min* | 13 | MPa |
| Zugfestigkeit<br>*in Anlehnung an DIN EN ISO 527 / 60 °C / 90 min* | 22 | MPa |
| Reißdehnung<br>*in Anlehnung an DIN EN ISO 527 / 60 °C / 90 min* | 70 | % |
| E-Modul<br>*in Anlehnung an DIN EN ISO 527 / 60 °C / 90 min* | 180 | MPa |
| Shore-Härte D<br>*in Anlehnung an DIN EN ISO 868 / 60 °C / 90 min* | 69 | |
| Glasübergangstemperatur<br>*DMTA / 60 °C / 90 min* | 32 | °C |

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

| | | |
|---|---|---|
| Längenausdehnungskoeffizient<br>*DELO-Norm 26 / TMA / Auswertung T: -50 °C - 10 °C / 60 °C / 90 min* | 57 | ppm/K |
| Längenausdehnungskoeffizient<br>*DELO-Norm 26 / TMA / Auswertung T: 50 °C - 150 °C / 60 °C / 90 min* | 185 | ppm/K |
| Schrumpf<br>*DELO-Norm 13 / 60 °C / 90 min* | 5 | Vol. % |
| Wasseraufnahme<br>*in Anlehnung an DIN EN ISO 62 / 60 °C / 90 min / Art der Lagerung: Medien / Medium: Destilliertes Wasser / Lagerungstemperatur: bei ca. +23 °C* | 0,2 | Gew. % |
| Relative Permittivität<br>*in Anlehnung an DIN 53483-2 / 60 °C / 90 min / 100 kHz* | 4,39 | |

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

# Technical Datasheet

## Structalit® 5511

### Product Description

**Modified epoxy | 1 component | solvent-free | heat-curing**

- Wire protection
- Potting and sealing of temperature sensitive substrates
- Non-conductive
- Outstanding adhesion to high performance plastics (LCP, PBT)
- High purity
- Electronic grade standard

### Curing Properties

This adhesive can be cured with heat. Typical curing temperatures are listed in the table below.

| Temperatures | Time |
|---|---|
| 60°C | 40 min |
| 80°C | 25 min |
| 120°C | 10 min |

The heat cure times are only provided as a guideline. They are derived from curing a 2g adhesive sample without affixed substrates in a laboratory environment. Actual cure times can vary based on part size, configuration, adhesive volume, temperature control, and the time required for the component substrates to attain oven temperature.

The final bond strength of the adhesive is achieved no sooner than 24 h after the bonded components are removed from the oven.

### Technical Data

| | |
|---|---|
| Resin | Epoxy |
| Appearance | Transparent |

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

# Technical Datasheet

## Structalit® 5511

| Uncured Material | |
|---|---|
| Viscosity [mPas] (Kinexus Rheometer, 25 °C, 10s-1)<br>*PE-Norm 064* | 800 – 1,200 |
| Flash point [°C]<br>*PE-Norm 050* | >100 |
| Working time [h]<br>*@ room temperature* | 24 |

| Cured Material | |
|---|---|
| Hardness shore D<br>*PE-Norm 006* | 50 – 65 |
| Temperature resistance [°C]<br>*PE-Norm 059* | -40 – 150 |
| Shrinkage [%]<br>*PE-Norm 031* | <1 |
| Water absorption [%]<br>*PE-Norm 016* | <2 |
| Glass transition temperature - DSC [°C]<br>*PE-Norm 009* | 30 – 45 |
| Coefficient of thermal expansion [ppm/K] below Tg<br>*PE-Norm 017* | 30 – 45 |
| Coefficient of thermal expansion [ppm/K] above Tg<br>*PE-Norm 017* | 150 – 280 |
| Young´s modulus – Tensile test [MPa]<br>*PE-Norm 056* | 800 – 1,000 |
| Elongation at break [%]<br>*PE-Norm 014* | 8 – 15 |
| Lap shear strength (PC/PC) [MPa]<br>*PE-Norm 013* | 8 – 10 |

**Transport/Storage/Shelf Life**

| Package type | Transport | Storage | Shelf life* |
|---|---|---|---|
| Syringe/Cartridge | -20°C | -20°C | At delivery<br>min. 3 months<br>max. 6 months |
| Other packages | | | |

***Store in original, unopened containers!***

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

EPOXY TECHNOLOGY

# EPO-TEK® 301-2

**Technical Data Sheet**
**For Reference Only**
*Optically Transparent Epoxy*

| | |
|---|---|
| **Date:** | February 2021 |
| **Rev:** | XVIII |
| **No. of Components:** | Two |
| **Mix Ratio by Weight:** | 100 : 35 |
| **Specific Gravity:** | Part A: 1.15 Part B: 0.95 |
| **Pot Life:** | 8 Hours |
| **Shelf Life- Bulk:** | One year at room temperature |
| **Shelf Life- Syringe:** | Six months at -40°C |

**Recommended Cure: 80°C / 3 Hours**

Minimum Alternative Cure(s):
*May not achieve performance properties listed below*
23°C / 48 Hours

**NOTES:**
- Container(s) should be kept closed when not in use.
- Filled systems should be stirred thoroughly before mixing and prior to use.
- Performance properties (rheology, conductivity, others) of the product may vary from those stated on the data sheet when bi-pak/syringe packaging or post-processing of any kind is performed. Epoxy's warranties shall not apply to any products that have been reprocessed or repackaged from Epoxy's delivered status/container into any other containers of any kind, including but not limited to syringes, bi-paks, cartridges, pouches, tubes, capsules, films or other packages.
- If product crystalizes in storage, place container in warm oven until crystallization disappears. Please refer to Tech Tip #7 on website.

**Product Description:** EPO-TEK® 301-2 is a two component optical and semiconductor grade epoxy resin with low viscosity, long pot-life and good handling characteristics.

**Typical Properties:** Cure condition: 80°C / 3 Hours Different batches, conditions & applications yield differing results.
Data below is not guaranteed. To be used as a guide only, not as a specification. * denotes test on lot acceptance basis

| PHYSICAL PROPERTIES: | | | |
|---|---|---|---|
| * Color (before cure): | Part A: Clear/Colorless | Part B: Clear/Colorless | |
| * Consistency: | Pourable liquid | | |
| * Viscosity (23°C) @ 100 rpm: | 225 - 425 | cPs | |
| Thixotropic Index: | N/A | | |
| * Glass Transition Temp: | ≥ 80 | °C (Dynamic Cure: 20-200°C/ISO 25 Min; Ramp -10-200°C @20°C/Min) | |
| Coefficient of Thermal Expansion (CTE): | | | |
| Below Tg: | 61 | x $10^{-6}$ in/in°C | |
| Above Tg: | 180 | x $10^{-6}$ in/in°C | |
| Shore D Hardness: | 80 | | |
| Lap Shear @ 23°C: | > 2,000 | psi | |
| Die Shear @ 23°C: | ≥ 15 | Kg | 5,334 psi |
| Degradation Temp: | 360 | °C | |
| Weight Loss: | | | |
| @ 200°C: | 0.01 | % | |
| @ 250°C: | 0.46 | % | |
| @ 300°C: | 2.19 | % | |
| Suggested Operating Temperature: | < 300 | °C (Intermittent) | |
| Storage Modulus: | 432,279 | psi | |
| Ion Content: | $Cl^-$: 61 ppm | $Na^+$: | 104 ppm |
| | $NH_4^+$: ND | $K^+$: | ND |
| Particle Size: | N/A | | |

| ELECTRICAL AND THERMAL PROPERTIES: | | |
|---|---|---|
| Thermal Conductivity: | N/A | |
| Volume Resistivity @ 23°C: | ≥ 2 x $10^{12}$ | Ohm-cm |
| Dielectric Constant (1KHz): | 3.80 | |
| Dissipation Factor (1KHz): | 0.012 | |

| OPTICAL PROPERTIES @ 23°C: | | |
|---|---|---|
| Spectral Transmission: | ≥ 94% @ 320 | nm |
| | ≥ 99% @ 400-1,200 | nm |
| | ≥ 98% @ 1,200-1,600 | nm |
| Refractive Index: | 1.5318 @ 589 | nm |

Epoxies and Adhesives for Demanding Applications™

This information is based on data and tests believed to be accurate. Epoxy Technology, Inc. makes no warranties (expressed or implied) as to its accuracy and assumes no liability in connection with any use of this product.

EPOXY TECHNOLOGY, INC.
14 FORTUNE DRIVE, BILLERICA, MA 01821 (978) 667-3805, FAX (978) 663-9782
www.epotek.com
A Meridian Adhesives Group Company

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

EPOXY TECHNOLOGY

# EPO-TEK® 301-2

**Technical Data Sheet**
**For Reference Only**
*Optically Transparent Epoxy*

## EPO-TEK® 301-2 Advantages & Suggested Application Notes:

- Suggested for LCD optical lamination and sealing of glass plates. The product can resist yellowing over 17 days of continuous UV light exposure. Suitable for LED encapsulation.
- Ease of use: potting and casting, encapsulation and adhesive.
- Semiconductor applications: underfill for flip chips, glob top encapsulation over wire bonds, spin coating at wafer level including wafer level packaging.
- Compliant adhesive that will be resistant to impact or vibrations. Low stress adhesive for bonding optics inside OEM / Scientific instruments.
- Fiber optic adhesive: bundling fibers, terminating fiber into ferrule, adhesive for mounting optics inside fiber components, bonding glass cover slip over V-groove; spectral transmission of visible and IR light.
- Adhesion to glass, quartz, metals, wood and most plastics is very good.
- May also be used for impregnating wooden or porous objects for artifact restoration.
- NASA approved, low outgassing epoxy – http://outgassing.nasa.gov/

Epoxies and Adhesives for Demanding Applications™
This information is based on data and tests believed to be accurate. Epoxy Technology, Inc. makes no warranties (expressed or implied) as to its accuracy and assumes no liability in connection with any use of this product.
EPOXY TECHNOLOGY, INC.
14 FORTUNE DRIVE, BILLERICA, MA 01821 (978) 667-3805, FAX (978) 663-9782
www.epotek.com
A Meridian Adhesives Group Company

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

EPOXY TECHNOLOGY

# EPO-TEK® 301-2FL

**Technical Data Sheet**
**For Reference Only**
*Low Stress, Optical Epoxy*

| | |
|---|---|
| **Date:** | August 2021 |
| **Rev:** | XI |
| **No. of Components:** | Two |
| **Mix Ratio by Weight:** | 100 : 35 |
| **Specific Gravity:** | Part A: 1.15 Part B: 0.95 |
| **Pot Life:** | 10 Hours |
| **Shelf Life- Bulk:** | One year at room temperature |
| **Shelf Life- Syringe:** | Six months at -40°C |

**Recommended Cure: 80°C / 3 Hours**

Minimum Alternative Cure(s):
*May not achieve performance properties listed below*
23°C / 3 Days

**NOTES:**
- Container(s) should be kept closed when not in use.
- Filled systems should be stirred thoroughly before mixing and prior to use.
- Performance properties (rheology, conductivity, others) of the product may vary from those stated on the data sheet when bi-pak/syringe packaging or post-processing of any kind is performed. Epoxy's warranties shall not apply to any products that have been reprocessed or repackaged from Epoxy's delivered status/container into any other containers of any kind, including but not limited to syringes, bi-paks, cartridges, pouches, tubes, capsules, films or other packages.
- If product crystalizes in storage, place container in warm oven until crystallization disappears. Please refer to Tech Tip #7 on website.

**Product Description:** EPO-TEK® 301-2FL is a two component optical and semiconductor grade epoxy resin. It is a more flexible version of EPO-TEK® 301-2.

**Typical Properties:** Cure condition: 80°C / 3 Hours Different batches, conditions & applications yield differing results.
Data below is not guaranteed. To be used as a guide only, not as a specification. * denotes test on lot acceptance basis

| PHYSICAL PROPERTIES: | | | |
|---|---|---|---|
| * Color (before cure): | Part A: Clear/Colorless | Part B: Clear/Colorless | |
| * Consistency: | Pourable liquid | | |
| * Viscosity (23°C) @ 100 rpm: | 100 - 200 | cPs | |
| Thixotropic Index: | N/A | | |
| * Glass Transition Temp: | ≥ 45 | °C (Dynamic Cure: 20-200°C/ISO 25 Min; Ramp -10-200°C @20°C/Min) | |
| Coefficient of Thermal Expansion (CTE): | | | |
| Below Tg: | 56 | x $10^{-6}$ in/in°C | |
| Above Tg: | 211 | x $10^{-6}$ in/in°C | |
| Shore D Hardness: | 70 | | |
| Lap Shear @ 23°C: | > 2,000 | psi | |
| Die Shear @ 23°C: | ≥ 10 | Kg | 3,556 psi |
| Degradation Temp: | 325 | °C | |
| Weight Loss: | | | |
| @ 200°C: | 0.50 | % | |
| @ 250°C: | 0.96 | % | |
| @ 300°C: | 3.52 | % | |
| Suggested Operating Temperature: | < 250 | °C (Intermittent) | |
| Storage Modulus: | 318,685 | psi | |
| Ion Content: | $Cl^-$: 105 ppm | $Na^+$: | 58 ppm |
| | $NH_4^+$: 8 ppm | $K^+$: | 19 ppm |
| Particle Size: | N/A | | |

| ELECTRICAL AND THERMAL PROPERTIES: | | |
|---|---|---|
| Thermal Conductivity: | N/A | |
| Volume Resistivity @ 23°C: | ≥ 0.6 x $10^{12}$ | Ohm-cm |
| Dielectric Constant (1KHz): | 3.54 | |
| Dissipation Factor (1KHz): | 0.013 | |

| OPTICAL PROPERTIES @ 23°C: | | |
|---|---|---|
| Spectral Transmission: | ≥ 97% @ 1,000-1,600 | nm |
| | ≥ 99% @ 400-1,000 | nm |
| Refractive Index: | 1.5102 @ 589 | nm |

Epoxies and Adhesives for Demanding Applications™

This information is based on data and tests believed to be accurate. Epoxy Technology, Inc. makes no warranties (expressed or implied) as to its accuracy and assumes no liability in connection with any use of this product.

EPOXY TECHNOLOGY, INC.
14 FORTUNE DRIVE, BILLERICA, MA 01821 (978) 667-3805, FAX (978) 663-9782
www.epotek.com

A Meridian Adhesives Group Company

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.
TU Bibliothek Your knowledge hub WIEN

EPOXY TECHNOLOGY

# EPO-TEK® 301-2FL

Technical Data Sheet
For Reference Only
*Low Stress, Optical Epoxy*

## EPO-TEK®301-2FL Advantages & Suggested Application Notes:

- Suggested for LCD optical lamination and sealing of glass plates. The product can resist yellowing over 17 days of continuous UV light exposure. Suitable for LED encapsulation.
- Ease of use: potting and casting, encapsulation, and adhesive.
- Semiconductor applications: underfill for flip chips, glob top encapsulation over wire bonds, spin coating at wafer level.
- Compliant adhesive that will be resistant to impact or vibrations. Low stress adhesive for bonding optics inside OEM / scientific instruments.
- Fiber optic adhesive; bundling fibers, terminating fiber into ferrule, adhesive for mounting optics inside fiber components, bonding glass cover slip over V-groove; spectral transmission of visible and IR light.
- Adhesion to glass, quartz, metals, wood and most plastics is very good.
- May also be used for impregnating wooden or porous objects for artifact restoration.
- Capable of both heat cure and room temperature cure.

Epoxies and Adhesives for Demanding Applications™
This information is based on data and tests believed to be accurate. Epoxy Technology, Inc. makes no warranties (expressed or implied) as to its accuracy and assumes no liability in connection with any use of this product.
EPOXY TECHNOLOGY, INC.
14 FORTUNE DRIVE, BILLERICA, MA 01821 (978) 667-3805, FAX (978) 663-9782
www.epotek.com
A Meridian Adhesives Group Company

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

# Polytec EP 601

| Eigenschaften im flüssigen Zustand | Methode | Einheit | Technische Daten |
|---|---|---|---|
| Chemische Basis | - | - | Epoxid |
| Anzahl Komponenten | - | - | 2 |
| Mischungsverhältnis nach Gewicht | - | - | 100:35 |
| Mischungsverhältnis nach Volumen | - | - | - |
| Topfzeit bei 23°C | TM 702 | h | 4 |
| Lagerstabilität bei 23°C | TM 701 | Monate | 12 |
| Konsistenz | TM 101 | - | Niederviskos |
| Dichte Mischung | TM 201.2 | g/cm³ | 1,15 |
| Dichte A-Part | TM 201.2 | g/cm³ | 1,17 |
| Dichte B-Part | TM 201.2 | g/cm³ | 0,95 |
| Viskosität Mischung 84 $s^{-1}$ bei 23°C | TM 202.1 | mPa·s | 460 |
| Viskosität A-Part 84 $s^{-1}$ bei 23°C | TM 202.1 | mPa·s | 8000 |
| Viskosität B-Part 84 $s^{-1}$ bei 23°C | TM 202.1 | mPa·s | 10 |

| Eigenschaften im gehärteten* Zustand | Methode | Einheit | Technische Daten |
|---|---|---|---|
| Farbe | TM 101 | - | Farblos/transparent |
| Härte (Shore D) | DIN EN ISO 868 | - | 80 |
| Betriebstemperatur max. dauerhaft | TM 302 | °C | -55 / +180 |
| Betriebstemperatur max. kurzfristig | TM 302 | °C | -55 / +220 |
| Zersetzungstemperatur | TM 302 | °C | +280 |
| Glasübergangstemperatur ($T_g$) | TM 501 | °C | +73 |
| Thermischer Ausdehnungskoeffizient ($<T_g$) | ISO 11359-2 | ppm | - |
| Thermischer Ausdehnungskoeffizient ($>T_g$) | ISO 11359-2 | ppm | - |
| Thermische Leitfähigkeit | - | W/m·K | - |
| Dielektrizitätskonstante | Ringresonator | - | 2,76 |
| Verlustfaktor | Ringresonator | - | 0,024 |
| Elastizitätsmodul | TM 605 | N/mm² | 3 500 |
| Zugfestigkeit | TM 605 | N/mm² | 65 |
| Zugscherfestigkeit (Al/Al) | TM 604 | N/mm² | 37 |
| Bruchdehnung | TM 605 | % | 2,9 |
| Wasseraufnahme 24 h, 23°C | TM 301 | % | 0,2 |
| Brechungsindex @λ=633nm | - | - | 1,5645 |

*Die Daten wurden an Proben ermittelt, die bei 150°C gehärtet wurden. Die Eigenschaften können durch die Wahl der Härtetemperatur z.T. beeinflusst werden.

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

# Polytec EP 601

| Härtung* | Methode | Einheit | Technische Daten |
|---|---|---|---|
| Mindesthärtetemperatur | | °C | 15 |
| Härtezeit bei 23°C | | h | 24-48 |
| Härtezeit bei 80°C | | min | 90 |
| Härtezeit bei 100°C | | min | 40 |
| Härtezeit bei 120°C | | min | - |
| Härtezeit bei 150°C | | min | 12 |
| Härtezeit bei 180°C | | s | - |

*Die Angaben beziehen sich auf die Temperaturen in der Klebefuge. Bei der Auswahl der jeweiligen Härtebedingungen müssen evtl. Aufheizraten der Substrate mit berücksichtigt werden. Je nach Härtemethode (Konvektionsofen, Thermode, Heizplatte, etc.) kann der Wärmeeintrag unterschiedlich schnell erfolgen.

**Standardverpackungsgrößen:**

250 g, 500 g
1 kg, 25 kg
Kundenspezifische Konfektionierung

Auch als vorgemischte, entgaste und tiefgefrorene Variante lieferbar

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.