

Harte Schale, noch weicher Kern?

Aushärtegrad von Dichtmassen genau bestimmen

Dichtmassen kommen in verschiedenen Anwendungsbereichen zum Einsatz. Um eine vollständige Aushärtung zu gewährleisten, werden bislang oftmals unnötig lange Wartezeiten vorgesehen, bevor weitere Prozessschritte erfolgen. Das liegt u. a. daran, dass es bisher nur wenige technische Ansätze zur direkten Bestimmung des Aushärtegrads gibt, die zudem meist mit der Zerstörung des Bauteils einhergehen. Das Kunststoff-Zentrum – SKZ forscht aktuell an Messansätzen, um zerstörungsfrei den Aushärtegrad zu ermitteln. Das schont perspektivisch Ressourcen und erlaubt eine dokumentier- und damit nachweisbare Prozessüberwachung.



Einbringen der Dichtmasse (schwarz) in einen Prüfkörper aus Polytetrafluorethylen aus der Luftfahrttechnik: Der genaue Aushärtegrad von Dichtmassen lässt sich mit bisher verfügbaren Verfahren nur schwer exakt bestimmen

© SKZ

Dichtmassen werden gegenwärtig u. a. in der Automobilindustrie, Luft- und Raumfahrt, Windenergie, Elektroindustrie und dem Bauwesen verwendet. Sie dienen zum Abdichten von Fugen oder Spalten, zur Verbindung von Bauteilen und zur Isolation. Aufgrund der umfangreichen Anwendungsbereiche gibt es eine Vielzahl an Dichtmassensystemen. Gleichzeitig bestehen nur wenige technische Ansätze zur direkten Bestimmung

des Aushärtegrads als Maß für den Härtefortschritt einer Dichtmasse [1,2]. Insbesondere bei den verbreiteten ein-komponentigen Dichtmassen erfolgt die Aushärtung anisotrop, sodass bis zum Erreichen einer vollständigen Aushärtung die Materialeigenschaften stark orts- und geometrieabhängig sind [3]. Deshalb kommen bei diesen aus Kostengründen hauptsächlich zerstörende Prüfungen durch Schnitte mit einer anschließenden

visuellen Beurteilung der Materialfähigkeit zum Einsatz. Weiterhin werden fertigungsbegleitende Proben oder in der geometrischen Komplexität reduzierte Modellsysteme mit Labormethoden wie der stationären Infrarot-Spektroskopie untersucht [4]. Aus wirtschaftlicher Sicht und zur Sicherung der Produktqualität ist der Einsatz von inlinefähigen zerstörungsfreien Messmethoden sinnvoll. Aus diesem Grund entwickeln Forscher »

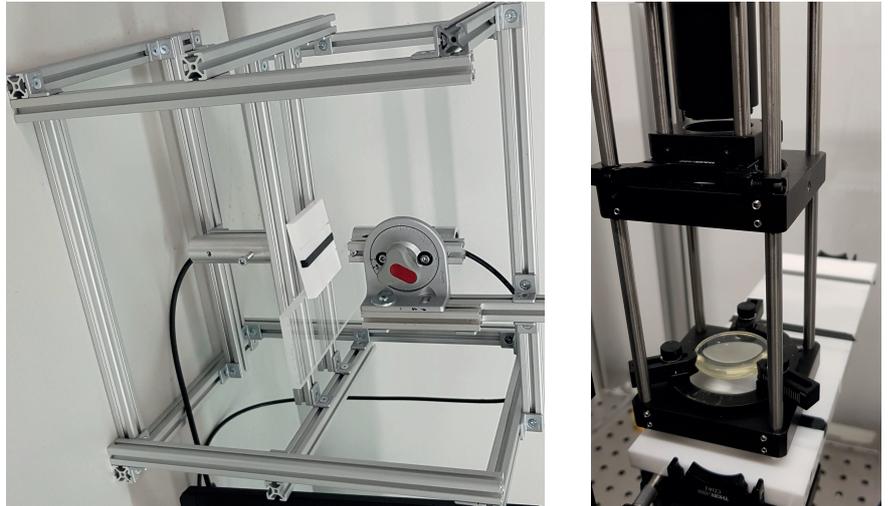


Bild 1. Messaufbau für die Versuche mit luftgekoppeltem Ultraschall (links) und Terahertzsystemen (rechts) in Transmissionsanordnung: Ist ein einseitiger Zugang notwendig, lässt sich dieser bei der THz-Technik durch einen Aufbau in Reflexionsanordnung erreichen © SKZ

Die Autoren

Daniel Hoffmann ist wissenschaftlicher Mitarbeiter am SKZ und arbeitet seit 2017 in der Forschung und Entwicklung im Bereich Zerstörungsfreie Prüfung; d.hoffmann@skz.de

Dr. Benjamin Baudrit ist seit 2004 am SKZ tätig und leitet für die Forschungs- und Bildungsaktivitäten den Bereich Produkte und Prozesse.

Dr. Thomas Hochrein ist Geschäftsführer der Bildung und Forschung des SKZ.

Prof. Dr. Martin Bastian ist Institutsdirektor des SKZ und seit 2011 Professor für das Fachgebiet „Technologie der polymeren Werkstoffe“ an der Julius-Maximilians-Universität Würzburg.

Giovanni Schober arbeitet seit 2012 in der Forschung und Entwicklung am SKZ und leitet den Bereich Zerstörungsfreie Prüfung.

Dank

Das Vorhaben 20427 N der Forschungsvereinigung „Förderungsgemeinschaft für das Süddeutsche Kunststoff-Zentrum e. V.“ wurde über die Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen „Otto von Guericke“ e. V. (AiF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie (BMWi) aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert. Die Autoren danken dem BMWi für die Bereitstellung der finanziellen Projektmittel.

Service

Literatur & Digitalversion

➤ Das Literaturverzeichnis und ein PDF des Artikels finden Sie unter www.kunststoffe.de/2020-06

am Kunststoff-Zentrum – SKZ, Würzburg, entsprechende Messverfahren.

Konventionelle Ultraschallprüfmethoden verfügen bereits über ein breites Anwendungsspektrum, angefangen von der Materialcharakterisierung über die Prozessüberwachung bis hin zur Bauteilprüfung. Ultraschall (US) basiert im Allgemeinen auf der Ausbreitung von mechanischen Wellen. An Grenzflächen zweier Materialien werden Schallwellen entsprechend des Verhältnisses der jeweiligen akustischen Impedanzen, respektive deren Dichten und Schallgeschwindigkeiten, teilweise reflektiert und transmittiert. In Abhängigkeit der Geometrie und inneren Strukturen treten zusätzlich Beugung und Streuung sowie in Abhängigkeit von elastischen Materialeigenschaften Absorptionseffekte auf. Zur effektiven Einkopplung von US-Signalen in ein zu prüfendes Bauteil wird daher konventionell ein Koppelmedium mit angepasster akustischer Impedanz verwendet. Durch die Erfassung von Unterschieden in der Schallgeschwindigkeit und -dämpfung können Veränderungen des Aggregatzustands bzw. der Vernetzung überwacht werden [5]. Dass berührend arbeitende Ultraschallsysteme grundsätzlich zur Charakterisierung von Aushärteprozessen geeignet sind, untermauern Untersuchungen aus verschiedenen Industriebranchen wie der Lebensmitteltechnik, dem Baubereich und dem Chemiesegment [6–8]. Auch in der Kunststoffbranche wurde die Technik bereits bei verschiedenen Anwendungen getestet [9, 10].

Neben den etablierten aber berührend arbeitenden Verfahren existieren Ultraschallmessmethoden, die kein Koppelmedium erfordern und damit berührungslos arbeiten [11, 12]. Die konstruktive Auslegung der Ultraschallsender und -empfänger und der Einsatz leistungsfähiger und rauscharmer Empfangsverstärker ermöglichen eine effektivere Schalleinkopplung und eine berührungslose Anwendung. Zudem wird die Dämpfung in der Luft durch den Einsatz niedriger Prüffrequenzen im kHz-Bereich reduziert [13]. Ein Wechsel auf solche luftgekoppelte Ultraschallsysteme, kurz Luftultraschallsysteme (LUS), bietet für eine berührungslose Messung ohne Koppelmedium anwendungsspezifische Vorteile.

Verlustfreie Übertragung durch Luft

Bei Terahertzsystemen (THz) werden elektromagnetische Wellen, d.h. Strahlung, anstelle von mechanischen Wellen eingesetzt. Aufgrund ihrer geringen Energie und Leistung sind THz-Strahlen im Gegensatz etwa zu Röntgenstrahlen nicht ionisierend und somit gesundheitlich unbedenklich. Das Messprinzip und die Wechselwirkungen mit Materialien sind bei analog zur US-Messtechnik, beruhen jedoch auf anderen physikalischen Wirkmechanismen. Im Gegensatz zu US-Wellen können THz-Wellen nahezu verlustfrei durch Luft übertragen werden, weshalb keine besonderen Anforderungen für das Einkoppeln bestehen. Aushärtezustände lassen sich bei THz grundsätzlich durch

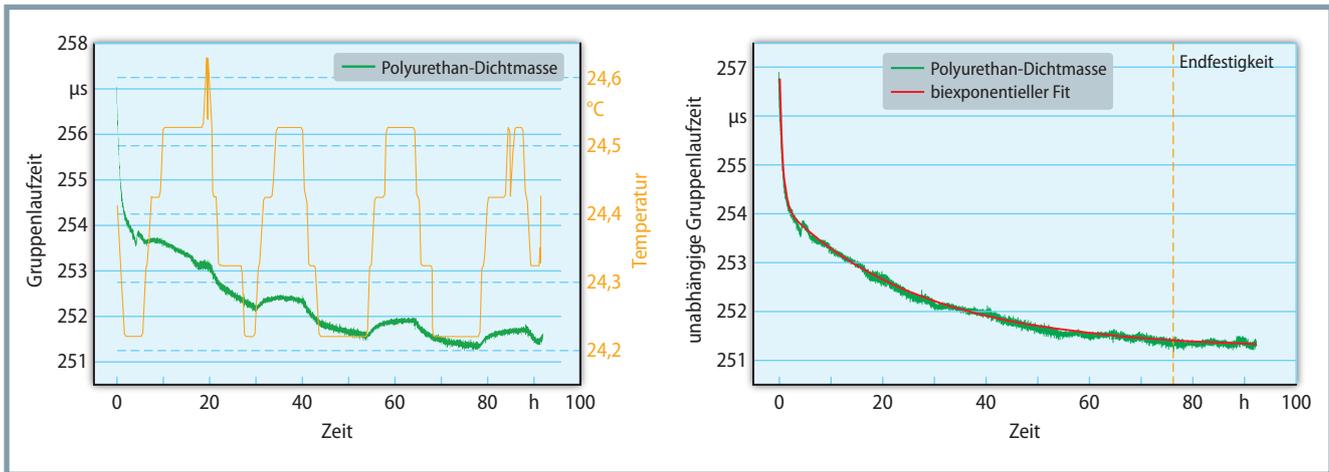


Bild 2. Aus dem Ultraschallsignal berechnete Gruppenlaufzeit (grün) und simultan gemessene Umgebungstemperatur (gelb) während der Aushärtung der Polyurethan-Dichtmasse Delo-PUR SJ9345 (links): Nach Abzug des temperaturbedingten Störeinflusses korreliert die Schalllaufzeit mit dem Aushärtezustand und erreicht in etwa zum Zeitpunkt der vom Hersteller angegebenen Endfestigkeit ein Plateau (rechts) Quelle: SKZ; Grafik: © Hanser

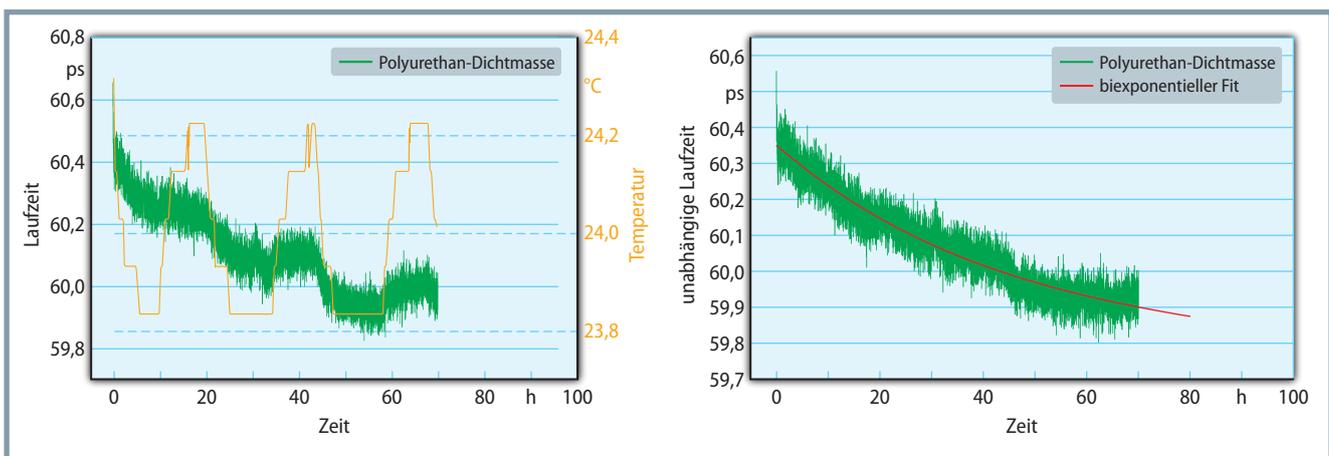


Bild 3. Die Laufzeit der Terahertzstrahlen nimmt mit zunehmender Aushärtung ab. Der Einfluss der Umgebungstemperatur auf das Messsignal während der Aushärtung der Polyurethan-Dichtmasse Delo-PUR SJ9345 (links) kann herausgerechnet werden und bewirkt eine kontinuierliche Abnahme der Laufzeit (rechts) Quelle: SKZ; Grafik: © Hanser

messbare dielektrische Unterschiede im Brechungsindex oder Absorptionskoeffizienten detektieren [14].

Im Gegensatz zu bisher eingesetzten Verfahren zeichnen sich die LUS- und THz-Techniken durch die Inlinefähigkeit, die berührungslose und zerstörungsfreie Prüfung und den nur einseitig erforderlichen Zugang an das Messobjekt aus [15].

Am SKZ werden die Potenziale beider ZfP-Techniken zur Überwachung chemisch aushärtender Dichtmassen in Normprüfkörpern verschiedener Geometrien der Luftfahrtbranche analysiert (Titelbild). Zur Untersuchung möglicher Korrelationen zwischen Messsignalen und Aushärtegrad wurden bisher vorrangig Messaufbauten in Transmissionsanordnung betrachtet (Bild 1). Die oftmals an der Produktionslinie geforderte Notwendigkeit eines einseitigen Zugangs lässt sich bei der

THz-Technik durch einen Aufbau in Reflexionsanordnung erreichen. Dabei können an Grenzflächen im Bauteil reflektierte THz-Strahlen mittels eines Strahlteilers auf den Empfänger ausgerichtet werden. Bei luftgekoppeltem Ultraschall ist ebenfalls ein einseitiger Aufbau in der sogenannten Reemissionsanordnung möglich. Bei dieser Anordnung wird der Schall über einen Winkel in das Material eingekoppelt, wodurch sich eine Vorzugsausbreitungsrichtung erreichen lässt, und über einen weiteren Schallwandler im definierten Abstand empfangen.

Generell können Zustandsänderungen über Messgrößen wie die Signaldämpfung oder -laufzeit beschrieben werden. Im Fall von chemisch aushärtenden Dichtmassen hat sich insbesondere die Laufzeit der Schall- und THz-Wellen, die mit zunehmender Aushärtung sinkt,

als aussagekräftig erwiesen. Die Laufzeit hängt von der Ausbreitungsgeschwindigkeit und damit v.a. der Steifigkeit (E-Modul) bzw. der Dichte der Dichtmasse ab, die sich beide während der Aushärtung verändern. Die Veränderung der Laufzeit im Rahmen einer Dichtmassenaushärtung ist exemplarisch an einem einkomponentigen Polyurethan-System (PUR, Marke: Delo-PUR SJ9456, Hersteller: Delo Industrie Klebstoffe GmbH & Co. KGaA) für LUS in Bild 2 und für THz in Bild 3 (links) dargestellt. Für die Versuche mittels Luftultraschall wurde das System SonoInspect der Forschungszentrum Ultraschall gGmbH verwendet, für die Terahertz-Messungen das System Tera K15 der Menlo-Systems GmbH. Bei LUS wurde dafür die sogenannte Gruppenlaufzeit, die die frequenzunabhängige Laufzeit des gesamten Empfangssignals beschreibt, »

ausgewertet. Zur Erstellung der Graphen wurden Messungen im Intervall von 20 s durchgeführt, wobei sich jedes Messsignal aus einer Mittelung von über 1000 Einzelmessungen für THz und einer Mittelung von 120 Einzelmessungen für LUS zusammensetzt. Die Standardabweichungen sind aufgrund ihrer geringen Größe im Graphen nicht darstellbar.

Störeinfluss im Messsignal eliminieren

Neben der kontinuierlichen Abnahme sind zusätzlich verhältnismäßig kleine, quasi-periodische Schwankungen in der Laufzeit zu erkennen. Diese lassen sich auf Schwankungen der Umgebungstemperatur zurückführen, wie simultane Temperaturmessungen zeigen. Dass sich die Messwertschwankungen nicht aus der Beschleunigung oder Verlangsamung des Aushärteprozesses ergeben, zeigt u.a. die vereinzelt auftretende Zunahme der Gruppenlaufzeit mit zeitlich fortschreitender Aushärtung. Außerdem konnte über Versuche an ausgehärteten Dichtmassen verifiziert werden, dass die temperaturbedingten Schwankungen in der Gruppenlaufzeit auch nach nahezu vollständiger Aushärtung auftreten. Bei Kenntnis des Temperaturverhaltens lässt sich der temperaturbedingte Störeinfluss im Messsignal eliminieren (Bilder 2 und 3, rechts).

Die Endfestigkeit der feuchtigkeitsaushärtenden Dichtmasse ist laut Hersteller bei einer Tiefe von 6,3 mm nach etwa 80 Stunden erreicht. Das Aushärteverhalten kann anhand des Signalverlaufs durch einen biexponentiellen Fit beschrieben werden. Der zunächst starke Abfall der Gruppenlaufzeit des LUS-Signals resultiert aus der Aushärtung oberflächennaher Bereiche, die in direktem Kontakt zur Luft stehen. Dabei steigen der Impedanzunterschied und damit der Reflexionsfaktor an der Oberfläche stark an. Aushärte-

vorgänge im Inneren der Dichtmasse können erst nach Diffusion der Feuchtigkeit in das Material stattfinden und erzeugen demnach einen flacheren Abfall der Laufzeit, wie die Messdaten zeigen. Die unterschiedlich ausgeprägten Abklingverhalten deuten an, dass sich mechanische Eigenschaften stärker als optische während des Aushärtevorgangs verändern. Der Verlauf der Gruppenlaufzeit der US-Wellen weist im Vergleich zur THz-Laufzeit ein deutlich besseres Signal-Rausch-Verhältnis auf. Das kann zudem mit den unterschiedlichen Signalformen begründet werden. Bei der Berechnung der US-Gruppenlaufzeit findet die Integration über ein größeres Intervall des Signals statt, während bei THz lediglich schmale Peaks zur Ermittlung der Laufzeit vorliegen. Eine Übertragung der betrachteten Techniken auf andere aushärtende Materialsysteme, wie Kunststoffschmelzen oder Klebstoffe, ist aufgrund der ähnlichen chemischen und physikalischen Eigenschaften sehr naheliegend.

Vorteile von LUS- und THz-Systemen

Für den praktischen Einsatz in der Industrie besitzen LUS-Systeme u.a. durch die direkte Beziehung von Messsignal zu mechanischen Eigenschaften und die leichtere Integrierbarkeit in den Prozess, z.B. aufgrund des Fehlens optischer Komponenten und der größeren Robustheit, einige Vorteile. Außerdem sind LUS-Systeme bereits in vielen Anwendungen etabliert und meist kostengünstiger, was für zusätzliche Akzeptanz sorgt. Die THz-Technik bietet hingegen die Möglichkeit, simultan zur Überwachung der Aushärtung, Dickenänderungen zu ermitteln. Dadurch können Informationen über Schrumpfvorgänge gewonnen werden. THz-Strahlung lässt sich außerdem universeller und flexibler einsetzen, da oft-

mals weniger Verluste an Grenzflächen von Umgebungsluft zur untersuchenden Dichtmasse auftreten, THz-Wellen weniger stark gedämpft werden als Schall und die Messgeschwindigkeit größer ist.

LUS wird neben der Aushärteüberwachung auch für die Fehlstellendetektion in Bauteilen, für die Untersuchung von Materialeigenschaften und für die Überwachung von Klebstoffen eingesetzt. THz-Systeme werden hingegen u.a. für Schicht- oder Wanddickenmessungen, beispielsweise an Rohren, zur Feuchtigkeits- oder Füllgradbestimmung in Festkörpern oder zur Charakterisierung von Polymerschäumen verwendet.

Die exemplarisch an einer Dichtmasse vorgeführten Tests sind nicht frei auf alle Dichtstoffsysteme übertragbar, da die chemischen und physikalischen Prozesse während der Aushärtung einen entscheidenden Einfluss auf die Laufzeit von Schall und Strahlung haben. Im Rahmen eines geförderten Vorhabens werden die Verfahren aktuell am SKZ weiterhin an verschiedenen Dichtmassen getestet und spezifische Modelle für unterschiedliche Dichtmassen zur Bestimmung des Aushärtegrads ermittelt. Für die Prozesstauglichkeit werden perspektivisch Aufbauten in Reflexions- (Terahertz) bzw. Reemissionsanordnung (Luftultraschall) verwendet und verschiedene Messparameter untersucht, um das Messsignal hinsichtlich Rauschen und Umgebungseinfluss zu optimieren. Zuletzt werden die resultierenden Aushärteverläufe mit etablierten zerstörungsfreien und zerstörenden Messtechniken referenziert. Eine Teilnahme am begleitenden Ausschuss ist für Unternehmen jederzeit möglich, um das entsprechende Forschungsprojekt zu begleiten und zu unterstützen. Weiterhin besteht die Möglichkeit, aushärtende Materialsysteme zur kostenneutralen Prüfung an das SKZ zu schicken. ■



Mehr Lesestoff gefällig?

www.hanser-fachbuch.de

HANSER