

# Wie dicht sind Stecker wirklich?

## Messmethode für die exakte Bestimmung von Leckagen an Kunststoff-Metall-Verbunden

Die Grenzflächendichtheit hybrider Kunststoff-Metall-Verbunde wie spritzgegossener Stecker stellt ein maßgebliches Qualitätsmerkmal dar. Bislang fehlt es allerdings an einer geeigneten Messtechnik, mit der sich die Mediendichtheit solcher Formteile exakt quantifizieren lässt. Ein neues Verfahren liefert deutlich genauere Ergebnisse als bisherige Prüfmethoden.

Täglich werden weltweit hohe Stückzahlen hybrider Kunststoff-Metall-Verbunde, z.B. in Form von Steckern, durch Verbundspritzgießen hergestellt. Dabei werden Einlegeteile aus elektrisch leitfähigem Metall mit Kunststoffen umspritzt, die nach der Erstarrung einerseits als elektrische Isolierung und andererseits als Schutz gegen Umwelteinflüsse fungieren. Der Kontaktbereich zwischen Kunststoff und Metall stellt eine Grenzfläche dar, die eine gute Haftung zwischen den Verbundpartnern aufweisen muss, um eine ausreichende Mediendichtheit sicherstellen zu können. Ein Problem bei hybriden Kunststoff-Metall-Verbunden ist deren mögliche Undichtheit an der Grenzfläche, wodurch eine Migration von Medien oder Gasen durch die Grenzfläche erfolgen kann. Deshalb wird in vielen Anwendungen von Kunststoff-Metall-Verbunden hohe Mediendichtheit an der Grenzfläche gefordert.

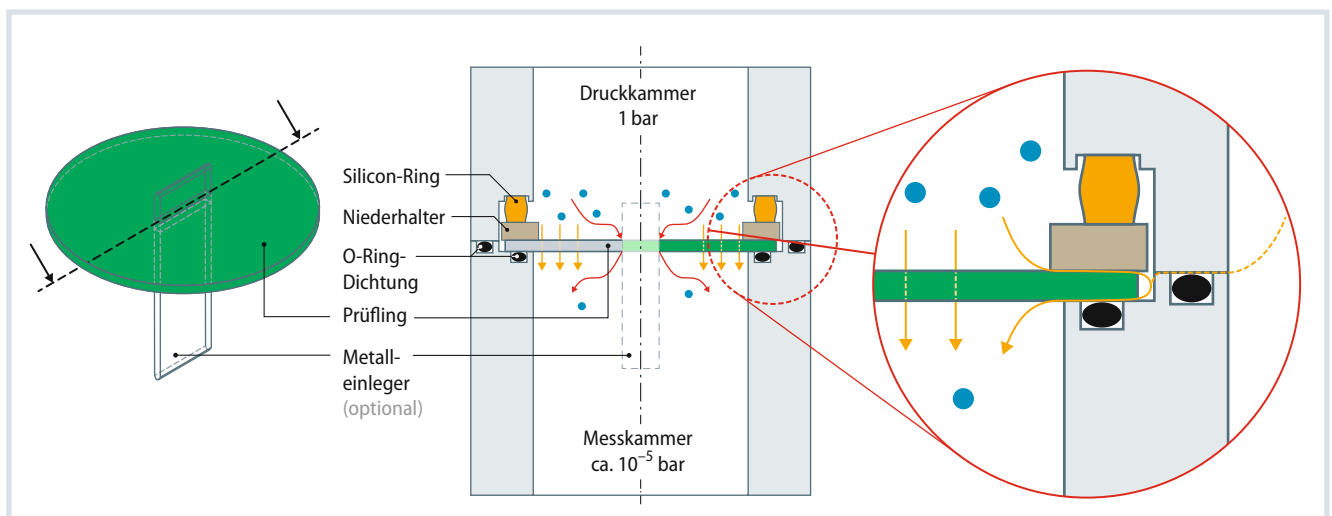
Ein messtechnischer Nachweis der Grenzflächendichtheit ist jedoch schwer

umsetzbar. Bisher wird ein hybrides Verbundsystem als „dicht“ bezeichnet, wenn die am Prüfling gemessene Leckagerate unter einem zuvor festgelegten, zulässigen Grenzwert liegt. Die Leckagerate beschreibt den möglichen Medientransfer, also den Stoffstrom, durch ein Verbundteil. Die definitiv zulässige Leckagerate ist bei vielen Applikationen allerdings oft nicht bekannt. Das liegt u.a. auch an der mangelnden Kenntnis einer minimal erreichbaren Leckagerate für das betreffende Verbundsystem. Es bedarf folglich einer geeigneten Messmethode zur Bestimmung der möglichen Mediendichtheit verschiedener Werkstoffkombinationen und entsprechender Herstellungsbedingungen beim Verbundspritzgießen. An der Hochschule Aalen wurde deshalb ein entsprechendes Messverfahren entwickelt.

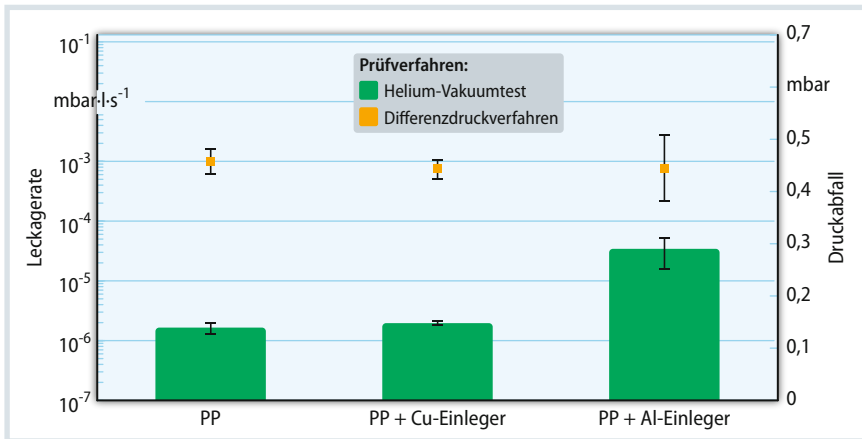
Um Undichtigkeiten an technischen Formteilen zu detektieren, kommt meist das Differenzdruckverfahren zum Einsatz. Nachteilig dabei ist die beschränkte Auflö-

sung im Bereich von  $10^{-3}$  mbar·l·s<sup>-1</sup> unter Normbedingungen (1013,25 mbar bei 0 °C). Deshalb wurde für die im Folgenden vorgestellten Untersuchungen stattdessen ein Testgasverfahren mit messtechnisch höherer Auflösung zur Bestimmung der Grenzflächenleckage verwendet. Es kam der Helium-Vakuumtest zum Einsatz. Die Dr. Wiesner Steuerungstechnik GmbH in Remshalden hat einen speziellen Helium-Leckage-Messplatz für die Untersuchungen konzipiert und gefertigt, welcher den Nachweis äußerst geringer Leckageraten von bis zu  $10^{-10}$  mbar·l·s<sup>-1</sup> ermöglicht.

Ein Problem bei der Messung einer möglichen Grenzflächenleckage mit einem Testgasverfahren besteht darin, dass die Messgröße aufgrund simultaner Permeation des Testgases durch die Messkammerdichtung und den Prüfling selbst sowie durch existierende Leckageströme entlang der Kontaktstellen zwischen Messkammerdichtung und Prüfling verfälscht werden kann. Mögliche Schwachstellen



**Bild 1.** Aufbau eines Prüfkörpers mit Metalleinleger (links) und Messaufbau (rechts): Die Pfeile zeigen mögliche Permeationspfade (orange) und Grenzflächen-Leckagepfade (rot) Quelle: HS Aalen; Grafik: © Hanser



**Bild 2.** Leckagemessungen nach unterschiedlichen Messverfahren an jeweils denselben Prüflingen bei 23 °C (Mittelwerte aus fünf Messungen): Im Gegensatz zum Differenzdruckverfahren sind bei den Helium-Vakuumtests deutliche Unterschiede bei der Leckagerate zu erkennen

Quelle: HS Aalen; Grafik: © Hanser

für eine unvorhergesehene Gaspermeation sind das Polymer der zu prüfenden Verbundprobe selbst sowie alle Dichtungen und Dichtkontakte, die notwendig sind, um bei diesem Verfahren eine mit Testgas beaufschlagte Druckkammer und eine vakuumierte Messkammer zu schaffen. Das kann z. B. beim Leistungsvergleich von Kunststoff-Metall-Verbunden dazu führen, dass eine Werkstoffkombination als ungeeignet hinsichtlich ihrer Grenzflächen-dichtheit deklariert wird, obwohl lediglich die höhere Permeabilität des Kunststoffs für die vergleichsweise höhere Leckagerate verantwortlich ist.

### Die neue DDP-Methode

Aus diesem Grund wurde ein Lösungsansatz entwickelt und erprobt, der eine separate Betrachtung der Permeationseffekte und der Grenzflächenleckagerate ermöglicht: die sogenannte „Differenzierende Dichtheits- und Permeationsmessung“ (DDP-Methode). Für die Erprobung wurden aus demselben Kunststoff geschlossene Prüflinge und solche mit einer Kontaktdurchführung spritzgegossen. Beide Varianten wurden im Testgasverfahren auf ihre Leckagerate untersucht. Die tatsächliche Grenzflächenleckagerate entspricht der der Verbundprobe abzüglich der des geschlossenen Prüflings. Es ergibt sich somit folgende Gleichung:

$$\dot{q}_{\text{Grenzfläche}} = \dot{q}_{\text{Verbund}} - \dot{q}_{\text{Permeation}}$$

Voraussetzungen für eine geringe Messunsicherheit sind dabei, dass die Messpa-

rameter Druck und Temperatur einer Messreihe gleich sind und bei den Messungen die gleichen Messkammerdichtungen verwendet werden.

Für die Untersuchungen wurden scheibenförmige Prüflinge mit einem Durchmesser von 30 mm und einer Wanddicke von 1,2 mm mit und ohne metallischen Einleger hergestellt und untersucht. Die äußeren Abmaße der metallischen Einlegerteile betragen 25 mm x 8 mm x 0,8 mm. Zur Abdichtung der Messkammer kam ein O-Ring aus Nitril-Butadien-Kautschuk (NBR) mit einer Shore-A-Härte von 72 als Messkammerdichtung zum Einsatz, wobei der Innendurchmesser des O-Rings 22 mm und die Schnurstärke 2,5 mm betragen. Ein weiterer O-Ring aus demselben Werkstoff mit einem Innendurchmesser von 39 mm und einer Schnurstärke von 3 mm wurde zur Abdichtung der Kammern gegen die Umgebung verwendet.

### Vergleich der Messverfahren

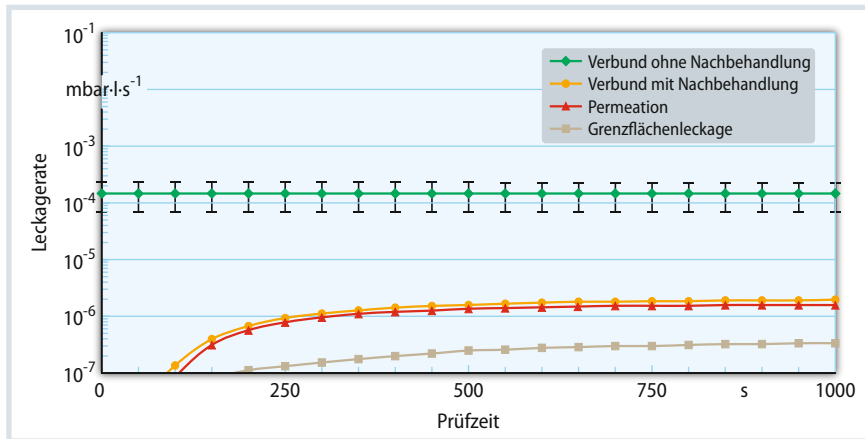
Bei der Helium-Leckage-Messung wird der Prüfling zwischen Mess- und Druckkammer platziert und gegen die Messkammerdichtung verpresst (Bild 1). Um eine vollständige Befüllung mit dem Testgas zu gewährleisten, wird die Druckkammer ebenfalls evakuiert, bevor das Helium-Testgas bei einem Druck von 1 bar ( $\pm 50$  mbar) eingeleitet wird. Die Messkammer ist mit einem Massenspektrometer des Typs ASM340 der Firma Pfeiffer Vacuum verbunden, das die Helium-Leckagerate des Prüflings misst. Alle Messungen erfolgten bei Raumtemperatur ( $23 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ ).

Für die Differenzdruckmessungen bei Raumtemperatur wurde ein Messgerät des Typs Integra DD6 der Firma Dr. Wiesner Steuerungstechnik eingesetzt. Beim Differenzdruckverfahren werden der zwischen Mess- und Druckkammer platzierte Prüfling und ein dichtes Referenzvolumen über eine Zeitspanne von 10 s mit einem Überdruck von 1 bar beaufschlagt. Nach einer Beruhigungszeit von 10 s erfolgt die Messung des relativen Druckabfalls bezogen auf das Referenzvolumen.

Für die vorliegenden Untersuchungen wurde ein kommerziell verfügbares, naturfarbenes homopolymeres Polypropylen (PP) mit einer Schmelzfließrate von 12 g/10 min zur Herstellung der Prüflinge sowohl mit als auch ohne metallische Einlegerteile verwendet. Zur Erzeugung einer verbesserten Haftung zwischen Kunststoff und Metall wurden dem reinen PP ca. 0,2 Gew.-% Maleinsäureanhydrid (MAH) in Form eines mit MAH gepfropften PP als Haftvermittler zugegeben. Die metallischen Einleger wurden aus Walzblech gestanzt und anschließend mit Isopropanol im Ultraschallbad gereinigt und entfettet. Die Einlegermaterialien waren Reinaluminium (EN AW-1050A) und desoxidiertes Kupfer mit geringem Restphosphorgehalt (Cu-PHC). Beide Metalle zeichnen sich durch eine sehr gute elektrische Leitfähigkeit aus und werden daher bevorzugt als Leitermaterialien verwendet.

Die Herstellung der Prüflinge erfolgte in einem Einkavitätenwerkzeug auf einer Spritzgießmaschine des Typs Arburg 220 S Allrounder 150-30 mit einem Schnecken-durchmesser von 15 mm. Das Spritzgießwerkzeug stammt von der Gindele GmbH in Neuhausen und ermöglicht über drehbare Formeinsätze sowohl die Herstellung von scheibenförmigen Prüflingen mit ein- und zweiseitiger Anbindung sowie mit und ohne Metalleinleger. Die Prüflinge mit metallischem Einleger wurden teilweise einer gezielten Wärmenachbehandlung unterzogen zur potenziellen Verbesserung der Grenzflächenhaftung zwischen Metall und Kunststoff.

Das Differenzdruckverfahren liefert, bei Berücksichtigung der Messstreuung, keine Unterschiede bei den untersuchten Prüflingen hinsichtlich ihrer Mediendichtheit. Die Ergebnisse des Helium-Vakuumtests zeigen hingegen deutliche Unterschiede zwischen den Werkstoffkombinationen PP-Cu und PP-Al (Bild 2). Der Verbund aus PP mit Aluminium (EN AW-1050A) »



**Bild 3.** Ergebnisse der DDP-Messungen an PP-Cu-Verbunden: Die thermische Nachbehandlung beeinflusst deutlich die Leckagerate und deren zeitlichen Verlauf Quelle: HS Aalen; Grafik: © Hanser

weist gegenüber der Vergleichsprobe aus Kupfer und PP eine um mehr als eine Dekade größere Leckagerate auf. Das Differenzdruckverfahren mit seinem begrenzten Auflösungsvermögen eignet sich somit nicht zur präzisen Ermittlung der Mediendichtheit von Verbunden.

Der spritzgegossene PP-Cu-Verbund weist eine relativ große Leckagerate auf, die über die Messzeit praktisch konstant ist (**Bild 3**). Bereits mit Beginn der Messung liegt der Leckagewert bei  $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ mbar} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$ . Da der Leckagewert über die Messzeit konstant bleibt, erfolgt der Gasdurchtritt des Heliums ohne einen vorherigen Lösungs- und Diffusionsvorgang des Testgases. Das weist auf eine Undichtheit an der

Grenzfläche hin. Nach der Wärmenachbehandlung der Verbundprobe startet die Kurve der Helium-Leckagerate hingegen auf einem deutlich niedrigeren Niveau und gleicht jetzt einer Permeationskurve. Eine typische Permeationskurve zeigt zu Beginn der Messung eine verschwindend kleine Leckagerate die nach einiger Zeit infolge des Gasdurchbruchs stark ansteigt und schließlich ein konstantes Niveau über die Zeit erreicht. Durch die Nachbehandlung entsteht offensichtlich eine stoffliche Barriere in der Grenzfläche zwischen Kupfer und dem modifizierten PP, was einen spontanen Gasdurchtritt zu Beginn der Leckagemessung verhindert.

### Nachbehandlung verbessert Dichtheit

Die Permeationskurve (Messkurve) der reinen PP-Probe liegt geringfügig niedriger als die der nachbehandelten Verbundprobe und gibt das Permeationsverhalten des untersuchten PP für Heliumgas bei einer Wanddicke von 1,2 mm an. Die Kurve der

Grenzflächenleckagerate wird nach obiger Gleichung bestimmt. Durch die Nachbehandlung der spritzgegossenen Verbundprobe wird ihre Grenzflächenleckage um nahezu drei Dekaden reduziert und liegt dann im Bereich  $10^{-7} \text{ mbar} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$ .

**Bild 4** zeigt die mittels DDP-Methode gemessenen Werte der Grenzflächenleckage von PP-Cu- und PP-Al-Verbunden. Beide wurden thermisch nachbehandelt und wiesen danach eine Permeationscharakteristik der ermittelten Leckage-Messkurve auf. Die Grenzflächenleckagerate der PP-Cu-Proben beträgt  $3 \cdot 10^{-7} \text{ mbar} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$ , was einer Leckgröße von ca. 3  $\mu\text{m}$  entspricht. Lecks dieser Größenordnung werden als „virendicht“ deklariert. Im Vergleich dazu ist die Grenzflächenleckage des PP-Al-Verbunds mit mehr als  $10^{-5} \text{ mbar} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$  um etwa zwei Dekaden größer.

Die Untersuchungsergebnisse zeigen, dass die Mediendichtheit von Kunststoff-Metall-Verbunden mittels Helium-Vakuumprüfung wesentlich empfindlicher geprüft werden kann als durch die Differenzdruckprüfung. Mittels der DDP-Methode lässt sich eine Grenzflächenleckage zwischen Kunststoff und Metall präzise ermitteln. Mit dem vorgestellten scheibenförmigen Prüfkörper und unter Verwendung der DDP-Methode ist es erstmals möglich, Kunststoff-Metall-Werkstoffkombinationen gezielt auf die Haftungseigenschaften an der Grenzfläche quantitativ zu untersuchen. Dabei können die Spritzgießerstellungsbedingungen, eventuell durchgeführte Vorbehandlungen bzw. die Reinigung des metallischen Einlegers und die mögliche Nachbehandlung eines hergestellten Verbunds berücksichtigt werden. Die entwickelte Methode liefert zudem Informationen zum Permeationsverhalten eines untersuchten Kunststoffs bei gegebener, herstellungsbedingter Morphologie. ■

## Die Autoren

**Prof. Dr. Achim Frick** leitet das Institute of Polymer Science and Processing (iPSP) an der Hochschule Aalen; achim.frick@hs-aalen.de

**Marcel Spadaro, M.Sc.**, ist wissenschaftlicher Mitarbeiter am iPSP.

**Markus Rettenberger, B.Eng.**, ist wissenschaftlicher Mitarbeiter am iPSP.

**Prof. Dr. Michael Gehde** leitet die Professur Kunststoffe an der TU Chemnitz.

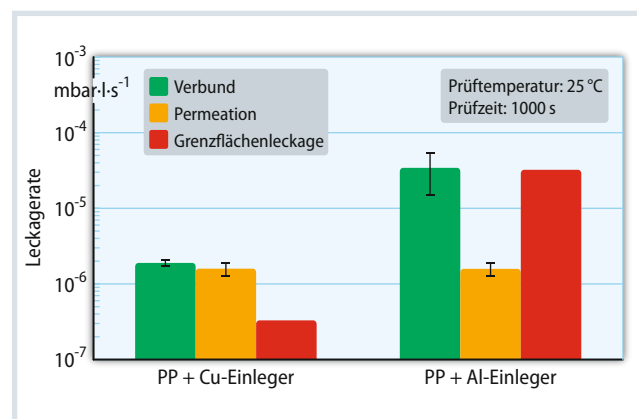
## Service

### Digitalversion

➤ Ein PDF des Artikels finden Sie unter [www.kunststoffe.de/onlinearchiv](http://www.kunststoffe.de/onlinearchiv)

### English Version

➤ Read the English version of the article in our magazine *Kunststoffe international* or at [www.kunststoffe-international.com](http://www.kunststoffe-international.com)



**Bild 4.** Grenzflächenleckageraten abzüglich Permeation von verschiedenen Kunststoff-Metall-Verbunden: Die PP-Cu-Verbunde weisen eine deutlich geringere Leckage auf, als Verbunde aus PP und Aluminium

Quelle: HS Aalen;

Grafik: © Hanser