

Entwicklung einer Schädigungsfunktion zur Prognose der Sicherheit alternder Klebverbindungen in Abhängigkeit von Temperatur, Feuchtigkeit und mechanischer Belastung

vom Fachbereich Maschinenbau und Verfahrenstechnik
der Technischen Universität Kaiserslautern zur Verleihung des akademischen
Grades Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.) genehmigte Dissertation

vorgelegt von
M.Sc. Katja Groß
aus Neunkirchen

Kaiserslautern 2019

D 386

Dekan: Prof. Dr.-Ing. J. Seewig

Promotionskommission:

Vorsitzender: Prof. Dr.-Ing. P. Mitschang

1. Berichterstatter: Prof. Dr.-Ing. P. L. Geiß

2. Berichterstatter: Prof. Dr.-Ing. W. Kurz

Datum der mündlichen Prüfung: 2. Juli 2019

Kurzfassung

Die Alterungsbeständigkeit und Sicherheit von geklebten Verbindungen sind von großer Bedeutung in industriellen Anwendungen. Die Ausfallwahrscheinlichkeit einer geklebten Verbindung nach einer bestimmten Zeit kann hierbei durch verschiedene Alterungseffekte, wie beispielsweise Temperatur und Luftfeuchtigkeit, beeinflusst werden. Die Korrelation der Ergebnisse aus beschleunigten Laboralterungstests mit dem Langzeitverhalten der Verbindungen unter Einsatzbedingungen bleibt häufig eine ungelöste Herausforderung. In der vorliegenden Arbeit wurden computerbasierte Methoden für die nichtlineare Regressionsanalyse, die Abschätzung der Zuverlässigkeit und die Vorhersage der Sicherheit auf experimentelle Daten angewendet, die durch beschleunigte Alterung von Zugscherproben sowie Substanz-Schulterproben generiert wurden. Die Modellierung des Alterungsverhaltens wurde mit kombinierten Funktionen in Anlehnung an die Modelle nach EYRING und PECK durchgeführt. Beide Modellierungsansätze erschienen hierbei geeignet zur Beschreibung der experimentellen Daten. Die Sicherheitsvorhersage wurde anhand der Versagenswahrscheinlichkeit sowie des Sicherheitsindex β allerdings auf Basis des EYRING-Modells durchgeführt, da dieses die experimentellen Daten der Referenzbedingung konservativer beschreibt.

Abstract

Durability and safety of adhesively bonded joints are of major importance in industrial applications. The probability of failure of a bonded assembly after a certain period of time may be influenced by various aging effects including e. g. temperature and humidity. The correlation of results obtained from accelerated laboratory aging tests to long-term aging under service conditions often remains an unsolved challenge. In the present work, computer-based tools for non-linear regression analysis, estimation of reliability and safety prediction have been applied to experimental results obtained by accelerated aging of adhesively bonded shear specimens and dumbbell-shaped specimens. The modeling of the aging behavior was performed with combined functions referring to the EYRING as well as the PECK model which both appear appropriate for describing the experimental data. The safety prediction, based on the probability of failure as well as the safety factor β , was performed by using the EYRING model which fits the experimental data of the reference condition in a more conservative manner.

Inhaltsverzeichnis

0. Abkürzungsverzeichnis	1
1. Einleitung und Motivation	3
2. Theoretische Grundlagen und Stand der Technik.....	4
2.1. <i>Klebstoffe</i>	4
2.1.1. Definition und Einteilung.....	4
2.1.2. Chemische Struktur und Abbindemechanismus	5
2.2. <i>Alterung von Klebverbunden.....</i>	8
2.2.1. Definition und Begrifflichkeiten	8
2.2.2. Feuchtigkeitsinduzierte Schädigung.....	9
2.2.3. Temperaturinduzierte Schädigung.....	9
2.2.4. Lastinduzierte Schädigung.....	10
2.3. <i>Zeitraffende Prüfverfahren zur Lebensdauerprognose geklebter Verbindungen.....</i>	10
2.4. <i>Etablierte Modelle zur Beschreibung der Alterungsprogression</i>	11
2.4.1. Modelle zur Beschreibung des Einflusses eines Faktor.....	12
2.4.2. Modelle zur Beschreibung des Einflusses von mehreren Faktoren	16
2.5. <i>Statistische Versuchsauswertung</i>	18
2.6. <i>Bewertung der Sicherheit lasttragender Verbindungen</i>	25
2.6.1. Versagenswahrscheinlichkeit	26
2.6.2. Sicherheitsindex	31
3. Problemstellung und Lösungsweg	35
4. Material und Methoden.....	36
4.1. <i>Materialien.....</i>	36
4.2. <i>Probenpräparation.....</i>	37
4.2.1. Zugscherproben.....	39
4.2.2. Substanz-Schulterproben	41
4.3. <i>Durchführung der zeitraffenden Alterungen</i>	43
4.4. <i>Durchführung der Prüfungen</i>	43
4.4.1. Zugscherproben.....	43
4.4.2. Substanz-Schulterproben	44

5. Ergebnisse und Diskussion	46
5.1. <i>Zeitraffende Alterung</i>	46
5.1.1. Unbelastet gealterte Zugscherproben.....	46
5.1.2. Unter mechanischer Last gealterte Zugscherproben	69
5.1.3. Unbelastet gealterte Substanz-Schulterproben	83
5.2. <i>Entwicklung neuer, kombinierter Modelle zur Prognose der Alterungsprogression in Abhängigkeit von Temperatur und Feuchtigkeit.....</i>	89
5.2.1. Problemstellung	89
5.2.2. Auswahl geeigneter Datenbasis für die Modellierung	91
5.2.3. Temperaturabhängige Schädigungsfunktion.....	92
5.2.4. Feuchtigkeitsabhängige Schädigungsfunktion.....	100
5.2.5. Entwicklung kombinierter Schädigungsfunktionen	108
5.2.6. Exemplarische Validierung und Verifikation eines kombinierten Modells	114
5.2.7. Berechnung von Sicherheitskennwerten im Beobachtungszeitraum	129
5.2.8. Prognose von Sicherheitskennwerten	133
5.3. <i>Entwicklung neuer Modelle zur Prognose der Alterungsprogression in Abhängigkeit von Temperatur, Feuchtigkeit und mechanischer Belastung.....</i>	140
5.3.1. Auswahl geeigneter Datenbasis für die Modellierung	140
5.3.2. Analyse der Effektzusammensetzung.....	141
5.3.3. Temperaturabhängige Schädigungsfunktion.....	153
5.3.4. Feuchtigkeitsabhängige Schädigungsfunktion.....	156
5.3.5. Lastabhängige Schädigungsfunktion.....	159
5.3.6. Verifikation lastabhängiger Schädigungsfunktion	166
6. Zusammenfassung und Schlussfolgerungen	172
6.1. <i>Zusammenfassung</i>	172
6.2. <i>Schlussfolgerungen.....</i>	174
7. Tabellenverzeichnis	175
8. Literaturverzeichnis.....	179
9. Studentische Arbeiten mit Bezug zur Dissertation	187
10. Publikationen	188
10.1. <i>Vorträge</i>	188
10.2. <i>Veröffentlichungen in referierten Fachjournalen.....</i>	188
11. Lebenslauf.....	189

0. Abkürzungsverzeichnis

1K	eine Komponente
2K	zwei Komponenten
%	Prozent
°	Grad
°C	Grad Celsius
µm	Mikrometer
Abb.	Abbildung
ADDT	engl. „accelerated destructive degradation test“, zeitraffender, zerstörender Degradationstest
bzw.	beziehungsweise
ca.	circa
DIN	Deutsches Institut für Normung e.V.
d. h.	das heißt
DVS	Deutscher Verband für Schweißen und verwandte Verfahren e.V.
engl.	englisch
e. g.	engl. Abkürzung für „zum Beispiel“
EP	Epoxid
FOSM	engl. „first-order second-moment“, als Näherungsverfahren zur Berechnung des Sicherheitsindex verwendet
i. d. R.	in der Regel
LOO	engl. „leave one out“, verwendet im Zusammenhang der Kreuzvalidierung, bei welcher sukzessive ein Messwert zur Modellbildung ausgelassen wird
m	Meter
mm	Millimeter
MPa	Megapascal
N	Newton
PU	Polyurethan
RH	relative Feuchtigkeit (engl. relative humidity)
RT	Raumtemperatur
sog.	sogenannt

0. Abkürzungsverzeichnis

tan	Tangens
z. B.	zum Beispiel
<i>TTF</i>	Zeit bis zum Versagen (engl. time to failure)

1. Einleitung und Motivation

Die Tragfähigkeit, Langzeitbeständigkeit und Sicherheit lasttragender geklebter Verbindungen sind von hoher Bedeutung für deren Einsatzfähigkeit in industriellen Anwendungen. Die Versagenssicherheit einer geklebten Verbindung kann durch die Summe der auf sie einwirkenden Schädigungsfaktoren beeinflusst werden. Um dennoch die geforderten Sicherheitsniveaus zu erreichen, müssen heute hohe Sicherheitsreserven bei der Konstruktion geklebter Verbindungen einkalkuliert werden. Dies führt in der Regel zu einer Überdimensionierung des Bauteils, womit ein unerwünscht hoher Materialeinsatz einhergeht. Aus der Vielzahl der möglichen Einwirkungen auf geklebte Verbindungen in industriellen Anwendungen ergeben sich Herausforderungen hinsichtlich der Modellierung des Alterungsverhaltens mit dem Ziel einer zuverlässigen Lebensdauerprognose unter Berücksichtigung relevanter Einflüsse. Die Wechselwirkungen zwischen mechanischen Belastungen und Umwelteinwirkungen (z. B. Temperatur, Feuchtigkeit) erschweren zudem die Skalierung zeitraffender Beständigkeitsprüfungen auf reale Einsatzbedingungen.

Aus der Literatur sind lediglich Modelle zur Beschreibung der alterungsbedingten Degradation bekannt, welche die Lebensdauerprognose einer geklebten Verbindung in Abhängigkeit von einer oder zwei Einflussgrößen ermöglichen. Die Einflussgrößen in diesen Modellen werden hierbei isoliert und unabhängig voneinander betrachtet. Da die verschiedenen Einflussfaktoren in realen Anwendungen gegenseitige Wechselwirkungen ausüben, erscheint eine isolierte Betrachtung der Einflussgrößen für eine zuverlässige Lebensdauerprognose nicht zweckmäßig.

Ziel dieser Dissertation ist es deshalb, auf Basis systematischer Alterungsuntersuchungen und durch Kombination von unterschiedlichen Modellen, eine Schädigungsfunktion für die Alterung geklebter Verbindungen zu entwickeln, die die zeitliche Progression von Schädigungsmechanismen und des Sicherheitsniveaus in Abhängigkeit der drei Einflussfaktoren Temperatur, Feuchtigkeit und mechanischer Belastung abbildet. Mit einer solchen Schädigungsfunktion kann ein vorzeitiges Versagen von geklebten Verbindungen vermieden werden, die Zuverlässigkeit von Klebungen unter kombinierter mechanischer und klimatischer Belastung gesteigert sowie der Materialeinsatz für die Konstruktion von Bauteilen minimiert werden. Dadurch soll eine ressourcenschonende, gewichtsoptimierte Auslegung von geklebten Verbindungen möglich werden.

2. Theoretische Grundlagen und Stand der Technik

Im folgenden Kapitel werden zunächst theoretische Grundlagen betrachtet, die für das Verständnis dieser Arbeit nützlich sind. Hierzu zählen neben dem chemischen Aufbau und den Abbindeprozessen von Klebstoffen auch die durch unterschiedliche Einflussfaktoren hervorgerufenen Alterungsprozesse in Klebverbindungen sowie die statistischen Grundlagen zur Beurteilung der Sicherheit geklebter Verbindungen.

2.1. Klebstoffe

2.1.1. Definition und Einteilung

Unter dem Begriff Klebstoff versteht man nach der Definition des Deutschen Instituts für Normung e.V. (kurz: DIN) einen „nichtmetallische[n] Stoff, der Werkstoffe durch die Oberflächenhaftung (Adhäsion) so verbinden kann, dass die Verbindung eine ausreichende innere Festigkeit (Kohäsion) besitzt“ [1].

Der chemische Aufbau von Klebstoffen ergibt sich durch Polyreaktion der Ausgangsverbindungen. Als Ausgangsverbindungen können Monomere sowie Prepolymere dienen. Unter Prepolymeren versteht man dabei Polymere, die sich nur aus einer begrenzten Anzahl von Monomeren zusammensetzen und noch reaktive Gruppen in ihrer Struktur beinhalten [2], wodurch diese zu Polymeren weiterreagieren können. Für die Polyreaktion der Ausgangsverbindungen zu Polymeren sind verschiedene Reaktionsmechanismen möglich. Grundvoraussetzung für den Ablauf einer Polymerisation ist allerdings immer, dass es sich bei der Ausgangsverbindung um eine mindestens bifunktionelle Verbindung handelt [2]. Die Struktur eines Klebstoffs nimmt wesentlichen Einfluss auf seine mechanischen Eigenschaften. Durch Wahl geeigneter Ausgangsverbindungen für den Polymerisationsprozess ist eine gezielte Steuerung der Klebstoffeigenschaften möglich [3]. Daher unterscheiden sich je nach geplantem Einsatzgebiet und verwendetem Klebstofftyp Klebstoffe strukturell in ihrer Konstitution (Anzahl und Art der Atome), Konfiguration (Bindungsverknüpfung) und Konformation (räumliche Anordnung) grundlegend. Die Konfiguration ist stets durch das Vorliegen von linearen oder verzweigten Polymerketten geprägt [2], die durch inter- sowie intramolekulare Wechselwirkungen wie Van-der-Waals-Kräften und Wasserstoffbrückenbindungen miteinander in Verbindung stehen [2].

In dieser Arbeit werden zwei Polyurethanklebstoffe und ein Epoxidharzklebstoff verwendet. Bei diesen beiden Klebstofftypen handelt es sich um sog. Reaktionsklebstoffe, d. h. Klebstoffe, die durch eine chemische Reaktion aushärten [4]. Im Gegensatz dazu härten physikalisch abbindende Klebstoffe ohne dass eine chemische Reaktion abläuft [4]. Da für lasttragende Verbindungen meist chemisch abbindende Klebstoffe zum Einsatz kommen und in dieser Arbeit ebenfalls nur Reaktionsklebstoffe verwendet werden, wird im Folgenden auf eine Betrachtung der physikalisch abbindenden Klebstoffe verzichtet. Die nachfolgenden Betrachtungen beziehen sich ausschließlich auf Reaktionsklebstoffe. Die Reaktionsklebstoffe der Polyurethane und der Epoxidharze sind weiterhin der Untergruppe der sog. Polyadditionsklebstoffe zuzuordnen [5]. Diese zeichnet sich bei der Abbindung durch einen Reaktionsmechanismus aus, bei dem durch schrittweise Anlagerung von verschiedenen reaktiven Monermolekülen ein Polymergerüst entsteht [2]. Polyurethan- und Epoxidharzklebstoffe zeichnen sich allerdings durch grundlegend verschiedene Abbindemechanismen aus, auf die im folgenden Kapitel eingegangen wird.

2.1.2. Chemische Struktur und Abbindemechanismus

a) Polyurethanklebstoffe

Namensgebend für die Polymerklasse der Polyurethane ist die sog. Urethan-Gruppe (NH-CO-O-Gruppe), die durch Reaktion einer sehr reaktiven Isocyanat-Gruppe (NCO-Gruppe) mit einer Hydroxyl-Gruppe (OH-Gruppe) gebildet wird [6]. Der Reaktionsmechanismus zur Bildung von Polyurethanen ist schematisch in Abb. 2.1 dargestellt.

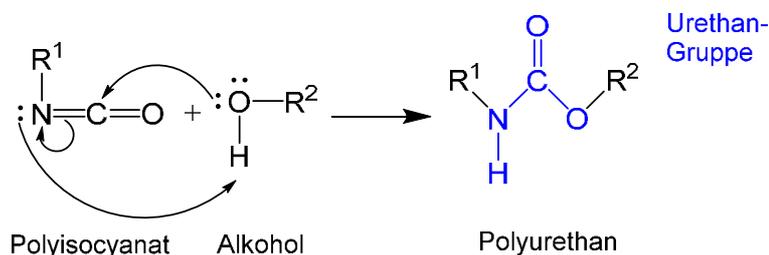


Abb. 2.1: Schematische Darstellung des Reaktionsmechanismus zur Bildung eines Polyurethans (in Anlehnung an [7]).

Die Bildung eines Polyurethans verläuft gemäß Abb. 2.1 über eine nucleophile Additionsreaktion von Alkoholen an die elektrophilen Isocyanate [5]. Voraussetzung für den Aufbau eines hochmolekularen Makromoleküls ist die Reaktion von höherfunktionellen

Isocyanaten (Polyisocyanate) und Polyolen, die in einem exakt eingestellten stöchiometrischen Verhältnis vorliegen [5].

Bei den Polyurethanklebstoffen in dieser Arbeit handelt es sich um 2K-Systeme, d. h. das reaktive Harz und der spezifisch auf dieses Harz abgestimmten Härter liegen vor dem Klebprozess getrennt voneinander vor [5]. Eine Mischung der beiden Komponenten, durch die die chemische Reaktion zum Polymer gestartet wird, erfolgt erst unmittelbar vor dem Klebprozess [5]. Hierbei ist das Mischungsverhältnis der Komponenten von herausragender Bedeutung, da Mischungsfehler zu erheblichen Störungen der Abbindereaktion führen können [5]. Bei den verwendeten Polyurethanklebstoffen handelt es sich um raumtemperaturhärtende Systeme [4].

b) Epoxidharzklebstoffe

Namensgebend für Epoxidharzklebstoffe sind die zur Reaktion benötigten Epoxide, die sich durch einen endständigen, sehr reaktiven Oxiranring (auch Epoxidgruppe) auszeichnen [2]. Der Oxiranring ist Ausgangspunkt für die Polyadditionsreaktion. Als Reaktionspartner sind Verbindungen zu wählen, die über ein leicht abspaltbares Wasserstoffatom verfügen. Zur Gruppe der in Frage kommenden Reaktionspartner zählen daher insbesondere Amine, Carbonsäureanhydride sowie hydroxylhaltige Harze [2]. Der Reaktionsmechanismus zur entsprechenden Polyadditionsreaktion ist schematisch in Abb. 2.2 dargestellt.

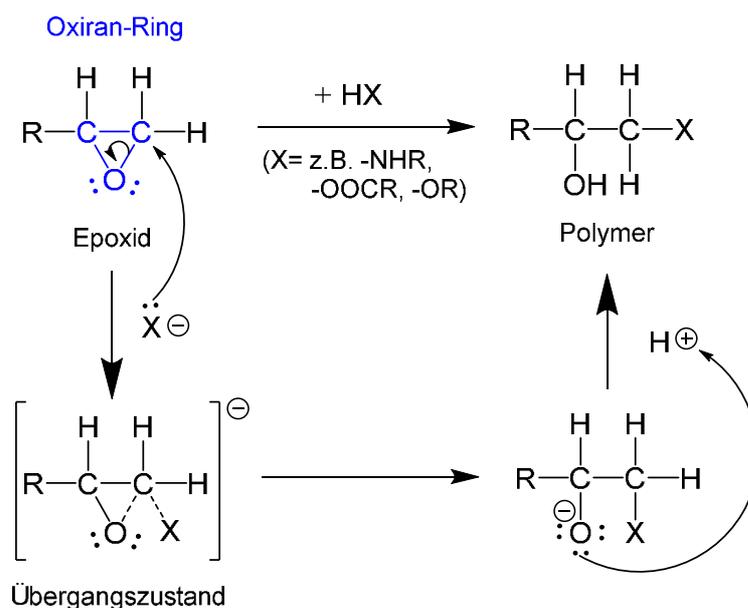


Abb. 2.2: Schematische Darstellung der Vernetzungsreaktion ausgehend von Epoxiden zu einem Polymer (in Anlehnung an [5]).

Der geschwindigkeitsbestimmende Schritt der Gesamtreaktion besteht darin, wie schnell das Wasserstoffatom des an der Polymerisation beteiligten Reaktionspartners „HX“ abgespalten und sich dadurch das für den Reaktionsmechanismus notwendige Nucleophil „X“ ausbilden kann [2]. Die Beweglichkeit des Wasserstoffatoms ist auf die Bindungsverhältnisse zurückzuführen: Je stärker elektrophil, d. h. elektronenziehend, der Molekülrest ist, desto leichter kann die Abspaltung des Wasserstoffatoms erfolgen. Über die Wahl einer geeigneten Restgruppe kann folglich die Reaktionsgeschwindigkeit eingestellt werden.

Bei dem in dieser Arbeit verwendeten Epoxidharzklebstoff handelt es sich um ein 1K-System, bei dem das Epoxidharz und der Härter bereits in dem für den Abbindeprozess nötigen Verhältnis gemischt vorliegen. Prinzipiell können 1K-Klebstoffsysteme nach unterschiedlichen Prinzipien aufgebaut sein, die sich im Abbindeprozess grundlegend unterscheiden. So sind beispielsweise heißhärtende, feuchtigkeitshärtende, sauerstoffhärtende, anaerobe oder strahlungshärtende Systeme bekannt [5]. Da es sich bei dem in dieser Arbeit verwendeten Epoxidharzklebstoff um ein heißhärtendes System handelt, wird im Folgenden auf eine Betrachtung der anderen Systeme verzichtet. Das Funktionsprinzip eines heißhärtenden 1K-Systems lässt sich wie folgt beschreiben: Die beiden in der Klebstoff-Formulierung enthaltenen Komponenten sind gezielt so ausgewählt, dass bei Raumtemperatur die Reaktion der Komponenten miteinander durch eine vernachlässigbar kleine Reaktionsgeschwindigkeit unterbunden wird [5]. Am Effektivsten lässt sich dies durch die Kombination eines sog. latenten Härters mit dem Epoxidharz realisieren [5]. Hierbei bezeichnen latente Härter bei niedrigen Temperaturen unreaktive Systeme, die bei Temperaturerhöhung eine Reaktion mit dem Epoxidharz zum Polymer eingehen [5]. Zur Realisierung dieses Verhaltens latenter Härter sind zwei grundlegende Ansätze denkbar. Zum einen kann der Härter als feines Pulver dispergiert im Epoxidharz vorliegen. Bei geringer Löslichkeit des Pulvers bildet sich an der Phasengrenze zwischen Härter und Harz eine stabile, koexistente Phase aus [5]. Erst bei Temperaturerhöhung kann eine Reaktion des Härters mit dem Harz dadurch stattfinden, dass der Härter schmilzt und zusätzlich die Löslichkeit des Härters in dem Harz zunimmt [5]. Zum anderen kann in der Formulierung eine unreaktive Vorstufe des Härters verwendet werden, die erst bei Temperaturerhöhung eine reaktive Gruppe abspaltet und dadurch die Polyadditionsreaktion auslöst [5]. Bei dem in dieser Arbeit verwendeten Epoxidklebstoff handelt es sich zudem um einen crashstabilen Strukturklebstoff, der sich durch eine hohe

Schlagzähigkeit auszeichnet [8]. Solche Klebstoffen sind mit nano- bis mikroskaligen Zähigkeitsdomänen versehen, die reaktiv mit der Epoxidmatrix verbunden sind [9], [10]. Bei lokal hohen Spannungsspitzen sowie Schlagbelastung reduzieren die Zähigkeitsdomänen sowohl die Energiedichte als auch das Risswachstum und absorbieren weiterhin Energie [9], [11]. Werden im Rahmen einer schlagartigen Belastung Spannungszustände im Klebstoff erzeugt, so entstehen über die Klebschicht verteilt viele kleine Risse [9]. Diese absorbieren allerdings Energie, wodurch das Risswachstum stark verringert wird [9], [11].

2.2. Alterung von Klebverbunden

2.2.1. Definition und Begrifflichkeiten

Gemäß DIN 50035, welche Begriffe auf dem Gebiet der Alterung polymerer Werkstoffe definiert, wird Alterung als die „Gesamtheit aller im Laufe der Zeit in einem Material irreversibel ablaufenden chemischen und physikalischen Reaktionen“ bezeichnet [12]. Hervorgerufen werden kann die Alterung sowohl durch innere als auch durch äußere Alterungsursachen [12]. Dabei bezeichnen innere Alterungsursachen thermodynamisch instabile Zustände im Material, die auch ohne äußere Einwirkungen zu Alterungsvorgängen führen [12]. Hierzu zählen beispielsweise Orientierungs- oder Eigenspannungen sowie instabile Zustände, die aus einer unvollständigen Polyreaktion resultieren [12]. Im Gegensatz dazu sind äußere Alterungsursachen auf chemisch-physikalische Einwirkungen der Umgebung zurückzuführen [12]. Hierzu zählen je nach Anwendungsfall z. B. Temperatureinfluss, chemische Einflüsse sowie mechanische Beanspruchung, die auch in Kombination auftreten können [12]. Die Alterungsvorgänge können chemischer und physikalischer Natur sein [12]. Während mit chemischen Alterungsvorgängen eine Veränderung der chemischen Zusammensetzung, der Molekülstruktur oder -größe des Materials einhergeht, beruhen physikalische Alterungsvorgänge beispielsweise auf Gefügeänderungen, der Veränderung des molekularen Ordnungszustandes oder messbarer physikalischer Eigenschaften [12]. In dieser Arbeit wird die Alterung von geklebten Verbindungen in Abhängigkeit von äußeren Einflüssen wie Temperatur, Feuchtigkeit und mechanischer Beanspruchung untersucht. Im Folgenden wird daher auf die durch diese Einflüsse typischerweise hervorgerufenen Schädigungen von geklebten Verbindungen näher eingegangen.

2.2.2. Feuchtigkeitsinduzierte Schädigung

Grundsätzlich wird bei feuchtigkeitsinduzierter Schädigung von Klebverbindungen zwischen Mechanismen in der Klebschicht und Mechanismen an der Grenzfläche zwischen Klebstoff und Substratmaterial unterschieden [13]–[15]. Mit Eindiffundieren von Wasser in die Grenzfläche zwischen Klebstoff und Füge teil geht häufig eine Schwächung der adhäsiven Wechselwirkung entweder durch Verdrängung des Klebstoffs im Grenzbereichs oder durch hydrolytische Veränderung der Füge teiloberflächen (z. B. Hydratisierung von Metalloxiden) einher [13], [15]. Im Gegensatz zu den Mechanismen an der Grenzfläche, nimmt eine feuchtigkeitsinduzierte Schädigung in der Klebstoffsubstanz Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften des Klebstoffs und dadurch auf dessen Kohäsion [15]. Diese können durch chemische Alterungsvorgänge, wie beispielsweise irreversibler Hydrolyse, hervorgerufen werden und zu Riss- oder Brucherscheinungen in der Klebstoffsubstanz führen [13], [15]. Auch physikalische, in der Regel reversible, Alterungsvorgänge wie Plastifizierung oder Quellung des Klebstoffs können zu Veränderung seiner mechanischen Eigenschaften führen [13]–[16].

2.2.3. Temperaturinduzierte Schädigung

Die Temperatur induziert in vielerlei Hinsicht Veränderungen in Klebverbindungen. Einerseits kann die Temperatur unmittelbaren Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften von Klebstoffen nehmen. Dies ist beispielsweise der Fall, wenn die Temperatur die Glasübergangstemperatur eines Klebstoffs überschreitet [17], [18]. Die Glasübergangstemperatur ist dabei gemäß DIN 51007 definiert als „reversibler Übergang von amorphen Substanzen [...] von einem harten, spröden Zustand in eine Schmelze oder einen gummiartigen Zustand“ [17]. Am Glasübergang verändern sich die mechanischen Eigenschaften eines Klebstoffs grundlegend [2]. Für jeden Anwendungsfall muss daher beurteilt werden, ob der verwendete Klebstoff die gewünschten mechanischen Eigenschaften bei der Temperatureinwirkung aufweist. Wird beispielsweise für eine Anwendung eine Klebung mit hoher Flexibilität benötigt, kann unter Umständen eine Temperatureinwirkung im Bereich der Glasübergangstemperatur bzw. sogar darüber vorteilhaft sein [2]. Ist jedoch für eine Anwendung eine sehr hohe Festigkeit des Klebstoffs unerlässlich, ist eine Temperatureinwirkung im Bereich von bzw. über der Glasübergangstemperatur möglicherweise fatal [2]. Der Temperatureinfluss kann weiterhin in Kombination mit Feuchtigkeit und/oder Last zur Schädigung einer Klebverbindung beitragen. Liegt wie in Kapitel 2.2.2 dargestellt eine feuchtigkeitsinduzierte Schädigung bereits vor, so

kann diese durch einen zusätzlichen Temperatureinfluss verstärkt werden. Je höher die Temperatur, desto schneller verläuft insbesondere die Diffusion von Wasser im Klebstoff und an der Grenzfläche zwischen Klebstoff und Fügeteilwerkstoff [19]–[23]. Unterliegt die Klebverbindung bereits mechanischer Beanspruchung, so geht mit Erhöhung der Temperatur auch eine Erhöhung der Kriechgeschwindigkeit des Klebstoffs einher [24].

2.2.4. Lastinduzierte Schädigung

Alterungsmechanismen verlaufen in Klebverbindungen, die unter Last gealtert wurden, anders als in solchen, die unbelastet gealtert wurden [14], [25]. Durch Lasteinfluss werden Spannungen in geklebten Verbindungen induziert, was Deformationen von Fügeteilen und Klebschichten zur Folge haben kann [14]. Das Risswachstum verläuft in mechanisch belasteten Klebverbindungen daher begünstigt und gegenüber unbelasteten Verbindungen beschleunigt [25]. In Kombination mit dem Einflussfaktor Feuchtigkeit führt ein zusätzlicher Lasteinfluss in der Regel zu einer starken Beschleunigung der Alterung [14]. Insbesondere die Diffusion von Wasser verläuft in mechanisch beanspruchten Klebverbindungen gegenüber dem unbelasteten Zustand beschleunigt, wodurch unter kombiniertem Einfluss von Last und Feuchtigkeit häufig ein sehr frühes, katastrophales Versagen beobachtet werden kann [14]. Weiterhin müssen zusätzlich stets die Fließeigenschaften der Klebstoffe von mechanisch belasteten Klebverbindungen unter Einwirkungen von anderen Schädigungsparametern, wie beispielsweise der Temperatur bzw. Feuchtigkeit, berücksichtigt werden [26], [27].

2.3. Zeitraffende Prüfverfahren zur Lebensdauerprognose geklebter Verbindungen

Die Kenntnis des Verhaltens geklebter Verbindungen unter Last ist von herausragender Bedeutung für sämtliche ingenieurmäßige Anwendungen, besonders im Hinblick auf das Sicherheitsniveau sowie eine Lebensdauerprognose geklebter Verbindungen. Bereits seit den 1960er Jahren wird daher das Verhalten geklebter Verbindungen unter Last untersucht und nach einer einheitlichen Möglichkeit zur Charakterisierung dieses Verhaltens gesucht. So befasst sich ein von MECKELBURG verfasstes Kapitel im von MATTING 1969 herausgegebenen Werk „*Metallkleben. Grundlagen Technologie Prüfung Verhalten Berechnung Anwendungen*“ [28] mit dem Langzeitverhalten von Metallklebverbindungen unter statischer Last. Er verweist hierin auf den Begriff der Zeitstandfestigkeit, der als Spannungswert definiert ist, „bei dem der Werkstoff bei einer bestimmten Temperatur und nach einer bestimmten Zeit bricht“ [29].

MECKELBURG beschreibt hierbei die Ermittlung der Zeitstandfestigkeiten geklebter Verbindungen aus Zeitstandversuchen, bei denen die Füge teilverschiebungen und dadurch die Kriechverformungen der Klebschicht unter statischer Last in einem Dauerprüfgerät gemessen werden [28]. Konstante Parameter bei dieser Prüfung sind die vorgegebene Prüftemperatur sowie die aufgebrauchte statische Last. Durch die Ermittlung der Zeitstandfestigkeiten ist es möglich eine Aussage darüber zu treffen, wie lange eine geklebte Verbindung im Mittel einer statischen Last standhält. Es ist demnach eine Lebensdauerprognose für eine geklebte Verbindung mit denselben Parametern möglich. Nachteilig bei der Ermittlung von Zeitstandfestigkeiten ist die unter Umständen sehr lange Prüfzeit bis ein Versagen der geklebten Verbindung einsetzt. Daher werden heutzutage zur Verkürzung der Prüfzeit häufig zeitraffende Prüfverfahren eingesetzt [30], um Aussagen über die Zuverlässigkeit von geklebten Verbindungen treffen zu können. In zeitraffenden Prüfverfahren (engl. AT für „Accelerated Tests“) werden die Testparameter verschärft [30], sodass sich die Zeit bis zum Versagen der geklebten Verbindung verkürzt. Die Verschärfung kann beispielsweise durch eine Erhöhung der Prüftemperatur oder der Belastungsintensität erzielt werden [30]. Nach statistischer Auswertung der Ergebnisse von zeitraffenden Prüfungen können anschließend Lebensdauerprognosen für die getesteten Bedingungen aufgestellt werden [30]. Eine sich daran anschließende Herausforderung besteht in der Extrapolation der unter Laborbedingungen erhaltenen Ergebnisse an reale, im Betrieb vorherrschende Bedingungen. Mathematische Modelle, die den Einfluss einer oder mehrerer Parameter auf die Lebensdauer einer geklebten Verbindung beschreiben, bieten hier einen Ansatzpunkt. Im nachfolgenden Kapitel wird daher auf Modelle zur Lebensdauervorhersage eingegangen, die den Stand der Technik widerspiegeln.

2.4. Etablierte Modelle zur Beschreibung der Alterungsprogression

Grundsätzlich wird zwischen zwei verschiedenen Arten mathematischer Modelle unterschieden: Modelle, die sich auf physikalisch-chemische Gesetzmäßigkeiten stützen und Modelle, die rein empirisch entwickelt wurden [30]. Modelle, die auf naturwissenschaftlichen Gesetzmäßigkeiten beruhen, können unter Umständen sehr komplex werden, da alle Einflüsse in Betracht gezogen werden müssen, die zum Versagen der Verbindung führen können. Kann allerdings eine für den Versagensprozess dominante Reaktion in der komplexen Wechselwirkung aller physikalisch-chemischen Reaktionen ausgemacht werden, bietet sich

die Möglichkeit zur Modellentwicklung auf Grundlage dieser dominanten Versagensreaktion an. Kann keine für den Versagensprozess dominante Reaktion identifiziert werden, verbleibt lediglich die Extrapolation mithilfe empirischer Modelle, die sich ausschließlich auf Versuchsergebnisse stützen. Nachteilig bei empirischen Modellen ist allerdings, dass Abweichungen der realen Bedingungen von den Laborbedingungen oft zu irreführenden Extrapolationen führen [30]. Um die Lebensdauerprognose von geklebten Verbindungen unter Laborbedingungen auf reale Einsatzbedingungen übertragen zu können, muss das entsprechende Modell zur Lebensdauerprognose eine Korrelation zwischen den Versagenszeiten unter Standardbedingungen und den unter verschärften Bedingungen beinhalten. Möglich ist dies durch den sogenannten Beschleunigungsfaktor AF (engl. für „Acceleration Factor“), der als das Verhältnis der Zeit bis zum Versagen (engl. „Time to Failure“) unter Einsatzbedingungen $TTF_{operation}$ zur Zeit bis zum Versagen unter verschärften Bedingungen $TTF_{acceleration}$ definiert ist [31]:

$$AF = \frac{TTF_{operation}}{TTF_{acceleration}} \quad (I)$$

Im Fall einer Zeitraffung gilt $AF > 1$. Bei $AF < 1$ läge kein zeitraffender, sondern ein zeitdehnender Effekt unter mildereren Testbedingungen als den Einsatzbedingungen vor. Entsprechend müsste die Zeit bis zum Versagen unter verschärften Bedingungen $TTF_{acceleration}$ durch die Zeit bis zum Versagen unter mildereren Bedingungen TTF_{mild} ersetzt werden. Im Folgenden werden bereits bekannte Modelle zur Beschreibung der Lebensdauer in Abhängigkeit von einer oder mehrerer Variablen betrachtet.

2.4.1. Modelle zur Beschreibung des Einflusses eines Faktors

a) Temperatur

Zu den häufigsten Methoden eine chemische Reaktion, worauf auch der Versagensmechanismus einer Klebverbindung beruht, zu beschleunigen, zählt die Temperaturerhöhung [30]. Als etabliertes empirisch entwickeltes Modell zur Beschreibung der Abhängigkeit der Reaktionsgeschwindigkeit von der Temperatur hat sich die von ARRHENIUS, OSTWALD und VAN'T HOFF Ende des 19. Jahrhunderts entwickelte ARRHENIUS-Gleichung etabliert [30], [32]:

$$k_{AR} = A \cdot \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad (II)$$

Hierbei bezeichnet k die Reaktionsgeschwindigkeitskonstante, E_a die Aktivierungsenergie und T die Temperatur der chemischen Reaktion. R bezeichnet die universelle Gaskonstante und A einen konstanten Frequenzfaktor. Bei einer einfachen einstufigen Reaktion quantifiziert E_a die minimale Energie, die notwendig ist, um im Fall einer exothermen Reaktion diese zu starten oder im Fall einer endothermen Reaktion diese zu unterhalten [30]. Deutlich schwieriger gestaltet sich die Definition von E_a , wenn ein mehrstufiger Prozess vorhanden ist und die Betrachtung nicht mehr auf eine Reaktion reduziert werden kann. Ziel ist es in solch einem Fall eine dominante Reaktion zu identifizieren, die die Geschwindigkeit des Gesamtprozesses bestimmt [30].

Der ARRHENIUS-Beschleunigungsfaktor AF_{AR} lässt sich aus Gleichung (II) mithilfe der Reaktionsgeschwindigkeitskonstanten unter Einsatzbedingungen $k_{operation}$ und der Reaktionsgeschwindigkeitskonstanten unter verschärften Bedingungen $k_{acceleration}$ wie folgt ableiten [30]:

$$AF_{AR} = \frac{k_{acceleration}}{k_{operation}} = \exp\left[\frac{E_a}{R} \cdot \left(\frac{1}{T_{operation}} - \frac{1}{T_{acceleration}}\right)\right] \quad (III)$$

Der ARRHENIUS-Beschleunigungsfaktor stellt dabei ein Maß für den zeitraffenden Effekt einer gegenüber der Einsatztemperatur $T_{operation}$ erhöhten Temperatur $T_{acceleration}$ dar.

EYRING nutzt die ARRHENIUS-Beziehung als Grundlage für seine physikalische Theorie zur Beschreibung des Temperatureinflusses auf die Reaktionsgeschwindigkeitskonstante [33], [34], die er mittels nachfolgender Formel charakterisiert.

$$k_{EY} = A \cdot T^m \cdot \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad (IV)$$

Der Exponent m ist eine empirisch ermittelte Konstante. Bei Anwendungen in der Literatur werden für m Werte zwischen 0 [35], 0,5 [36] und 1 [37] angenommen. Sofern m auf der Basis physikalischer Betrachtung genau bestimmt werden kann, kann die EYRING-Beziehung gegenüber der ARRHENIUS-Beziehung zu besseren Extrapolationen im niedrigen Belastungsbereich führen [30].

Analog zum Beschleunigungsfaktor nach ARRHENIUS ergibt sich für den Beschleunigungsfaktor nach EYRING folgende Formel:

$$AF_{EY} = \left(\frac{T_{acceleration}}{T_{operation}}\right)^m \cdot \exp\left[\frac{E_a}{R} \cdot \left(\frac{1}{T_{operation}} - \frac{1}{T_{acceleration}}\right)\right] \quad (V)$$

Es konnte numerisch gezeigt werden, dass der Beschleunigungsfaktor nach EYRING mit steigendem m monoton abnimmt [30]. Wenn $m > 0$ gilt, liefert das EYRING-Modell daher geringere Beschleunigungsfaktoren als das ARRHENIUS-Modells [30]. Ist $m < 0$ liefert das ARRHENIUS-Modell hingegen geringere Beschleunigungsfaktoren [30].

Weiterhin kann die COFFIN-MANSON-Beziehung zur Beschreibung des Temperatureinflusses auf die Alterungsbeständigkeit von geklebten Verbindungen herangezogen werden, die einer sich zyklisch ändernden Temperatur ausgesetzt sind. Im Gegensatz zu den zuvor beschriebenen Modellen nach ARRHENIUS und EYRING beschreibt die COFFIN-MANSON-Beziehung allerdings nicht den Einfluss der Temperatur auf die Reaktionsgeschwindigkeitskonstante einer Reaktion, sondern wie durch nachfolgende Formel beschrieben den Einfluss einer zyklisch auftretenden Temperaturänderung ΔT auf die Anzahl der Zyklen bis zum Bruch N_B [38]:

$$N_B = C_0 \cdot (\Delta T)^{-n} \quad (VI)$$

Bei C_0 handelt es sich um eine materialabhängige Konstante und bei dem Exponenten n um eine empirisch ermittelte Konstante.

Auch auf Basis der COFFIN-MANSON-Beziehung kann die Definition des entsprechenden Beschleunigungsfaktors durch nachfolgende Formel erfolgen [38]:

$$AF_{CM} = \frac{N_{operation}}{N_{acceleration}} = \left(\frac{\Delta T_{acceleration}}{\Delta T_{operation}}\right)^n \quad (VII)$$

b) Belastungshöhe

Schon im Jahr 1969 beschrieb Heinz MECKELBURG eine Vorgehensweise zur näherungsweise Bestimmung der Lebenserwartung von geklebten Verbindungen mithilfe von Zeitstandversuchen [28]. Experimentell ermittelt werden hierbei Standzeit und Kriechverformung bei unterschiedlichen statischen Dauerbelastungen [28]. Die Messung erfolgt bei mindestens drei Prüfhorizonten hoher Belastung bis zum Bruch der Probe [28]. Zudem wird die Messung auf einem niedrigeren Prüfhorizont bis zu einem Grenzwert der Kriechverformung durchgeführt,

d. h. ohne dass ein Bruch der Probe erzielt wird [28]. In einer doppellogarithmischen Auftragung der Kriechverformung in Abhängigkeit von der Standzeit kann der Verlauf der Wertepaare der einzelnen Prüfhorizonte durch eine Gerade approximiert werden [28]. Ebenso kann der Verlauf der Messpunkte bei Bruch der Verbindung durch eine Gerade angenähert werden [28]. Durch den Schnittpunkt der Gerade, welche die Wertepaare des niedrigen Prüfhorizonts approximiert, und der Gerade, die den Verlauf der Bruchkriechverformungen widerspiegelt, wird der Bruch des niedrigen Prüfhorizonts extrapoliert [28]. Dadurch sind direkt die Werte für den erwarteten Bruchzeitpunkt sowie die Bruchkriechverformung des niedrigen Prüfhorizonts graphisch bestimmbar. Diese Vorgehensweise der graphischen Extrapolation der Zeitstandfestigkeit eines niedrigen Prüfhorizonts (PH) auf Grundlage der Messung der Zeitstandfestigkeiten von mindestens drei deutlich höheren Prüfhorizonten ist in Abb. 2.3 demonstriert.

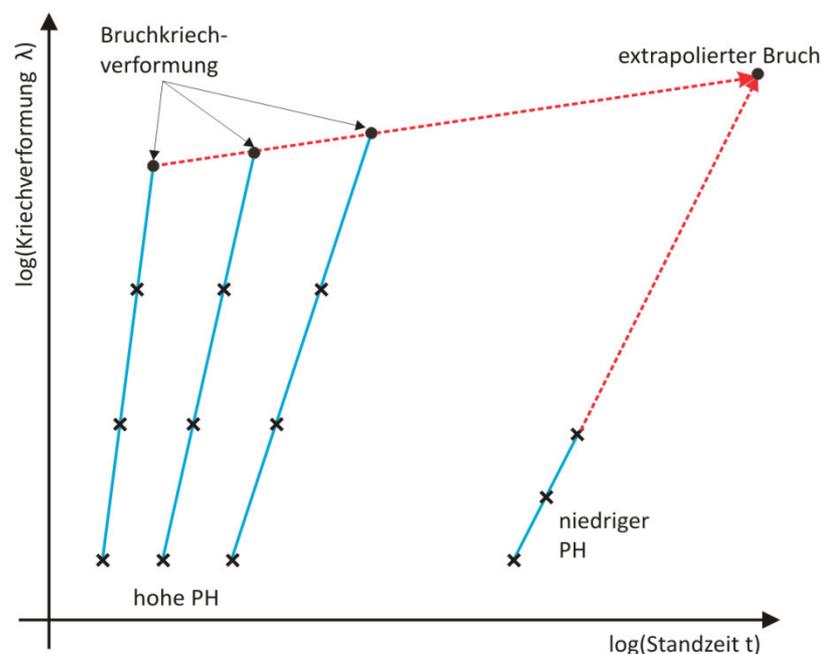


Abb. 2.3: Darstellung des graphischen Verfahrens zur Extrapolation der Zeitstandfestigkeit eines niedrigen Prüfhorizonts mithilfe der Messung der Zeitstandfestigkeiten von 3 wesentlich höheren Prüfhorizonten (in Anlehnung an [28]).

Hervorzuheben ist allerdings, dass die Anwendung dieses Verfahrens nur dann möglich ist, wenn die physikalischen Vorgänge in der Klebschicht bei konstanter Dauerlast bis zum Bruch stets alle sehr ähnlich ablaufen und die Extrapolation der Standzeit über mehrere Zehnerpotenzen möglich ist [28]. Neben dieser graphischen Vorgehensweise zur Bestimmung der Lebensdauer von geklebten Verbindung unter Belastung bietet das „Inverse Power Law“

einen mathematischen Zusammenhang, mit dessen Hilfe ein Beschleunigungsfaktor in Abhängigkeit von der Belastungshöhe definiert ist [39]:

$$AF_{IPL} = \left(\frac{F_{acceleration}}{F_{operation}} \right)^m \quad (VIII)$$

Hierbei beschreibt $F_{acceleration}$ die Belastungshöhe unter verschärften Prüfbedingungen, $F_{operation}$ die Belastungshöhe im Betrieb und m eine empirische Konstante.

c) Feuchtigkeit

Neben der Temperaturerhöhung bzw. der Intensivierung der Belastung eignet sich auch der Einsatz von Feuchtigkeit zur Erzielung eines zeitraffenden Effekts. Die zeitraffende Wirkung des Einflussfaktors Feuchtigkeit ist allerdings vergleichsweise gering, sodass zu deren Untersuchung eine Kombination mit einem weiteren, stärkeren zeitraffenden Effekt sinnvoll ist. In der Literatur haben sich daher zur Beschreibung des Feuchtigkeitseinflusses Modelle etabliert, die die zeitraffende Wirkung des Feuchtigkeitseinflusses mit anderen zeitraffenden Effekten beschreiben. Die Betrachtung der Feuchtigkeit wird somit im nachfolgenden Abschnitt zur Beschreibung des zeitraffenden Effekts mehrerer Parameter durchgeführt.

2.4.2. Modelle zur Beschreibung des Einflusses von mehreren Faktoren

Alle bisher betrachteten Modelle beschreiben nur den Einfluss eines Parameters auf den Alterungsprozess einer geklebten Verbindung. Häufig liegen jedoch viele Einflussgrößen vor, sodass Modelle, die mehrere Parameter berücksichtigen, von herausragendem Interesse sind. Es sind bereits kombinierte Modelle bekannt, die die Betrachtung von zwei Einflussgrößen zulassen. Eine etablierte Vorgehensweise zur Entwicklung von Modellen mit mehreren Einflussgrößen ist dabei die bereits bestehenden einparametrischen Modelle miteinander zu verknüpfen. Nachteilig an dieser empirischen Kombination der Modelle ist allerdings, dass das physikalische Grundgerüst zur Kombination der Einflussgrößen fehlt. Nichtsdestotrotz werden im Folgenden einige dieser kombinierten Modelle vorgestellt.

Das sog. verallgemeinerte EYRING-Modell erlaubt die Kombination zweier Einflussgrößen, wobei davon immer eine Einflussgröße die Temperatur darstellt [40]. Hierzu kann die ARRHENIUS-Beziehung mit einem zweiten Modell kombiniert werden. Etabliert hat sich beispielsweise die Kombination mit einem Modell zur Beschreibung des Feuchtigkeits-

einflusses. Hier kann zum einen die Kombination des den Temperatureinfluss charakterisierenden ARRHENIUS-Term mit einem den Feuchtigkeitseinfluss (relative Luftfeuchtigkeit) beschreibenden EYRING-Term erfolgen [39]:

$$AF_{AR,EY} = \exp\left[\frac{E_a}{R} \cdot \left(\frac{1}{T_{operation}} - \frac{1}{T_{acceleration}}\right) + \tau \cdot \left(\frac{1}{H_{operation}} - \frac{1}{H_{acceleration}}\right)\right] \quad (IX)$$

Hervorzuheben ist an dieser Stelle, dass E_a die Aktivierungsenergie der chemischen Reaktion bezüglich der Temperatur charakterisiert und τ die Aktivierungsenergie bezüglich der relativen Feuchtigkeit.

Weiterhin hat PECK ein Modell zur Beschreibung des Feuchtigkeits- und Temperatureinflusses aus Zeitstandversuchen abgeleitet, bei denen elektrolytische Korrosion zum Bauteilversagen geführt hat [41]. Ausgehend von seinen Versuchsergebnissen kann hierzu folgende Formel herangezogen werden, die neben dem Temperatur- und Feuchtigkeitseinfluss (Feuchtigkeit im Material) zusätzlich den Einfluss der angelegten elektrischen Spannung berücksichtigt [41]:

$$AF_{AR,P} = \left(\frac{H_{acceleration}}{H_{operation}}\right)^m \cdot \left(\frac{V_{acceleration}}{V_{operation}}\right)^a \cdot \exp\left[\frac{E_a}{R} \cdot \left(\frac{1}{T_{operation}} - \frac{1}{T_{acceleration}}\right)\right] \quad (X)$$

Hierbei bezeichnen m und a empirisch zu bestimmende Materialkonstanten, $V_{acceleration}$ die angelegte elektrische Spannung unter verschärften Bedingungen und $V_{operation}$ die angelegte elektrische Spannung unter Einsatzbedingungen. Findet keine Verschärfung der Bedingungen bezüglich der elektrisch angelegten Spannung statt, dann gilt $V_{operation} = V_{acceleration}$ und Formel (X) vereinfacht sich zu [42]:

$$AF_{AR,P} = \left(\frac{H_{acceleration}}{H_{operation}}\right)^m \cdot \exp\left[\frac{E_a}{R} \cdot \left(\frac{1}{T_{operation}} - \frac{1}{T_{acceleration}}\right)\right] \quad (XI)$$

Neben der Kombination des ARRHENIUS-Terms mit einem den Feuchtigkeitseinfluss charakterisierenden Term ist auch eine Kombination mit dem „Inverse Power Law“ - Term zur Beschreibung der Belastungshöhe als zweite Einflussgröße möglich. Der entsprechende Beschleunigungsfaktor kann demnach wie folgt beschrieben werden [39]:

$$AF_{AR,IPL} = \left(\frac{F_{acceleration}}{F_{operation}}\right)^c \cdot \exp\left[\frac{E_a}{R} \cdot \left(\frac{1}{T_{operation}} - \frac{1}{T_{acceleration}}\right)\right] \quad (XII)$$

2.5. Statistische Versuchsauswertung

Die Zuverlässigkeit geklebter Verbindungen im Einsatz unterliegt statistischen Verteilungen. Ebenso verhält es sich mit den in dieser Arbeit durchgeführten Laborprüfungen, die als Grundlage zur Beurteilung des Sicherheitsniveaus geklebter Verbindungen unter Einsatzbedingungen herangezogen werden. Folglich ist eine statistische Auswertung der in dieser Arbeit erstellten Ergebnisse essenziell. Im Folgenden wird auf die statistischen Grundlagen zur Berechnung des Sicherheitsniveaus einer geklebten Verbindung eingegangen.

Mit dem Ziel eine Aussage über die Größe der zufälligen Messabweichung (Zufallsfehler) treffen zu können, wird innerhalb von Versuchsreihen eine Messgröße mehrmals unter gleichen Bedingungen gemessen [43]. In der Versuchsreihe werden folglich verschiedene Einzelwerte gemessen, die ein streuendes Merkmal darstellen [44]. Die Einzelwerte werden daher auch als Merkmalswerte bezeichnet [45]. Um diese statistisch zu beschreiben und übersichtlich darzustellen eignet sich eine sogenannte Häufigkeitsverteilung, die graphisch in einem Histogramm dargestellt wird [43], [45]. Mit ihrer Hilfe werden die Einzelwerte nach steigender Größe geordnet und dann in Klassen definierter Breite aufgeteilt [43]. Jede Klasse beinhaltet dann eine bestimmte Anzahl an Messwerten, wodurch ersichtlich ist, wie häufig die jeweiligen Messwerte einer Klasse während der Versuchsreihe vorkommen [45] und welcher Abweichung vom Maximum sie unterliegen [46]. Eine exemplarische Darstellung einer Häufigkeitsverteilung in Form eines Histogramms für verschiedene Klassen definierter Klassenbreite ist in Abb. 2.4 dargestellt.

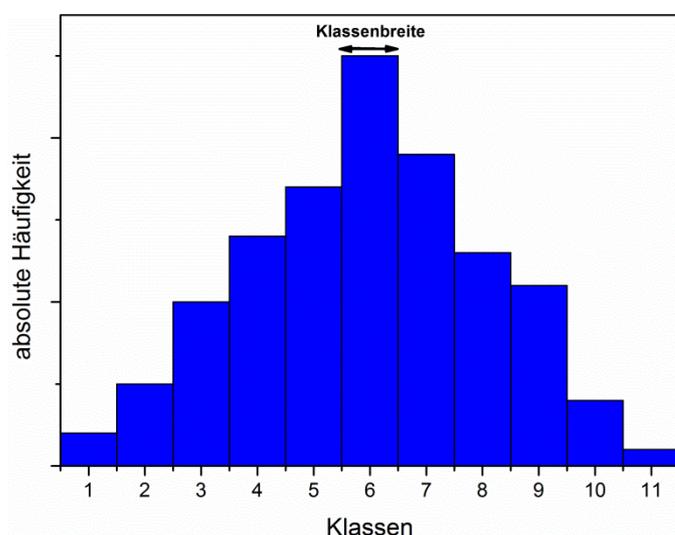


Abb. 2.4: Histogramm zur Darstellung der Häufigkeitsverteilung von 11 Messwertklassen.

Wird die Anzahl der Messungen bei gleichzeitiger Verkleinerung der Klassenbreite erhöht, dann verringert sich die Säulenbreite und die Auflösung steigt [43]. Im Grenzfall unendlich vieler Messungen geht die Häufigkeitsverteilung in eine kontinuierliche Verteilung über, die durch eine Dichtefunktion $f(x)$ beschrieben werden kann [43].

a) Normalverteilung

Zur Beschreibung der Streuung wird häufig die Normalverteilung nach GAUß verwendet, die durch folgende Dichtefunktion beschrieben wird [43]:

$$f(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \cdot \sigma_{Gau\beta}} \cdot \exp\left[-\frac{1}{2} \cdot \left(\frac{x - \mu_{Gau\beta}}{\sigma_{Gau\beta}}\right)^2\right] \quad (XIII)$$

Hierbei bezeichnet $\sigma_{Gau\beta}$ die Standardabweichung und $\mu_{Gau\beta}$ den Erwartungswert der Funktion. Die GAUß'sche Dichtefunktion ist schematisch in Abb. 2.5 inklusive der Bedeutung der Kennzahlen $\mu_{Gau\beta}$ und $\sigma_{Gau\beta}$ für die Dichtefunktion dargestellt.

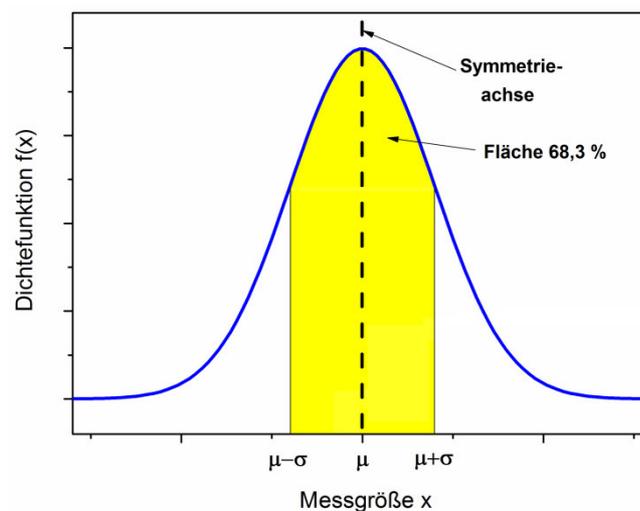


Abb. 2.5: GAUß'sche Dichtefunktion (schematisch) und Bedeutung der Kennzahlen Erwartungswert $\mu_{Gau\beta}$ und Standardabweichung $\sigma_{Gau\beta}$ für die Dichtefunktion (in Anlehnung an [43]).

Die zwei grundlegenden Charakteristika der GAUß'schen Normalverteilung sind [43]:

- (1) Es ist eine symmetrische Verteilung der Messwerte um das Maximum gegeben.
- (2) Je stärker ein Messwert vom Maximum abweicht, desto geringer ist seine Häufigkeit.

Der Verlauf der Dichtefunktion ähnelt stark der Optik einer Glocke, weswegen die Bezeichnung der GAUß'schen Glockenkurve für die Kurvenform geläufig ist [43]. Der maximale Wert der Dichtefunktion f_{max} beträgt $\frac{1}{\sigma_{Gau\beta} \cdot \sqrt{2\pi}}$ und wird an der Stelle $x_{max} = \mu_{Gau\beta}$ erreicht

[43]. Die Kennzahl $\mu_{Gau\beta}$ charakterisiert demnach die Lage des Maximums der Dichtefunktion, wohingegen $\sigma_{Gau\beta}$ die Höhe und Breite der Dichtefunktion charakterisiert [43]. Nach Normierung der Dichtefunktion $f(x)$ entspricht die Fläche unter der Kurve innerhalb vorgegebener Grenzen der Wahrscheinlichkeit des Auftretens der Messwerte in diesen Grenzen. Die gesamte Fläche unter der Kurve hat den Wert beträgt 1 [43]. In der Wahrscheinlichkeitstheorie entspricht das einem sog. sicheren Ereignis [47], d. h. die Wahrscheinlichkeit des Auftretens der Messgrößen beträgt bei Betrachtung der gesamten GAUß'schen Dichtefunktion 100 Prozent. Mit der GAUß'schen Dichtefunktion ist es demnach möglich, relative Häufigkeiten einzelner Messwerte zu berechnen und graphisch dazustellen. Ist allerdings die relative Häufigkeit von Messwertintervallen von Interesse, findet eine andere Funktion Anwendung: die sog. Summenhäufigkeitsfunktion $F(x)$. Diese stellt die aufsummierte Auftretenswahrscheinlichkeit bis zu einem Merkmalswert x_i dar und geht wie folgt aus der Dichtefunktion durch Integration von $-\infty$ bis zum Merkmalswert x_i hervor [48]:

$$F(x) = \int_{-\infty}^{x_i} f(x) dx = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \cdot \sigma_{Gau\beta}} \cdot \int_{-\infty}^{x_i} \exp\left[-\frac{1}{2} \cdot \left(\frac{x - \mu_{Gau\beta}}{\sigma_{Gau\beta}}\right)^2\right] dx \quad (XIV)$$

Die Summenhäufigkeitsfunktion $F(x)$ gibt demnach zu jedem Merkmalswert x_i die relative Häufigkeit der Merkmalswerte an, die kleiner oder gleich x_i sind [49]. Für die Auftretenswahrscheinlichkeit P_{x_i} eines Ereignisses in den Grenzen von $-\infty$ bis zu dem Merkmalswert x_i (z. B. das Versagen einer geklebten Verbindung) gilt daher:

$$P_{x_i} = F(x) \quad (XV)$$

Der Verlauf einer GAUß'schen Summenhäufigkeitsfunktion ist in Abb. 2.6 dargestellt.

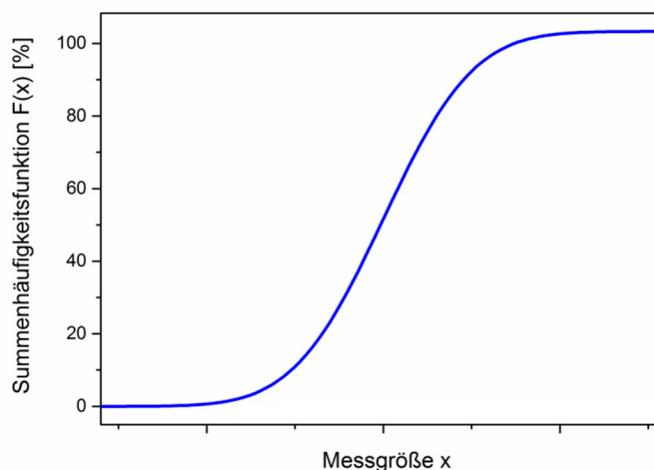


Abb. 2.6: GAUß'sche Summenhäufigkeitsfunktion (schematisch).

b) WEIBULL-Verteilung

Eine gleichmäßige Verteilung der Messwerte, wie sie durch die Normalverteilung gegeben ist, ist nicht für alle realen Experimente gegeben [50]. Messwerte, die der Normalverteilung folgen und um den Betrag der Standardabweichung $\sigma_{Gau\beta}$ größer oder kleiner sind als der Erwartungswert $\mu_{Gau\beta}$, sind gleich wahrscheinlich. Dieses Verhalten ist bei Ermüdungsprozessen, bei denen eine Schadensentwicklung während der Belastung erfolgt, wie sie auch den Prüfungen in dieser Arbeit zum Versagensverhalten der geklebten Verbindungen vorliegt, nicht gegeben [50]. Insbesondere für große und kleine Versagenswahrscheinlichkeiten ergeben sich hier vergleichsweise große Abweichungen von der Normalverteilung [50]. Für eine bessere Beschreibung der Verteilung der Messwerte hat sich die sog. WEIBULL-Verteilung etabliert [50]. Im Gegensatz zur Dichtefunktion nach GAUß besitzt die Dichtefunktion nach WEIBULL keine Achsensymmetrie und wird gemäß folgender Formel charakterisiert [51], [52]:

$$f(x) = \frac{b}{T} \cdot \left(\frac{x}{T}\right)^{b-1} \cdot \exp\left(-\left(\frac{x}{T}\right)^b\right) \quad (XVI)$$

Hierbei bezeichnet $T (> 0)$ den Skalenparameter und $b (> 0)$ den Formparameter der Dichtefunktion [51]. Der Skalenparameter T repräsentiert den Wert, bei dem 63,2 % der getesteten Proben versagen [52], [53]. Er wird bei Untersuchungen des Versagensverhaltens daher auch als charakteristische Lebensdauer bezeichnet [53]. Der Formparameter b beschreibt die Streuung der Messgröße, beeinflusst alleine die Form der Dichtefunktion [51] und charakterisiert die Zuverlässigkeit der Funktion [50]. Dabei gilt folgende Tendenz: Je größer der Formparameter b , desto geringer ist die Streuung der Messwerte und desto höher ist die Zuverlässigkeit [50]. In Abb. 2.7 ist der Verlauf je einer beispielhaften Dichtefunktion nach GAUß und nach WEIBULL gegenübergestellt.

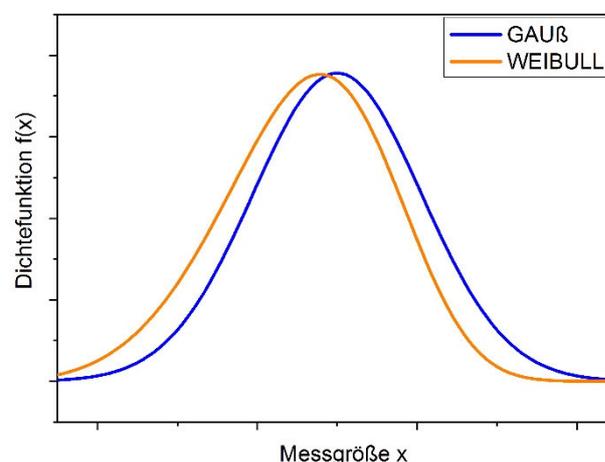


Abb. 2.7: Schematischer Vergleich je einer beispielhaften Dichtefunktionen nach GAUß bzw. nach WEIBULL.

Der Erwartungswert der WEIBULL-Verteilung μ_{Weib} sowie die Varianz der WEIBULL-Verteilung σ_{Weib}^2 sind in den Gleichungen (XVII) und (XVIII) dargestellt [54], [55].

$$\mu_{Weib} = T \cdot \Gamma\left(1 + \frac{1}{b}\right) \quad (XVII)$$

$$\sigma_{Weib}^2 = T^2 \cdot \left[\Gamma\left(1 + \frac{2}{b}\right) - \left(\Gamma\left(1 + \frac{1}{b}\right)\right)^2 \right] \quad (XVIII)$$

Hierbei bezeichnet $\Gamma(x)$ die Eulersche Gammafunktion, welche für komplexe Zahlen mit einem Realteil größer 0 folgendermaßen über ein uneigentliches Integral abgebildet werden kann [56]:

$$\Gamma(x) = \int_0^{\infty} t^{x-1} \cdot \exp(-t) dt \quad (XIX)$$

Die Summenhäufigkeitsfunktion der WEIBULL-Verteilung ergibt sich aus der Integration der WEIBULL-Dichtefunktion und wird durch nachfolgende Formel beschrieben [52]:

$$F(x) = P_{x_i}(x) = 1 - \exp\left(-\left(\frac{x}{T}\right)^b\right) \quad (XX)$$

In Abb. 2.8 ist der Einfluss des Formparameters b auf die WEIBULL-Dichtefunktion (links) sowie die aus den Dichtefunktionen abgeleiteten Summenhäufigkeitsfunktionen (rechts) bei identischen Werten für den Skalenparameter T veranschaulicht.

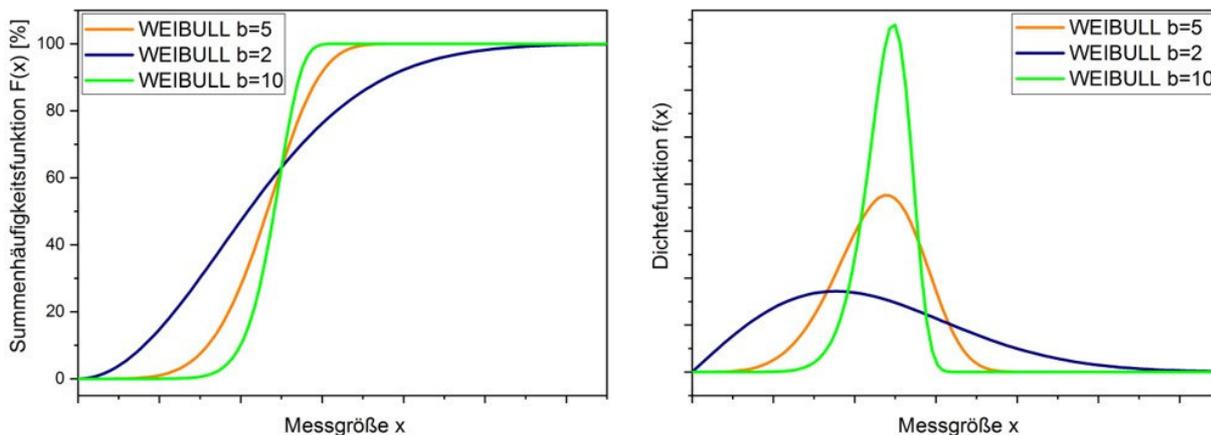


Abb. 2.8: Einfluss des Formparameters b auf die WEIBULL-Dichtefunktion (links) sowie die Summenhäufigkeitsfunktion (rechts) bei identischen Werten für den Skalenparameter T .

Unter der Annahme, dass die Versagenswahrscheinlichkeit P_V einer geklebten Verbindung in Abhängigkeit von der Beanspruchungsdauer t durch eine WEIBULL-Verteilung beschrieben werden kann, konkretisiert sich Gleichung (XVII) zu:

$$P_V(t) = 1 - \exp\left(-\left(\frac{t}{T}\right)^b\right) \quad (XXI)$$

Zur Überprüfung, ob tatsächlich eine WEIBULL-Verteilung für die entsprechende Problemstellung vorliegt, bietet sich die graphische Darstellung der Verteilung in einem sog. WEIBULL-Netz an [57]. Hierfür wird der Term $\frac{1}{1-P_V}$ gebildet und zweimal mit dem natürlichen Logarithmus logarithmiert, wodurch sich folgende Gleichung ergibt [58]:

$$\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-P_V(t)}\right)\right) = b \cdot \ln(t) - b \cdot \ln(T) \quad (XXII)$$

Demnach liegt eine lineare Beziehung zwischen $\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-P_V(t)}\right)\right)$ und $\ln(t)$ vor. Diese kann in einem Diagramm mit doppelt-logarithmisch unterteilter y-Achse ($y = \ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-P_V(t)}\right)\right)$) und einfach logarithmisch unterteilter x-Achse ($x = \ln(t)$), dem WEIBULL-Netz, als Gerade dargestellt werden [58]. Durch Auftragung der entsprechenden Messdaten im WEIBULL-Netz kann so für jedes Problem beurteilt werden, ob eine WEIBULL-Verteilung vorliegt oder ob diese Annahme zur Verteilung verworfen werden muss. Liegt eine WEIBULL-Verteilung vor, können die Messwerte immer durch eine Gerade angenähert werden. In Abb. 2.9 ist exemplarisch eine entsprechende Auftragung der WEIBULL-Verteilungen aus Abb. 2.8 erfolgt.

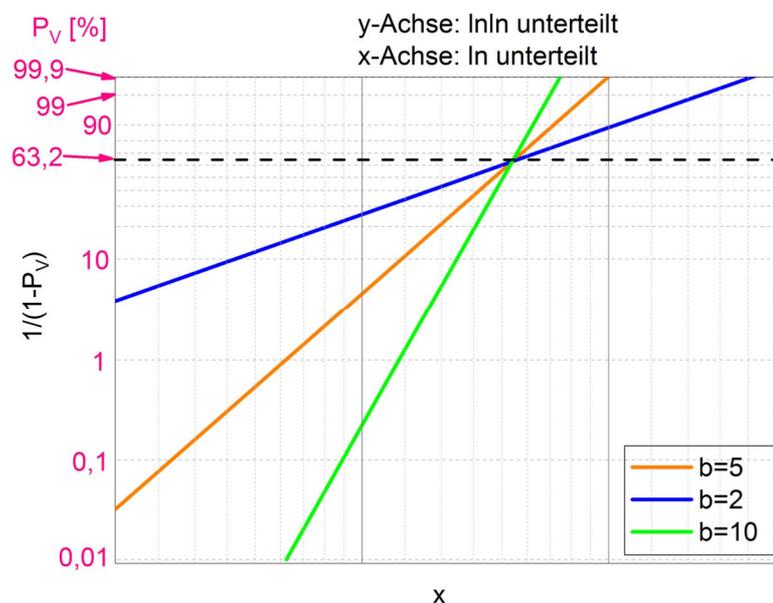


Abb. 2.9: Auftragung der WEIBULL-Verteilungen aus Abb 2.8 im WEIBULL-Netz (variabler Formparameter b). Zur Verdeutlichung, welcher Versagenswahrscheinlichkeit P_V die Auftragung auf der y-Achse entspricht, sind diese zusätzlich der y-Achse zugeordnet.

Die in Abb. 2.9 dargestellten WEIBULL-Verteilungen besitzen einen identischen Skalenparameter T , aber einen unterschiedlichen Formparameter b . Das unterschiedliche Steigungsverhalten der Geraden lässt sich auf den unterschiedlichen Formparameter b zurückführen, der mit der Steigung der Geraden gleichzusetzen ist. Der Skalenparameter T hingegen entspricht der Zeit, bei der eine Versagenswahrscheinlichkeit P_V von 63,2 % vorliegt [59], denn bei $t = T$ gilt:

$$P_V(t = T) = 1 - \exp\left(-\left(\frac{T}{T}\right)^b\right) \approx 0,632 \quad (XXIII)$$

Dieser Zeitpunkt wird auch als charakteristische Lebensdauer bezeichnet und kann als eine Art Mittelwert der WEIBULL-Verteilung angesehen werden [60]. Eine Erhöhung der charakteristischen Lebensdauer lässt sich daher insgesamt als eine Verschiebung des Ausfallverhaltens zu längeren Ausfallzeiten interpretieren [60]. Da die Skalenparameter und damit auch die charakteristischen Lebensdauern für die in Abb. 2.9 dargestellten WEIBULL-Verteilungen identisch gewählt sind, schneiden sich die Geraden im WEIBULL-Netz bei dem Funktionswert, der einer Versagenswahrscheinlichkeit von 63,2 % entspricht. Mithilfe des WEIBULL-Netzes ist es folglich möglich, Aussagen über eine bestimmte zeitabhängige Versagenswahrscheinlichkeit von Bauteilen sowie deren charakteristischer Lebensdauer zu treffen [61].

c) Transformationen von nicht-normalverteilten Versuchsdaten

Sind die erhaltenen Häufigkeitsverteilungen nicht normalverteilt und können sie nicht durch die WEIBULL-Verteilung beschrieben werden, gibt es noch die Möglichkeit den nicht normalverteilten Datensatz mithilfe von mathematischen Operationen in einen annähernd normalverteilten Datensatz zu überführen. Hierzu gibt es eine Vielzahl von möglichen Transformationen. Häufig verwendet werden beispielsweise die Wurzeltransformation, die logarithmische sowie die reziproke Transformation. Allerdings ist anhand des vorliegenden Datensatzes oft nicht erkennbar, welche mathematische Operation zur Überführung des Datensatzes in einen annähernd normalverteilten Datensatz notwendig ist. Um dieses Problem zu lösen haben BOX und COX 1964 die sog. BOX-COX-Transformation entwickelt, mit deren Hilfe es möglich ist, die benötigte mathematische Operation zu identifizieren. Dabei wird ein geeigneter Transformationsparameters λ gesucht, mithilfe dessen der jeweils transformierte Wert des Datensatzes y' gemäß Formel (XXIV) berechnet werden kann [62], [63]:

$$y' = \begin{cases} \frac{y^\lambda - 1}{\lambda} & \text{für } \lambda \neq 0 \\ \log(\lambda) & \text{für } \lambda = 0 \end{cases} \quad (XXIV)$$

Zur Bestimmung des geeigneten Transformationsparameters λ wird dabei wie folgt vorgegangen: λ wird über ein bestimmtes Wertintervall variiert, die Regression mit den jeweiligen Werten durchgeführt und hierzu die Residuen ermittelt [63]. Ein Residuum bezeichnet hierbei die Abweichung zwischen der Beobachtung, d. h. des gemessenen Wertes im ursprünglichen Datensatz, und des geschätzten Erwartungswerts, der mithilfe des Transformationsparameters λ ermittelt wird [64]. Ziel ist es, möglichst kleine Residuen zu erhalten, da das Regressionsmodell in diesem Fall die Messdaten am besten beschreibt. Den optimalen Wert für λ berechnen BOX und COX mithilfe der sog. *Maximum-likelihood*-Funktion [63]. Dieser Ansatz nimmt den Wert als Schätzwert, der die Wahrscheinlichkeit für den beobachteten Messwert maximiert [65]. Da die Herleitung dieser Funktion komplex ist und heutzutage nahezu alle Statistikprogramme über eine Methodik verfügen den Transformationsparameter λ zu berechnen, wird hier auf eine Herleitung der Funktion verzichtet.

2.6. Bewertung der Sicherheit lasttragender Verbindungen

Sicherheit stellt ein ureigenes, zentrales Bedürfnis der Bevölkerung dar, deren Schutz in Europa in der europäischen Menschenrechtskonvention sowie in Deutschland zusätzlich im Grundgesetz durch Bekennung zu den Menschenrechten verankert ist [66], [67]. Neben Schutz vor Krieg, Terrorismus und Kriminalität hat in Europa auch die Sicherheit in vielen anderen Bereichen des alltäglichen Lebens einen hohen Stellenwert. So wurden in europäischen Richtlinien neben z. B. dem Verbraucherschutz auch einheitliche Regeln für die Bemessung im Bauwesen (Eurocodes) festgelegt, um die Sicherheit der Bevölkerung zu gewährleisten [68], [69]. Ein zentraler Bestandteil bei der Umsetzung dieser Richtlinien besteht dabei stets im Nachweis der darin geforderten Sicherheit. Zur Beschreibung des Sicherheitsniveaus lasttragender Verbindungen im Bauwesen werden die Versagenswahrscheinlichkeit bzw. der Sicherheitsindex verwendet. Die Definition dieser beiden Größen sowie deren Korrelation werden in den nachfolgenden Kapiteln dargestellt.

2.6.1. Versagenswahrscheinlichkeit

Die Tragfähigkeit geklebter Verbindungen ist von einer Vielzahl an Einflussgrößen abhängig, die sich je nach Anwendungsfall in Art und Größe der Einflüsse unterscheiden. Um die Sicherheit in Anwendungen des konstruktiven Ingenieurbaus bewerten zu können, hat sich die Kalkulation der Versagenswahrscheinlichkeit etabliert [70]. Diese bezeichnet die Wahrscheinlichkeit, dass ein Bauteil in einem definierten Zeitraum einen definierten Grenzzustand erreicht, wodurch ein Versagenszustand eintritt [71]. Für den Grenzfall der idealen, theoretisch anzustrebenden Versagenswahrscheinlichkeit $P_{V,ideal}$ gilt

$$P_{V,ideal} = 0, \quad (XXV)$$

d. h. das Bauteil hält unter allen Bedingungen zu allen Zeiten den Belastungen stand [70]. In der Realität lässt sich dieser Grenzfall allerdings nicht realisieren. Grund hierfür ist die begrenzte, zur Verfügung stehende Auswahl an Materialien und Methoden [70].

a) Betrachtung der Versagenswahrscheinlichkeit im zweidimensionalen Raum

Die nachfolgenden Betrachtungen beruhen auf der Annahme, dass sowohl für den Widerstand des Bauteils als auch für die Bauteilbeanspruchung eine Normalverteilung vorliegt. Die Betrachtungen sind aber prinzipiell auch auf andere Verteilungen anwendbar, die im Anschluss an dieses Kapitel folgen. Die Dichtefunktionen für Bauteilwiderstand sowie die Bauteilbeanspruchung werden durch entsprechende, unterschiedliche GAUß-Verteilungen beschrieben [72]. Zur Verdeutlichung sind in Abb. 2.10 exemplarisch je eine Dichtefunktion für den Bauteilwiderstand sowie die Bauteilbeanspruchung dargestellt. Je nach Anwendungsfall kann es zu einer mehr oder weniger stark ausgeprägten Überlappung der beiden Dichtefunktionen kommen. Die Fläche, die von beiden Dichtefunktionen eingeschlossen wird, charakterisiert hierbei die Versagenswahrscheinlichkeit des Bauteils [72].

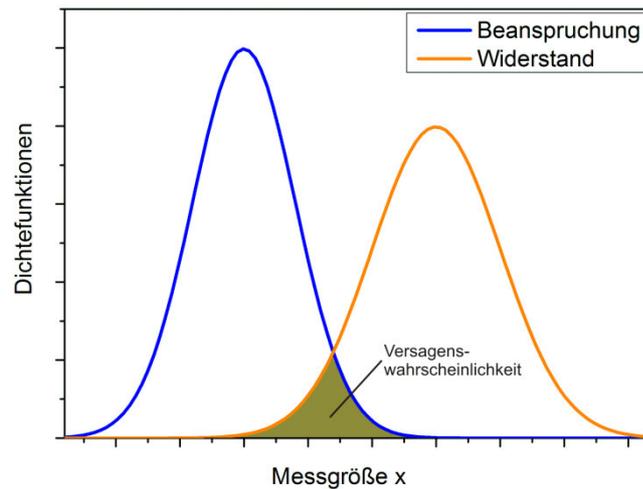


Abb. 2.10: Dichtefunktionen der Bauteilbeanspruchung und des Bauteilwiderstandes (schematisch, in Anlehnung an [72], [73]). Die farbig hervorgehobene Fläche charakterisiert die Versagenswahrscheinlichkeit.

Der Abstand zwischen der Belastungs- und der Widerstandsfunktion wird hierbei als sog. Sicherheitszone bezeichnet [72]. Bezugnehmend auf die jeweiligen Erwartungswerte der Belastungsfunktion μ_B sowie der Widerstandsfunktion μ_W wird die zentrale Sicherheitszone definiert, deren Erwartungswert μ_Z wie folgt definiert ist [72]:

$$\mu_Z = \mu_B - \mu_W \quad (XXVI)$$

Da die Dichtefunktionen für Beanspruchung und Widerstand voneinander unabhängig und normalverteilt sind, ist die Dichtefunktion der Sicherheitszone ebenfalls normalverteilt [72]. Die grundlegenden Charakteristika dieser Dichtefunktion sind in Abb. 2.11 dargestellt. Die Versagenswahrscheinlichkeit P_V lässt sich unter der Annahme, dass sich der Erwartungswert μ_Z als β -fache Standardabweichung σ_Z ergibt, aus Integration der Dichtefunktion in den Grenzen von $-\infty$ bis 0 gemäß wie folgt berechnen:

$$P_V = \int_{-\infty}^0 f_Z(x) dx \quad (XXVII)$$

Die Versagenswahrscheinlichkeit entspricht demnach der Summenhäufigkeitsfunktion in den Grenzen von $-\infty$ bis 0. Hervorzuheben ist, dass P_V von dem Faktor β abhängig ist [72]. Aufgrund der herausragenden Bedeutung des Faktors β für die Versagenswahrscheinlichkeit wird dieser auch als Sicherheitsindex bezeichnet [72].

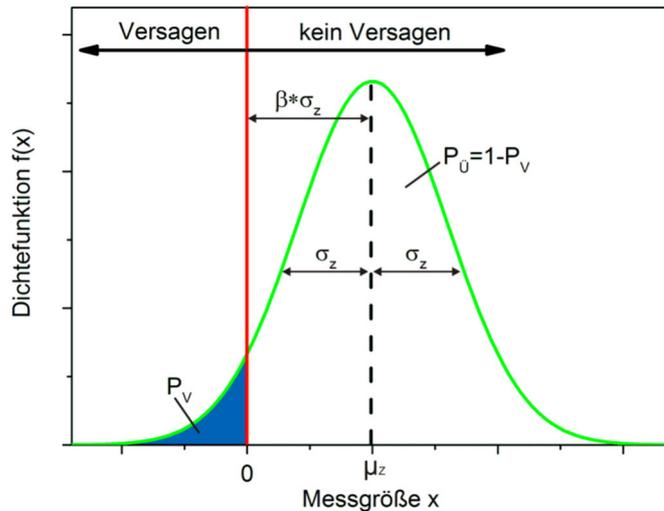


Abb. 2.11: Dichtefunktion der Sicherheitszone mit charakteristischen Größen (in Anlehnung an [72]).

Bei gleichen Werten für den Sicherheitsindex β werden gleiche Versagenswahrscheinlichkeiten erreicht [72]. Ziel ist es daher durch geeignete Wahl des Wertes für β die Versagenswahrscheinlichkeit zu minimieren [72]. Bei Kenntnis des Sicherheitsindex β sowie der dazu gehörigen Versagenswahrscheinlichkeit P_V lässt sich die Differenz von definierten Quantilwerten der Belastung und des Widerstands als Sicherheitsfaktor γ deuten [72], [73]. Unter Vernachlässigung der Streuungen von Belastung und Widerstand entspricht γ dem globalen Sicherheitsfaktor [72]. Werden sie hingegen berücksichtigt erfolgt eine Aufspaltung von γ in die entsprechenden Teilsicherheitsfaktoren γ_B und γ_W [72]. Abb. 2.12 verdeutlicht die Definition des globalen Sicherheitsfaktors γ sowie der Teilsicherheitsfaktoren γ_B und γ_W auf Basis von festgelegten Quantilwerten für die Belastung B_Q und den Widerstand W_Q .

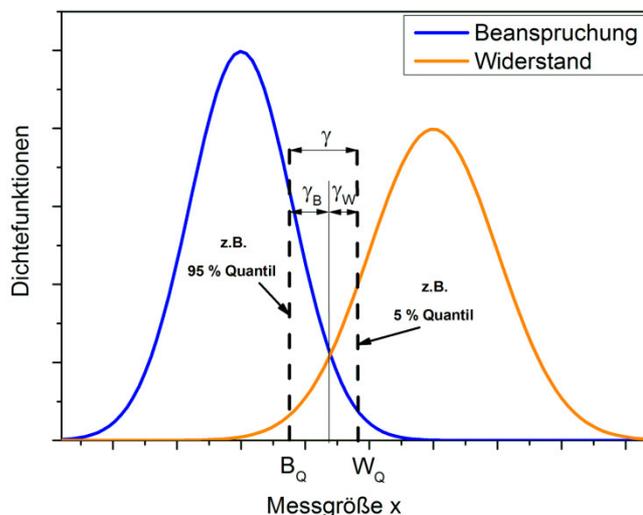


Abb. 2.12: Definition des globalen Sicherheitsfaktors γ sowie der Teilsicherheitsfaktoren γ_B, γ_W (in Anlehnung an [72]).

Zur Verdeutlichung, wie die Aufteilung in Versagens- und Überlebenswahrscheinlichkeit aus den entsprechenden Dichtefunktionen der Einwirkung bzw. des Widerstands hervorgeht, bietet sich nachfolgende Betrachtungsweise an: Der zweidimensionale Raum wird durch eine Versagensbedingung g in zwei Bereiche aufgeteilt: Einen Versagensbereich, in dem $g \leq 0$ gilt und einem Überlebensbereich, in dem $g > 0$ gilt [74]. Für den Fall $g = 0$ liegt der sog. Grenzzustand vor, bei dessen Erreichen erstmalig der Versagensfall einsetzt. Die Versagensbedingung, die auch als Grenzzustandsgleichung bezeichnet wird, lässt sich hierbei als Differenz zwischen den Zufallsgrößen des Bauteilwiderstands w und denen der Bauteileinwirkungen e wie folgt beschreiben [75]:

$$g = w - e \quad (XXVIII)$$

Aus Abb. 2.11 geht diese auf der Grenzzustandsgleichung beruhende Aufteilung des zweidimensionalen Raums in einen Versagensbereich und einen Überlebensbereich bereits hervor. In Abb. 2.13 ist dargestellt, wie diese Aufteilung aus den entsprechenden Dichtefunktionen der Basisvariablen hervorgeht. Die zweidimensionale Verteilungsdichte ist in Form einer Höhenschnittliniendarstellung aufgetragen, die aus den Dichtefunktionen des Widerstands $f_1(x_1)$ und der Einwirkung $f_2(x_2)$ hervorgeht. Die Grenzzustandsfunktion $g_1(x_1, x_2)$ teilt die zweidimensionale Verteilungsdichte in Versagens- und Überlebensbereich auf.

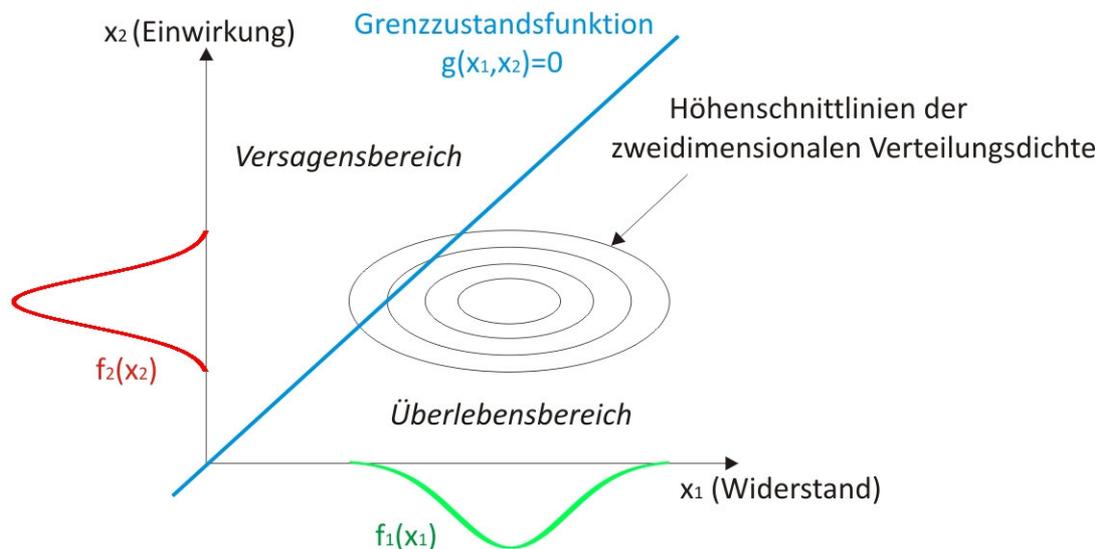


Abb. 2.13: Schematische Darstellung der Aufteilung in Versagens- und Überlebensbereich, die aus den Dichtefunktionen für den Widerstand $f_1(x_1)$ und die Einwirkung $f_2(x_2)$ hervorgeht (in Anlehnung an [74]).

Bei der Betrachtung von Bauteilwiderstand und Bauteilbeanspruchung sowie der Festlegung der Versagensbedingung müssen zusätzlich stets die äußeren Einflussfaktoren berücksichtigt

werden. Beeinflussen äußere Faktoren wie beispielsweise Temperatur und Feuchtigkeit ein Bauteil, so kann sich das Verhalten des Bauteils verändern. In diesem Fall kann sich sowohl der Erwartungswert sowie die Streuung verändern. Die Dichtefunktion des Bauteilwiderstands kann sich also durch die Veränderung im Erwartungswert einerseits verschieben als auch durch Veränderung der Streuung sich in der Breite ändern. In Abb. 2.14 ist dieser Zusammenhang schematisch für ein gealtertes Bauteil dargestellt, dessen Erwartungswert für den Bauteilwiderstand sich nach der Alterungsexposition verringert hat und eine größere Streuung aufweist. Tritt eine Veränderung der Dichtefunktion für den Bauteilwiderstand ein, hat dies auch eine andere Versagenswahrscheinlichkeit zur Folge, da sich die eingeschlossene Fläche zwischen den Dichtefunktionen und dadurch die Versagenswahrscheinlichkeit verändert. Die Kenntnis der Auswirkungen von äußeren Einflussfaktoren auf das Bauteil ist folglich essenziell für die Beurteilung der Sicherheit von Bauteilen. Dies macht häufig eine Modellierung der Abhängigkeit des Bauteilwiderstands von äußeren Einflüssen notwendig.

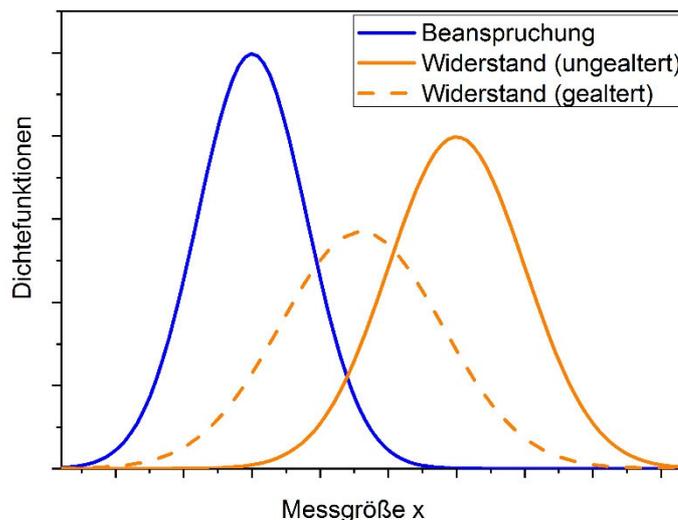


Abb. 2.14: Schematische Dichtefunktionen der Bauteilbeanspruchung und des Bauteilwiderstandes im ungealterten bzw. im gealterten Zustand.

b) Betrachtung der Versagenswahrscheinlichkeit im n-dimensionalen Raum

Liegen nicht nur zwei, sondern mehrere Zufallsgrößen vor, die das Versagen eines Bauteils charakterisieren, müssen die Betrachtungen aus a) entsprechend angepasst werden. Der Grundgedanke des Vorgehens zur Berechnung der Versagenswahrscheinlichkeit bleibt der gleiche. Jede der n Zufallsgrößen ist durch eine eigene Dichtefunktion im n -dimensionalen Raum beschrieben. Die Dichtefunktionen müssen nicht normalverteilt sein, wie in a) der Einfachheit halber angenommen. Auch der n -dimensionale Raum wird durch eine von n

Basisvariablen abhängige Versagensbedingung g analog zum zweidimensionalen Fall in einen Versagens- und einen Überlebensbereich aufgeteilt. Analog zu Gleichung (XXIV) kann die Versagenswahrscheinlichkeit im n -dimensionalen Raum wie folgt berechnet werden [74]:

$$P_V = \int_{g \leq 0} \dots \int f_1(x_1) f_2(x_2) \dots f_n(x_n) dx_1 dx_2 \dots dx_n \quad (XXIX)$$

Für reale Anwendungen sind die Dichtefunktionen in der Regel zu komplex, um eine geschlossene Integration durchzuführen [74]. Nur in Ausnahmefällen, wenn z. B. für alle Dichtefunktionen eine Normalverteilung vorliegt und g eine lineare Funktion der Zufallsvariablen darstellt, ist dies möglich [74]. In allen anderen Fällen muss auf numerische Integrationsverfahren zurückgegriffen werden. Bei einer numerischen Integration im n -dimensionalen Raum steigt der Rechenaufwand allerdings näherungsweise mit der n -ten Potenz an, weswegen zur Berechnung der Versagenswahrscheinlichkeit im n -dimensionalen Raum häufig Näherungsverfahren zum Einsatz kommen [74]. Als etablierte Näherungsverfahren sind hier beispielsweise die Momentenmethode und die Monte-Carlo-Methode zu nennen, auf deren genaue Beschreibung an dieser Stelle allerdings verzichtet wird.

2.6.2. Sicherheitsindex

Neben der Versagenswahrscheinlichkeit wird häufig der Sicherheitsindex β zur Beschreibung des Sicherheitsniveaus von tragenden Bauteilen herangezogen. Auf die geometrische Bedeutung dieses Index für das Versagen eines Bauteils wurde bereits kurz in Abb. 2.11 von Kapitel 2.6.1 anhand der Dichtefunktion der Sicherheitszone eingegangen. Das Sicherheitsniveau eines Bauwerks wird mithilfe des Sicherheitsindex durch eine Zahl einer geläufigen Größenordnung charakterisiert und besitzt weiterhin den Vorteil, dass er mit steigender Sicherheit anwächst [76]. Größter Vorteil ist allerdings, dass dieser aufgrund seiner Unabhängigkeit von den Verteilungsfunktionen der einzelnen Basisvariablen als allgemeingültiges Maß für die Zuverlässigkeit eines Bauwerks betrachtet werden kann [77].

CORNELL hat den Sicherheitsindex mithilfe der in Kapitel 2.6.1. bereits betrachteten Momentenmethode erster Ordnung auf Basis der beiden statistischen Momente Erwartungswert und Standardabweichung beschrieben, die aufgrund dieser Herangehensweise auch als FOSM-Methode (engl. First-Order Second-Moment Method) bezeichnet wird [78]. Der Sicherheitsindex nach CORNELL β_C wird demnach gemäß folgender Formel beschrieben [78]:

$$\beta_c = \frac{\mu_W - \mu_E}{\sqrt{\sigma_W^2 + \sigma_E^2}} \quad (XXX)$$

Hierbei bezeichnen μ_W und σ_W den Erwartungswert sowie die Standardabweichung der Dichtefunktion des Bauteilwiderstands, während μ_E und σ_E die entsprechenden Momente der Dichtefunktion der Bauteileinwirkungen darstellen. Vorteilhaft an dieser Art der Definition des Sicherheitsindex ist, dass mit den beiden Momenten der Dichtefunktionen nur wenige Informationen über die stochastischen Eigenschaften der Basisvariablen bekannt sein müssen [77]. Nachteilig ist hingegen, dass dieser Ansatz nicht invariant gegenüber unterschiedlichen mathematischen Formulierungen des Grenzzustandes ist [79].

Das Invarianzproblem wurde 1974 von HASOFER und LIND durch eine Erweiterung des Sicherheitsindex weitgehend gelöst [79]. Realisiert wird diese Verbesserung durch eine Transformation der Basisvariablen in den Standardraum und anschließender Reihenentwicklung im Versagenspunkt [77]. Der Sicherheitsindex nach HASOFER und LIND β_{HL} ist dabei als „kürzeste[r] Abstand zwischen dem Koordinatenursprung und der Gleichung des Grenzzustandes im Raum standardisierter Zufallsgrößen“ [75] definiert. Für eine zweidimensionale Zuverlässigkeitsanalyse kann dies graphisch dargestellt werden (Abb. 2.15).

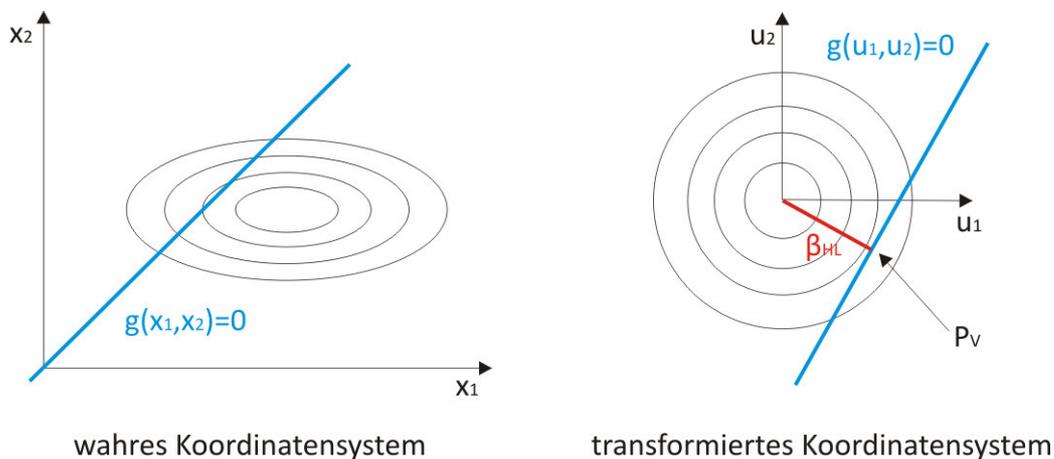


Abb. 2.15: Darstellung zur zweidimensionalen Zuverlässigkeitsanalyse im wahren und im transformierten Koordinatensystem (in Anlehnung an [77]). (x_1, x_2 : Basisvariablen im wahren Koordinatensystem; u_1, u_2 : Basisvariablen im transformierten Koordinatensystem; g : Grenzzustandsfunktion; P_V : Versagenswahrscheinlichkeit; β_{HL} : Sicherheitsindex nach HASOFER und LIND; Ellipsen und Kreise: Linien gleicher Wahrscheinlichkeit).

Aus Abb. 2.15 geht hervor, dass der Sicherheitsindex β_{HL} graphisch die Länge des Lots vom transformierten Koordinatensystem auf die Grenzzustandsfunktion g beschreibt. Der der Lotfußpunkt entspricht hierbei dem Versagenspunkt, der die größte Wahrscheinlichkeits-

dichte besitzt. β_{HL} kann weiterhin gemäß folgender Formel als iterative Optimierungsaufgabe betrachtet werden, in welcher u_i als Basisvariable im Standardnormalraum fungiert [77]:

$$\beta_{HL} = \min \sqrt{\sum_{i=1}^n u_i^2} \quad (XXXI)$$

Um die Vergleichbarkeit von Sicherheitsniveaus mithilfe des Sicherheitsindex zu gewährleisten wird i. d. R. ein Bezugszeitraum T festgelegt, da die Einwirkungen auf ein Bauwerk meist zeitabhängiger Natur sind [77]. Für den Sicherheitsindex wird daher auch häufig die Bezeichnung β_T verwendet [77].

Nun stellt sich zwangsläufig die Frage: Wie groß muss der Sicherheitsindex β für einen gegebenen Anwendungsfall sein, um eine ausreichend hohes Sicherheitsniveau zu gewährleisten? Diese Frage wurde vom technischen Komitee CEN/TC 250 „Eurocodes für den konstruktiven Ingenieurbau“ in DIN EN 1990 [69] beantwortet. Zur Differenzierung der Zuverlässigkeit werden hierin zunächst Schadensfolgeklassen (CC) definiert [69]. Tabelle 2.1 stellt einen Auszug aus DIN EN 1990 zur Definition der Klassen für Schadensfolgen dar.

Tabelle 2.1: Klassen für Schadensfolgen gemäß DIN EN 1990 [69].

Schadens- folgeklassen	Merkmale	Beispiele im Hochbau oder bei sonstigen Ingenieurbauten
CC 3	Hohe Folgen für Menschenleben <u>oder</u> sehr große wirtschaftliche, soziale oder umweltbeeinträchtigende Folgen	Tribünen, öffentliche Gebäude mit hohen Versagensfolgen (z. B. eine Konzerthalle)
CC 2	Mittlere Folgen für Menschenleben, beträchtliche wirtschaftliche, soziale oder umweltbeeinträchtigende Folgen	Wohn- und Bürogebäude, öffentliche Gebäude mit mittleren Versagensfolgen
CC 1	Niedrige Folgen für Menschenleben <u>und</u> kleine oder vernachlässigbare wirtschaftliche, soziale oder umweltbe- einträchtigende Folgen	Landwirtschaftliche Gebäude ohne regelmäßigen Personen- verkehr (z. B. Scheunen, Gewächshäuser)

Auf Basis der in Tabelle 2.1 definierten Klassen für Schadensfolgen können drei Zuverlässigkeitsklassen RC 1, RC 2 und RC 3 definiert werden, die direkt mit den Schadensfolgeklassen CC 1, CC 2 und CC 3 verknüpft sind. Tabelle 2.2 stellt den entsprechenden Auszug aus DIN EN 1990 [69] zur Empfehlung von Mindestwerten des Sicherheitsindex β in Abhängigkeit vom Bezugszeitraum dar.

Tabelle 2.2: Empfehlungen für Mindestwerte des Sicherheitsindex β gemäß DIN EN 1990 [69].

Zuverlässigkeits- Klasse	Mindestwert für β	
	Bezugszeitraum 1 Jahr	Bezugszeitraum 50 Jahre
RC 1	5,2	4,3
RC 2	4,7	3,8
RC 1	4,2	3,3

3. Problemstellung und Lösungsweg

Bisher herrscht in der Klebtechnik hinsichtlich der Konstruktion von lasttragenden geklebten Verbindungen eine überwiegend empirische Herangehensweise, d. h. es wird auf die Modellierung des Alterungsverhaltens geklebter Verbindungen unter Einwirkung kombinierter Schädigungen weitgehend verzichtet. Um dennoch die geforderten Sicherheitsniveaus erreichen zu können, müssen hohe Sicherheitsfaktoren bei der Auslegung lasttragender geklebter Verbindungen berücksichtigt werden. Da dies in der Regel mit einer Überdimensionierung des entsprechenden Bauteils einhergeht, ist ein unerwünscht hoher Materialverbrauch die Folge.

Aus der Literatur sind bereits Modelle bekannt, die die Beschreibung des Verhaltens einer geklebten Verbindung in Abhängigkeit von einer oder zwei Einflussgrößen ermöglichen. Ein Ziel dieser Arbeit ist es, die Eignung dieser Modelle zur Beschreibung des Alterungsverhaltens geklebter Verbindungen in Abhängigkeit von Temperatur, Feuchtigkeit und mechanischer Belastung zu überprüfen. Sofern sich die Modelle eignen, können auf deren Basis weiterführende, kombinierte Modelle entwickelt werden. Eignen sich die Modelle hingegen nicht, wird die Entwicklung eigener Modelle angestrebt. Ein weiteres Ziel dieser Arbeit ist auf Basis der zuvor entwickelten Modelle zur Beschreibung des Alterungsverhaltens geklebter Verbindungen auch eine Prognose sowohl des Langzeitverhaltens als auch der Sicherheit der Verbindungen zu tätigen und hierfür eine exemplarische Vorgehensweise bereitzustellen.

Zur Erreichung dieser Ziele werden Zugscherproben sowie Substanz-Schulterproben hergestellt, die zeitraffend unter verschiedenen klimatischen Bedingungen mit Temperatur- und Feuchtigkeitseinfluss gealtert werden. Hierbei werden die Bedingungen für die zeitraffende Alterung so gewählt, dass während des Beobachtungszeitraums Schädigungen anhand kontinuierlich verändernder mechanischer Parameter registriert werden können. Für die Zugscherproben wird zusätzlich das Alterungsverhalten in Abhängigkeit einer Zuglast untersucht. Anhand dieser Datenbasis werden verschiedene Konzepte zur Modellierung des Alterungsverhaltens auf ihre Eignung überprüft. Unter Einsatz softwaregestützter Methoden nichtlinearer Modellierung wird das Alterungsverhalten von Zugscherproben sowie Substanz-Schulterproben anhand von Temperatur, Feuchtigkeit und mechanischer Belastung modelliert und auf Basis dieser Modelle eine Prognose für das entsprechende Sicherheitsniveau getätigt.

4. Material und Methoden

4.1. Materialien

In dieser Arbeit werden zur Probenherstellung die 3 Klebstoffe Betamate® 1496F (DOW Automotive AG, Freienbach, Schweiz), SikaForce®-7888 (Sika Technology AG, Zürich, Schweiz) und Körapur® 666 (Kömmerring Chemische Fabrik, Pirmasens, Deutschland) verwendet. Ein Überblick über die technischen Daten der Klebstoffe gemäß Herstellerangaben ist Tabelle 4.1 zu entnehmen.

Tabelle 4.1: Technische Daten der Klebstoffe gemäß den jeweiligen Herstellerangaben [8], [80], [81].

Technische Daten	1K EP	2K PU	2K PU
	Betamate® 1496F	SikaForce®-7888	Körapur® 666
Verarbeitungstemperatur [°C]	40-65	15-35	RT
Aushärtebedingungen (teilweise mit Herstellern persönlich abgestimmt)	180°C, 30 min	RT, 1 Tag; danach 100°C, 30 min	RT > 24 h
Zugfestigkeit (DIN EN ISO 527-1) [82] [MPa]	32	20	keine Angabe
Bruchdehnung (DIN EN ISO 527-1) [82] [%]	ca. 10	ca. 40	keine Angabe
Zugscherfestigkeit [83] (DIN EN 1465) [MPa]	28	ca. 20	keine Angabe

Weiterhin werden als Werkstoffe für die Füge­teile die korrosionsbeständige Stahllegierung 1.4301 (Outokumpu Nirosta GmbH, Krefeld, Deutschland), bandverzinkte Stahlbleche der Qualität DP800 (voestalpine Stahl GmbH, Linz, Österreich) sowie kathodisch tauchlackierte bandverzinkte Stahlbleche der Qualität DP800 verwendet. Die kathodische Tauchlackierung (KTL) der bandverzinkten Stahlbleche wird von der Firma Schmitz Cargobull AG (Horstmar, Deutschland) übernommen. Als bandverzinkter Stahl der Qualität DP800 wird von der voestalpine Stahl GmbH der Dualphasenstahl HCT780X (+Z100MB) zur Verfügung gestellt. Der Zusatz Z100MB in der Werkstoffbezeichnung charakterisiert die Beschichtungsart sowie die Nachbehandlungsverfahren. „Z“ steht stellvertretend für die Auflagenmasse Zink und „100“ gibt die Mindestauflagenmasse für eine beidseitige Beschichtung des Stahlblechs in g/cm³ an

[84]. Nach dem Verzinken wurde der Stahl zur Verbesserung der Oberflächengüte nachgewalzt, was durch den Zusatz „MB“ charakterisiert ist [84]. Tabelle 4.2 gibt einen Überblick über die technischen Daten der Stahllegierung 1.4301 und des feuerverzinkten Dualphasenstahls HCT780X.

Tabelle 4.2: Technische Daten der Stahllegierung 1.4301 gemäß DIN EN 10088-3 [85] sowie des feuerverzinkten Dualphasenstahls HCT780X gemäß Herstellerangabe [86].

	Stahl 1.4301	Dualphasen-Stahl HCT780X
Prüfrichtung	längs	längs
0,2%-Dehngrenze $R_{p0.2}$ [MPa]	≥ 190	440-550
Zugfestigkeit $R_{m,min}$ [MPa]	500-700	780
Bruchdehnung A_{min} [%]	≥ 45	14

4.2. Probenpräparation

In dieser Arbeit wird anhand unterschiedlicher Probengeometrien das Alterungsverhalten von geklebten Verbindungen untersucht. Zum Einsatz kommen Zugscherproben sowie Substanz-Schulterproben aus Klebstoff. In Abb. 4.1 sind die Probengeometrien gemäß den entsprechenden Normen dargestellt.

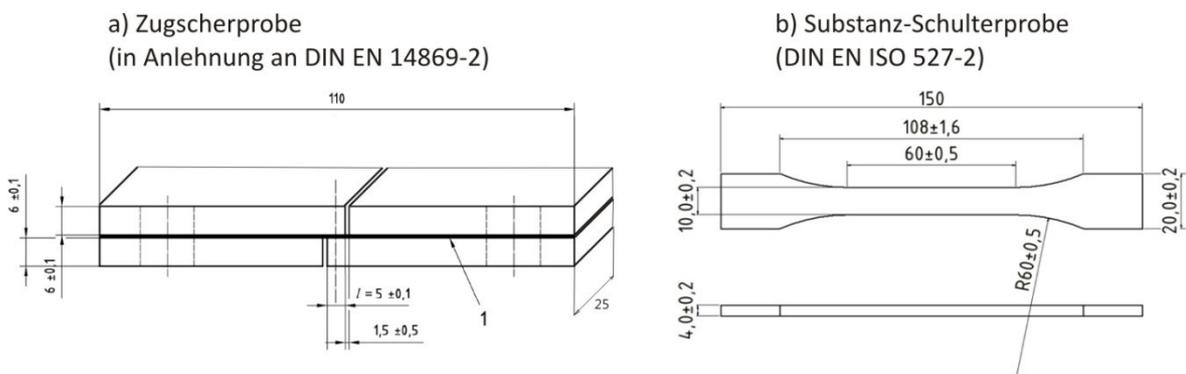


Abb. 4.1: (a) Zugscherprobe (in Anlehnung an DOM En 14869-2 [87]), (b) Substanz-Schulterprobe gemäß DIN EN ISO 527-2 [88]; (Maße in Millimeter).

Im Gegensatz zu den Substanz-Schulterproben bestehen die Zugscherproben aus einer Kombination aus Klebstoff und Fügepartikelwerkstoff. In Tabelle 4.3 ist die für diese Arbeit

festgelegte Matrix zur Kombination der Fügeartikelwerkstoffe und Klebstoffe für diese Probengeometrien dargestellt.

Tabelle 4.3: Matrix zur Kombination der Fügeartikelwerkstoffe und Klebstoffe.

	1.4301	DP800Z	DP800Z + KTL
1K EP Betamate® 1496F	x	x	-
2K PU SikaForce®-7888	x (*)	x (*)	-
2K PU Körapur® 666	x (**)	-	x

*mit Haftvermittler SikaAktivator-205, ** mit Haftvermittler Körabond HG93

Bei den Zugscherproben nimmt der Zustand der Substratoberflächen entscheidenden Einfluss auf die Güte von geklebten Verbindungen. Mit dem Ziel verschiedene geklebte Verbindungen untereinander vergleichen zu können, muss demnach immer eine möglichst reproduzierbar gesäuberte Oberfläche als Ausgangspunkt für die Klebung vorliegen. Deswegen werden im Rahmen dieser Arbeit alle Substratoberflächen gleichermaßen vorbehandelt. Die Arbeitsschritte gestalten sich dabei wie folgt:

a) Wischentfettung mit Aceton

Zur Entfernung der von groben Verunreinigungen in Form von Fett und Staub werden die Oberflächen zunächst in Form einer Wischentfettung mit Aceton gesäubert.

b) Ultraschallbad in Isopropanol-Wasser(1:1)-Gemisch

Mit dem Ziel zusätzlich zur Entfettung auch ein Entfernen von Salzen und Seifen von der Oberfläche herbeizuführen wird die ultraschallgestützte Tauchentfettung für die Dauer von 5 Minuten in einem Isopropanol-Wasser-Gemisch (Verhältnis 1:1) durchgeführt. Die Salz- und Seifenbeseitigung von der Oberfläche lässt sich hierbei auf das Wasser als polare Komponente in diesem Gemisch zurückführen.

c) Abspülen der Proben mit Aceton

Bei der in Arbeitsschritt b) durchgeführten Reinigung im Ultraschallbad sammeln sich die von den Substratoberflächen gelöste Verunreinigungen an der Badoberfläche, was dazu führt, dass die Substratwerkstoffe bei der Entnahme erneut kontaminiert werden können. Aus diesem Grund erfolgt nach der Reinigung der Substratoberflächen im Ultraschallbad ein erneutes Abspülen der Proben mit Aceton. Weiterhin werden die Oberflächen durch das Abspülen mit Aceton getrocknet.

orientiert sein, dass die jeweils Nut-freien Seiten mit dem Klebstoff verbunden sind und die Seiten mit Nuten klebstoffabgewandt sind. Zusätzlich müssen die Nuten nach der Verklebung in der seitlichen Ansicht versetzt zueinander angeordnet sein, was in Abb. 4.4 schematisch verdeutlicht ist.

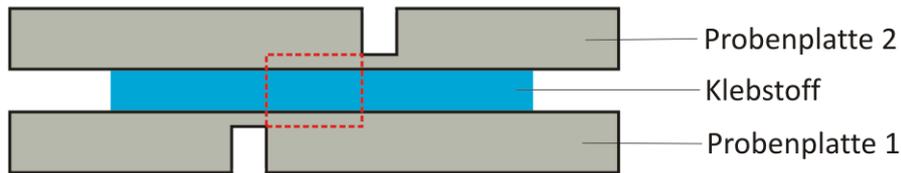


Abb. 4.4: Seitenansicht (schematisch) zweier zusammengeklebter Probenplatten. In rot hervorgehoben ist der für die geplante Zugscherprüfung relevante Bereich.

Als Konsequenz wird daher zuerst eine Probenplatte mit der Nut-freien Seite nach unten zeigend vorgelegt und der entsprechende Klebstoff möglichst frei von Lufteinschlüssen appliziert. Anschließend wird die zweite Probenplatte mit der Nut-freien Seite nach oben zeigend aufgelegt, sodass die Nuten der beiden Probenplatten in der Seitenansicht versetzt zueinander angeordnet sind (gemäß Abb. 4.4). Zur dauerhaften Positionierung der Probenplatten übereinander werden Niete in die äußeren Bohrungen eingesetzt. Zur Einstellung der Klebfugendicke wird folgender Ansatz verfolgt: Der in Abb. 4.4 dargestellte Aufbau aus 2 Probenplatten mit dazwischen befindlichen Klebstoff wird zwischen 2 Aluminiumzuschnitten verpresst, deren Abstand zueinander durch Abstandshalter eingestellt ist. Da sich die Abstandshalter folglich nicht in der Klebfuge, sondern neben der Probe befinden, sind zur Einstellung einer 0,7 mm dicken Klebfuge 4,7 mm hohe Abstandshalter (zusätzlich 2 x 2 mm Fügeteilstärke) notwendig. Die Einstellung der Klebfugendicke erfolgt für die Zugscherproben mithilfe einer Hydraulikpresse. Um einen möglichst hohen Probendurchsatz bei gleichzeitig bestmöglicher Probenpressung zu erzielen, werden je 5 „Probensandwiches“ bestehend aus je 2 Probenplatten mit dazwischen befindlichem Klebstoff in der Mitte der Pressfläche übereinander gestapelt und mithilfe der Presse gleichzeitig gepresst. Schematisch ist der Aufbau der Probenherstellung in Abb. 4.5 dargestellt.

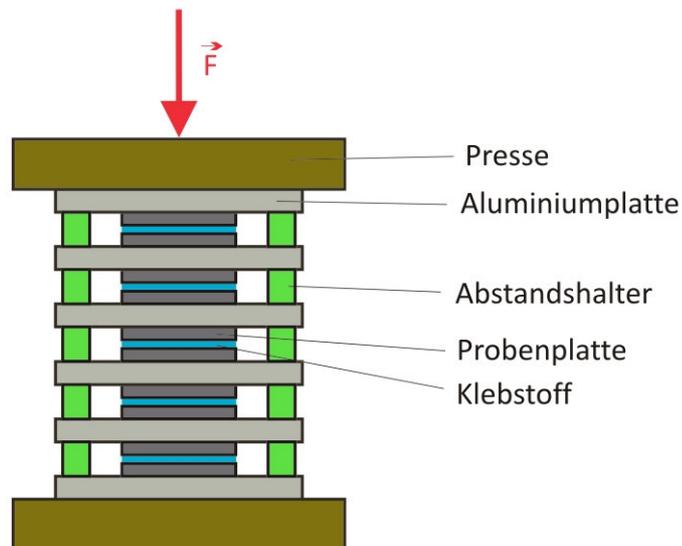


Abb. 4.5: Herstellung der Zugscherproben mithilfe der Hydraulikpresse.

Geklebte Verbindungen können auf diese Weise nur hergestellt werden, wenn der Klebstoff bedingt durch seine Viskosität in der Lage ist, das Eigengewicht der Probenplatten zu tragen. Die mithilfe der Presse aufgebrachte Kraft muss zur Herstellung einer definierten Klebfugendicke den Fließwiderstand des Klebstoffs übersteigen. Die seitlich neben den „Probensandwichs“ angebrachten Abstandshalter, die die aufgebrachte Last tragen, erlauben einen chemischen Schrumpf des Klebstoffs während des Härtingsprozesses. Dies ist verglichen mit der Einstellung der Klebfugendicke über Abstandshalter in der Klebfuge vorteilhaft, da letztere keinen chemischen Schrumpf erlauben und dadurch größere Eigenspannungen im Klebverbund entstehen. Nach der Einstellung der Klebfugendicke und Gelierung in der Hydraulikpresse wird der gesamte Probenstapel entnommen und gemäß Angaben der Klebstoffhersteller gehärtet. Anschließend wird der Klebstoffüberstand entfernt, die zusammengeklebten Probenplatten mittels Wasserstrahlschneidtechnik gemäß Abb. 4.3 vereinzelt und bis zur weiteren Verwendung bei 23 °C, 50 % RH konditioniert.

4.2.2. Substanz-Schulterproben

Die Substanz-Schulterproben werden ausschließlich aus der jeweiligen Klebstoffsubstanz hergestellt. Die entsprechende Probengeometrie aus DIN EN ISO 527-2 [88] ist in Abb. 4.6 dargestellt.

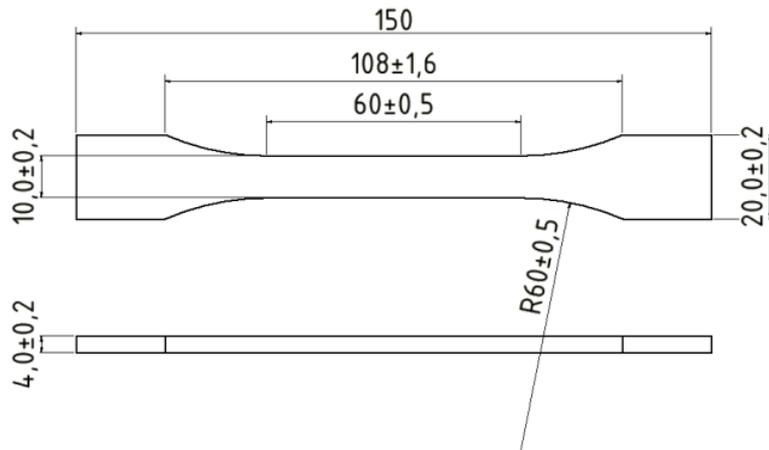


Abb. 4.6: Probengeometrie der Substanz-Schulterprobe: Probenkörper Typ 1A für durch mechanische Bearbeitung hergestellte Proben gemäß DIN EN ISO 527-2 [88] (Maße in Millimeter).

Die Herstellung der Substanz-Schulterproben erfolgt ebenfalls mithilfe der Hydraulikpresse. Es werden zunächst Klebstoffplatten wie folgt hergestellt: Auf eine mit einer antihafbeschichtete Folie versehene Stahlplatte wird mittig Klebstoff möglichst ohne Lufteinschlüsse appliziert. In mehreren Zentimetern Abstand zum Klebstoff werden in quadratischer Anordnung vier Aluminium-Abstandshalter der Abmessung 200 mm x 10 mm x 4 mm (L x B x H) aufgelegt, um die Höhe des Klebstoffs auf 4 mm einzustellen. Anschließend wird eine zweite, mit antihafbeschichteter Folie versehene, Stahlplatte aufgelegt und der Aufbau in der Presse belastet (Abb. 4.7). Die Klebstoffhärtung wird direkt in der Presse durchgeführt. Die Platten der Presse werden hierzu auf die jeweilige Abbinde temperatur des Klebstoffs geheizt und der Klebstoff nach Härtung gemäß Herstellerangaben entnommen.

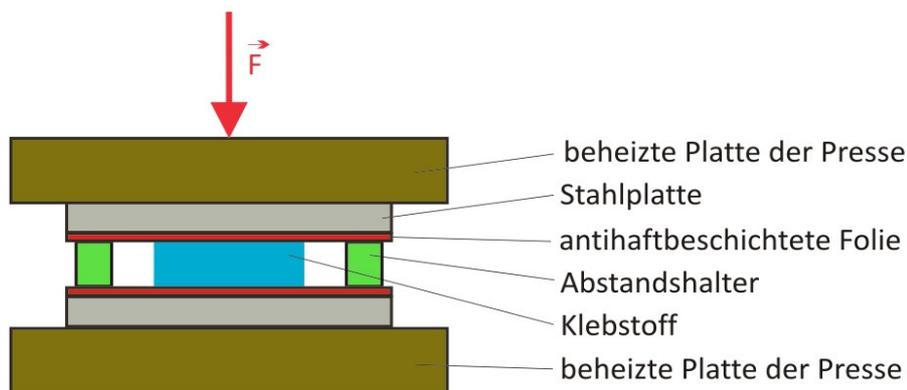


Abb. 4.7: Herstellung der Klebstoffplatten mithilfe der Hydraulikpresse.

Aus der so hergestellten Klebstoffplatte werden mittels Wasserstrahlschneidetechnik Substanz-Schulterproben mit den in Abb. 4.6 dargestellten Abmessungen hergestellt.

4.3. Durchführung der zeitraffenden Alterungen

Für alle Proben kommen folgende Bedingungen für die Alterungsexposition zum Einsatz:

- 23 ($\pm 0,3$) °C, 50 ($\pm 2,5$) % RH (Referenzbedingung)
- 80 ($\pm 0,9$) °C, 0 (+ 5) % RH
- 80 ($\pm 0,3$) °C, 95 ($\pm 2,5$) % RH
- 60 ($\pm 0,3$) °C, 95 ($\pm 2,5$) % RH

Für Zugscherproben der beiden Kombinationen „Betamate® 1496F – Stahl 1.4301/DP800Z“ werden zudem Alterungen unter statischer Zugbelastung durchgeführt. Hierzu werden die Proben mit 10 % der bei 80 °C gemessenen maximalen Zugscherkraft mithilfe von Spannvorrichtungen belastet, wie sie in Abb. 4.8 dargestellt sind und sich für diese Form der zeitraffenden Alterung unter Last bereits bewährt haben [89] (für Betamate® 1496F – Stahl 1.4301: 365 N, für Betamate® 1496F – DP800Z: 345 N).



Abb. 4.8: Spannvorrichtung zur Alterung von Zugscherproben unter Zuglast [89].

4.4. Durchführung der Prüfungen

Für beide Probengeometrien wird vor Beginn der zeitraffenden Alterung eine Referenzmessung durchgeführt. Anschließend werden Proben unter den in Kapitel 4.3 festgelegten Bedingungen ausgelagert und nach 4, 8 und 12 Wochen zur Prüfung entnommen.

4.4.1. Zugscherproben

Die Prüfung der Zugscherproben erfolgte mithilfe einer Zugprüfmaschine (Messphysik Materials Testing GmbH, Fürstenfeld, Österreich). Die Proben werden kardanischespannt und mit der in DIN EN 14869-2 [87] zum Vergleich von Ergebnissen unterschiedlicher Werkstoffe empfohlenen Traversengeschwindigkeit von 0,5 mm/min geprüft. Die Längsdehnung wird mittels Videoextensometrie aufgezeichnet. Zusätzlich werden die Bruchflächen gemäß Richtlinie 3302 des DVS (Deutscher Verband für Schweißen und verwandte Verfahren e.V.) [90] makroskopisch beurteilt.

4.4.2. Substanz-Schulterproben

Die Prüfung der Substanzproben wurde mithilfe einer Zugprüfmaschine (Messphysik, Materials Testing GmbH, Fürstenfeld, Österreich) in Anlehnung an DIN EN ISO 527-2 [88] durchgeführt. Um die Vergleichbarkeit der Zugscherprüfungen mit den Prüfungen der Substanz-Schulterproben zu gewährleisten, musste die Traversengeschwindigkeit der Substanz-Schulterproben dahingehend angepasst werden, dass die durch die Traversengeschwindigkeit generierte Scherrate der Zugscherproben der Dehnrate der Substanz-Schulterproben entspricht. Demnach muss folgendes gelten:

$$\text{Energieeintrag}_{VE,Substanz} = \text{Energieeintrag}_{VE,Zugscher} \quad (XXXII)$$

Im linear-elastischen Bereich gilt für die Energieeinträge:

$$\frac{1}{2} \cdot \frac{d\sigma}{dt} \cdot \frac{d\varepsilon}{dt} = \frac{1}{2} \cdot \frac{d\tau}{dt} \cdot \frac{d\tan(\gamma)}{dt} \quad (XXXIII)$$

In Gleichung (XXXIII) bezeichnet σ die Zugspannung (Substanz-Schulterproben), ε die Dehnung (Substanz-Schulterproben), τ die Schubspannung (Zugscherproben), $\tan(\gamma)$ die Gleitung (Zugscherproben) und t die Zeit.

Unter Annahme von Isotropie stehen Schubmodul G und Elastizitätsmodul E in folgender Beziehung zueinander:

$$G = \frac{1}{2 \cdot (1 + \mu)} \cdot E \quad (XXXIV)$$

μ bezeichnet dabei die Querkontraktionszahl.

Unter Verwendung der Definition von Schubmodul und Elastizitätsmodul folgt aus Gleichung (XXXIV):

$$\frac{d\tau}{d\tan(\gamma)} = \frac{1}{2 \cdot (1 + \mu)} \cdot \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \quad (XXXV)$$

Nach Einsetzen von (XXXIV) in (XXXIII) ergibt sich nach mehreren Umformschritten folgende Beziehung zwischen der Scherrate $\tan(\gamma)/dt$ und der Dehnrate ε/dt :

$$\frac{\tan(\gamma)}{dt} = \sqrt{2 \cdot (1 + \mu)} \cdot \frac{\varepsilon}{dt} \quad (XXXVI)$$

Nach Berücksichtigung der Einspannlänge der Substanz-Schulterproben und unter Annahme einer Querkontraktionszahl von $\mu = 0,35$ für Epoxidharzklebstoffe bzw. $\mu = 0,45$ für Polyurethanklebstoffe ergibt sich für eine Traversengeschwindigkeit von 21,73 mm/min für die Prüfung von Epoxidharzklebstoffen (hier: Betamate® 1496F) bzw. 20,97 mm/min für die Prüfung von Polyurethanklebstoffen (hier: SikaForce®-7888, Körapur® 666).

5. Ergebnisse und Diskussion

5.1. Zeitraffende Alterung

5.1.1. Unbelastet gealterte Zugscherproben

In Abb. 5.1 ist eine exemplarische Schubspannungs-Gleitungs-Kurve einer Zugscherprüfung geklebter Verbindungen dargestellt. Anhand dieser Kurve können 5 charakteristische Kennwerte einer Zugscherprüfung definiert werden: Die maximale Schubspannung τ_{max} , die dazu gehörige Gleitung $\tan \gamma (\tau_{max})$, die Schubspannung beim Bruch der Probe τ_B , die dazu gehörige Gleitung $\tan \gamma (\tau_B)$ sowie der Schubmodul G , der sich durch die Steigung der Kurve im linear-elastischen Bereich ergibt.

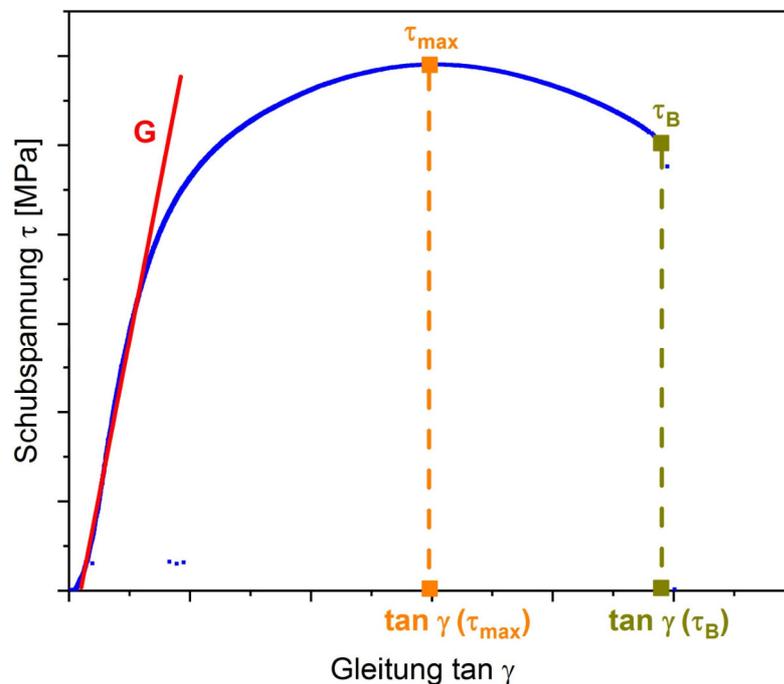


Abb. 5.1: Definition von 5 charakteristischen Kennwerten der Zugscherprüfung anhand eines exemplarischen Schubspannungs-Gleitungs-Diagramms: maximale Schubspannung τ_{max} , Gleitung bei der maximalen Schubspannung $\tan \gamma (\tau_{max})$, Bruchschubspannung τ_B , Gleitung bei der Bruchschubspannung $\tan \gamma (\tau_B)$ und Schubmodul G .

5.1.1.1. DP800Z – Betamate® 1496F

In Abb. 5.2 ist die Veränderung der 5 charakteristischen Kennwerte in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit bei den entsprechenden Alterungsexpositionen für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ dargestellt.

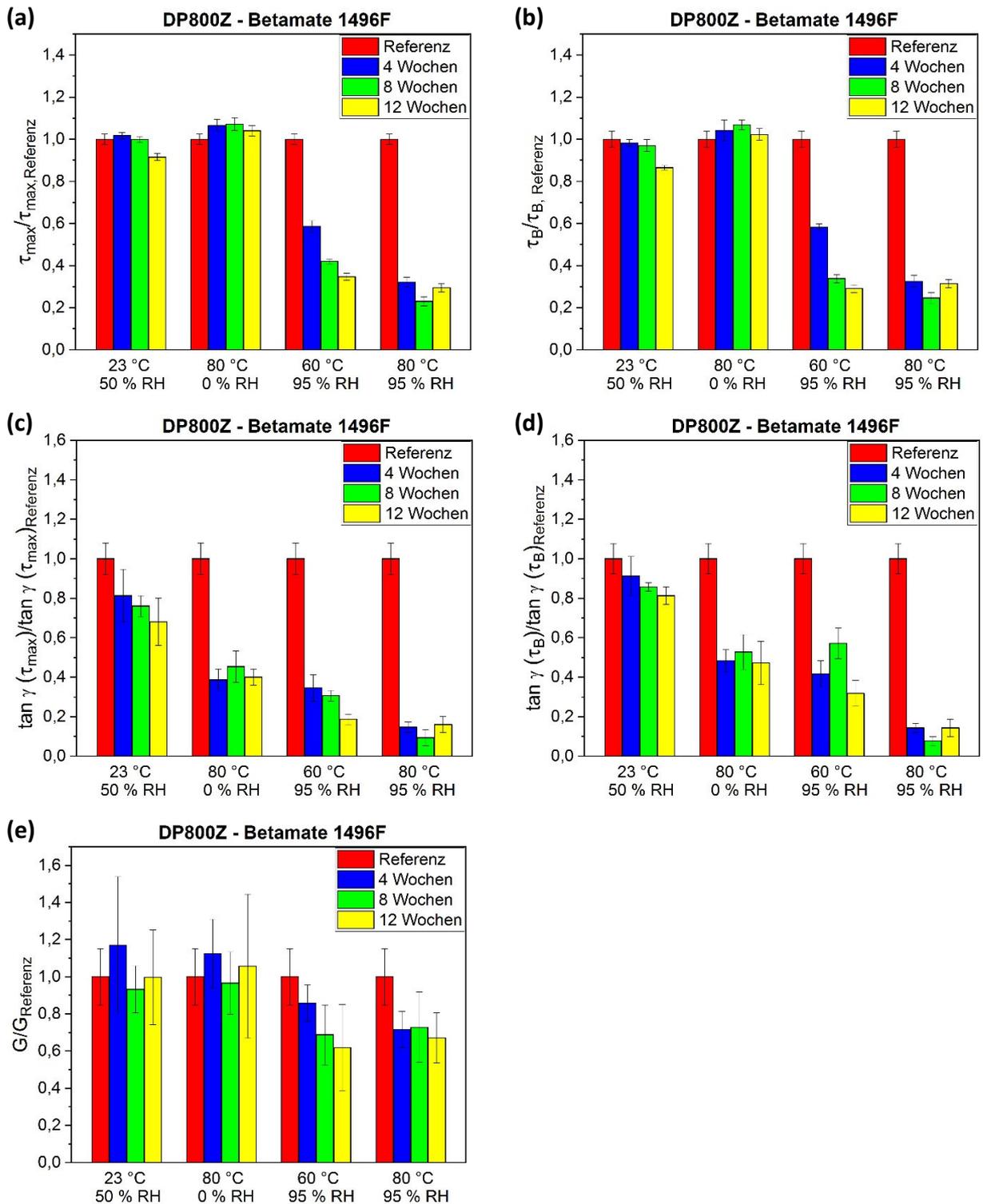


Abb. 5.2: Maximale Schubspannung τ_{max} (a), Bruchschubspannung τ_B (b), Gleitung bei der maximalen Schubspannung $\tan \gamma (\tau_{max})$ (c) und der Bruchschubspannung $\tan \gamma (\tau_B)$ (d) sowie Schubmodul G (e) in Abhängigkeit von der Alterungsbedingung und der Auslagerungszeit für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“.

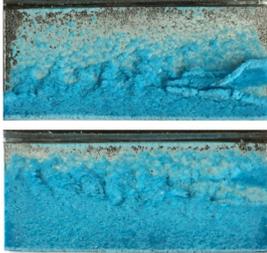
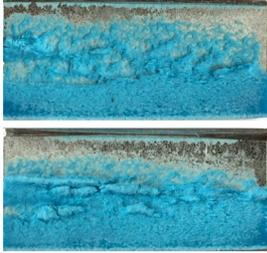
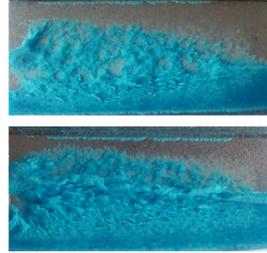
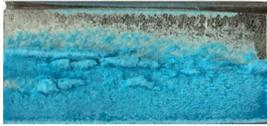
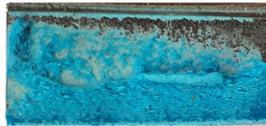
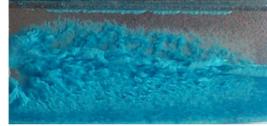
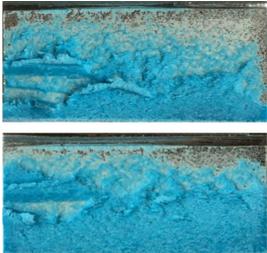
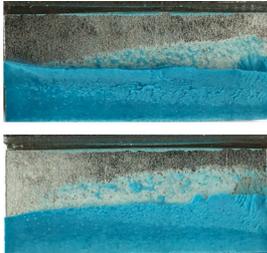
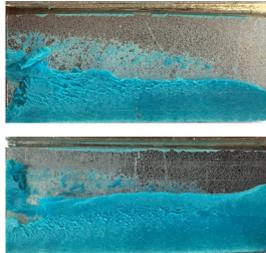
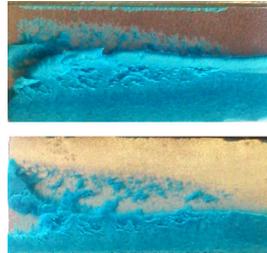
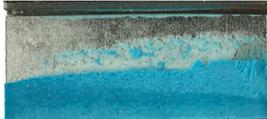
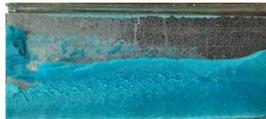
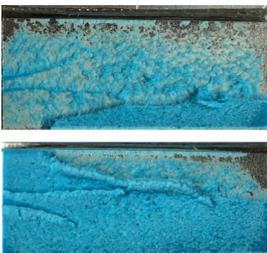
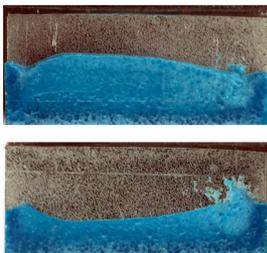
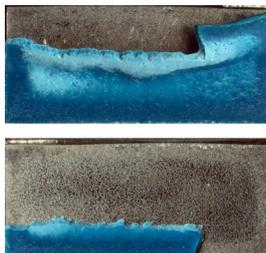
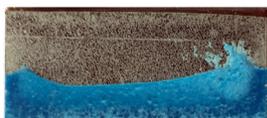
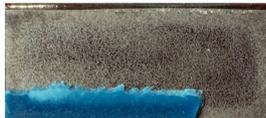
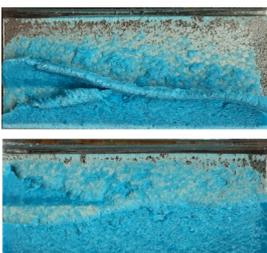
Aus Abb. 5.2 geht hervor, dass die maximale Schubspannung und die Bruchschubspannung bei den Bedingungen mit hohem Anteil relativer Feuchte (60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH)

einen starken Abfall aufweisen. Bei der Referenzbedingung (23 °C, 50 % RH) sowie der trockenen Alterung (80 °C, 0 % RH) sind die beiden Spannungskennwerte hingegen weitgehend konstant bzw. steigen sogar leicht an. Die Gleitungen bei der maximalen Schubspannung bzw. bei der Bruchschubspannung zeigen bei der Referenzbedingung (23 °C, 50 % RH) einen leichten Abfall. Bei der trockenen Alterung (80 °C, 0 % RH) zeigt sich für beide Gleitungskennwerte ein starker Abfall nach einer Auslagerungszeit von 4 Wochen und anschließend ein weitgehend konstantes Verhalten. Bei den Bedingungen mit hoher relativer Feuchte (60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH) wird ein starker Abfall der Gleitungskennwerte beobachtet. Der Schubmodul unterliegt sehr großen Streuungen, die keine eindeutige Zuweisung von Trends in Abhängigkeit von Alterungsexposition und Auslagerungszeit zulassen.

In Tabelle 5.1 sind Bruchflächen der Zugscherproben für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ in Abhängigkeit von der Alterungsexposition sowie der Auslagerungszeit dargestellt. Daraus geht hervor, dass bei den Alterungsexpositionen mit hoher relativer Feuchte (60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH) eine deutliche Veränderung des Bruchbildes über die Auslagerungszeit zu beobachten ist. Gemäß DVS-Richtlinie 3302 [90] kommt es zu einem Wechsel von dem im Referenzzustand beobachteten kohäsiven Bruchbild hin zu einem adhäsiven Bruch. Weiterhin wird im Laufe der Alterung keine für diesen Klebstoff typische Weißbrüchigkeit mehr festgestellt, sodass die Farbgebung des Klebstoffs im Verlauf der Alterung dunkler erscheint. Bei der Bedingung 80 °C, 95 % RH sind bereits nach der Auslagerungszeit von 8 Wochen Weißrostrückstände auf der Bruchfläche zu erkennen. Bei der Referenzbedingung (23 °C, 50 % RH) bleiben die Weißbrüchigkeit sowie das kohäsive Bruchbild über den gesamten Auslagerungszeitraum erhalten. Bei der trockenen Alterung (80 °C, 0 % RH) bleibt die Weißbrüchigkeit erhalten, allerdings nimmt während der Alterung die Tendenz zur Ausbildung eines adhäsiven Bruchs zu.

5. Ergebnisse und Diskussion

Tabelle 5.1: Bruchflächen der Zugscherproben in Abhängigkeit von der Alterungsexposition sowie der Auslagerungszeit für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“.

Referenz	4 Wochen	8 Wochen	12 Wochen
23 °C, 50 % RH			
			
			
80 °C, 0 % RH			
			
			
60 °C, 95 % RH			
			
			
80 °C, 95 % RH			
			
			

Interpretiert werden können die Ergebnisse der Kennwerte in Kombination mit der Betrachtung der Bruchflächen wie folgt: Bei den Bedingungen mit hoher relativer Feuchte (60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH) findet eine Alterung der geklebten Verbindung statt. Unter anderem führt Diffusion von Feuchtigkeit in die Klebfuge durch die hierdurch vom Klebstoff aufgenommene Wassermenge zu veränderten mechanischen Eigenschaften des Klebstoffs. Die Änderung der mechanischen Eigenschaften äußert sich in einer Verringerung

der Schubspannungswerte (maximale Schubspannung und Bruchschubspannung) bei gleichzeitiger Reduktion der entsprechenden Gleitungen. Je höher die Temperatur, desto schneller findet diese Diffusion statt, weswegen bei der Bedingung 80 °C, 95 % RH eine größere Schädigung zu beobachten ist als dies bei 60 °C, 95 % RH der Fall ist. Je länger die Proben ausgelagert werden, desto mehr Wasser diffundiert in die Klebfuge. Daher wird eine größere Schädigung der geklebten Verbindung bei längerer Auslagerungszeit beobachtet. Weiterhin wird durch die hohe Feuchtigkeit die Korrosion des Fügepartikelmaterials DP800Z beschleunigt, wodurch korrosive Unterwanderung der Klebschicht im Bruchbild beobachtet werden kann. Auch dieser Effekt verstärkt sich, je länger die geklebte Verbindung bei der feuchten Bedingung ausgelagert wird und je größer die absolute Feuchtigkeit bei dieser Alterungsbedingung ist. Daher finden bei 80 °C, 95 % RH (absolute Feuchtigkeit: 497 g/kg) stärkere Korrosionserscheinungen statt als bei 60 °C, 95 % RH (absolute Feuchtigkeit: 143 g/kg). Der für diesen Klebstoff charakteristische Weißbruch findet aufgrund der Veränderung der mechanischen Eigenschaften des Klebstoffs bei den Bedingungen mit hoher Feuchtigkeit nicht mehr statt, was sich in einer dunkleren Farbgebung des Klebstoffs gegenüber dem Referenzzustand mit Weißbruch äußert. Bei der trockenen Bedingung (80 °C, 0 % RH) findet eine Trocknung des Klebstoffs innerhalb der ersten 4 Wochen statt, womit eine Versprödung des Klebstoffs einhergeht und wodurch die Tendenz zur Ausbildung eines adhäsiven Bruchbilds begünstigt wird. Bei der Versprödung findet eine Reduktion in den Gleitungskennwerten bei gleichbleibenden Schubspannungswerten statt.

5.1.1.2. Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F

In Abb. 5.3 ist die Veränderung der 5 charakteristischen Kennwerte in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit bei den entsprechenden Alterungsexpositionen für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ dargestellt.

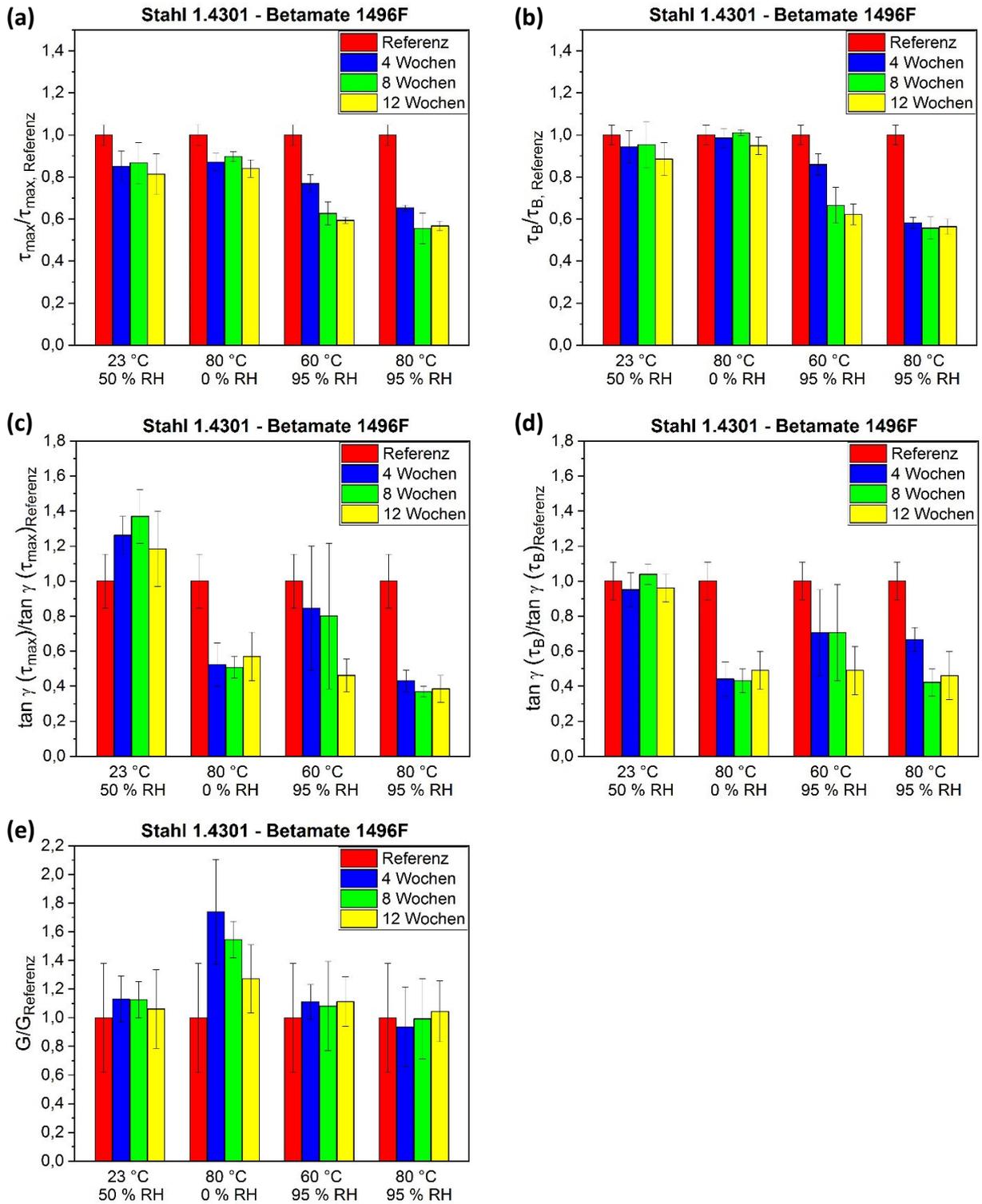


Abb. 5.3: Maximale Schubspannung τ_{max} (a), Bruchschubspannung τ_B (b), Gleitung bei der maximalen Schubspannung $\tan \gamma(\tau_{max})$ (c) und der Bruchschubspannung $\tan \gamma(\tau_B)$ (d) sowie Schubmodul G (e) in Abhängigkeit von der Alterungsbedingung und der Auslagerungszeit für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“.

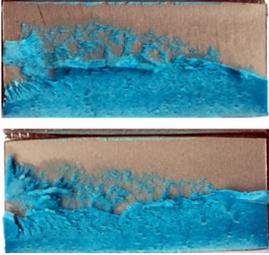
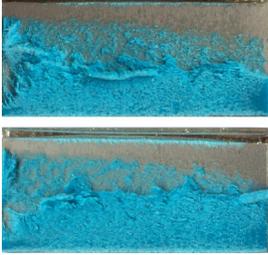
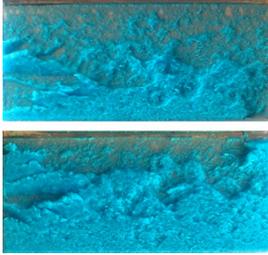
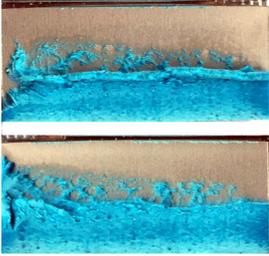
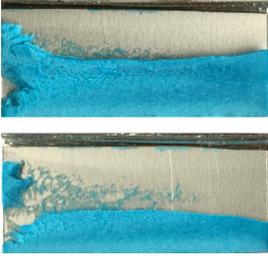
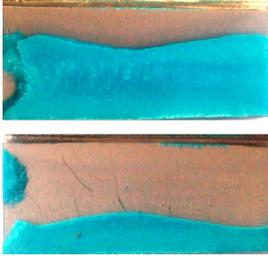
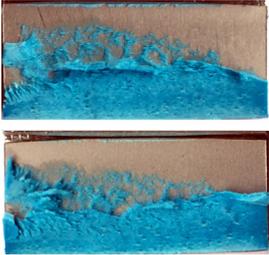
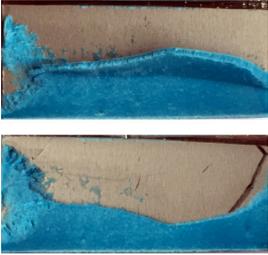
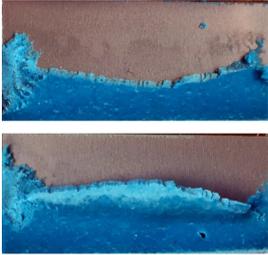
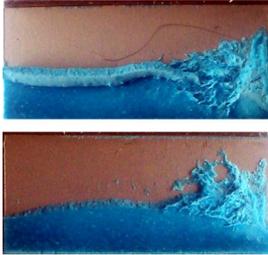
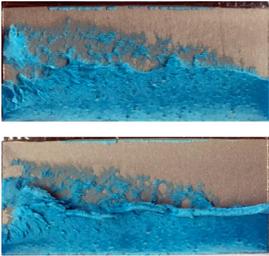
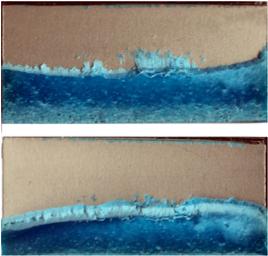
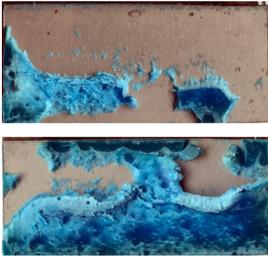
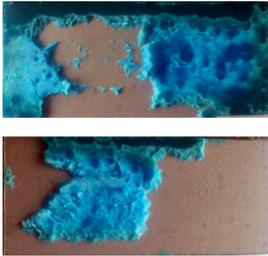
Abb. 5.3 zeigt, dass die maximale Schubspannung sowohl bei der Referenzbedingung (23 °C, 50 % RH) als auch bei der trockenen Alterung (80 °C, 0 % RH) leicht abfällt. Bei den

Bedingungen mit hoher relativer Feuchte (60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH) ist ein stärkerer Abfall zu beobachten. Die Bruchschubspannung weist einen ähnlichen Verlauf auf wie die maximale Schubspannung. Im Unterschied zu der maximalen Schubspannung kann bei der Bruchschubspannung allerdings unter Berücksichtigung der Standardabweichung kein signifikanter Abfall bei der Referenzbedingung (23 °C, 50 % RH) und der trockenen Bedingung (80 °C, 0 % RH) festgestellt werden. Beide Gleitungskennwerte unterliegen großen Streuungen, sodass keine eindeutigen Rückschlüsse auf die Einflüsse der Alterungsbedingungen auf die Gleitung gezogen werden können. Bei der Referenzbedingung (23 °C, 50 % RH) ist für beide Gleitungskennwerte keine Veränderung im Rahmen der Standardabweichung zu beobachten. Die Messwertstreuung der Gleitung bei der maximalen Schubspannung ist hier allerdings deutlich größer als bei der Gleitung der Bruchschubspannung. Bei allen anderen Bedingungen nehmen beide Gleitungskennwerte tendenziell über den Auslagerungszeitpunkt ab. Der Schubmodul unterliegt auch hier großen Streuungen, sodass keine Aussagen zu Einflüssen der Alterungsexpositionen auf den Schubmodul getätigt werden können.

In Tabelle 5.2 sind Bruchflächen der Zugscherproben für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ in Abhängigkeit von der Alterungsexposition sowie der Auslagerungszeit dargestellt. Daraus geht gemäß DVS-Richtlinie 3302 [90] hervor, dass sich das Bruchbild bei den Alterungsexpositionen mit hoher relativer Feuchte (60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH) verändert. Wie bei der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ geht auch hier die Weißbrüchigkeit des Klebstoffs über den Auslagerungszeitraum verloren, was sich in einem dunkleren Erscheinungsbild der Klebfläche ersichtlich äußert. Weiterhin nimmt die Tendenz zur Ausbildung eines adhäsiven Bruchs zu. Bei der Referenzbedingung (23 °C, 50 % RH) bleiben die Weißbrüchigkeit sowie das kohäsive Bruchbild über den gesamten Auslagerungszeitraum erhalten. Bei der trockenen Alterung (80 °C, 0 % RH) bleibt die Weißbrüchigkeit erhalten, allerdings nimmt während der Alterung die Tendenz zur Ausbildung eines adhäsiven Bruchs zu.

5. Ergebnisse und Diskussion

Tabelle 5.2: Bruchflächen der Zugscherproben in Abhängigkeit von der Alterungsexposition sowie der Auslagerungszeit für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“.

Referenz	4 Wochen	8 Wochen	12 Wochen
23 °C, 50 % RH			
			
80 °C, 0 % RH			
			
60 °C, 95 % RH			
			
80 °C, 95 % RH			
			

Unter Berücksichtigung der Veränderung der Kennwerte sowie der Bruchflächen können die Ergebnisse wie folgt interpretiert werden: In Analogie zu der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ zeigen sich aufgrund der Verwendung des gleichen Klebstoffs auch ähnliche Phänomene bei der Alterung des Klebstoffs. Bei den Bedingungen mit hoher relativer Feuchte (60 °C, 95 % RH und 80° C, 95 % RH) findet auch hier eine durch die Aufnahme von Wasser herbeigeführte Veränderung der mechanischen Klebstoffeigenschaften statt. Auch die

Gesetzmäßigkeiten, wie stark diese Veränderung ausgeprägt ist (stärkerer Effekt bei erhöhter Temperatur aufgrund schnellerer Wasserdiffusion, stärkerer Effekt je größer die Auslagerungszeit), besitzen für diese Kombination ebenfalls Gültigkeit. Die Weißbrüchigkeit wird durch die Veränderung der mechanischen Eigenschaften während der Auslagerung in den feuchten Bedingungen daher nicht mehr beobachtet. Im Unterschied zu der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ findet allerdings keine sichtbare Korrosion an dem Fügeilewerkstoff Stahl 1.4301 statt, weswegen korrosive Unterwanderung für diese Kombination nicht zum Versagensprozess der geklebten Verbindung beiträgt. Wie bei der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ führt bei der trockenen Bedingung (80 °C, 0 % RH) die Trocknung des Klebstoffs und die damit einhergehende Versprödung des Klebstoffs dazu, dass die Tendenz zur Ausbildung eines adhäsiven Bruchs begünstigt wird. Die Versprödung geht dabei mit einer Reduktion der Gleitungswerte bei nahezu gleichbleibenden Schubspannungswerten einher.

5.1.1.3. DP800Z – SikaForce®-7888

In Abb. 5.4 ist die Veränderung der 5 charakteristischen Kennwerte in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit bei den entsprechenden Alterungsexpositionen für die Kombination „DP800Z – SikaForce®-7888“ dargestellt.

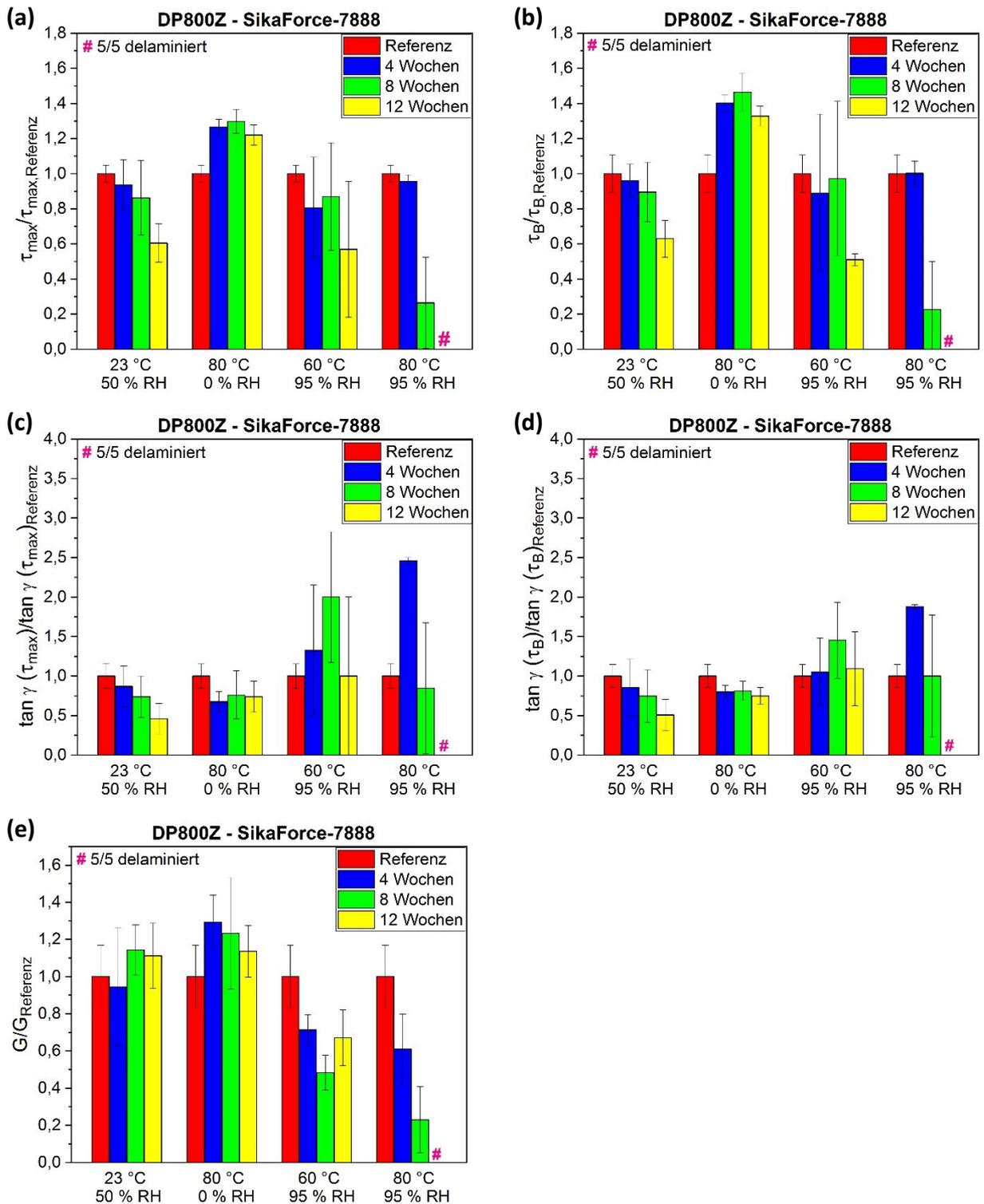


Abb. 5.4: Maximale Schubspannung τ_{max} (a), Bruchschubspannung τ_B (b), Gleitung bei der maximalen Schubspannung $\tan \gamma (\tau_{max})$ (c) und der Bruchschubspannung $\tan \gamma (\tau_B)$ (d) sowie Schubmodul G (e) in Abhängigkeit von der Alterungsbedingung und der Auslagerungszeit für die Kombination „DP800Z – SikaForce®-7888“.

Abb. 5.4 liefert folgende Erkenntnisse für die Schubspannungskennwerte: Die Verläufe von maximaler Schubspannung und Bruchschubspannung in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit gestalten sich für beide Schubspannungskennwerte ähnlich. Bei der Referenzbedingung

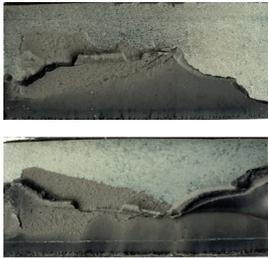
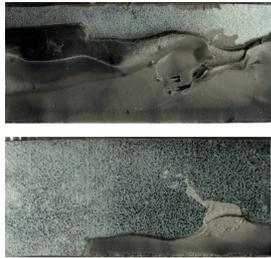
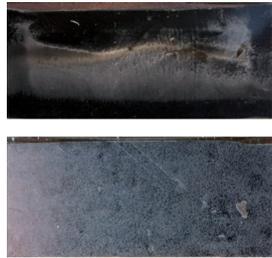
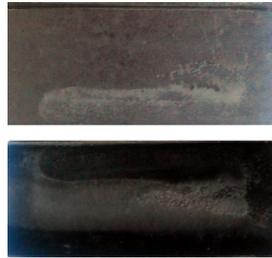
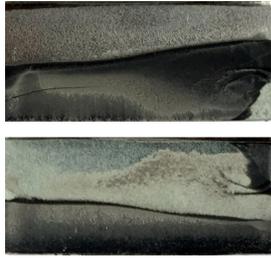
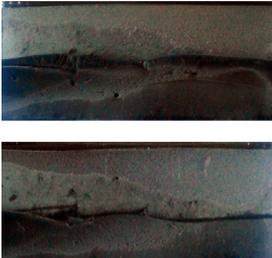
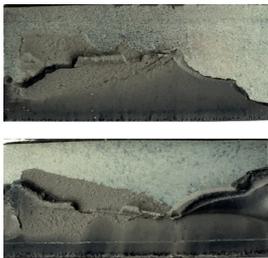
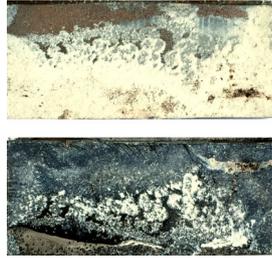
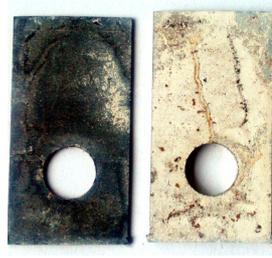
(23 °C, 50 % RH) ist ein Abfall der Kennwerte zu beobachten. Bei der trockenen Alterung (80 °C, 0 % RH) hingegen ist ein starker Anstieg der beiden Kennwerte innerhalb der ersten 4 Wochen zu beobachten. Anschließend stagnieren die Werte. Nach Auslagerung bei feuchten Bedingungen (60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH) ist ein unterschiedlich stark ausgeprägter Abfall der Schubspannungskennwerte zu beobachten. Bei 80 °C, 95 % RH fallen die Schubspannungswerte so stark ab, dass nach 12-wöchiger Auslagerung keine intakten Proben für die Prüfung mehr vorhanden waren. Alle Proben wurden nach 12-wöchiger Auslagerung bei 80 °C, 95 % RH delaminiert aus dem Klimaschrank entnommen. Bei der Auslagerung unter 60 °C, 95 % RH fällt der Abfall der Schubspannungskennwerte weniger stark aus. Auch nach 12-wöchiger Auslagerung sind immer noch Proben zur Prüfung der Restkraft verfügbar. Allerdings weisen die Kennwerte insbesondere nach den Prüfungen nach 4- bzw. 8-wöchiger Auslagerung unverhältnismäßig große Streuungen auf. Die beiden Gleitungskennwerte weisen für alle Alterungsbedingungen ähnliche Trends auf, allerdings streuen die Messwerte der Gleitung bei der maximalen Schubspannung im Vergleich zu den Messwerten der Bruchgleitung stärker. Beide Gleitungskennwerte nehmen bei der Referenzbedingung (23 °C, 50 % RH) kontinuierlich über den Auslagerungszeitraum ab. Bei der trockenen Alterung (80 °C, 0 % RH) nehmen die Gleitungen innerhalb der ersten 4 Wochen ab und stagnieren im Anschluss. Bei den Bedingungen mit hoher relativer Feuchte (60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH) weisen die Gleitungskennwerte sehr große Streuungen auf, sodass keine eindeutigen Trends in der Auslagerungszeit zu erkennen sind. Der Schubmodul unterliegt zwar vergleichsweise großen Streuungen, allerdings lassen sich trotzdem Trends erkennen: Bei der Referenzbedingung (23 °C, 50 % RH) sowie der trockenen Bedingung (80 °C, 0 % RH) finden im Rahmen der Standardabweichung keine signifikanten Veränderungen des Schubmoduls statt. Bei den Bedingungen mit hoher relativer Feuchte findet ein Abfall der Schubmodulwerte statt, der bei 80 °C, 95 % RH stärker ausgeprägt ist als bei 60 °C, 95 % RH.

In Tabelle 5.3 sind Bruchflächen der Zugscherproben für die Kombination „DP800Z – SikaForce®-7888“ in Abhängigkeit von der Alterungsexposition sowie der Auslagerungszeit dargestellt. Daraus ist gemäß DVS-Richtlinie 3302 [90] ersichtlich, dass für diese Kombination bereits im Referenzzustand sowie während der Auslagerung unter Standardbedingungen (23 °C, 50 % RH) ein überwiegend adhäsives Bruchbild beobachtet wird, welches sich bei den Bedingungen 23 °C, 50 % RH sowie 80 °C, 0 % RH und 60 °C, 95 % RH kaum verändert.

5. Ergebnisse und Diskussion

Hervorzuheben ist, dass bei der Bedingung 80 °C, 95 % RH nach der Auslagerungszeit von 8 Wochen starke Weißrostrückstände auf der Bruchfläche zu erkennen sind und die Proben nach 12-wöchiger Auslagerung so geschädigt sind, dass die Proben aus der Alterung bereits vollständig delaminiert vorliegen.

Tabelle 5.3: Bruchflächen der Zugscherproben in Abhängigkeit von der Alterungsexposition sowie der Auslagerungszeit für die Kombination „DP800Z – SikaForce®-7888“.

Referenz	4 Wochen	8 Wochen	12 Wochen
23 °C, 50 % RH			
			
80 °C, 0 % RH			
			
60 °C, 95 % RH			
			
80 °C, 95 % RH			
			

Nach Rücksprache mit dem Hersteller sind folgende Informationen bei der Interpretation der Ergebnisse zu berücksichtigen: Dem Hersteller liegen bisher keine gesicherten Informationen zur Kombination des Klebstoffs SikaForce®-7888 mit dem Haftvermittler SikaAktivator-205 vor. Die Tatsache, dass bereits im Referenzzustand stets ein überwiegend adhäsives Ablösen beobachtet wird, deutet darauf hin, dass der Haftvermittler nicht zur erwarteten Steigerung der Haftung des Klebstoffs auf der Oberfläche führt. Es liegt folglich eine geringe Grenzschichthaftung an der Verbindung zwischen Klebstoff und Füge-teiloberfläche vor, wodurch nicht die kohäsiven Eigenschaften des Klebstoffs für das Versagen ausschlaggebend sind und demnach auch keine verlässlichen Informationen zur Veränderung der kohäsiven Eigenschaften des Klebstoffs in Abhängigkeit von den Alterungskonditionen im Rahmen dieser Versuchsreihe generiert werden können. Besonders deutlich kommt gemäß Herstellerangaben die Beeinflussung der Grenzschichthaftung bei Anwesenheit von hoher Feuchtigkeit zum Tragen, was durch diese Versuchsreihen bestätigt werden konnte. Insbesondere bei der Alterung unter 60 °C, 95 % RH werden sehr große Streuungen der Schubspannungs- sowie der Gleitungskennwerte beobachtet. Bei Abwesenheit von hoher Feuchtigkeit wirkt sich die Beeinflussung der Grenzschichthaftung weniger stark aus. Bei der trockenen Alterung (80 °C, 0 % RH) kann gegenüber dem Referenzzustand eine Erhöhung der Schubspannungskennwerte bei gleichbleibenden Gleitungen beobachtet werden. Diese Beobachtung kann gemäß Herstellerangaben auf Trocknungsprozesse im Klebstoff zurückgeführt werden.

5.1.1.4. Stahl 1.4301 – SikaForce®-7888

In Abb. 5.5 ist die Veränderung der 5 charakteristischen Kennwerte in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit bei den entsprechenden Alterungsexpositionen für die Kombination „Stahl 1.4301 – SikaForce®-7888“ dargestellt.

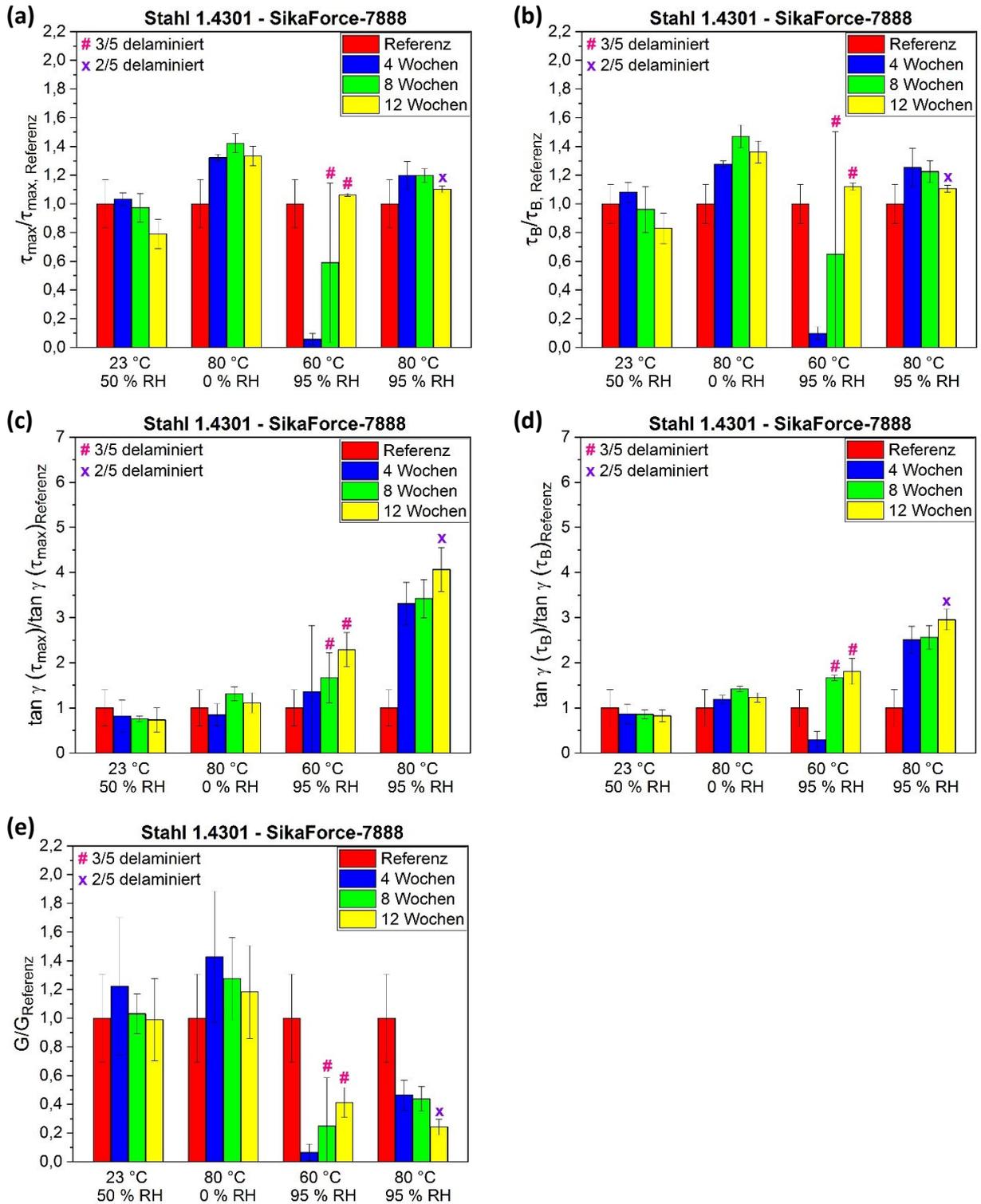


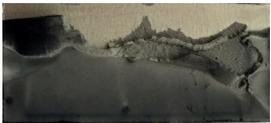
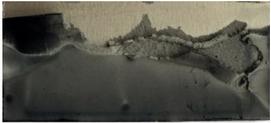
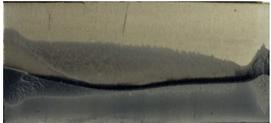
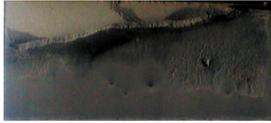
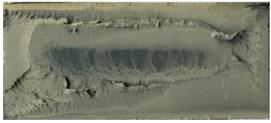
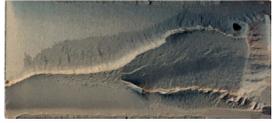
Abb. 5.5: Maximale Schubspannung τ_{max} (a), Bruchschubspannung τ_B (b), Gleitung bei der maximalen Schubspannung $\tan \gamma(\tau_{max})$ (c) und der Bruchschubspannung $\tan \gamma(\tau_B)$ (d) sowie Schubmodul G (e) in Abhängigkeit von der Alterungsbedingung und der Auslagerungszeit für die Kombination „Stahl 1.4301 – SikaForce®-7888“.

Die Schubspannungskennwerte τ_{max} und τ_B ähneln sich in ihren Verläufen bei allen Alterungsbedingungen. Bei der Standardbedingung (23 °C, 50 % RH) ist ein Abfall der Schubspannungswerte zu beobachten, während bei der trockenen Alterung (80 °C, 0 % RH) ein Anstieg der Schubspannungswerte in den ersten 4 Wochen mit anschließender Stagnation erfolgt. Bei 60 °C, 95 % RH sind über den Auslagerungszeitraum sehr starke Streuungen der Schubspannungswerte zu beobachten. Nach 8-wöchiger Auslagerung werden 3 der 5 Proben bereits vollständig delaminiert aus dem Klimaschrank entnommen, wodurch nur 2 von 5 Proben geprüft werden können. Selbiges tritt nach 12-wöchiger Auslagerung auf. Bei 80 °C, 95 % RH treten geringere Streuungen auf als bei 60 °C, 95 % RH, allerdings liegen auch hier nach 12-wöchiger Auslagerung 2 der 5 Proben bereits delaminiert vor der Prüfung vor, während die restlichen 3 Proben noch hohe Schubspannungswerte aufweisen. Beide Gleitungskennwerte bleiben sowohl bei Standardbedingungen (23 °C, 50 % RH) als auch bei der trockenen Alterung (80 °C, 0 % RH) im Rahmen der Standardabweichung über den Betrachtungszeitraum unverändert. Bei 60 °C, 95 % RH sowie 80 °C, 95 % RH ist tendenziell ein Anstieg der beiden Gleitungswerte zu beobachten, allerdings muss das vorzeitige Delaminieren von Proben während der Alterung hier genauso berücksichtigt werden. Nach 4-wöchiger Alterung bei 60 °C, 95 % RH unterscheiden sich die Messergebnisse der Gleitung bei der maximalen Schubspannung sehr stark von denen der Bruchgleitung. Während die Messwerte der Gleitung bei der maximalen Schubspannung zwar sehr stark streuen, aber tendenziell einen Anstieg im Vergleich zum Referenzzustand abbilden, zeigt sich in den Gleitungswerten der Bruchschubspannung ein Abfall gegenüber dem Referenzzustand bei geringen Messwertstreuungen. Der Schubmodul verändert sich unter Standardbedingungen (23 °C, 50 % RH) sowie unter trockener Bedingung (80 °C, 0 % RH) im Rahmen der Standardabweichung nicht, bei den Bedingungen mit hoher relativer Feuchte findet tendenziell ein Abfall statt.

Tabelle 5.4 zeigt sind Bruchflächen der Zugscherproben für die Kombination „Stahl 1.4301 – SikaForce®-7888“ in Abhängigkeit von der Alterungsexposition sowie der Auslagerungszeit. Daraus geht gemäß DVS-Richtlinie 3302 [90] hervor, dass in Analogie zur Kombination „DP800Z – SikaForce®-7888“ auch hier bereits im Referenzzustand sowie während der Auslagerung unter Standardbedingungen (23 °C, 50 % RH) ein überwiegend adhäsives Bruchbild beobachtet wird. Alle Proben, die bei 60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH bereits bei der Entnahme aus dem Klimaschrank delaminiert vorliegen, weisen ein vollständig adhäsives

Bruchbild auf. Lediglich nach Auslagerung bei 80 °C, 95 % RH sind vermehrt kohäsive Bruchflächen zu beobachten. Im Gegensatz zu der Kombination „DP800Z – SikaForce®-7888“ ist hier auch bei den Bedingungen mit hoher relativer Feuchte keine Rostbildung zu beobachten.

Tabelle 5.4: Bruchflächen der Zugscherproben in Abhängigkeit von der Alterungsexposition sowie der Auslagerungszeit für die Kombination „Stahl 1.4301 – SikaForce®-7888“.

Referenz	4 Wochen	8 Wochen	12 Wochen
23 °C, 50 % RH			
			
			
80 °C, 0 % RH			
			
			
60 °C, 95 % RH			
			
			
80 °C, 95 % RH			
			
			

Auch bei dieser Kombination kam in Analogie zur Kombination „DP800Z – SikaForce®-7888“ der Haftvermittler SikaAktivator-205 zum Einsatz. Die Problematik, dass keine gesicherten Informationen zur Kombination des Klebstoffs SikaForce®-7888 mit dem Haftvermittler SikaAktivator-205 vorliegen, betrifft demnach auch diese Kombination. Es liegt auch hier ein Haftproblem an der Verbindung zwischen Klebstoff und Fügeteiloberfläche vor, weswegen die kohäsiven Eigenschaften des Klebstoffs für das Versagen nicht ausschlaggebend sind. Wie bei der Kombination „DP800Z -SikaForce®-7888“ zeigt sich auch hier, dass bei der Kombination 60 °C, 95 % RH die größten Haftungsprobleme auftreten und sich der Effekt bei den trockenen Bedingungen weniger stark auswirkt. Dennoch kann auch hier im Rahmen dieser Untersuchung keine Alterung des Klebstoffs beobachtet werden, da im Referenzzustand sowie bei der Alterung unter Standardbedingungen (23 °C, 50 % RH) überwiegend ein adhäsives Versagen stattfindet und somit der Klebstoff nicht der limitierende Faktor des Systems darstellt.

5.1.1.5. Weiterführende Untersuchungen zum Haftvermittlereinfluss für die

Kombinationen „Stahl 1.4301 – SikaForce®-7888“ und „DP800Z – SikaForce®-7888“

Angesichts der Problematik, dass der Haftvermittler SikaAktivator-205 keine ausreichend gute Anbindung des Klebstoffs SikaForce®-7888 an die Fügeteilwerkstoffe Stahl 1.4301 und DP800Z erzeugt, werden weiterführende Untersuchungen zur Eignung verschiedener Haftvermittler für die Systeme „Stahl 1.4301 – SikaForce®-7888“ und „DP800Z – SikaForce®-7888“ angestellt. Neben dem bereits getesteten Haftvermittler SikaAktivator-205, werden der Haftvermittler SikaAktivator-100 getestet und Versuchsreihen ohne Haftvermittler durchgeführt. In Abb. 5.6 ist die Abhängigkeit der maximalen Schubspannung von der Oberflächenvorbehandlung mit und ohne Haftvermittlerapplikation für ungealterte Proben dargestellt.

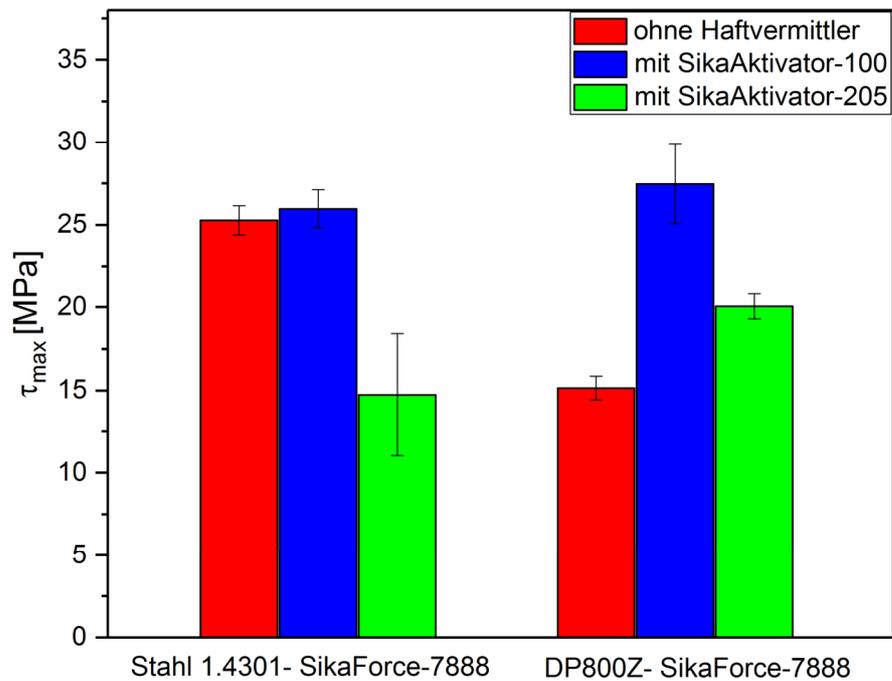
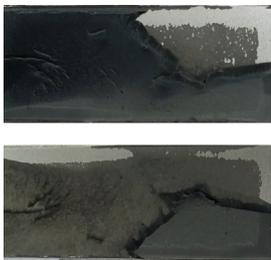
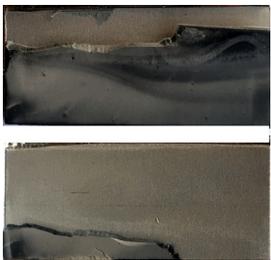
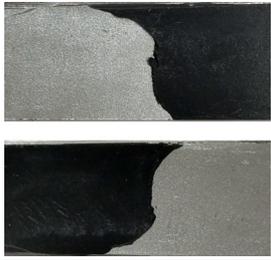
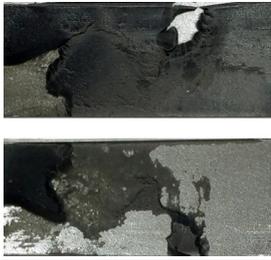


Abb. 5.6: Abhängigkeit der maximalen Schubspannung τ_{max} von der Oberflächenvorbehandlung mittels Haftvermittlerapplikation für die Kombinationen „Stahl 1.4301 – SikaForce®-7888“ und „DP800Z – SikaForce®-7888“.

Für die Kombination „Stahl 1.4301 – SikaForce®-7888“ sind die maximalen Schubspannungen für die Versuchsreihen ohne Haftvermittler und mit Haftvermittler SikaAktivator-100 im Rahmen der Standardabweichung gleich. Bei der Verwendung des Haftvermittlers SikaAktivator-205 ist sogar eine Verringerung der maximalen Schubspannung um ca. 50 % zu beobachten. Für die Kombination „DP800Z – SikaForce®-7888“ werden bei der Versuchsreihe ohne Haftvermittler die niedrigsten Schubspannungswerte verzeichnet. Bei der Anwendung des Haftvermittlers SikaAktivator-100 wird etwa eine Verdopplung der maximalen Schubspannung beobachtet. Bei Verwendung des Haftvermittlers SikaAktivator-205 findet gegenüber der Versuchsreihe ohne Haftvermittler ebenfalls eine Steigerung der maximalen Schubspannung statt, die allerdings weniger stark ausfällt als bei der Anwendung des Haftvermittlers SikaAktivator-100. In Tabelle 5.5 sind ergänzend zu diesen Erkenntnissen charakteristische Bruchflächen dieser Versuchsreihen dargestellt.

Tabelle 5.5: Bruchflächen der Zugscherproben in Abhängigkeit von der Oberflächenvorbehandlung mit Haftvermittlerapplikation für die Kombinationen „Stahl 1.4301 – SikaForce®-7888“ und „DP800Z – SikaForce®-7888“.

Stahl 1.4301 – SikaForce®-7888		
ohne Haftvermittler	mit SikaAktivator-100	mit SikaAktivator-205
		
DP800Z – SikaForce®-7888		
ohne Haftvermittler	mit SikaAktivator-100	mit SikaAktivator-205
		

Die Bruchflächen aus Tabelle 5.5 stehen im Einklang mit den Erkenntnissen zur Abhängigkeit der maximalen Schubspannung von der Haftvermittlerapplikation:

- Bei der Kombination „Stahl 1.4301 – SikaForce®-7888“ ist die Tendenz zur Ausbildung eines kohäsiven Bruchs bei der Versuchsreihe ohne Haftvermittler und bei der Versuchsreihe mit SikaAktivator-100 am stärksten ausgeprägt. Bei diesen beiden Versuchsreihen werden auch die höchsten maximalen Schubspannungen verzeichnet. Bei der Anwendung des Haftvermittlers SikaAktivator-205 hingegen ist ein adhäsives Versagen zu beobachten, welches mit deutlich niedrigeren Schubspannungswerten korreliert.
- Für Kombination „DP800Z – SikaForce®-7888“ ist die Tendenz zur Ausbildung eines kohäsiven Bruchs bei Verwendung des Haftvermittlers SikaAktivator-100 am größten. Hier sind auch die größten Schubspannungswerte zu verzeichnen. Bei Verwendung des Haftvermittlers SikaAktivator-205 sind überwiegend adhäsive Bereiche im Bruchbild zu beobachten, aber an manchen Stellen ist auch die Tendenz zur Ausbildung eines kohäsiven Bruchbilds zu erkennen. Die zugehörigen maximalen Schubspannungswerte sind entsprechend niedriger als bei Verwendung des Haftvermittlers SikaAktivator-205, allerdings höher als bei den Versuchsreihen ohne Haftvermittler, bei denen vollständig adhäsive Brüche beobachtet werden.

Zusammenfassend können als Ergebnis dieser weiterführenden Untersuchungen zur Beeinflussung der Grenzschichthaftung folgende Schlussfolgerungen festgehalten werden:

- Bei der Kombination „Stahl 1.4301 – SikaForce®-7888“ ist der bisher verwendete Haftvermittler SikaAktivator-205 nicht empfehlenswert. Es werden niedrige Schubspannungswerte in Folge von adhäsivem Versagen beobachtet. Ohne Haftvermittler werden deutlich höhere Schubspannungswerte sowie ein kohäsives Bruchbild verzeichnet. Da bei der Verwendung von SikaAktivator-100 keine signifikante Steigerung der Schubspannung zu beobachten ist, kann bei dieser Kombination auf einen Haftvermittler verzichtet werden.
- Bei der Kombination „DP800Z – SikaForce®-7888“ führt der bisher verwendete Haftvermittler SikaAktivator-205 gegenüber der Abwesenheit eines Haftvermittlers zwar zu einer verbesserten Haftung, allerdings kann die Haftung mit dem Haftvermittler SikaAktivator-100 noch erheblich gesteigert werden. Es empfiehlt sich aufgrund der Ausbildung eines kohäsiven Bruchbilds bei hohen Schubspannungen für diese Kombination die Verwendung des Haftvermittlers SikaAktivator-100.

5.1.1.6. DP800Z + KTL – Körapur® 666

In den Abb. 5.7 ist die Veränderung der 5 charakteristischen Kennwerte in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit bei den entsprechenden Alterungsexpositionen für die Kombination „DP800Z + KTL – Körapur® 666“ dargestellt.

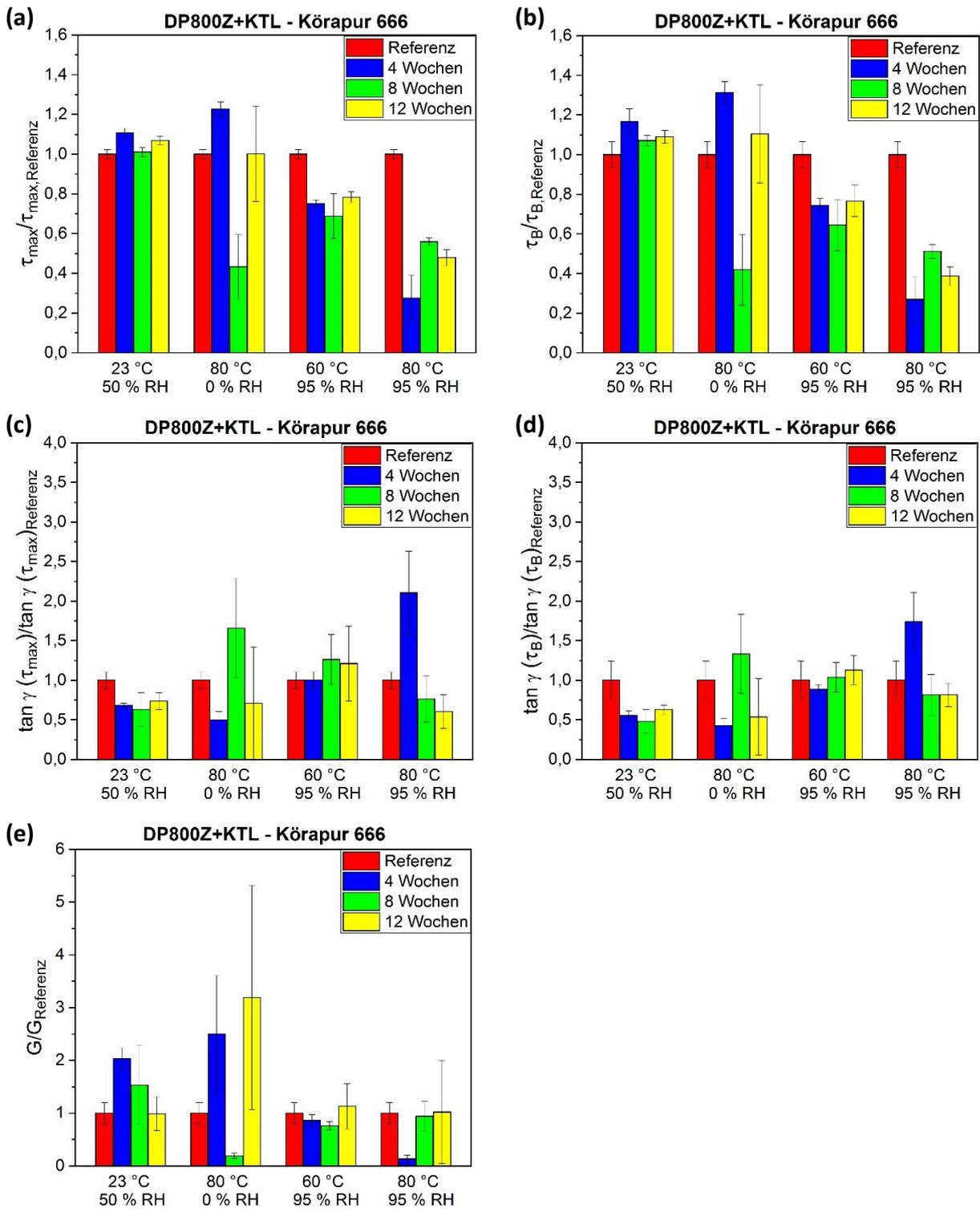


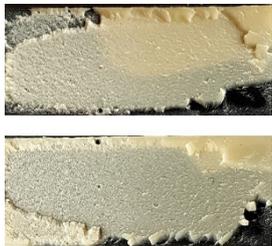
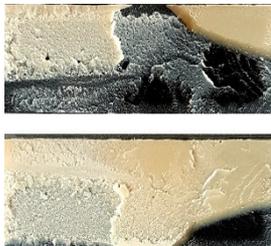
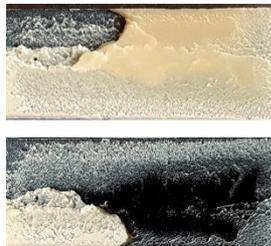
Abb. 5.7: Maximale Schubspannung τ_{max} (a), Bruchschubspannung τ_B (b), Gleitung bei der maximalen Schubspannung $\tan \gamma(\tau_{max})$ (c) und der Bruchschubspannung $\tan \gamma(\tau_B)$ (d) sowie Schubmodul G (e) in Abhängigkeit von der Alterungsbedingung und der Auslagerungszeit für die Kombination „DP800Z + KTL – Körapur® 666“.

Die Schubspannungskennwerte τ_{max} und τ_B bleiben bei 23 °C, 50 % RH näherungsweise konstant über die Auslagerungszeit. Bei 60 °C, 95 % RH sowie 80 °C, 95 % RH ist tendenziell ein Abfall der Schubspannungskennwerte zu beobachten, wobei der Abfall bei 80 °C, 95 % RH stärker ausgeprägt ist. Bei 80 °C, 0 % RH treten ab der Prüfung nach 8 Wochen sehr starke Streuungen der Kennwerte auf. Hier ist es nicht möglich, eine sinnvolle Tendenz der Schubspannungskennwerte auszumachen. Beide Gleitungskennwerte bleiben sowohl bei 23 °C, 50 % RH und 60 °C, 95 % RH näherungsweise konstant. Bei 80 °C, 0 % RH sowie 80 °C, 95 % RH zeichnet sich für beide Gleitungskennwerte kein eindeutiger Trend ab, die Messwerte streuen stellenweise sehr stark. Die Schubmodulwerte sind mit solch großen Streuungen behaftet, dass sich bei keiner der Alterungsexpositionen eine eindeutige Tendenz herauskristallisiert.

Die Bruchbilder (Tabelle 5.6) verdeutlichen, dass außer bei 23 °C, 50 % RH häufig eine Ablösung der KTL-Beschichtung zu beobachten ist. Wie aus den Bruchflächen ersichtlich ist, findet bei den Alterungen mit 60 °C, 95 % RH bzw. 80 °C, 95 % RH sogar eine korrosive Unterwanderung der KTL-Beschichtung statt [90]. Die teilweise sehr großen Streuungen der Kennwerte könnten folglich darauf zurückzuführen sein, dass sich oft ein Teil der geschädigten KTL-Beschichtung bei der Prüfung ablöst. Die Tatsache, dass die KTL-Beschichtung nicht immer gleich stark geschädigt ist und manchmal auch intakt bleibt führt zu starken Schwankungen bei der Erfassung der Kennwerte. Diese Vermutung steht auch im Einklang mit den Ergebnissen der Substanz-Schulterproben, wo keine solch starken Streuungen beobachtet werden konnten. Da die KTL-Beschichtung oft der limitierende Faktor der geklebten Verbindung ist, ist eine Interpretation der Ergebnisse hinsichtlich der Alterungsbeständigkeit der geklebten Verbindungen hier nicht sinnvoll.

5. Ergebnisse und Diskussion

Tabelle 5.6: Bruchflächen der Zugscherproben in Abhängigkeit von der Alterungsexposition sowie der Auslagerungszeit für die Kombination „DP800Z + KTL – Körapur® 666“.

Referenz	4 Wochen	8 Wochen	12 Wochen
23 °C, 50 % RH			
			
			
80 °C, 0 % RH			
			
			
60 °C, 95 % RH			
			
			
80 °C, 95 % RH			
			
			

5.1.2. Unter mechanischer Last gealterte Zugscherproben

5.1.2.1. DP800Z – Betamate® 1496F

In den Abb. 5.8 ist die Veränderung der 5 charakteristischen Kennwerte unter statischer Zugbelastung (345 N) in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit bei den entsprechenden Alterungsexpositionen für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ dargestellt. Da bei den Bedingungen 60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH alle Proben vor dem ersten Prüfzeitpunkt versagt haben, wurde für diese Expositionen die optisch ermittelte Zeit bis zum Versagen mit einer Ablesegenauigkeit von einem Tag (englisch: time to failure, kurz: *TTF*) bestimmt. Aus Abb. 5.8 geht hervor, dass die statische Belastung bei den Bedingungen mit hoher relativer Feuchtigkeit (60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH) einen großen Einfluss auf die Beständigkeit der Proben nimmt. Während bei der Alterung ohne Belastung bei beiden Bedingungen selbst nach 12-wöchiger Auslagerung noch Proben mit einer beträchtlichen Restkraft vorlagen, delaminieren alle Proben bei den Bedingungen mit hoher relativer Feuchte vor dem ersten Prüfzeitpunkt. Bei 80 °C, 95 % RH wird dabei eine deutlich geringere *TTF* festgestellt als bei 60 °C, 95 % RH. Im Gegensatz dazu ähneln die Ergebnisse unter statischer Zuglast bei der Auslagerung unter Standardbedingungen (23 °C, 50 % RH) sowie unter trockenen Bedingungen (80 °C, 0 % RH) denen ohne Belastung. Für diese beiden Bedingungen kann folglich im Beobachtungszeitraum von 12 Wochen kein Effekt der mechanischen Zuglast festgestellt werden.

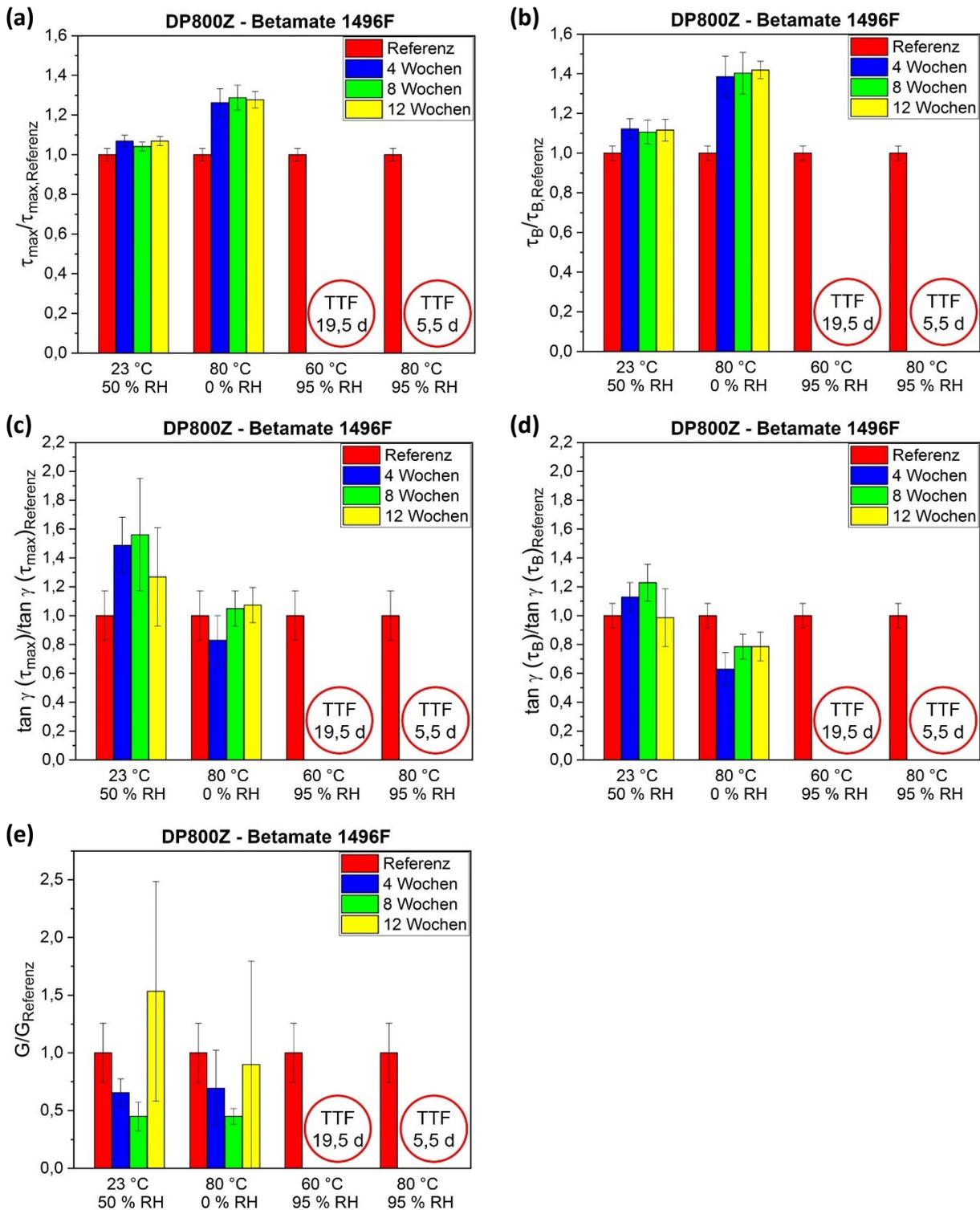


Abb. 5.8: Maximale Schubspannung τ_{max} (a), Bruchschubspannung τ_B (b), Gleitung bei der maximalen Schubspannung $\tan \gamma (\tau_{max})$ (c) und der Bruchschubspannung $\tan \gamma (\tau_B)$ (d) sowie Schubmodul G (e) in Abhängigkeit von der Alterungsbedingung und der Auslagerungszeit für die Kombination „DP800Z - Betamate® 1496F“, statische Zuglast: 345 N.

In den Tabellen 5.7 und 5.8 sind für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ zusätzlich die Bruchflächen in Abhängigkeit von Alterungsbedingung und Auslagerungszeit dargestellt.

5. Ergebnisse und Diskussion

Tabelle 5.7: Bruchflächen der Zugscherproben für 23 °C, 50 % RH und 80 °C, 0 % RH in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“, statische Zuglast: 345 N.

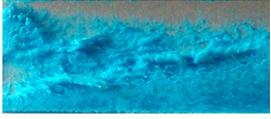
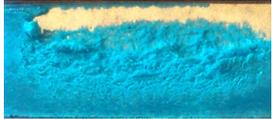
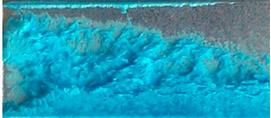
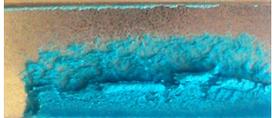
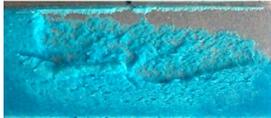
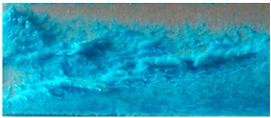
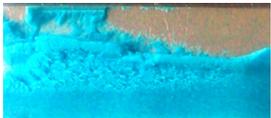
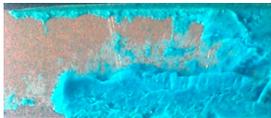
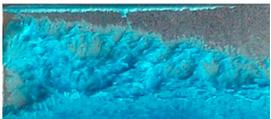
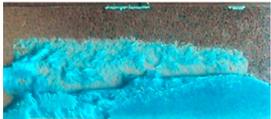
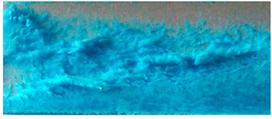
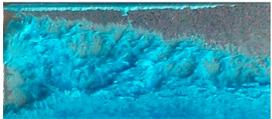
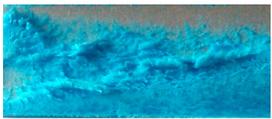
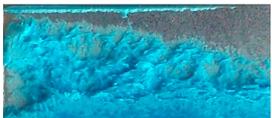
Referenz	4 Wochen	8 Wochen	12 Wochen
23 °C, 50 % RH			
			
			
80 °C, 0 % RH			
			
			

Tabelle 5.8: Bruchflächen der Zugscherproben für 60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“, statische Zuglast: 345 N.

Referenz	nach <i>TTF</i>
60 °C, 95 % RH	
	
	
80 °C, 95 % RH	
	
	

Bei Standardbedingungen (23 °C, 50 % RH) wird gemäß DVS-Richtlinie 3302 [90] keine Veränderung des Bruchbilds gegenüber des Referenzzustandes beobachtet und bei 80 °C, 0 % RH sind nur geringe Veränderungen des Bruchbilds sichtbar, die vermutlich auf eine Versprödung des Klebstoffs infolge von Trocknungsprozessen zurückzuführen sind. Bei 60 °C, 95 % RH sowie 80 °C, 95 % RH versagen die Proben nach der jeweiligen *TTF* vollständig adhäsiv (Tabelle 5.8), während im Referenzzustand ein kohäsives Bruchverhalten beobachtet wird. Weiterhin erscheint der Klebstoff nach der jeweiligen *TTF* in seiner Farbgebung deutlich dunkler als im Referenzzustand, was auf den Verlust der für diesen Klebstoff typischen Weißbrüchigkeit hindeutet.

Aufgrund der Tatsache, dass lediglich bei zwei der vier getesteten Alterungsexpositionen ein signifikanter Einfluss der mechanischen Zugbelastung im Beobachtungszeitraum festgestellt werden konnte, ist es zur Verifikation des Belastungseinflusses notwendig, zusätzliche Untersuchungen bei weiteren Alterungsexpositionen durchzuführen. Da nur bei den Bedingungen mit vergleichsweise hoher Feuchtigkeit ein Effekt der mechanischen Zuglast festgestellt wurde, wird die *TTF* unter Zugbelastung zusätzlich für die folgenden Bedingungen bestimmt:

- 70 °C, 95 % RH
- 80 °C, 40 % RH (vergleichbare absolute Feuchtigkeit zu 60 °C, 95 % RH)
- 80 °C, 63 % RH (vergleichbare absolute Feuchtigkeit zu 70 °C, 95 % RH)
- 85 °C, 95 % RH

In Tabelle 5.9 sind die ermittelten Versagenszeiten unter der statischen Zugbelastung von 345 N zusammengefasst und in Abhängigkeit von den klimatischen Bedingungen aufgelistet.

Tabelle 5.9: Ermittelte Versagenszeiten (*TTF*) unter statischer Zugbelastung (345 N) für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ bei verschiedenen klimatischen Bedingungen.

Bedingung	absolute Feuchtigkeit [g/kg]	<i>TTF</i> [Tage]
60 °C, 95 % RH	143	19,5
70 °C, 95 % RH	257	9,0
80 °C, 40 % RH	143	6,3
80 °C, 63 % RH	259	5,8
80 °C, 95 % RH	497	5,5
85 °C, 95 % RH	757	2,1

Die Versagenszeiten sind in Abhängigkeit von der absoluten Feuchtigkeit bzw. der Temperatur in den Abbildungen 5.9 und 5.10 dargestellt.

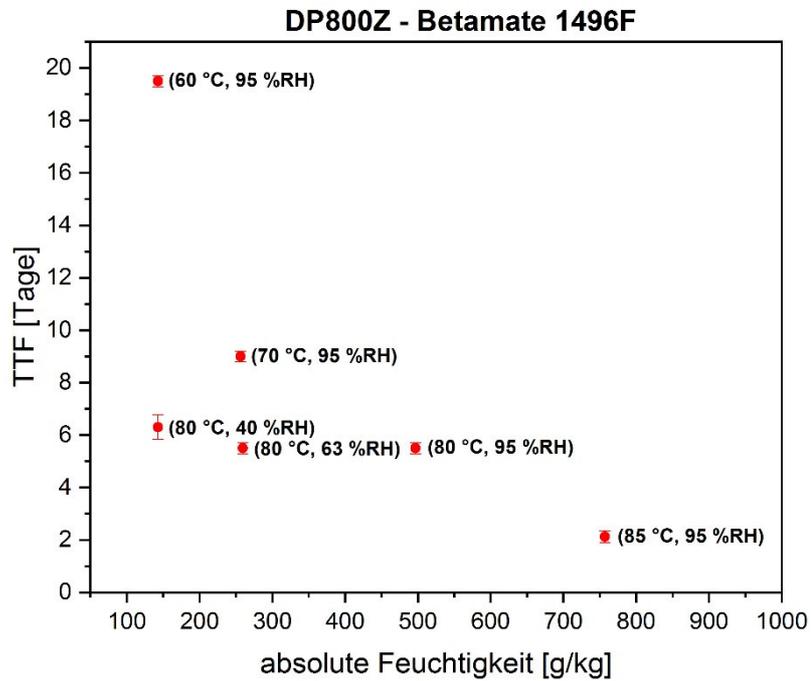


Abb. 5.9: Versagenszeit *TTF* in Abhängigkeit von der absoluten Feuchtigkeit für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“.

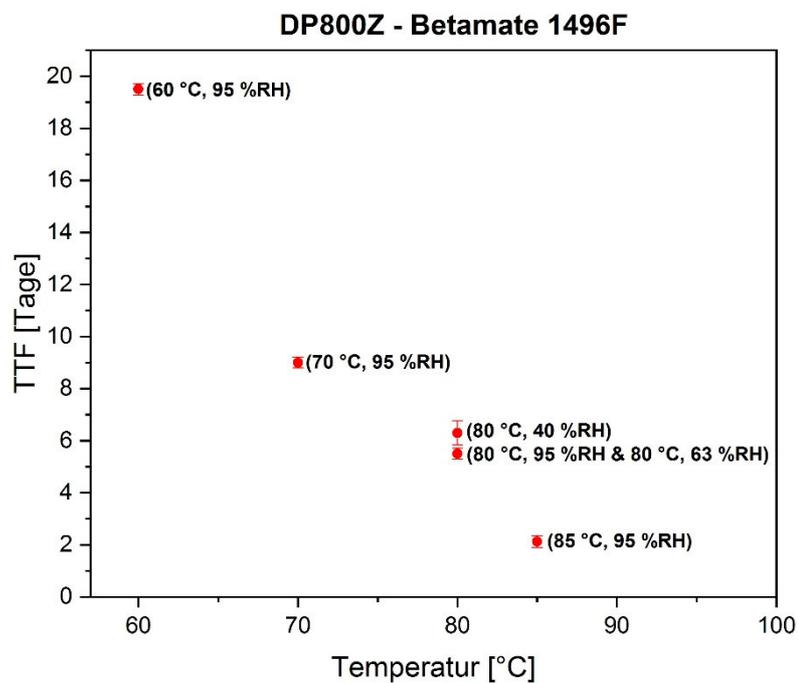


Abb. 5.10: Versagenszeit *TTF* in Abhängigkeit von der Temperatur für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“.

Aus den Alterungsuntersuchungen unter statischer Last gealterter Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ können die folgenden ersten Erkenntnisse gezogen werden:

- 1) Ist keine bzw. sehr wenig absolute Feuchtigkeit im System vorhanden (Alterung bei 80 °C, 0 % RH bzw. 23 °C, 50 % RH, Abb. 4.8) so findet kein Versagen in einem Beobachtungszeitraum von 12 Wochen statt. Es kann folglich auch keine Versagenszeit ermittelt werden.
- 2) Aus den Abbildungen 5.9 und 5.10 geht hervor: Ist eine gewisse Menge an Feuchtigkeit im System enthalten, werden bei den Bedingungen mit gleicher Temperatur (aber unterschiedlichem Feuchtegehalt) sehr ähnliche Versagenszeiten beobachtet. Bei den Bedingungen mit ähnlicher absoluter Feuchte (aber unterschiedlicher Temperatur) werden große Unterschiede in den Versagenszeiten beobachtet. Sofern eine bestimmte Menge Feuchtigkeit im System vorhanden ist, scheint die Versagenszeit demnach in erster Linie abhängig von der Temperatur zu sein.

Zur Quantifizierung des Lasteinflusses auf die Versagenszeit ist es zusätzlich notwendig, die Untersuchungen bei weiteren Lasthorizonten durchzuführen. Bei der Wahl eines geeigneten Lasthorizonts muss dabei stets zwischen 2 Grenzfällen abgewogen werden: Ist der Lasthorizont zu groß, versagen die Proben unter Umständen so schnell, dass eine sinnvolle Erfassung der Versagenszeit mit der hier verwendeten Methode schwierig ist. Ist der Lasthorizont sehr klein, versagen die Proben erst nach sehr langer Zeit. Die Beobachtungszeit erhöht sich folglich sehr stark und die Versuche nehmen sehr viel Zeit in Anspruch. Um einen Kompromiss zwischen diesen beiden Grenzzuständen zu treffen, wird zur Festlegung von 2 neuen Lasthorizonten der bereits getestete Lasthorizont (345 N) um einen Faktor $\sqrt{2}$ erhöht (245 N) bzw. verringert (486 N). Die Untersuchung des Lasteinflusses mit den beiden zusätzlichen Lasthorizonten wird für folgende Bedingungen durchgeführt:

- 60 °C, 95 % RH
- 80 °C, 40 % RH (vergleichbare absolute Feuchtigkeit zu 60 °C, 95 % RH)
- 70 °C, 95 % RH
- 80 °C, 95 % RH

In Tabelle 5.10 sind die ermittelten Versagenszeiten unter den statischen Zugbelastungen von 245 N, 345 N und 486 N zusammengefasst in Abhängigkeit von den klimatischen Bedingungen

aufgelistet. In Abb. 5.11 ist der Zusammenhang zwischen Versagenszeit und statischer Zugbelastung graphisch dargestellt.

Tabelle 5.10: Ermittelte Versagenszeiten (*TTF*) unter statischer Zugbelastung (245 N, 345 N, 486 N) für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ bei verschiedenen klimatischen Bedingungen.

Bedingung	absolute Feuchtigkeit [g/kg]	<i>TTF</i> (245N) [Tage]	<i>TTF</i> (345 N) [Tage]	<i>TTF</i> (486 N) [Tage]
60 °C, 95 % RH	143	18,8	19,5	11,6
80 °C, 40 % RH	143	8,4	6,3	3,7
70 °C, 95 % RH	257	9,9	9,0	4,7
80 °C, 95 % RH	497	5,3	5,5	2,5

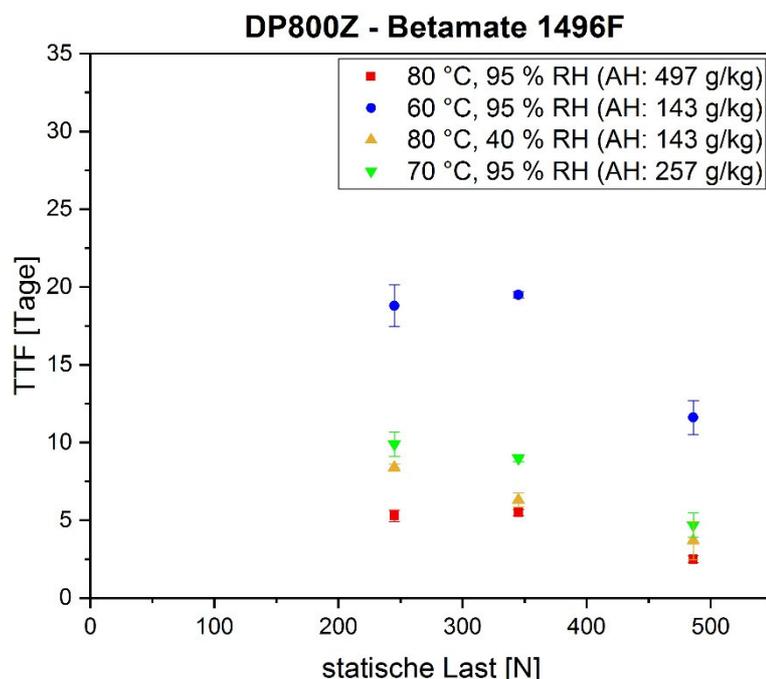


Abb. 5.11: Versagenszeit *TTF* in Abhängigkeit von der statischen Zugbelastung für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“.

Aus Abb. 5.11 geht hervor, dass anhand der wenigen Lasthorizonte zunächst kein eindeutiger Trend zur Lastabhängigkeit der Versagenszeit erkennbar ist. Ohne weitere Annahmen bzw. Vorüberlegungen kann an dieser Stelle keine weitere Aussage zur Lastabhängigkeit der Versagenszeit getätigt werden. Im Zuge der Entwicklung einer lastabhängigen Schädigungsfunktion (Kapitel 5.3.5) werden diese Ergebnisse erneut aufgegriffen, diskutiert und unter Berücksichtigung definierter Annahmen zur Modellierung verwendet.

5.1.2.2. Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F

In Abb. 5.12 ist die Veränderung der 5 charakteristischen Kennwerte unter statischer Zugbelastung (365 N) in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit bei den entsprechenden Alterungsexpositionen für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ dargestellt. Wie bei der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ versagen alle Proben bei den Bedingungen 60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH bereits vor dem ersten Prüfzeitpunkt, weswegen für diese Bedingungen die *TTF* angegeben wird. In Abb. 5.12 zeigt sich eine ähnliche Tendenz für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ wie sie bereits für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ beobachtet werden konnte: Die statische Belastung nimmt im Betrachtungszeitraum signifikanten Einfluss auf die Bedingungen mit hoher relativer Feuchtigkeit (60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH). Keine der Proben überlebt bis zum ersten Prüfzeitpunkt nach 4 Wochen, wobei die *TTF* bei der Bedingung 80 °C, 95 % RH deutlich kleiner ist als bei 60 °C, 95 % RH. Bei der Alterung ohne Zugbelastung wiesen die Proben selbst nach 12-wöchiger Auslagerung noch eine Restkraft auf. Wie auch bei der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ kann auch hier für die Bedingungen 23 °C, 50 % RH sowie 80 °C, 0 % RH kein signifikanter Unterschied zwischen den Alterungen mit und ohne Zuglast festgestellt werden.

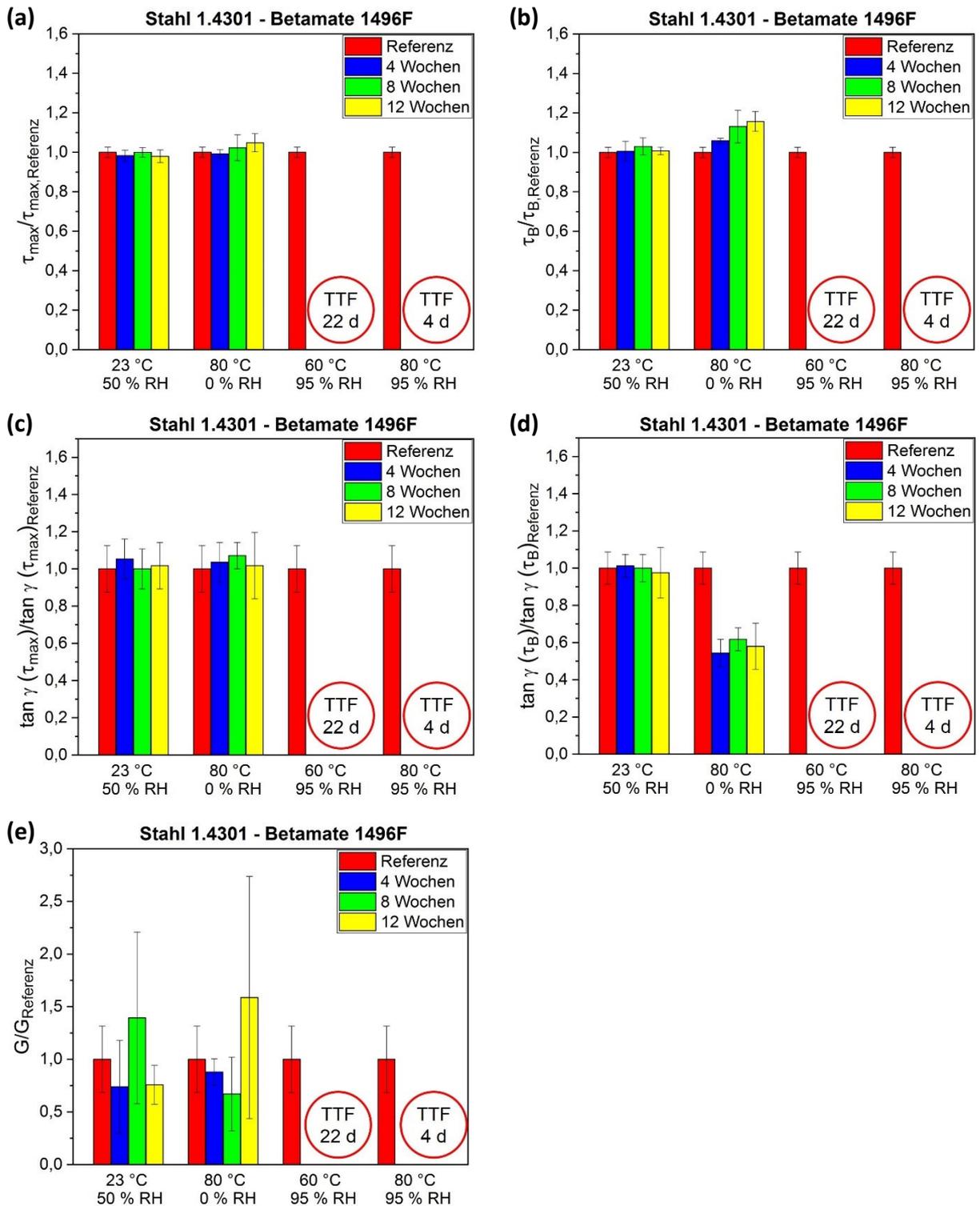


Abb. 5.12: Maximale Schubspannung τ_{max} (a), Bruchschubspannung τ_B (b), Gleitung bei der maximalen Schubspannung $\tan \gamma(\tau_{max})$ (c) und der Bruchschubspannung $\tan \gamma(\tau_B)$ (d) sowie Schubmodul G (e) in Abhängigkeit von der Alterungsbedingung und der Auslagerungszeit für die Kombination „Stahl 1.4301 - Betamate® 1496F“, statische Zuglast: 365 N.

In den Tabellen 5.11 und 5.12 sind für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ ergänzend die Bruchflächen in Abhängigkeit von Alterungsexposition und -zeit dargestellt.

Gemäß DVS-Richtlinie 3302 [90] versagen die Proben bei 60 °C, 95 % RH sowie 80 °C, 95 % RH wie bei der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ nach ihrer jeweiligen *TTF* vollständig adhäsiv (Tabelle 5.12), wohingegen im Referenzzustand noch ein kohäsives Bruchbild zu beobachten war. Der Klebstoff erscheint nach der jeweiligen *TTF* deutlich dunkler, was auf den Verlust der für diesen Klebstoff typischen Weißbrüchigkeit hindeutet.

Tabelle 5.11: Bruchflächen der Zugscherproben für 23 °C, 50 % RH und 80 °C, 0 % RH in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“, statische Zuglast: 365 N.

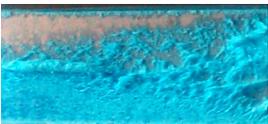
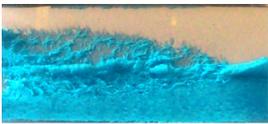
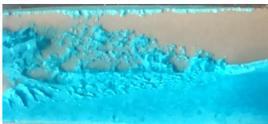
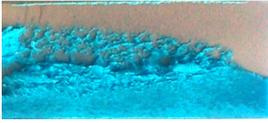
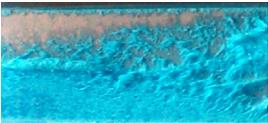
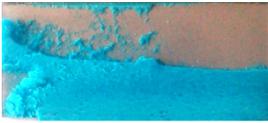
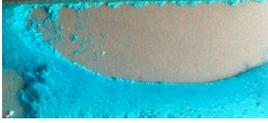
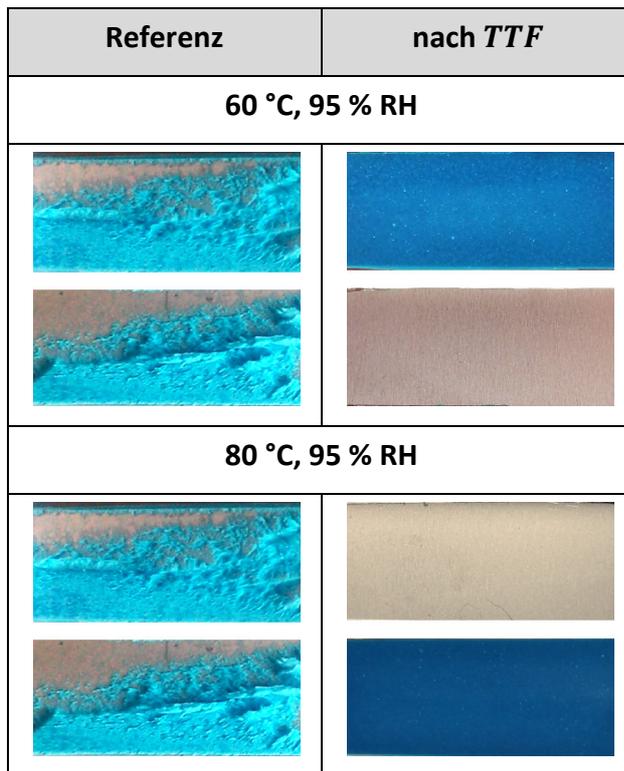
Referenz	4 Wochen	8 Wochen	12 Wochen
23 °C, 50 % RH			
			
			
80 °C, 0 % RH			
			
			

Tabelle 5.12: Bruchflächen der Zugscherproben für 60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit für die Kombination „Stahl 1.4301 - Betamate® 1496F“, statische Zuglast: 365 N.



Zur Verifikation des Belastungseinflusses werden analog zur Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ zusätzliche Untersuchungen durchgeführt, deren Ergebnisse in Tabelle 5.13 dargestellt sind.

Tabelle 5.13: Ermittelte Versagenszeiten (*TTF*) unter statischer Zugbelastung (365 N) für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ bei verschiedenen klimatischen Bedingungen.

Bedingung	absolute Feuchtigkeit [g/kg]	<i>TTF</i> [Tage]
60 °C, 95 % RH	143	22,0
70 °C, 95 % RH	257	9,5
80 °C, 40 % RH	143	7,1
80 °C, 63 % RH	259	5,5
80 °C, 95 % RH	497	4,0
85 °C, 95 % RH	757	2,1

Die Versagenszeiten sind in Abhängigkeit von der absoluten Feuchtigkeit bzw. der Temperatur in den Abbildungen 5.13 und 5.14 dargestellt.

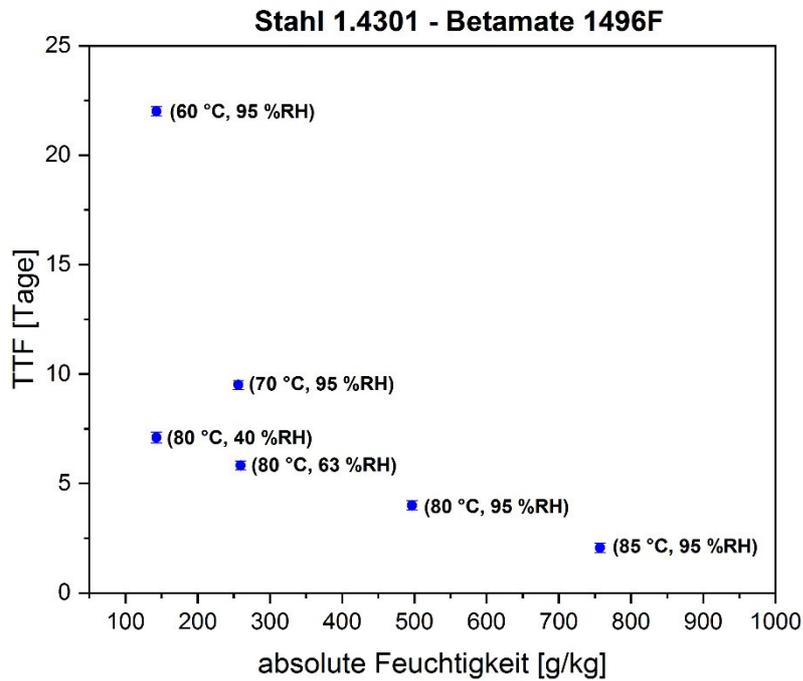


Abb. 5.13: Versagenszeit *TTF* in Abhängigkeit von der absoluten Feuchtigkeit für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“.

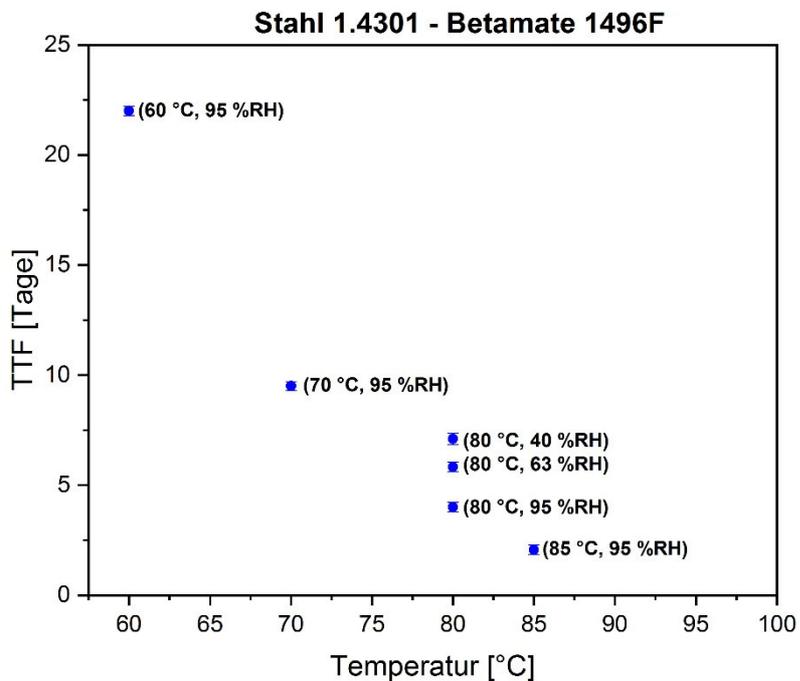


Abb. 5.14: Versagenszeit *TTF* in Abhängigkeit von der Temperatur für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“.

Aus den Alterungsuntersuchungen unter statischer Last gealterter Zugscherproben der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ können in Analogie zur Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ die folgenden ersten Erkenntnisse gezogen werden:

- 1) Bei geringer absoluter Feuchtigkeit (Alterung bei 80 °C, 0 % RH bzw. 23 °C, 50 % RH, Abb. 5.12) findet kein Versagen im Beobachtungszeitraum von 12 Wochen statt. Es kann folglich auch keine Versagenszeit ermittelt werden.
- 2) Die Abbildungen 5.13 und 5.14 zeigen: Bei vergleichsweise hoher absoluter Feuchtigkeit werden bei den Bedingungen mit gleicher Temperatur trotz unterschiedlichem Feuchtegehalt stets ähnliche Versagenszeiten beobachtet. Im Gegensatz dazu werden bei den Bedingungen mit ähnlicher absoluter Feuchtigkeit und unterschiedlicher Temperatur große Unterschiede in den Versagenszeiten beobachtet. Auch hier scheint folgender Zusammenhang zu gelten: Ist eine gewisse Menge absolute Feuchtigkeit im System vorhanden, scheint die Versagenszeit in erster Linie abhängig von der Temperatur zu sein.

Wie bei der Kombination „DP800Z - Betamate® 1496F“ ist es zur Quantifizierung des Lasteinflusses auf die Versagenszeit auch hier notwendig, die Untersuchungen bei weiteren Lasthorizonten durchzuführen. Analog zur Vorgehensweise bei der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ wird zur Festlegung von 2 neuen Lasthorizonten der bereits getestete Lasthorizont (365 N) um den Faktor $\sqrt{2}$ erhöht (259 N) bzw. verringert (515 N). In Tabelle 5.14 sind die Versagenszeiten unter diesen statischen Zugbelastungen zusammengefasst.

Tabelle 5.14: Ermittelte Versagenszeiten (*TTF*) unter statischer Zugbelastung (259 N, 365 N, 515 N) für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ bei verschiedenen klimatischen Bedingungen.

Bedingung	absolute Feuchtigkeit [g/kg]	<i>TTF</i> (245N) [Tage]	<i>TTF</i> (345 N) [Tage]	<i>TTF</i> (486 N) [Tage]
60 °C, 95 % RH	143	24,5	22,0	19,4
70 °C, 95 % RH	257	10,5	9,5	9,7
80 °C, 95 % RH	497	6,3	4,0	2,5

Die Versagenszeiten sind in Abhängigkeit von der statischen Zugbelastung in den Abb. 5.15 dargestellt.

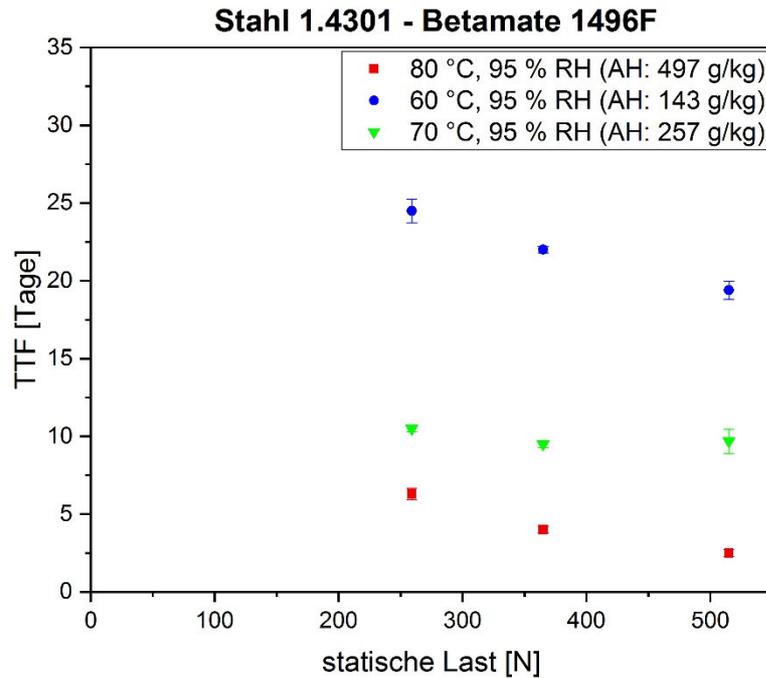


Abb. 5.15: Versagenszeit TTF in Abhängigkeit von der statischen Zugbelastung für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“.

Gemäß Abb. 5.15 ist auch für die Zugscherproben der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ kein eindeutiger Trend zur Lastabhängigkeit der Versagenszeit zu erkennen. Auch hier ist es ohne weitere Annahmen nicht möglich, eine sinnvolle Aussage zur Lastabhängigkeit der Versagenszeit zu treffen. In Kapitel 5.3.5 werden diese Ergebnisse erneut aufgegriffen, die Diskussion weitergeführt und unter Berücksichtigung definierter Annahmen die Ergebnisse zur Modellierung verwendet.

5.1.3. Unbelastet gealterte Substanz-Schulterproben

In Abb. 5.16 ist eine exemplarische Zugspannungs-Dehnungs-Kurve einer Zugprüfung von Substanz-Schulterproben dargestellt. Anhand der Kurve können 5 charakteristische Kennwerte der Zugprüfung definiert werden: Die maximale Zugspannung σ_{max} , die dazu gehörige Dehnung $\varepsilon(\sigma_{max})$, die Zugspannung beim Bruch der Probe σ_B , die dazu gehörige Gleitung $\varepsilon(\sigma_B)$ sowie der E-Modul E , der sich durch die Steigung der Kurve im linear-elastischen Bereich im Bereich von 0,05 % und 0,25 % Dehnung gemäß DIN EN ISO 527-1 [82] ergibt.

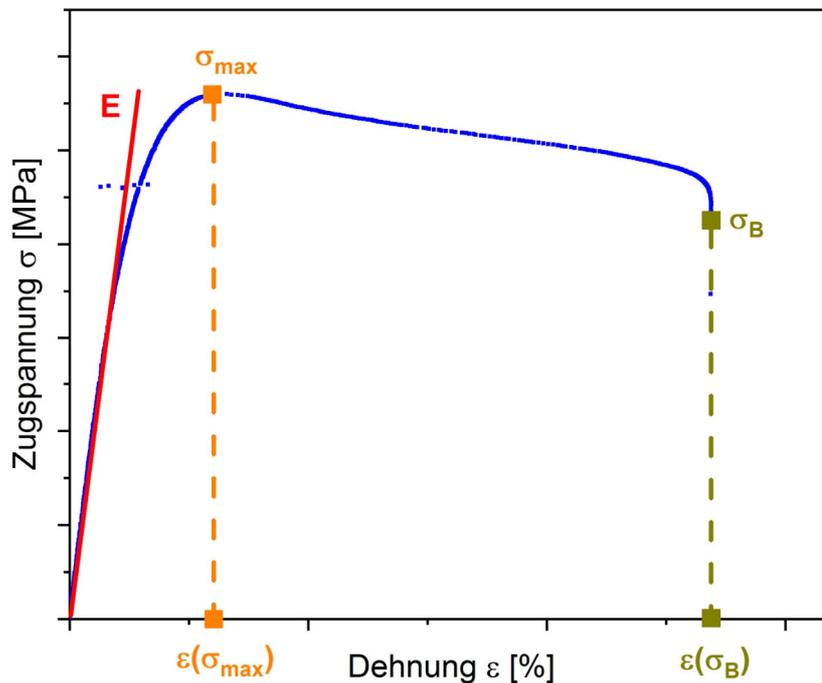


Abb. 5.16: Definition von 5 charakteristischen Kennwerten der Zugprüfung anhand eines exemplarischen Spannungs-Dehnungs-Diagramms: maximale Zugspannung σ_{max} , Dehnung bei der maximalen Zugspannung $\varepsilon(\sigma_{max})$, Bruchzugspannung σ_B , Gleitung bei der Bruchzugspannung $\varepsilon(\sigma_B)$ und E-Modul E .

5.1.3.1. SikaForce®-7888

In Abb. 5.17 ist die Veränderung der 5 charakteristischen Kennwerte in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit bei den entsprechenden Alterungsexpositionen für den Klebstoff SikaForce®-7888 dargestellt.

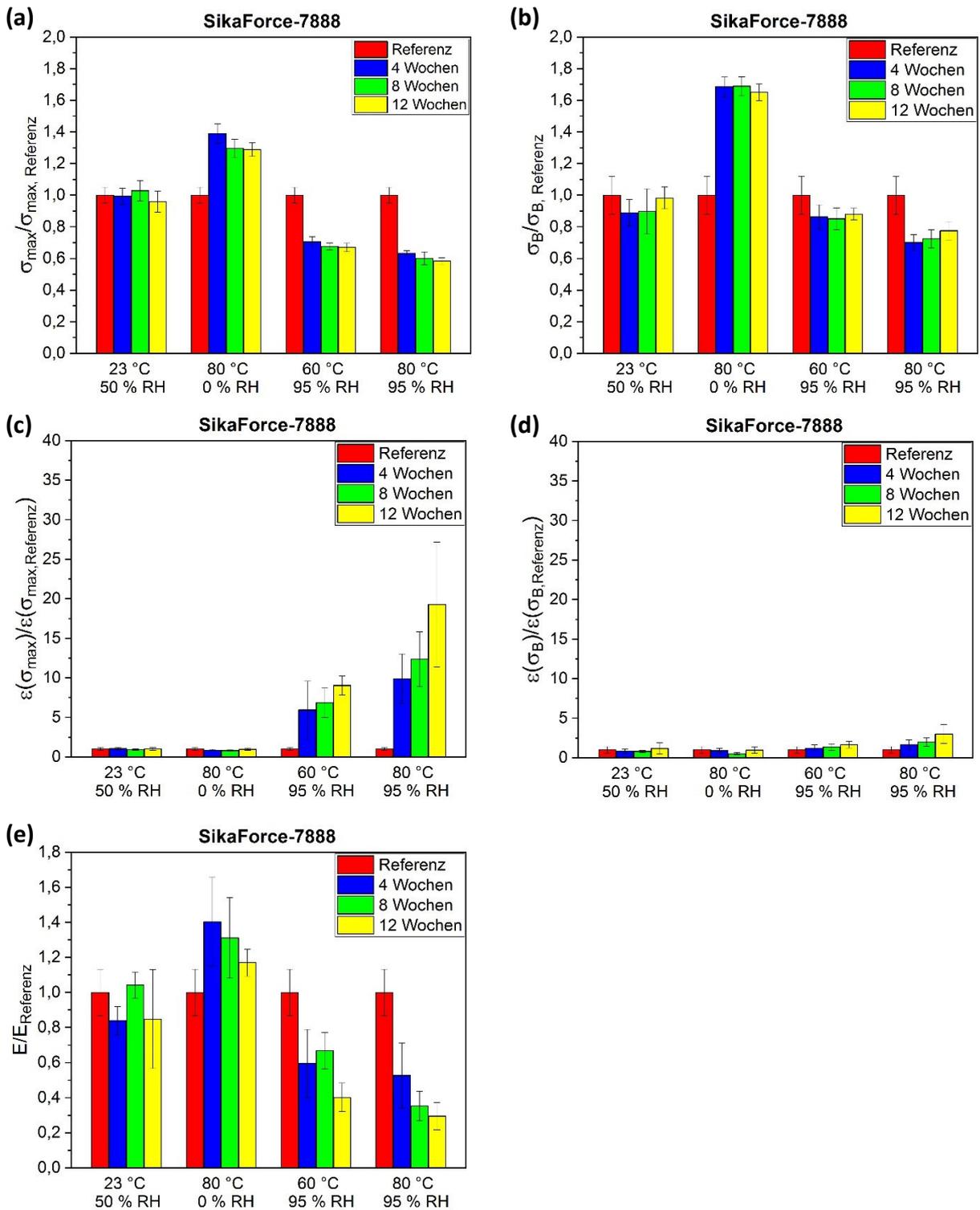


Abb. 5.17: Maximale Zugspannung σ_{max} (a), Bruchzugspannung σ_B (b), Dehnung bei der maximalen Zugspannung $\epsilon(\sigma_{max})$ (c) und der Bruchzugspannung $\epsilon(\sigma_B)$ (d) sowie E-Modul E (e) in Abhängigkeit von der Alterungsbedingung und der Auslagerungszeit für den Klebstoff SikaForce®-7888.

Aus Abb. 5.17 gehen folgende Trends für die maximale Zugspannung sowie die Bruchzugspannung hervor: Bei Standardbedingungen (23 °C, 50 % RH) kann keine signifikante Änderung der Zugspannungskennwerte beobachtet werden. Bei 80 °C, 0 % RH findet in den

ersten 4 Wochen ein Anstieg der beiden Kennwerte mit anschließender Stagnation statt. Bei den Bedingungen mit hoher relativer Feuchte (60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH) findet tendenziell ein Abfall der Zugspannungskennwerte statt, der bei 80 °C, 95 % RH etwas stärker ausgeprägt ist als bei 60 °C, 95 % RH. Für die entsprechenden Dehnungskennwerte wird folgendes beobachtet: Bei 23 °C, 50 % RH sowie 80 °C, 0 % RH ist für beide Dehnungskennwerte keine nennenswerte Veränderung zu erkennen. Bei den Bedingungen mit hoher relativer Feuchtigkeit kommt es mit fortschreitender Auslagerungszeit zu einem kontinuierlichen Anstieg der Dehnungskennwerte, welcher bei der Dehnung der maximalen Zugspannung deutlich stärker ausgeprägt ist als bei der Bruchdehnung. Dieser Anstieg ist für beide Dehnungskennwerte bei 80 °C, 95 % RH wiederum stärker ausgeprägt als bei 60 °C, 95 % RH. Die E-Modulwerte sind mit großen Streuungen behaftet. Dennoch kann bei 60 °C, 95 % RH sowie 80 °C, 95 % RH tendenziell ein Abfall der E-Modulwerte beobachtet werden. Bei 23 °C, 50 % RH und 80 °C, 0 % RH sind hingegen aufgrund der großen Streuungen keine signifikanten Trends erkennbar.

Interpretiert werden können die Ergebnisse wie folgt: Bei 80 °C, 0 % RH findet eine Trocknung des Klebstoffs statt, wodurch die Zugspannungswerte in den ersten 4 Wochen ansteigen und anschließend auf konstantem Niveau bleiben. Bei den Bedingungen mit hoher relativer Feuchte (60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH) kommt es zu einer Diffusion von Feuchtigkeit ins Innere des Klebstoffs, wodurch sich die mechanischen Eigenschaften des Klebstoffs verändern. Die vom Klebstoff aufgenommene Wassermenge korreliert dabei mit einem Abfall der Zugspannungskennwerte bei gleichzeitigem Anstieg der entsprechenden Dehnungen und einem Abfall der E-Modulwerte. Dieser Effekt ist bei 80 °C, 95 % RH stärker ausgeprägt als bei 60 °C, 95 % RH, weil eine Temperaturerhöhung in diesem Fall stets zu einer schnelleren Diffusion von Feuchtigkeit in den Klebstoff führt und dadurch im gleichen Zeitintervall bei höherer Temperatur eine größere Wassermenge aufgenommen werden kann.

5.1.3.2. Betamate® 1496F

In Abb. 5.18 ist die Veränderung der 5 charakteristischen Kennwerte in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit bei den entsprechenden Alterungsexpositionen für den Klebstoff Betamate® 1496F dargestellt.

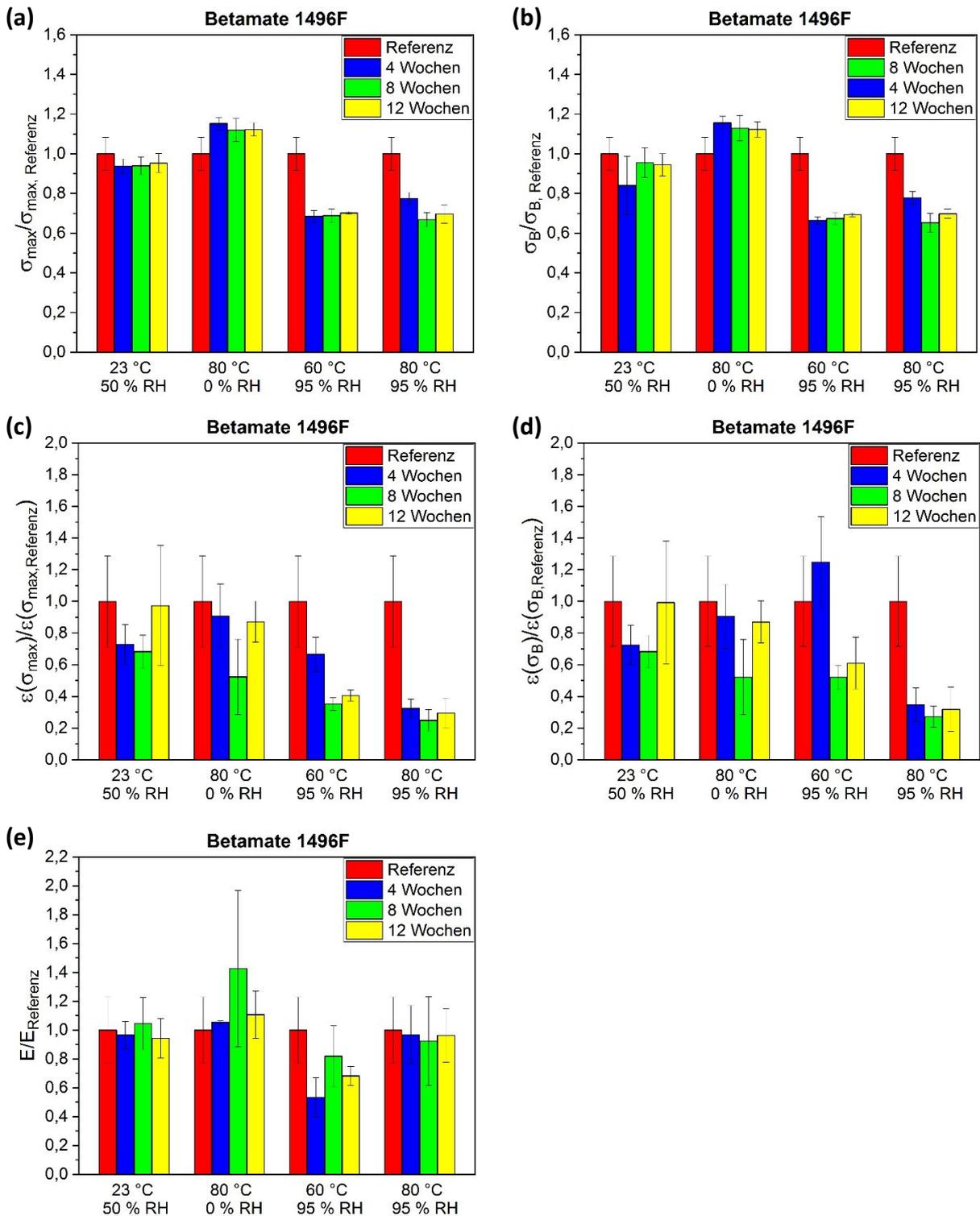


Abb. 5.18: Maximale Zugspannung σ_{max} (a), Bruchzugspannung σ_B (b), Dehnung bei der maximalen Zugspannung $\varepsilon(\sigma_{max})$ (c) und der Bruchzugspannung $\varepsilon(\sigma_B)$ (d) sowie E-Modul E (e) in Abhängigkeit von der Alterungsbedingung und der Auslagerungszeit für den Klebstoff Betamate® 1496F.

Für die maximale Zugspannung sowie die Bruchzugspannung können gemäß Abb. 5.18 folgende Trends beobachtet werden: Bei 23 °C, 50 % RH bleiben die beiden Zugspannungskennwerte im Rahmen der Standardabweichung über die gesamte Auslagerungszeit

unverändert. Bei 80 °C, 0 % RH steigen die Kennwerte in den ersten 4 Wochen an, anschließend stagnieren die Werte. Bei 60 °C, 95 % RH sowie 80 °C, 95 % RH fallen die beiden Kennwerte bei fortschreitender Auslagerungszeit stark ab. Die Dehnungen bei der maximalen Zugspannung bzw. der Bruchzugspannung unterliegen insgesamt sehr großen Streuungen. Bei 23 °C, 50 % RH und 80 °C, 0 % RH kann unter Berücksichtigung der Standardabweichung kein signifikanter Trend beobachtet werden. Bei 60 °C, 95 % RH sowie 80 °C, 95 % RH ist tendenziell eine Abnahme der Dehnungskennwerte zu beobachten. Die E-Modulwerte unterliegen so großen Streuungen, dass bei keiner Alterungsexposition signifikante Trends unter Berücksichtigung der Standardabweichung beobachtet werden können.

Interpretiert werden können die Ergebnisse wie folgt: Bei 80 °C, 0 % RH findet eine Trocknung des Klebstoffs statt, wodurch die Zugspannungswerte in den ersten vier Wochen ansteigen und anschließend auf konstantem Niveau bleiben. Bei den Bedingungen mit hoher relativer Feuchte (60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH) diffundiert Feuchtigkeit in den Klebstoff hinein. Diese Wasseraufnahme äußert sich in veränderten mechanischen Eigenschaften: Bei fortschreitender Auslagerungszeit wird infolgedessen tendenziell eine Abnahme der Zugspannungskennwerte sowie der dazugehörigen Dehnungen beobachtet.

5.1.3.3. Körapur® 666

In den Abb. 5.19 ist die Veränderung der 5 charakteristischen Kennwerte in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit bei den entsprechenden Alterungsexpositionen für den Klebstoff Körapur® 666 dargestellt.

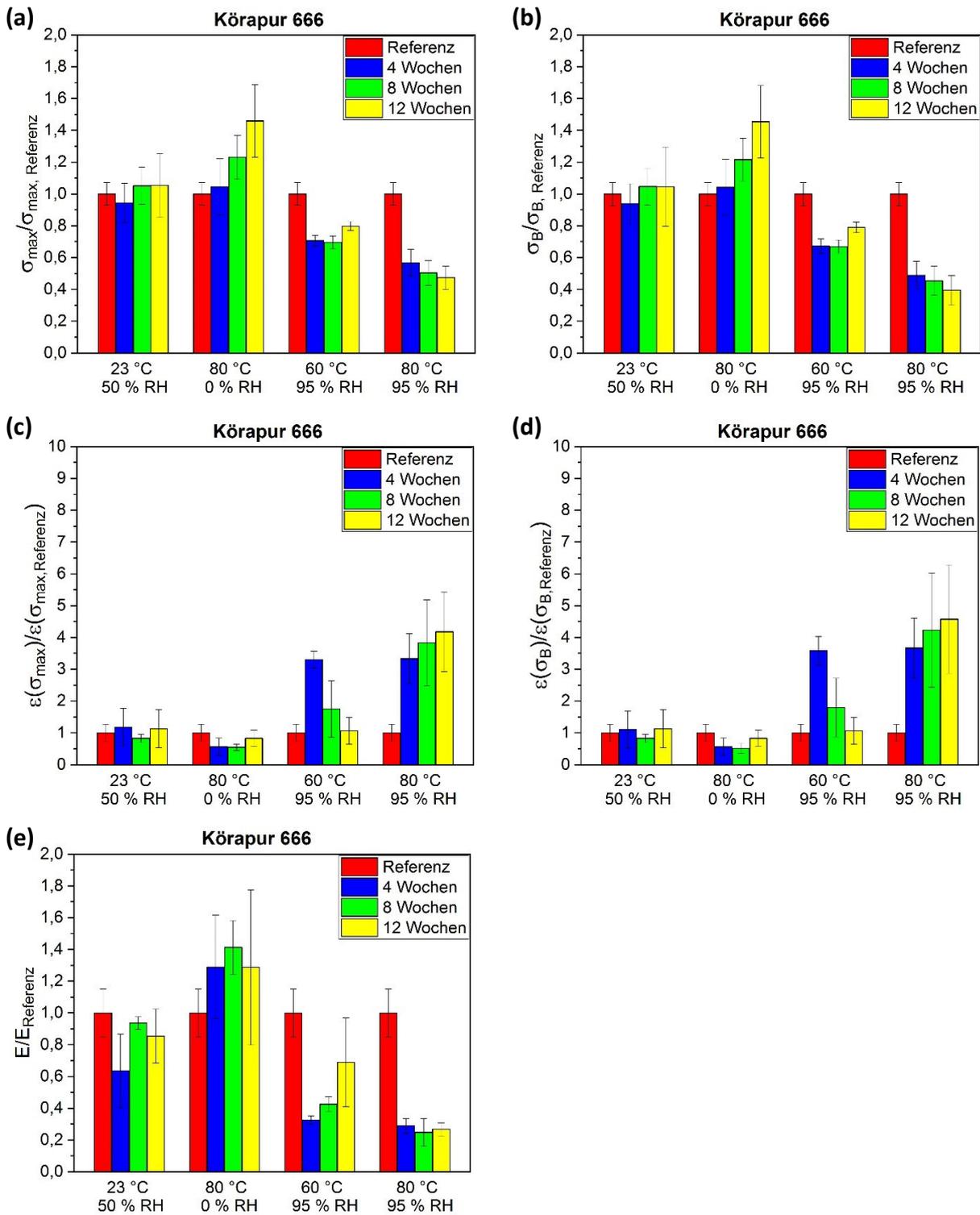


Abb. 5.19: Maximale Zugspannung σ_{max} (a), Bruchzugspannung σ_B (b), Dehnung bei der maximalen Zugspannung $\epsilon(\sigma_{max})$ (c) und der Bruchzugspannung $\epsilon(\sigma_B)$ (d) sowie E-Modul E (e) in Abhängigkeit von der Alterungsbedingung und der Auslagerungszeit für den Klebstoff Körapur® 666.

Für die maximale Zugspannung und die Bruchzugspannung werden gemäß Abb. 5.19 folgende Trends beobachtet: Bei 23 °C, 50 % RH findet keine signifikante Änderung der Zugspannungskennwerte statt. Bei 80 °C, 0 % RH findet mit fortschreitender Auslagerungszeit ein

kontinuierlicher Anstieg der beiden Kennwerte statt. Bei den Bedingungen mit hoher relativer Feuchte (60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH) findet tendenziell ein Abfall der Zugspannungen statt, der bei 80 °C, 95 % RH stärker ausgeprägt ist als bei 60 °C, 95 % RH. Für die zugehörigen Dehnungskennwerte wird folgendes beobachtet: Bei 23 °C, 50 % RH sowie 80 °C, 0 % RH ist unter Berücksichtigung der Standardabweichung keine nennenswerte Veränderung dieser Kennwerte zu erkennen. Bei 80 °C, 95 % RH ist ein deutlicher kontinuierlicher Anstieg beider Dehnungen zu beobachten, die allerdings mit großen Streuungen behaftet sind. Bei 60 °C, 95 % RH kann kein eindeutiger Trend beobachtet werden. Die E-Modulwerte unterliegen bei den Bedingungen 23 °C, 50 % RH; 80 °C, 0 % RH und 60 °C, 95 % RH so großen Streuungen, dass für diese Bedingungen keine eindeutigen Trends erkennbar sind. Bei 80 °C, 95 % RH sind die Streuungen vergleichsweise gering. Mit fortschreitender Auslagerungszeit geht eine Reduktion des E-Moduls einher.

Interpretiert werden können die Ergebnisse wie folgt: Bei 80 °C, 0 % RH spielen Nachhärtungs- sowie Trocknungsprozesse eine Rolle, weswegen ein kontinuierlicher Anstieg der Zugspannungswerte beobachtet werden kann. Bei den Bedingungen mit hoher relativer Feuchte (60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH) kommt es zu einer Diffusion von Feuchtigkeit in den Klebstoff, wodurch sich die mechanischen Eigenschaften des Klebstoffs ändern. Diese Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften ist bei 80 °C, 95 % RH stärker ausgeprägt als bei 60 °C, 95 % RH, weil eine Erhöhung der Temperatur eine schnellere Diffusion von Feuchtigkeit in den Klebstoff nach sich zieht und dadurch im gleichen Zeitintervall bei höherer Temperatur eine größere Wassermenge aufgenommen werden kann.

5.2. Entwicklung neuer, kombinierter Modelle zur Prognose der Alterungsprogression in Abhängigkeit von Temperatur und Feuchtigkeit

5.2.1. Problemstellung

Aus den in Kapitel 5.1 generierten Daten der zeitraffenden Alterungen werden nachfolgend exemplarisch Schädigungsfunktionen entwickelt, welche die zeitliche Progression von Schädigungsmechanismen in Relation zu den 3 Einflussfaktoren Temperatur, Feuchtigkeit und mechanischer Belastung abbilden. Ziel ist es, auf Basis dieser Modellfunktionen und unter Berücksichtigung ihrer statistischen Streuungen, den Einfluss auf das Sicherheitsniveau einer

geklebten Verbindung abzubilden und eine Prognose über den weiteren Verlauf der Schädigung sowie deren Einfluss auf das Sicherheitsniveau zu tätigen. Hierzu wird zunächst die Problemstellung dahingehend abstrahiert und in Abb. 5.20 dargestellt, dass eine Betrachtung unabhängig von der Probengeometrie möglich ist: Bei allen zeitraffenden Alterungsuntersuchungen wurde eine Zielgröße zu definierten Zeitpunkten gemessen, anhand der die Degradation einer geklebten Verbindung für einen bestimmten Anwendungsfall beobachtet werden kann. Zu jedem Prüfzeitpunkt wurden 5 gleichwertige Proben geprüft, die zur statistischen Absicherung der Messwerte dienen. Streuung und Erwartungswert der Messgröße können daher zu jedem Prüfzeitpunkt auf Basis einer statistischen Verteilung beschrieben werden. Der zeitabhängige Verlauf der Erwartungswerte kann durch eine Modellfunktion beschrieben werden, die die Schädigung einer geklebten Verbindung beschreibt. Im Folgenden wird daher die Modellfunktion als Schädigungsfunktion betitelt.

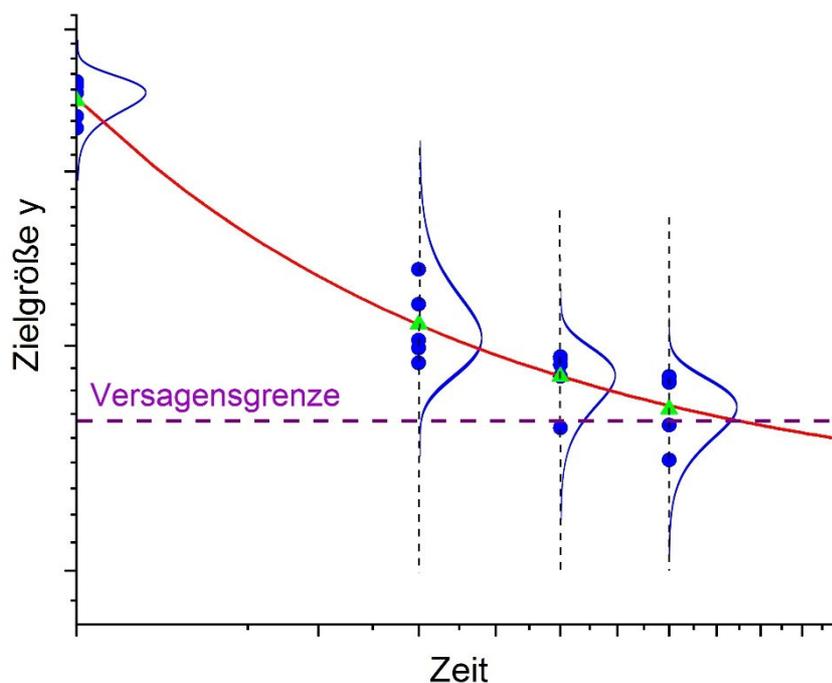


Abb. 5.20: Beispielhafter Verlauf für die zeitliche Abhängigkeit einer Zielgröße y bei Degradationsprozessen. Die rote Linie stellt eine gefittete Modellfunktion an die erhaltenen Messpunkte auf Basis der Erwartungswerte (grüne Dreiecke) an den jeweiligen Prüfzeitpunkten dar. Die Dichtefunktionen der statistisch verteilten Zielgröße am jeweiligen Prüfzeitpunkt sind durch blaue Linien gekennzeichnet.

Mithilfe der Schädigungsfunktion und einer festgelegten Versagensgrenze kann unter Berücksichtigung der Streuungen sowohl eine Aussage über das Sicherheitsniveau innerhalb des Beobachtungszeitraums getätigt werden als auch durch eine Prognose über den Beobachtungszeitraum hinaus. Dabei hängt es vom jeweiligen Anwendungsfall ab, wie diese

Versagensgrenze definiert wird. Als Versagensgrenze kann der Bruch der Verbindung oder ein Überschreiten einer maximal zulässigen Risslänge in der Klebschicht definiert werden, aber auch Veränderungen in den mechanischen Eigenschaften wie z. B. der Klebstoffzähigkeit, der Schubspannung oder des Schubmoduls. Für jeden Anwendungsfall muss demnach individuell festgelegt werden, welche Kriterien für die Festlegung einer Versagensgrenze relevant sind.

5.2.2. Auswahl geeigneter Datenbasis für die Modellierung

Nach der Entwicklung neuer, kombinierter Modelle zur Prognose der Schädigungsprogression soll anschließend auf Basis dieser Modelle eine Abschätzung des Sicherheitsniveaus für einen außerhalb des Beobachtungszeitraums liegenden Zeitpunkt erfolgen. Die Kennwerte, die zur Beschreibung der Schädigungsprogression herangezogen werden, müssen dabei vergleichsweise kleine Streuungen aufweisen. Durch große Streuungen der Kennwerte bei definierten Prüfzeitpunkten weisen in Folge auch die Schädigungsfunktionen ein großes Streuband auf, wodurch insbesondere Sicherheitsprognosen außerhalb des Beobachtungszeitraums sehr unzuverlässig sind. Prinzipiell geeignet für die Modellierung ist daher folgende Datenbasis für unbelastet gealterte Proben:

- Zugscherproben, Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“
(maximale Schubspannung τ_{max} sowie Bruchschubspannung τ_B)
- Zugscherproben, Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“
(maximale Schubspannung τ_{max} sowie Bruchschubspannung τ_B)
- Substanz-Schulterproben, Betamate® 1496F
(maximale Zugspannung σ_{max} sowie Bruchzugspannung σ_B)
- Substanz-Schulterproben, SikaForce®-7888
(maximale Zugspannung σ_{max} sowie Bruchzugspannung σ_B)

Da die maximalen Schubspannungen τ_{max} stets sehr ähnliche Verläufe wie die Bruchschubspannungen τ_B aufweisen, wird sich im Folgenden auf die Modellierung der maximalen Schubspannungen beschränkt. Für die Substanz-Schulterproben wird sich auf die Modellierung der maximalen Zugspannungen beschränkt.

In den nachfolgenden Kapiteln zur Modellierung der Schädigung in Abhängigkeit von Temperatur und Feuchtigkeit für unbelastet gealterte Proben wird stets folgendermaßen

vorgegangen: Es wird zunächst versucht Schädigungsfunktionen aufzustellen, die nur einen Haupteinflussfaktor besitzen. Hierzu werden andere Einflussfaktoren in ihrer Betrachtung möglichst konstant gehalten und auf diese Weise je eine Schädigungsfunktion für einen Einflussfaktor bestimmt. Anschließend werden die Einzelfunktionen zu einer kombinierten Modellfunktion verknüpft. Für dieses Vorgehen hat sich die kommerzielle Software JMP® (SAS Institute, North Carolina, USA) als geeignet erwiesen.

5.2.3. Temperaturabhängige Schädigungsfunktion

5.2.3.1. Zugscherproben, Kombination DP800Z – Betamate® 1496F

Da es mithilfe der Software JMP® für diese Problemstellung nicht möglich ist, 2 oder mehr Einflussfaktoren gleichzeitig in Abhängigkeit der Degradation unter Berücksichtigung der gewünschten WEIBULL-Verteilung zu modellieren, wird der Einfluss der Stressfaktoren zunächst einzeln modelliert. Anschließend wird eine Verknüpfung der Einzelfunktion zu einer Gesamtfunktion angestrebt. Bei konstanter relativer Feuchte wird nachfolgend der Einfluss der Temperatur modelliert. Zu beachten ist allerdings, dass zwar die relative Feuchtigkeit beider Bedingungen gleich groß ist, allerdings hier korrekterweise die absolute Feuchtigkeit betrachtet werden müsste. Da im Rahmen dieser Arbeit allerdings keine Bedingungen untersucht wurden, bei denen die absolute Feuchte bei veränderter Temperatur konstant gehalten wurde, werden die beiden Bedingungen mit den höchsten relativen Feuchten verwendet. Die Modellierung wird dabei im Programmbereich „Destructive Degradation“ durchgeführt, wodurch sich nach Einlesen der Messdaten die in Abb. 5.21 dargestellte Programmoberfläche öffnet.

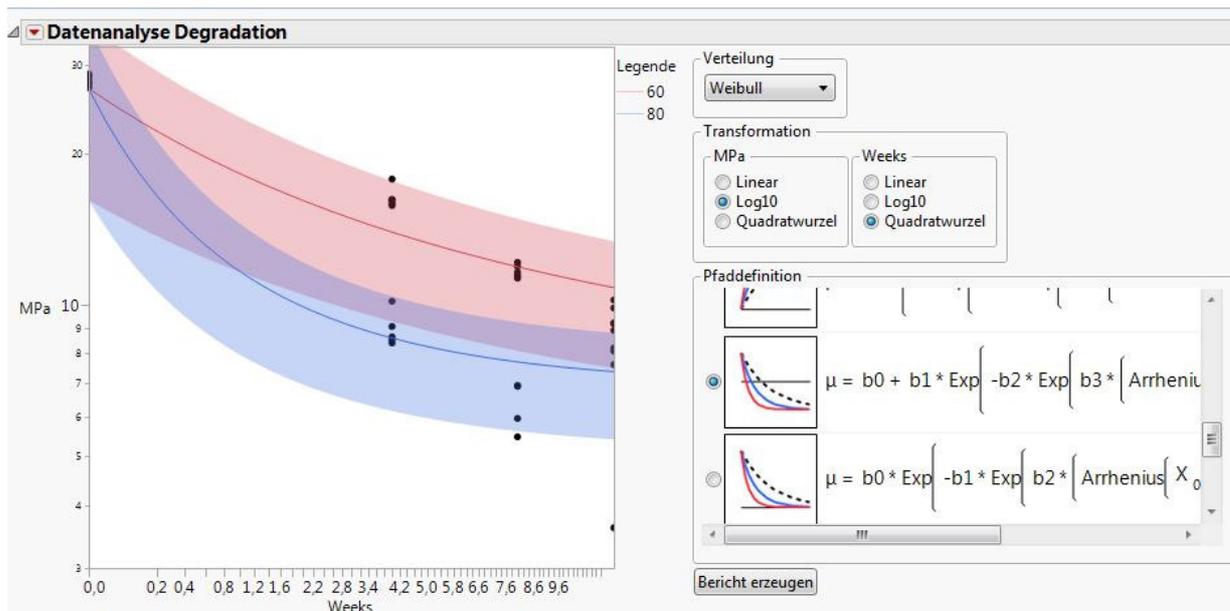


Abb. 5.21: Programmoberfläche zur Analyse der Messdaten (bei Vorliegen eines zerstörenden Degradationstests).

Die Programmoberfläche zur Analyse der Messdaten (Abb. 5.21) untergliedert sich in mehrere Teilbereiche: Auf der linken Seite ist das aktuelle Diagramm der Analyse dargestellt. Auf der y-Achse ist die festgelegte Zielgröße y (hier: maximale Schubspannung in MPa) aufgetragen und auf der x-Achse die Auslagerungszeit in Wochen. Rechts oben wird die gewünschte WEIBULL-Verteilung allen Messreihen dieser Arbeit zu Grunde gelegt. Die y-Achse des Zielgrößen-Zeit-Diagramms wird stets logarithmisch skaliert und die x-Achse stets als Quadratwurzel. Rechts unten befindet sich im Bereich „Pfaddefinition“ eine Auswahl 13 verschiedener Funktionen. Hierbei handelt es sich um eine Auswahl an Funktionen, die häufig Messreihen zu Grunde gelegt werden können, die im Rahmen eines „Destructive Degradation Tests“ generiert wurden. Die Funktionen, die ARRHENIUS-Terme beinhalten, sind nur zur Modellierung der Messwerte in Abhängigkeit des Einflussfaktors Temperatur geeignet. Bei Anklicken einer Funktion mit ARRHENIUS-Term muss eine Temperatur eingegeben werden, die als Einsatztemperatur angenommen wird. Im Rahmen dieser Arbeit wird als Einsatztemperatur 23 °C festgelegt. Bei Anklicken einer der Funktionen erscheint im Diagramm (Abb. 5.21, links) stets eine aktuelle Vorschau. Die farbigen Linien stellen den bestmöglichen Verlauf der ausgewählten Funktion in Abhängigkeit der Einflussgröße X (hier: Temperatur) dar. Das 95%-Quantil (WALD Konfidenzintervall) der Funktionen ist als farbige Fläche um die jeweiligen Funktionslinien gekennzeichnet. Die Eignung der Funktionen zur Beschreibung der Messwerte kann anhand dieser aktuellen Vorschau stets optisch beobachtet

werden. Zusätzlich kann auch programmintern mittels Maximum-Likelihood-Fit berechnet werden, wie gut sich die Funktionen zur Beschreibung der Messwerte eignen. Hierzu wird zunächst die gewünschte Funktion ausgewählt und anschließend mit Klick auf „Bericht erzeugen“ die Berechnungen durchgeführt. In Abb. 5.22 sind die Berichte aller verfügbaren Funktionen für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ dargestellt.

Pfaddefinition	-Log-Likelihood	Anzahl Parameter	AICc	BIC
$\mu = b_0 + b_1 * \text{Exp}(-b_2 * \text{Exp}(b_3 * (\text{Arrhenius}(X[0]) - \text{Arrhenius}(X)))) * \text{Sqrt}(\text{time}))$	82,609288	5	176,98328	183,66297
$\mu = b_0 + b_1[x] * \text{Sqrt}(\text{time})$	90,868319	4	190,8795	196,49216
$\mu = b_0 - \text{Exp}(b_1 + b_2 * \text{Arrhenius}(X)) * \text{Sqrt}(\text{time})$	90,868319	4	190,8795	196,49216
$\mu = b_0 - \text{Exp}(b_1 + b_2 * X) * \text{Sqrt}(\text{time})$	90,868319	4	190,8795	196,49216
$\mu = b_0 - \text{Exp}(b_1 + b_2 * \text{Log}(X)) * \text{Sqrt}(\text{time})$	90,868319	4	190,8795	196,49216
$\mu = b_0[x] + b_1[x] * \text{Sqrt}(\text{time})$	90,188896	5	192,1425	198,82219
$\mu = b_0[x] + b_1 * \text{Sqrt}(\text{time})$	92,389613	4	193,92208	199,53474
$\mu = b_0 * \text{Exp}(-b_1 * \text{Exp}(b_2 * (\text{Arrhenius}(X[0]) - \text{Arrhenius}(X)))) * \text{Sqrt}(\text{time}))$	97,327658	4	203,79817	209,41083
$\mu = b_0 + b_1 * \text{Sqrt}(\text{time})$	103,2547	3	213,17607	217,57605
$\mu = b_0 - b_1 * \text{Exp}(-b_2 * \text{Exp}(b_3 * (\text{Arrhenius}(X[0]) - \text{Arrhenius}(X)))) * \text{Sqrt}(\text{time}))$	134,36985	5	280,50441	287,1841
$\mu = b_1[x] * \text{Sqrt}(\text{time})$	142,26922	3	291,20511	295,60508
$\mu = b_1 * \text{Sqrt}(\text{time})$	144,24928	2	292,82288	295,87631
$\mu = b_0 * (1 - \text{Exp}(-b_1 * \text{Exp}(b_2 * (\text{Arrhenius}(X[0]) - \text{Arrhenius}(X)))) * \text{Sqrt}(\text{time}))$	143,91501	4	296,97288	302,58554

Abb. 5.22: Berichte aller verfügbaren Modellfunktionen zur Modellierung des Temperatureinflusses für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496“.

Die Eignung der Funktion (Pfaddefinition) wird durch die Güteparameter AIC („Akaike-Information-Criterion“) bzw. BIC („Bayesian-Information-Criterion“) charakterisiert. Beide Güteparameter dienen dazu, verschiedene Modellkandidaten zu vergleichen und hinsichtlich ihrer Eignung zur Beschreibung der Stichprobe zu bewerten [91]. Die Anpassungsgüte bei beiden Güteparametern wird anhand eines Maximum-Likelihood-Fits beurteilt [91]. Neben der Anpassungsgüte wird auch die Anzahl der Parameter einer Modellfunktion berücksichtigt. Ziel ist es die Modellfunktion nicht unnötig komplex zu machen und daher bei gleicher Anpassungsgüte Modelle mit wenigen Parametern gegenüber Modellen mit vielen Parametern zu bevorzugen [91]. Mathematisch wird hierzu ein Strafterm verwendet, der umso stärker ins Gewicht fällt je mehr Parameter eine Modellfunktion aufweist [91]. Ein Unterschied zwischen AIC und BIC besteht darin, dass AIC kleine Stichproben möglicherweise überschätzt [92], [93] während BIC den Strafterm an die Stichprobengröße anpasst [91]. Für kleine Stichproben sollte bei Verwendung des Akaike-Informationskriteriums AICc verwendet werden. Dieser Güteparameter basiert auf AIC, beinhaltet aber zusätzlich einen Korrekturterm für kleine Stichproben [92], [93]. Je besser eine Modellfunktion gemäß den Güteparametern AIC(c) bzw. BIC eingestuft werden, desto kleiner sind deren Werte [91]. In Abb. 5.22 sind die Funktionen nach steigendem AICc angeordnet, d. h. die oberste Funktion beschreibt die

Messwerte am besten. In Abb. 5.23 wird die Eignung der Funktion mit den berechneten Parametern anhand einer Vorschau bestätigt.

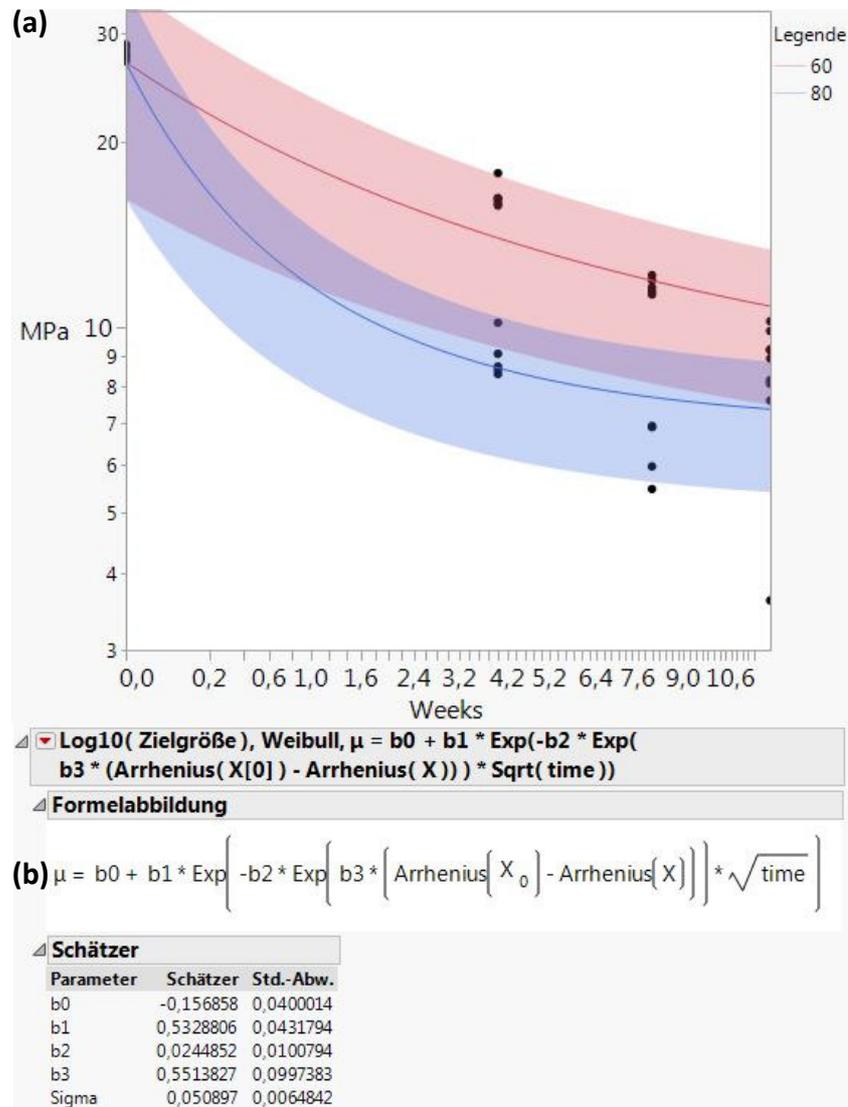


Abb. 5.23: Vorschau der Modellfunktion mit kleinstem AICc-Wert (a) sowie deren Parameter (b) zur Beschreibung des Temperatureinflusses auf die maximale Schubspannung τ_{max} bei konstanter relativer Feuchtigkeit (95 %) in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“.

Allgemein wird bei Vorliegen einer WEIBULL-Verteilung der durch die Modellfunktion beschriebene Erwartungswert μ_{Weib} , wie in Kapitel 2.5 erläutert, folgendermaßen aus den WEIBULL-Parametern b (Formparameter) und T (Skalenparameter) berechnet:

$$\mu_{Weib} = T \cdot \Gamma \left(1 + \frac{1}{b} \right) \quad (XXXVII)$$

Die entsprechenden Parameter zur Beschreibung der Funktionsgleichung sowie Form- und Skalierungsparameter werden von der Software berechnet. Da Form- und Skalierungsparameter allerdings softwareintern anders verarbeitet werden als bei der allgemeingültigen

Beziehung aus Gleichung (XXXVII), werden die von der Software berechneten Parameter zunächst transformiert, was nachfolgend exemplarisch dargestellt ist. Es wird gemäß Abb. 5.23 ein Funktionswert „ μ “ ausgegeben, der allerdings nicht dem Erwartungswert der Modellfunktion entspricht. Nachfolgend wird der Funktionswert zur besseren Abgrenzung gegenüber bisher verwendeten Variablen stets als $\mu_{Software}$ bezeichnet. Aus diesem von der Software ausgegebenen Funktionswert $\mu_{Software}$ kann der Skalenparameter T wie folgt berechnet werden:

$$T = \exp(\mu_{Software}) \quad (XXXVIII)$$

Weiterhin wird ein mit „*Sigma*“ bezeichneter Wert ausgegeben, aus dem der Formparameter b berechnet werden kann (Gleichung (XXXIX)). Dieser Wert wird nachfolgend stets als $Sigma_{Software}$ bezeichnet.

$$b = \frac{1}{Sigma_{Software}} \quad (XXXIX)$$

Die Modellfunktion zur Beschreibung der Erwartungswerte ergibt sich demnach aus den von der Software ausgegebenen Parametern gemäß Gleichung (XL).

$$\mu_{Weib} = \exp(\mu_{Software}) \cdot \Gamma(1 + Sigma_{Software}) \quad (XL)$$

Folglich kann die Modellfunktion zur Beschreibung des Temperatureinflusses auf die maximale Schubspannung τ_{max} für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ folgendermaßen beschrieben werden:

$$\log(\tau_{max}) = \exp\left(-0,157 + 0,533 \cdot \exp\left(-0,024 \cdot \exp\left(0,511 \cdot \left(\frac{11605}{273,15 + 23} - \frac{11605}{273,15 + T}\right)\right)\right)\right) \cdot 0,973 \quad (XLI)$$

5.2.3.2. Zugscherproben, Kombination Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F

Für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ wird zur Bestimmung der Schädigungsfunktion in Abhängigkeit des Temperatureinflusses in analoger Weise zur Kombination „DP800Z - Betamate® 1496F“ vorgegangen. In Abb. 5.24 sind die Vorschau der Modellfunktion mit den niedrigsten AICc- und BIC-Werten sowie deren berechnete Parameter dargestellt.

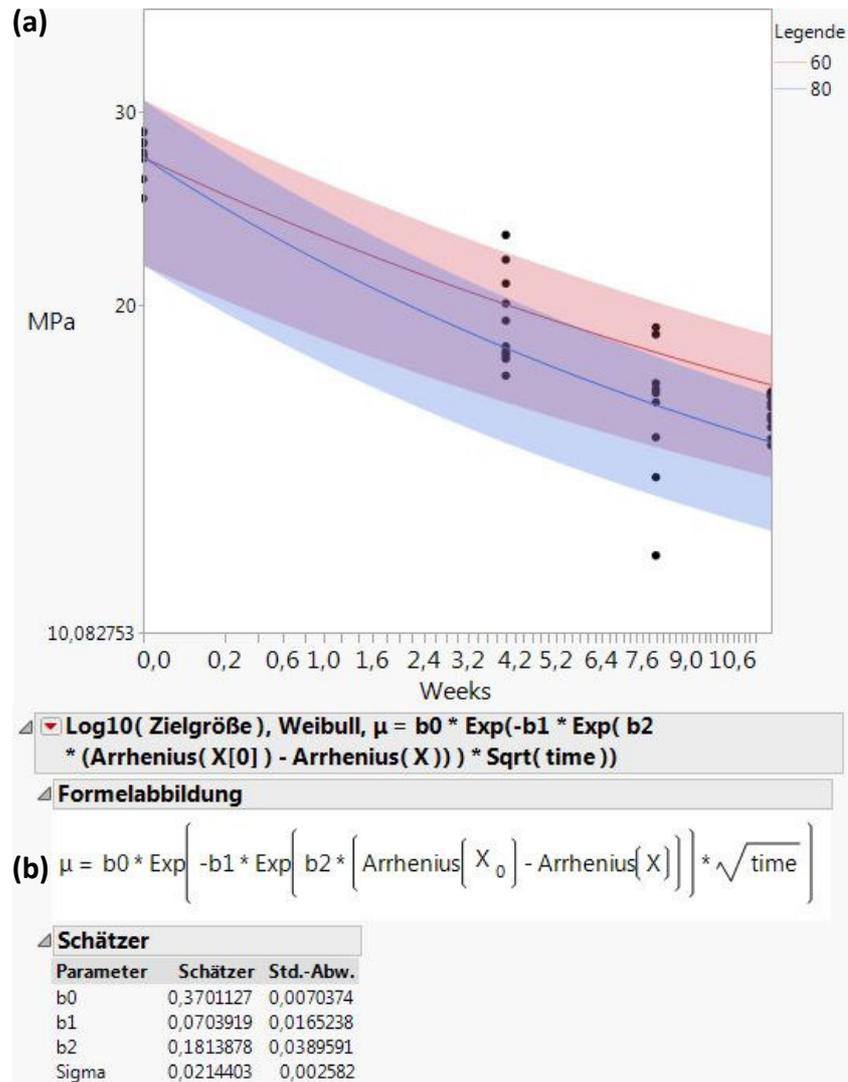


Abb. 5.24: Vorschau der Modellfunktion mit kleinstem AICc-Wert (a) sowie deren Parameter (b) zur Beschreibung des Temperatureinflusses auf die maximale Schubspannung τ_{max} bei konstanter relativer Feuchtigkeit (95 %) in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“.

Die Modellfunktion zur Beschreibung des Temperatureinflusses auf die maximale Schubspannung τ_{max} für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ kann demnach folgendermaßen beschrieben werden:

$$\log(\tau_{max}) = \exp \left(0,370 \cdot \exp \left(-0,070 \cdot \exp \left(0,181 \cdot \left(\frac{11605}{273,15 + 23} - \frac{11605}{273,15 + T} \right) \right) \cdot \frac{1}{\sqrt{\text{Zeit}}} \right) \right) \cdot 0,988 \quad (XLII)$$

5.2.3.3. Substanz-Schulterproben, SikaForce®-7888

Für die Substanz-Schulterproben wird zur Bestimmung der temperaturabhängigen Schädigungsfunktion analog zu den Zugscherproben vorgegangen. Abb. 5.25 zeigt die

Vorschau der Modellfunktion mit den niedrigsten AICc- und BIC-Werten sowie deren berechnete Parameter für den Klebstoff SikaForce®-7888.

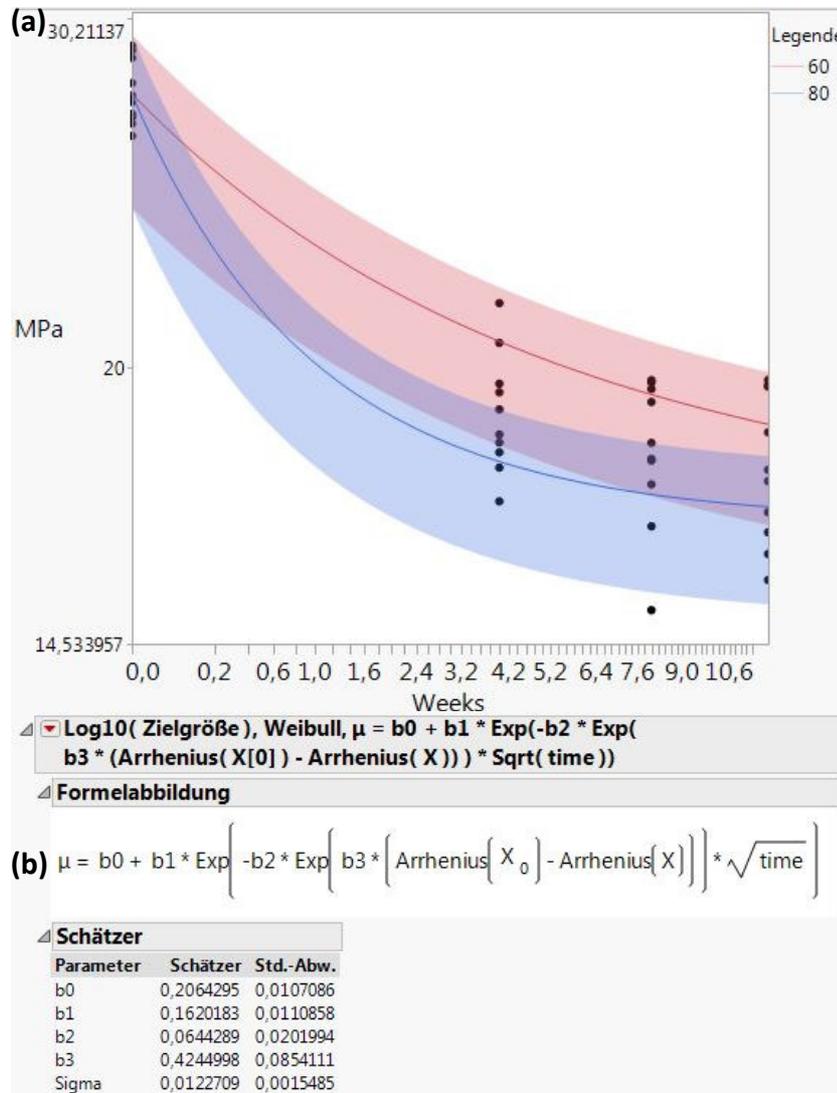


Abb. 5.25: Vorschau der Modellfunktion mit kleinstem AICc-Wert (a) sowie deren Parameter (b) zur Beschreibung des Temperatureinflusses auf die maximale Zugspannung σ_{max} bei konstanter relativer Feuchtigkeit (95 %) in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit für den Klebstoff SikaForce®-7888.

Folglich kann die Modellfunktion zur Beschreibung des Temperatureinflusses auf die maximale Zugspannung σ_{max} für den Klebstoff SikaForce®-7888 folgendermaßen beschrieben werden:

$$\log(\sigma_{max}) = \exp\left(0,206 + 0,162 \cdot \exp\left(-0,064 \cdot \exp\left(0,424 \cdot \left(\frac{11605}{273,15 + 23} - \frac{11605}{273,15 + T}\right)\right)\right)\right) \cdot 0,993 \cdot \sqrt{\text{Zeit}} \quad (XLIII)$$

5.2.3.4. Substanz-Schulterproben, Betamate® 1496F

In Abb. 5.26 ist die Vorschau der Modellfunktion mit den niedrigsten AICc- und BIC-Werten sowie deren berechnete Parameter für den Klebstoff Betamate® 1496F dargestellt.

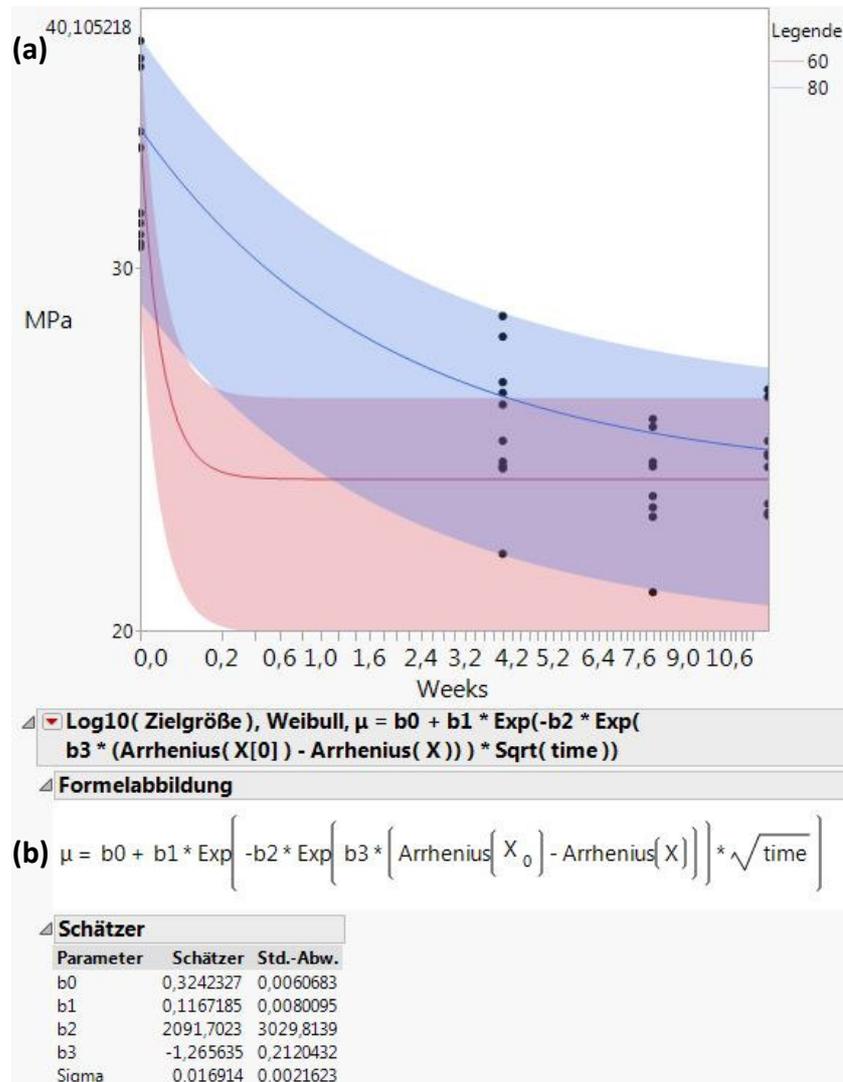


Abb. 5.26: Vorschau der Modellfunktion mit kleinstem AICc-Wert (a) sowie deren Parameter (b) zur Beschreibung des Temperatureinflusses auf die maximale Zugspannung σ_{max} bei konstanter relativer Feuchtigkeit (95 %) in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit für den Klebstoff Betamate® 1496F.

Aus der in Abb. 5.26 dargestellten Vorschau ist ersichtlich, dass insbesondere die Modellfunktion für 60 °C den Verlauf der Messpunkte möglicherweise nicht zuverlässig beschreibt. Im Bereich zwischen 0 und 4 Wochen sind keine Messwerte vorhanden, trotzdem ist die Modellfunktion in diesem Bereich sehr stark gekrümmt. Ob diese starke Krümmung tatsächlich den Verlauf der Messgröße plausibel beschreibt muss zuerst verifiziert werden, bevor diese Modellfunktion für die weitere Modellierung herangezogen werden kann. Um die

Modellfunktion zu stützen, müssten die gesamte Alterung wiederholt und die Prüfzeitpunkte, insbesondere im Bereich zwischen 0 Wochen und 4 Wochen, feingliedriger gewählt werden. In dieser Arbeit wird diese Modellfunktion daher nicht zur kombinierten Modellierung von Temperatur und Feuchtigkeit herangezogen.

5.2.4. Feuchtigkeitsabhängige Schädigungsfunktion

5.2.4.1. Zugscherproben, Kombination DP800Z – Betamate® 1496F

Im nächsten Schritt wird nun eine Schädigungsfunktion für den Einflussfaktor Feuchtigkeit ermittelt. Hierzu wird analog zum Einflussfaktor Temperatur vorgegangen. Da die absolute Feuchtigkeit nicht von der Temperatur abhängig ist, können die Daten aller Bedingungen zur Modellierung herangezogen werden. Die absolute Feuchtigkeit ist in Abhängigkeit von der Alterungsbedingung in Tabelle 5.15 dargestellt.

Tabelle 5.15: Absolute Feuchtigkeit in Abhängigkeit von den klimatischen Bedingungen.

Bedingung	absolute Feuchtigkeit [g/kg]
23 °C, 50 % RH	9
80 °C, 0 % RH	0
60 °C, 95 % RH	143
80 °C, 95 % RH	497

In Abb. 5.27 sind die Berichte der Modellfunktionen für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ dargestellt. Die Modellfunktionen mit ARRHENIUS-Term fallen für die Modellierung der Feuchtigkeit weg.

Pfaddefinition	-Log-Likelihood	Anzahl Parameter	AICc	BIC
$\mu = b_0 + b_1[x] * \text{Sqrt}(\text{time})$	191,57882	6	396,30833	409,4498
$\mu = b_0 - \text{Exp}(b_1 + b_2 * \text{Log}(X)) * \text{Sqrt}(\text{time})$	210,71755	4	429,96843	438,9632
$\mu = b_0 - \text{Exp}(b_1 + b_2 * X) * \text{Sqrt}(\text{time})$	244,15055	4	496,83443	505,82921
$\mu = b_0[x] + b_1 * \text{Sqrt}(\text{time})$	252,01064	6	517,17197	530,31344
$\mu = b_0 + b_1 * \text{Sqrt}(\text{time})$	292,67222	3	591,66023	598,49052
$\mu = b_1[x] * \text{Sqrt}(\text{time})$	328,79301	5	668,39682	679,49614
$\mu = b_1 * \text{Sqrt}(\text{time})$	342,1507	2	688,45725	693,06546
$\mu = b_0[x] + b_1[x] * \text{Sqrt}(\text{time})$	402,01166	9	824,59474	843,46155

Abb. 5.27: Berichte der Modellfunktionen zur Modellierung des Feuchtigkeitseinflusses für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“.

Die Funktion mit den niedrigsten AICc- bzw. BIC-Werten ist als Diagrammvorschau in Abb. 5.28 dargestellt. Die Eignung der Funktion kann dadurch optisch bestätigt werden.

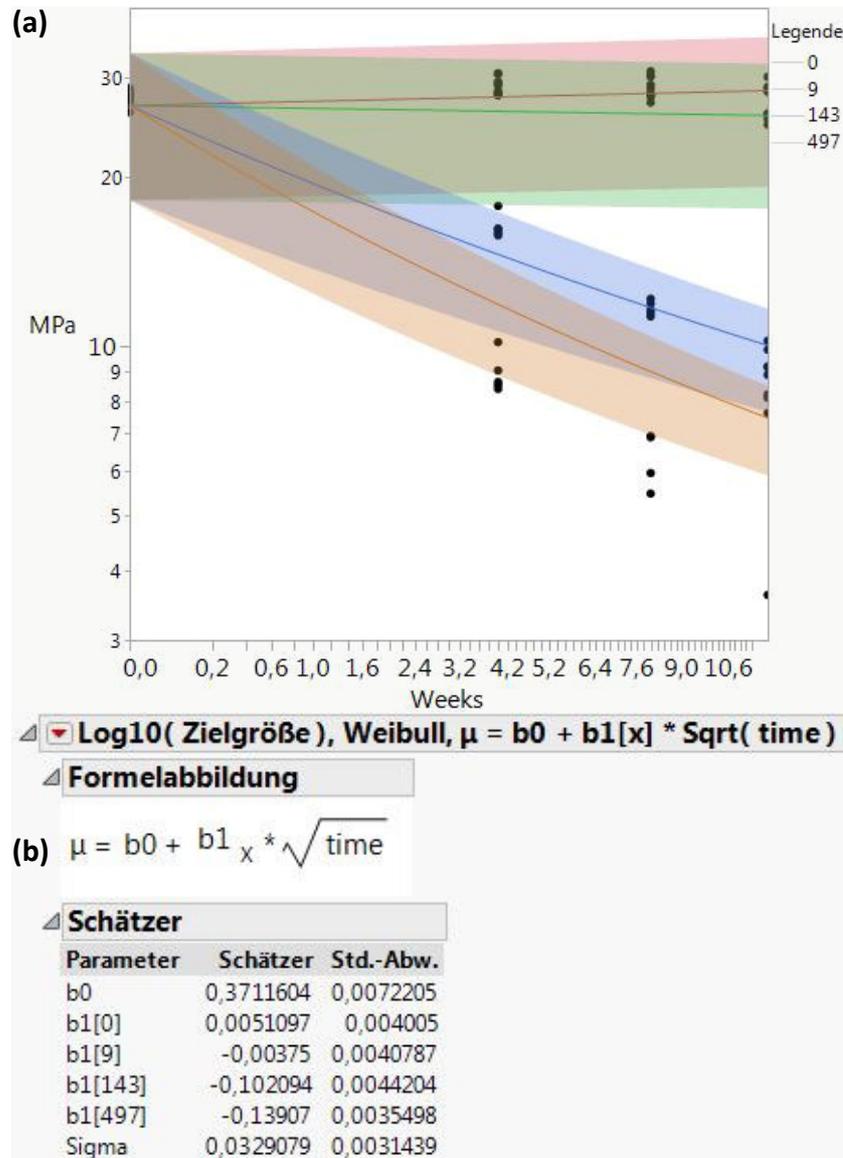


Abb. 5.28: Vorschau der Modellfunktion mit kleinstem AICc-Wert (a) sowie deren Parameter (b) zur Beschreibung des Feuchtigkeitseinflusses auf die maximale Schubspannung τ_{max} in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“.

Aus Abb. 5.28 geht hervor, dass der Parameter b_1 abhängig von der absoluten Feuchte AH ist. Um eine allgemeingültige Funktionsgleichung zur Beschreibung des Feuchtigkeitseinflusses auf die maximale Schubspannung τ_{max} aufzustellen, wird zunächst die absolute Feuchte AH mit dem Parameter b_1 in Korrelation gesetzt. Hierzu wird der Parameter b_1 in Abhängigkeit von der absoluten Feuchte AH aufgetragen und nach einer geeigneten Funktion zur Beschreibung der Korrelation zwischen absoluter Feuchte AH und dem Parameter b_1 gesucht.

In Abb. 5.29 ist die Korrelation zwischen absoluter Feuchte AH und dem Parameter b_1 für die Kombination „DP800Z – Betamate®1496F“ dargestellt.

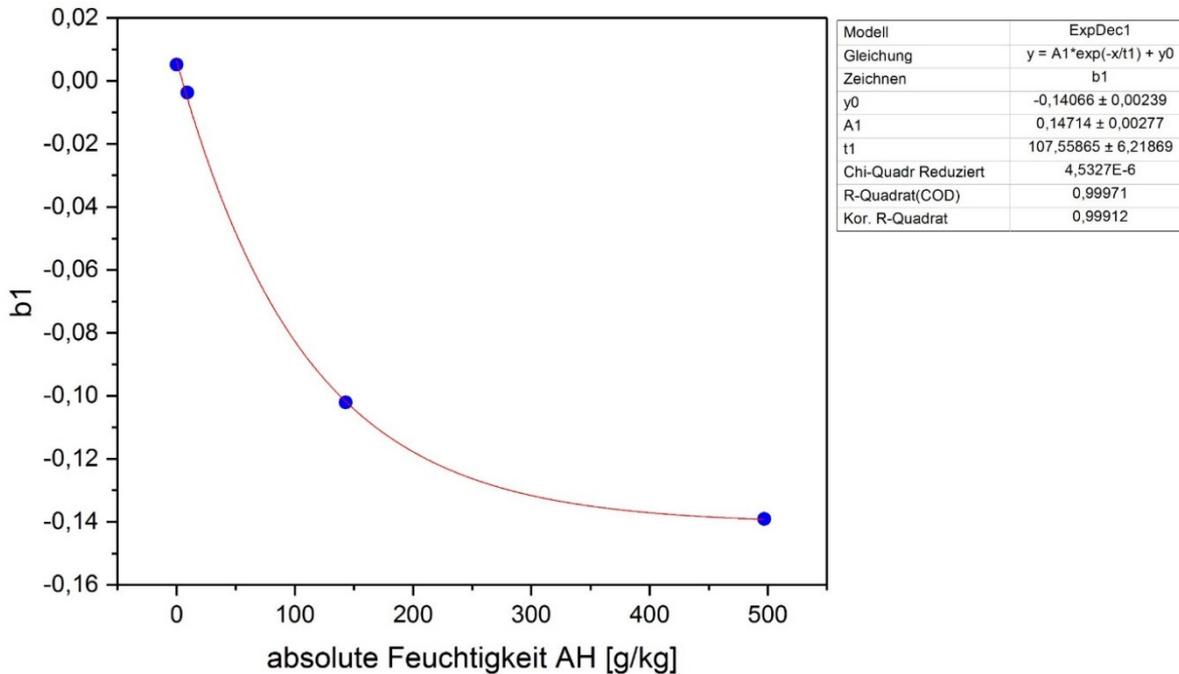


Abb. 5.29: Korrelation zwischen absoluter Feuchte AH und dem Parameter b_1 für die Kombination „DP800Z – Betamate®1496F“.

Gemäß Abb. 5.29 kann der Parameter b_1 in Abhängigkeit von der absoluten Feuchte AH wie folgt beschrieben werden:

$$b1(AH) = 0,147 \cdot \exp\left(-\frac{AH}{108}\right) - 0,141 \quad (XLIV)$$

Entsprechend gilt für die Modellfunktion zur Beschreibung des Feuchtigkeitseinflusses auf die maximale Schubspannung τ_{max} für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“:

$$\log(\tau_{max}) = \exp\left(0,371 + \left(0,147 \cdot \exp\left(-\frac{AH}{108}\right) - 0,141\right) \cdot \sqrt{Zeit}\right) \cdot 0,982 \quad (XLV)$$

5.2.4.2. Zugscherproben, Kombination Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F

Die Vorschau der Modellfunktion mit kleinstem AICc- und BIC-Wert sowie deren berechnete Parameter sind für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ in Abb. 5.30 dargestellt.

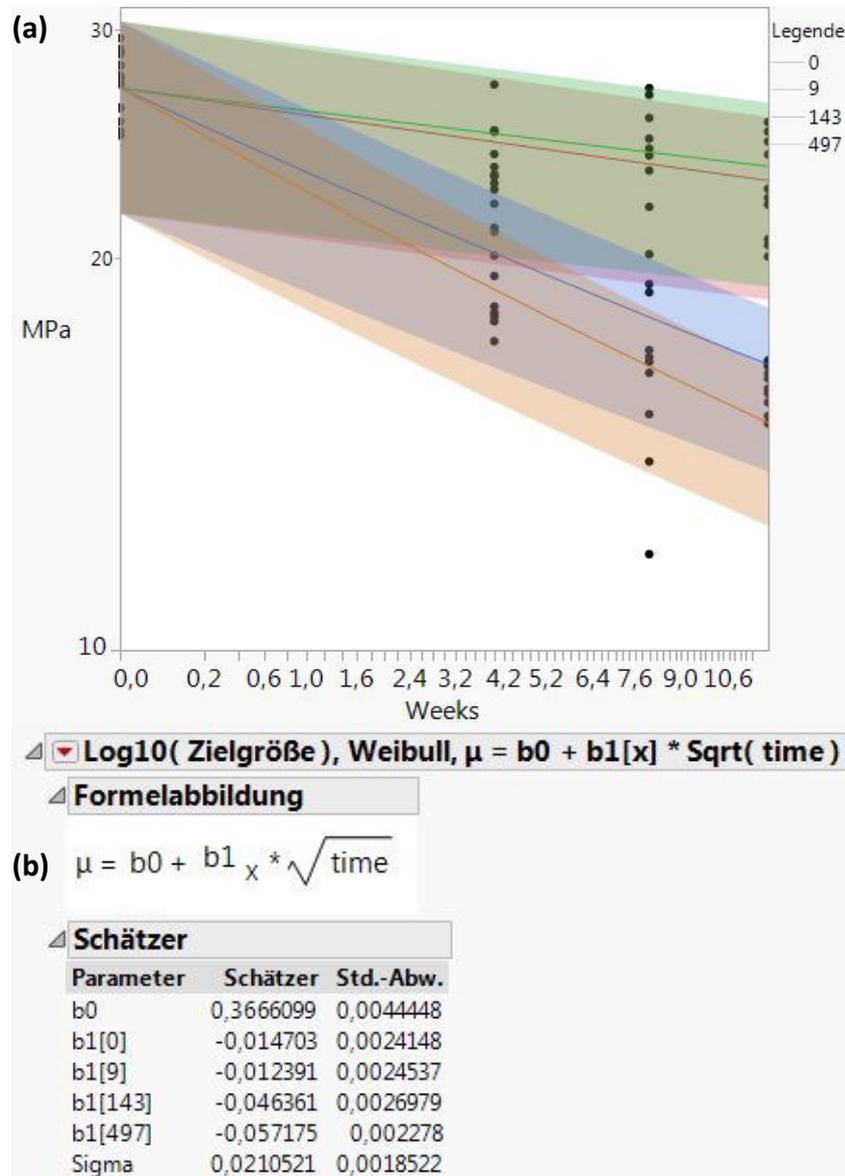


Abb. 5.30: Vorschau der Modellfunktion mit kleinstem AICc-Wert (a) sowie deren Parameter (b) zur Beschreibung des Feuchtigkeitseinflusses auf die maximale Schubspannung τ_{max} in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“.

Aus Abb. 5.30 geht hervor, dass der Parameter b_1 auch hier abhängig von der absoluten Feuchte AH ist. Analog zur Kombination „DP800Z – Betamate®1496F“ wird zunächst in Abb. 5.31 die Korrelation zwischen absoluter Feuchte AH und dem Parameter b_1 dargestellt.

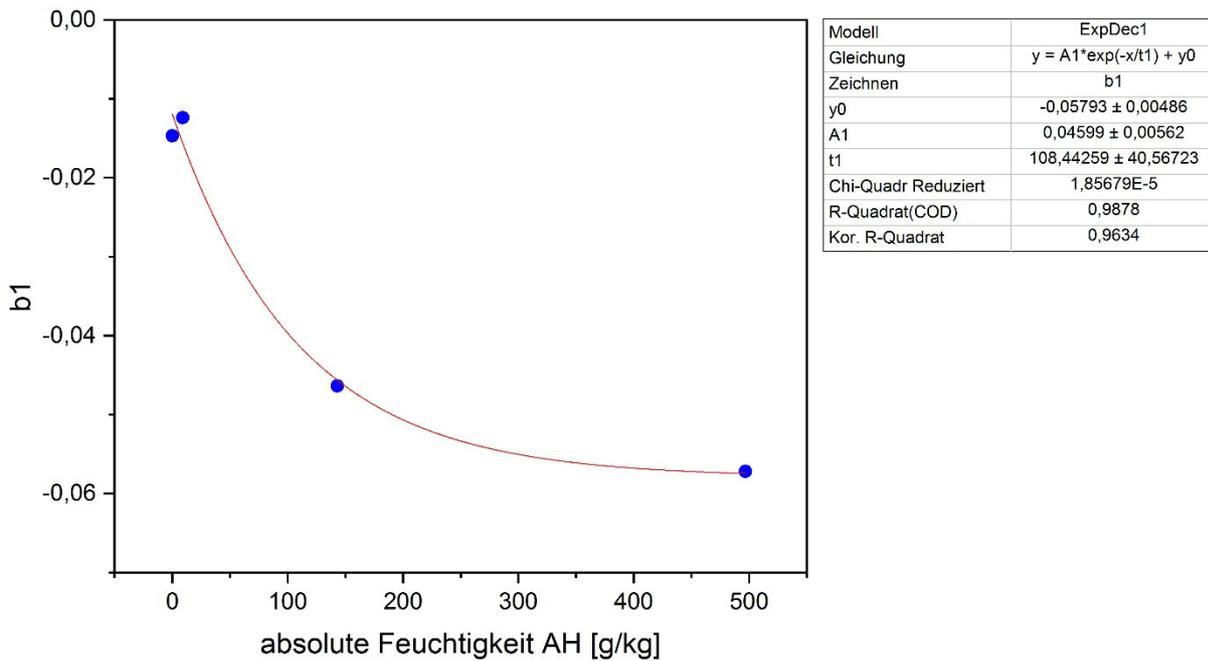


Abb. 5.31: Korrelation zwischen absoluter Feuchte AH und dem Parameter b_1 für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate®1496F“.

Gemäß Abb. 5.31 lässt sich der Parameter b_1 in Abhängigkeit von der absoluten Feuchte AH folgendermaßen beschreiben:

$$b_1(AH) = 0,046 \cdot \exp\left(-\frac{AH}{108}\right) - 0,058 \quad (XLVI)$$

Entsprechend gilt für die Modellfunktion zur Beschreibung des Feuchtigkeitseinflusses auf die maximale Schubspannung τ_{max} für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“:

$$\log(\tau_{max}) = \exp\left(0,367 + \left(0,046 \cdot \exp\left(-\frac{AH}{108}\right) - 0,058\right) \cdot \sqrt{\text{Zeit}}\right) \cdot 0,988 \quad (XLVII)$$

5.2.4.3. Substanz-Schulterproben, SikaForce®-7888

Für die Substanz-Schulterproben wird zur Bestimmung der feuchtigkeitsabhängigen Schädigungsfunktion analog zu den Zugscherproben vorgegangen. In Abb. 5.32 sind die Vorschau der Modellfunktion mit kleinstem AICc- und BIC-Wert und deren berechnete Parameter für den Klebstoff SikaForce®-7888 dargestellt.

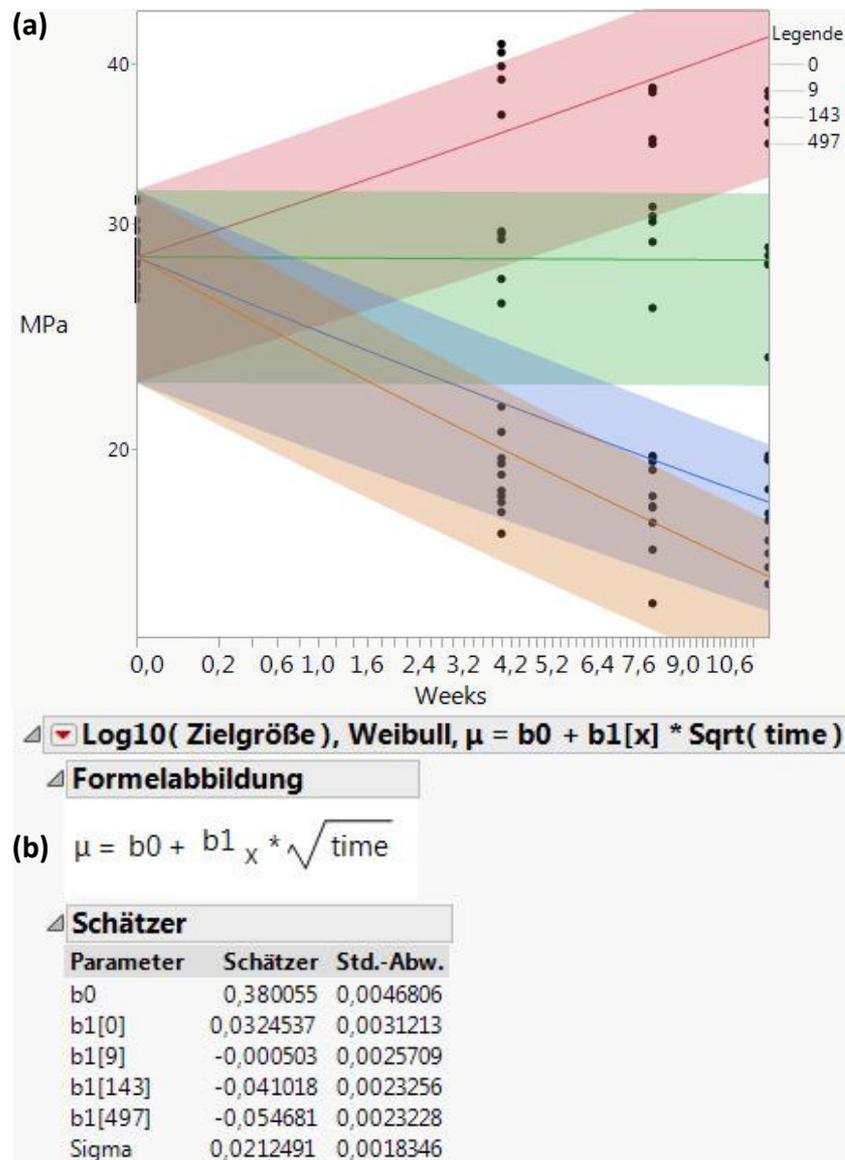


Abb. 5.32: Vorschau der Modellfunktion mit kleinstem AICc-Wert (a) sowie deren Parameter (b) zur Beschreibung des Feuchtigkeitseinflusses auf die maximale Zugspannung σ_{max} in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit für den Klebstoff SikaForce®-7888.

Wie aus Abb. 5.32 ersichtlich ist, ist der Parameter b_1 abhängig von der absoluten Feuchtigkeit AH . Analog zur Vorgehensweise bei den Zugscherproben wird in Abb. 5.33 die Korrelation zwischen absoluter Feuchte AH und dem Parameter b_1 dargestellt.

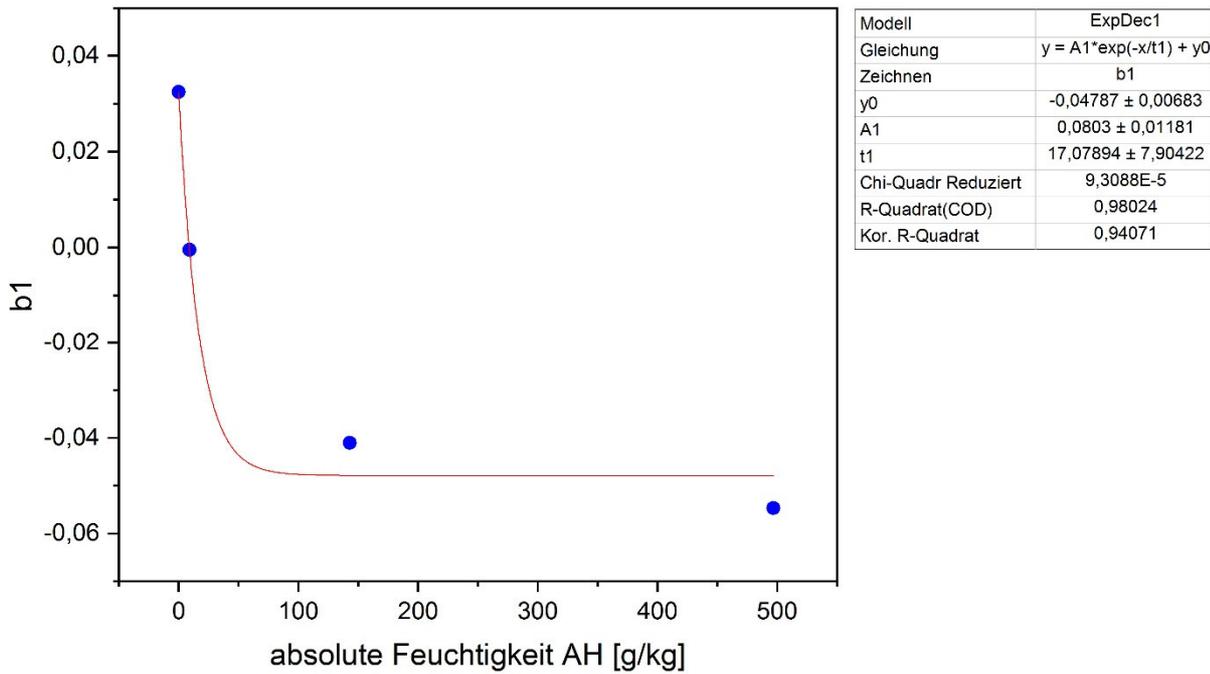


Abb. 5.33: Korrelation zwischen absoluter Feuchte AH und dem Parameter b_1 für den Klebstoff SikaForce®-7888.

Aus Abb. 5.33 geht die Abhängigkeit des Parameters b_1 von der absoluten Feuchte AH wie folgt hervor:

$$b_1(AH) = 0,080 \cdot \exp\left(-\frac{AH}{17}\right) - 0,048 \quad (XLVIII)$$

Entsprechend gilt für die Modellfunktion zur Beschreibung des Feuchtigkeitseinflusses auf die maximale Zugspannung σ_{max} für den Klebstoff SikaForce®-7888:

$$\log(\sigma_{max}) = \exp\left(0,381 + \left(0,080 \cdot \exp\left(-\frac{AH}{17}\right) - 0,048\right) \cdot \sqrt{Zeit}\right) \cdot 0,988 \quad (XLIX)$$

5.2.4.4. Substanz-Schulterproben, Betamate® 1496F

Die Vorschau der Modellfunktion mit kleinstem AICc- und BIC-Wert sowie deren berechnete Parameter sind für den Klebstoff Betamate® 1496F in Abb. 5.34 dargestellt.

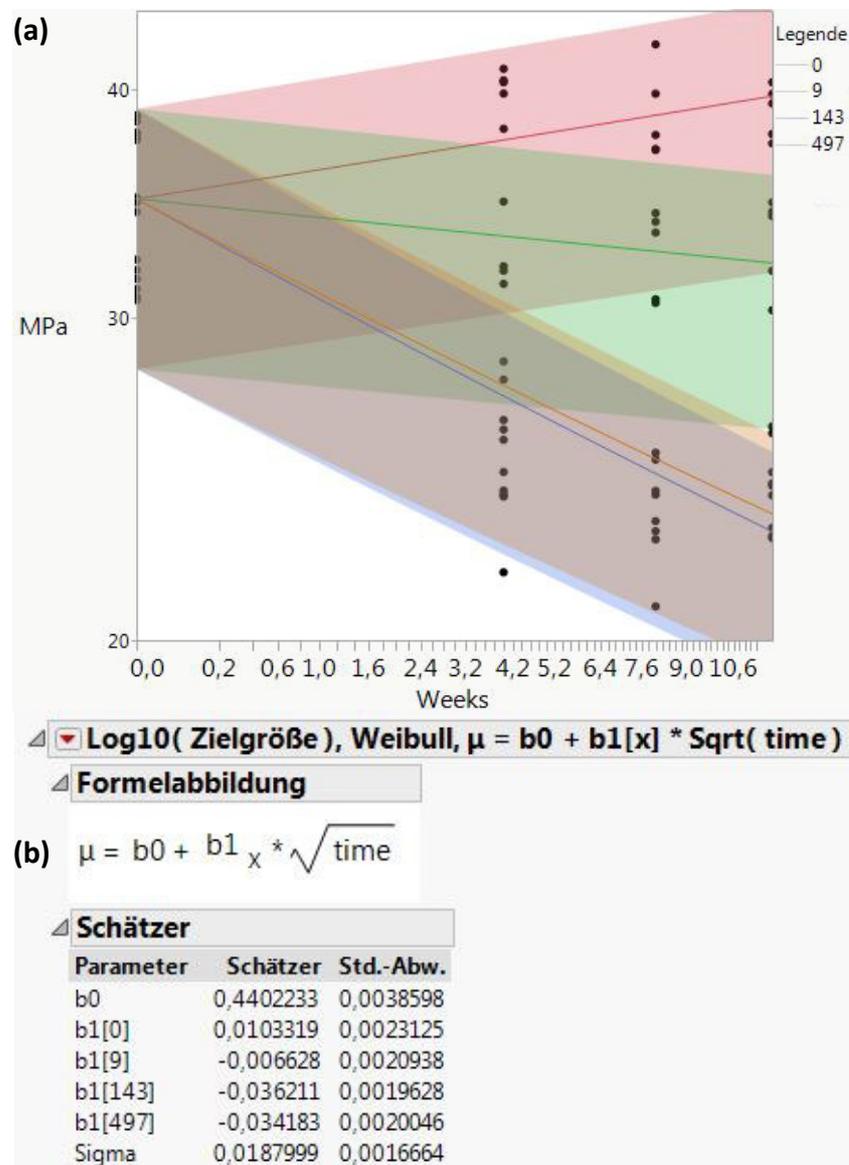


Abb. 5.34: Vorschau der Modellfunktion mit kleinstem AICc-Wert (a) sowie deren Parameter (b) zur Beschreibung des Feuchtigkeitseinflusses auf die maximale Zugspannung σ_{max} in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit für den Klebstoff Betamate® 1496F.

Die Modellfunktion scheint gemäß Abb. 5.34 geeignet, allerdings sind die 95 %-Konfidenzbänder sehr breit, was auf relativ große Unsicherheiten der Modellfunktionen hindeutet. In Abb. 5.35 ist die Korrelation zwischen absoluter Feuchte AH und dem feuchtigkeitsabhängigen Parameter b_1 dargestellt.

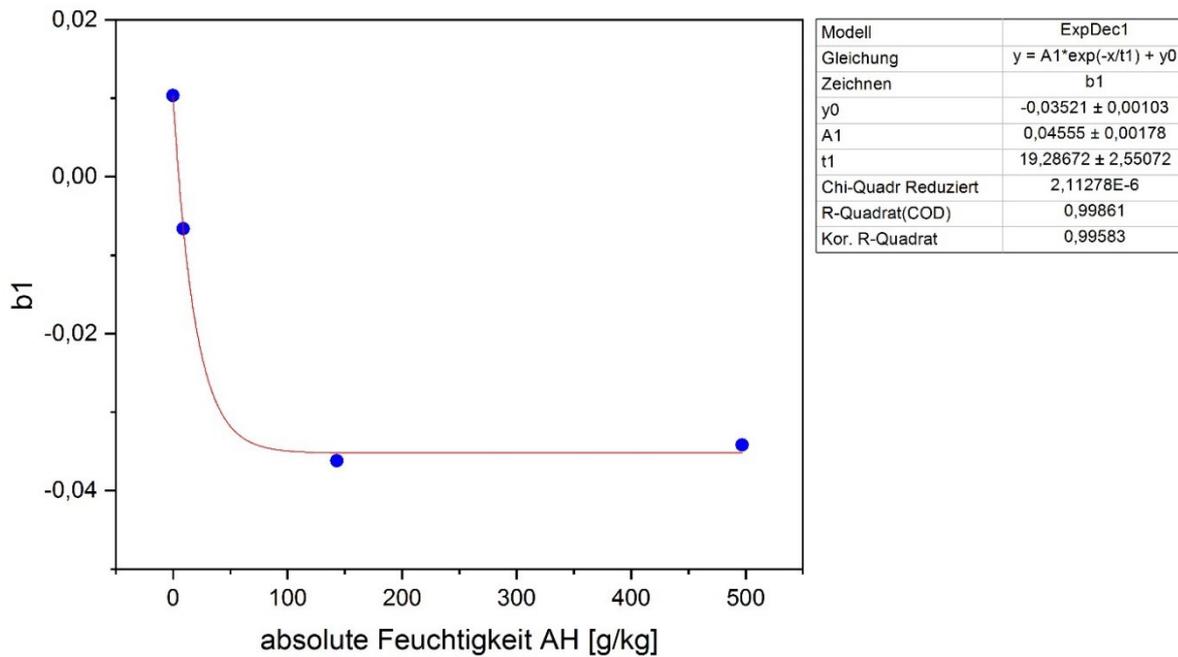


Abb. 5.35: Korrelation zwischen absoluter Feuchte AH und dem Parameter b_1 für den Klebstoff Betamate® 1496F.

Gemäß Abb. 5.35 kann die Beziehung zwischen absoluter Feuchtigkeit AH und dem Parameter b_1 folgendermaßen beschrieben werden:

$$b_1(AH) = 0,046 \cdot \exp\left(-\frac{AH}{19}\right) - 0,035 \quad (L)$$

Entsprechend gilt für die Modellfunktion zur Beschreibung des Feuchtigkeitseinflusses auf die maximale Zugspannung σ_{max} für den Klebstoff Betamate® 1496F:

$$\log(\sigma_{max}) = \exp\left(0,440 + \left(0,046 \cdot \exp\left(-\frac{AH}{19}\right) - 0,035\right) \cdot \sqrt{Zeit}\right) \cdot 0,989 \quad (LI)$$

5.2.5. Entwicklung kombinierter Schädigungsfunktionen

5.2.5.1. Zugscherproben, Kombination DP800Z – Betamate® 1496F

Da es mithilfe der Software JMP® im Programmbereich „Destructive Degradation“ nicht möglich ist, 2 oder mehr Einflussfaktoren gleichzeitig in Abhängigkeit der Degradation unter Berücksichtigung der gewünschten WEIBULL-Verteilung zu modellieren, wurde der Einfluss der Stressfaktoren in den vorangegangenen Kapiteln zunächst einzeln modelliert. Für alle Klebstoffe bzw. Klebstoff-Werkstoff-Kombinationen, für die im vorangegangenen Kapitel bereits eine sinnvolle, getrennte Modellierung der Einflussfaktoren Temperatur und Feuchtigkeit durchgeführt werden konnte, wird nun aus den beiden Einzelfunktionen für die

Temperaturabhängigkeit bzw. die Feuchtigkeitsabhängigkeit eine kombinierte Schädigungsfunktion erstellt. Werden die Einzelfunktionen zu einer kombinierten Schädigungsfunktion verknüpft, so geschieht dies allgemein gemäß Gleichung (LII).

$$\mu_{Weib}(T, AH) = \mu_{Weib}(T) \circ \mu_{Weib}(AH) \quad (LII)$$

Hierbei bezeichnet μ_{Weib} den Erwartungswert einer Messgröße (z. B. der maximalen Schubspannung τ_{max} bzw. der maximalen Zugspannung σ_{max}).

Die Verknüpfung der Einzelfunktionen erfolgt dabei in Anlehnung an die beiden bereits in der Literatur diskutierten Modelle nach EYRING bzw. nach PECK (Kapitel 2.4.2, Gleichungen (IX) und (XI)) zur kombinierten Beschreibung von Temperatur- und Feuchtigkeitseinfluss. Während bei dem verallgemeinerten EYRING-Modell die Kombination von Temperatur- und Feuchtigkeitseinfluss direkt im ARRHENIUS-Term geschieht sind Temperatur- und Feuchtigkeitseinfluss im PECK-Modell multiplikativ verknüpft. Im Rahmen dieser Arbeit werden beide Ansätze zur Verknüpfung der Einzelfunktionen auf ihre Eignung zur Beschreibung der Messwerte überprüft.

Die aus den Einzelfunktionen für Temperatur- bzw. Feuchtigkeitsabhängigkeit verknüpfte Schädigungsfunktion in Anlehnung an EYRING ist in Gleichung (LIII) dargestellt. Hierbei ist zur Verdeutlichung, wie die Gesamtfunktion sich aus den Einzelfunktionen zusammensetzt, die temperaturabhängige Einzelfunktion mit einer roten Umrandung versehen und die feuchtigkeitsabhängige Einzelfunktion mit einer blauen Umrandung.

$$\begin{aligned} & \log(\tau_{max}(T, AH)) \\ = & \exp \left(-0,157 + 0,533 \cdot \exp \left(-0,024 \cdot \exp \left(0,511 \cdot \left(\frac{11605}{273,15 + 23} - \frac{11605}{273,15 + T} \right) \right) \cdot \exp \left(-0,141 + 0,147 \cdot \exp \left(-\frac{AH}{108} \right) \right) \cdot 0,982 \cdot \sqrt{Zeit} \right) \right) \cdot 0,973 \end{aligned} \quad (LIII)$$

Die aus den Einzelfunktionen für Temperatur- bzw. Feuchtigkeitsabhängigkeit verknüpfte Schädigungsfunktion in Anlehnung an PECK ist in Gleichung (LIV) dargestellt. Die temperaturabhängige Einzelfunktion ist auch hier mit einer roten Umrandung versehen, die feuchtigkeitsabhängige Einzelfunktion mit einer blauen Umrandung.

$$\begin{aligned} & \log(\tau_{max}(T, AH)) \\ &= \left(\exp(0,371 + (-0,141 + 0,147 \cdot \exp(-\frac{AH}{108})) \cdot \sqrt{Zeit}) \cdot 0,982 \right)^m \cdot \\ & \exp\left(-0,157 + 0,533 \cdot \exp\left(-0,024 \cdot \exp\left(0,511 \cdot \left(\frac{11605}{273,15 + 23} - \frac{11605}{273,15 + T}\right) \cdot \sqrt{Zeit}\right)\right)\right) \cdot 0,973 \end{aligned} \quad (LIV)$$

Der mit einem grünen Kreis umrandete Exponent m aus Gleichung (LIV) ist zunächst unbekannt und wird mithilfe von JMP® mittels nichtlinearer Anpassung zu 0,082 berechnet, wodurch sich die vollständige Schädigungsfunktion in Anlehnung an PECK gemäß Gleichung (LV) ergibt.

$$\begin{aligned} & \log(\tau_{max}(T, AH)) \\ &= \left(\exp(0,371 + (-0,141 + 0,147 \cdot \exp(-\frac{AH}{108})) \cdot \sqrt{Zeit}) \cdot 0,982 \right)^{0,082} \cdot \\ & \exp\left(-0,157 + 0,533 \cdot \exp\left(-0,024 \cdot \exp\left(0,511 \cdot \left(\frac{11605}{273,15 + 23} - \frac{11605}{273,15 + T}\right) \cdot \sqrt{Zeit}\right)\right)\right) \cdot 0,973 \end{aligned} \quad (LV)$$

Zur Überprüfung, wie gut sich die kombinierten Schädigungsfunktionen in Anlehnung an EYRING (Gleichung (LIII)) bzw. in Anlehnung an PECK (Gleichung (LV)) zur Beschreibung der Messgröße eignen, werden diese gemeinsam mit den Messwerten geplottet (Abb. 5.36).

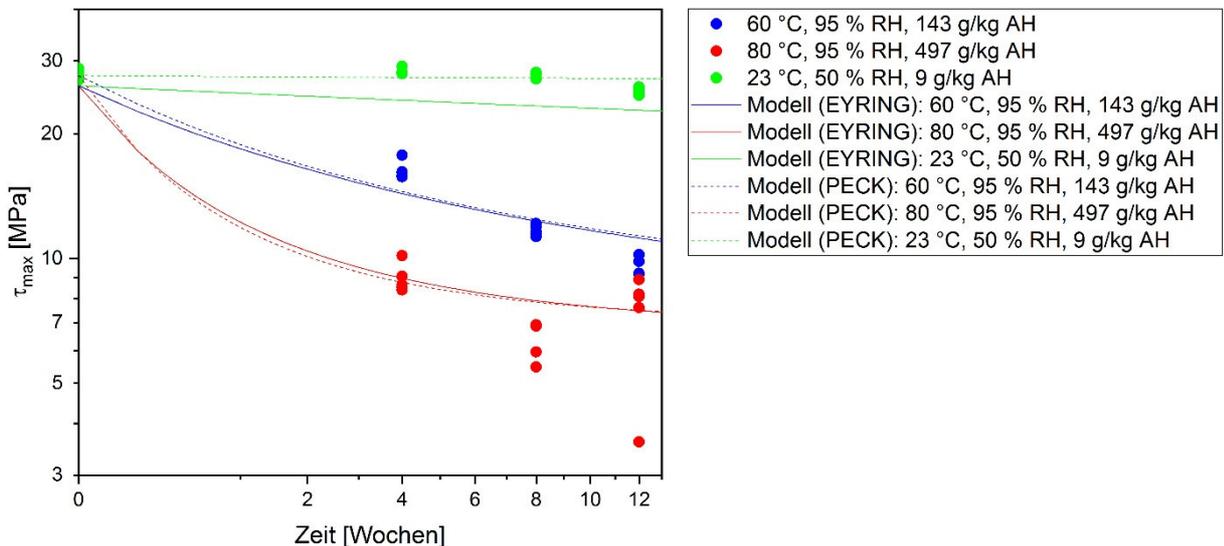


Abb. 5.36: Darstellung der kombinierten Schädigungsfunktionen in Anlehnung an EYRING bzw. PECK zur Beschreibung der Temperatur- und Feuchtigkeitsabhängigkeit der maximalen Schubspannung τ_{max} für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“.

Aus Abb. 5.36 geht hervor, dass die kombinierten Modelle beider Ansätze die Messwerte gut beschreiben. Bei 80 °C, 95 % RH und 60 °C, 95 % RH weisen die beiden Schädigungsfunktionen

einen sehr ähnlichen Verlauf auf, bei 23 °C, 50 % RH unterscheiden sich die Modelle stärker. Da ein Ziel dieser Arbeit darin besteht, auf Basis von zeitraffenden Alterungsuntersuchungen eine Sicherheitsprognose unter Standard- bzw. Einsatzbedingungen durchzuführen, wird für die sich anschließende Sicherheitsprognose ausschließlich das in diesem Fall konservativere Modell in Anlehnung an EYRING verwendet.

5.2.5.2. Zugscherproben, Kombination Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F

Die Verknüpfung der temperatur- und feuchtigkeitsabhängigen Einzelfunktionen zu einer kombinierten Schädigungsfunktion wird analog zum Vorgehen bei der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ in Anlehnung an die kombinierten Schädigungsmodelle nach EYRING bzw. PECK durchgeführt.

Die kombinierte Schädigungsfunktion in Anlehnung an EYRING ist für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ in Gleichung (LVI) dargestellt. Wie die kombinierte Schädigungsfunktion aus den Einzelfunktionen hervorgeht, ist farblich gekennzeichnet. Die temperaturabhängige Einzelfunktion ist rot, die feuchtigkeitsabhängige Einzelfunktion blau umrandet.

$$\begin{aligned} & \log(\tau_{max}(T, AH)) \\ = & \exp\left(0,370 \cdot \exp\left(-0,070 \cdot \exp\left(0,181 \cdot \left(\frac{11605}{273,15 + 23} - \frac{11605}{273,15 + T}\right)\right)\right)\right) \cdot 0,988 \\ & \exp\left(-0,058 + 0,046 \cdot \exp\left(-\frac{AH}{108}\right)\right) \cdot 0,988 \cdot \sqrt{Zeit} \end{aligned} \quad (LVI)$$

Die aus temperatur- und feuchtigkeitsabhängiger Einzelfunktion verknüpfte Schädigungsfunktion in Anlehnung an PECK ist für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ in Gleichung (LVII) dargestellt.

$$\begin{aligned} & \log(\tau_{max}(T, AH)) \\ = & \left(\exp(0,370 + (-0,058 + 0,046 \cdot \exp(-\frac{AH}{108})) \cdot \sqrt{Zeit}) \cdot 0,988\right)^{0,019} \cdot \\ & \exp\left(0,370 \cdot \exp\left(-0,070 \cdot \exp\left(0,181 \cdot \left(\frac{11605}{273,15 + 23} - \frac{11605}{273,15 + T}\right)\right)\right) \cdot \sqrt{Zeit}\right) \cdot 0,988 \end{aligned} \quad (LVII)$$

Wie gut die Modelle in Anlehnung an EYRING (Gleichung (LVI)) bzw. PECK (Gleichung (LVII)) die maximale Schubspannung τ_{max} beschreiben ist in Abb. 5.37 dargestellt.

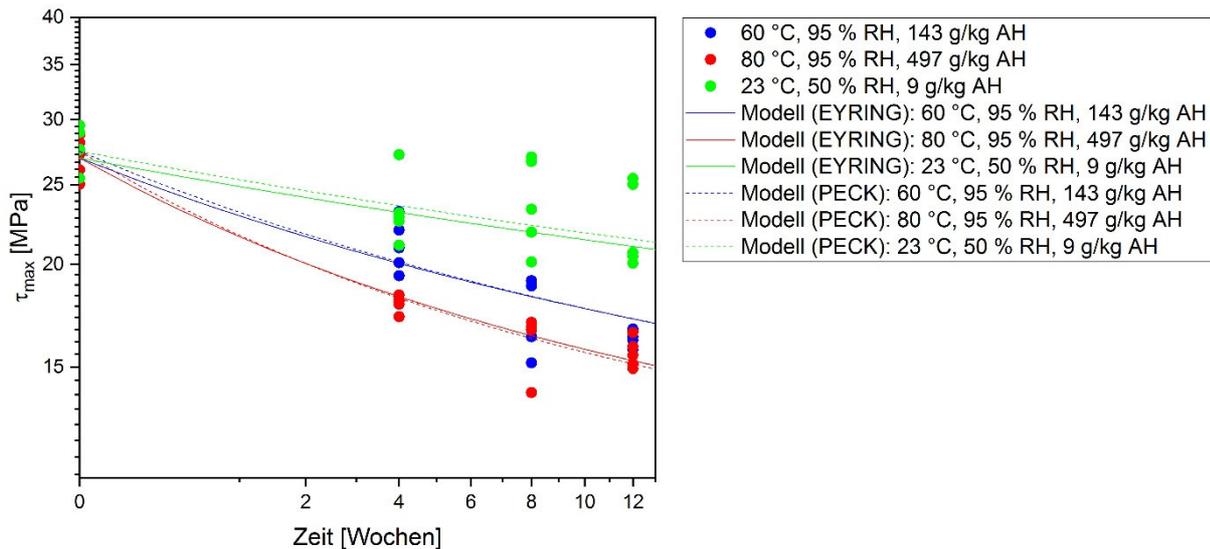


Abb. 5.37: Darstellung der kombinierten Schädigungsfunktionen in Anlehnung an EYRING bzw. PECK zur Beschreibung der Temperatur- und Feuchtigkeitsabhängigkeit der maximalen Schubspannung τ_{max} für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“.

Die kombinierten Modelle beider Ansätze beschreiben die Messwerte gemäß der Darstellung in Abb. 5.37 gut. Allerdings ist, verglichen mit der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“, die Veränderung der maximalen Schubspannung τ_{max} , insbesondere bei den Bedingungen mit hoher Feuchte (60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH), weniger stark ausgeprägt. Die Modellkurven in Anlehnung an EYRING bzw. PECK unterscheiden sich daher bei verschiedenen Alterungskonditionen weniger stark, was allerdings eine direkte Folge der experimentellen Ergebnisse ist. Bei allen Alterungskonditionen unterscheiden sich die Modelle in Anlehnung an PECK bzw. EYRING nur geringfügig. Bei 23 °C, 50 % RH ist das EYRING-Modell auch hier konservativer als das PECK-Modell, weswegen die sich anschließende Sicherheitsprognose für 23 °C, 50 % RH auf Basis des EYRING-Modells durchgeführt wird.

5.2.5.3. Substanz-Schulterproben, SikaForce®-7888

Für die Substanz-Schulterproben wird analog zu dem Vorgehen bei den Zugscherproben zur Entwicklung einer kombinierten Schädigungsfunktion verfahren. Die kombinierte Schädigungsfunktion in Anlehnung an EYRING ist für den Klebstoff SikaForce®-7888 in Gleichung (LVIII) mit den farblichen Hervorhebungen der Einzelfunktionen (rot: Temperaturabhängigkeit, blau: Feuchtigkeitsabhängigkeit) dargestellt.

$$\log(\sigma_{max}(T, AH)) = \exp\left(0,206 + 0,162 \cdot \exp\left(-0,064 \cdot \exp\left(0,424 \cdot \left(\frac{11605}{273,15 + 23} - \frac{11605}{273,15 + T}\right)\right)\right) \cdot \exp\left(-0,048 + 0,080 \cdot \exp\left(-\frac{AH}{17}\right)\right) \cdot 0,988 \cdot \sqrt{Zeit}\right) \cdot 0,993 \quad (LVIII)$$

Die verknüpfte Schädigungsfunktion für den Klebstoff SikaForce®-7888 in Anlehnung an PECK ist in Gleichung (LIX) dargestellt.

$$\log(\sigma_{max}(T, AH)) = \left(\exp(0,381 + (-0,048 + 0,080 \cdot \exp(-\frac{AH}{17})) \cdot \sqrt{Zeit})\right) \cdot 0,988^{0,050} \cdot \exp\left(0,206 + 0,162 \cdot \exp\left(-0,064 \cdot \exp\left(0,424 \cdot \left(\frac{11605}{273,15 + 23} - \frac{11605}{273,15 + T}\right)\right)\right) \cdot \sqrt{Zeit}\right) \cdot 0,993 \quad (LIX)$$

Die Eignung der Modelle in Anlehnung an EYRING (Gleichung (LVIII)) bzw. PECK (Gleichung (LIX)) zur Beschreibung der experimentellen Werte wird mithilfe von Abb. 5.38 überprüft.

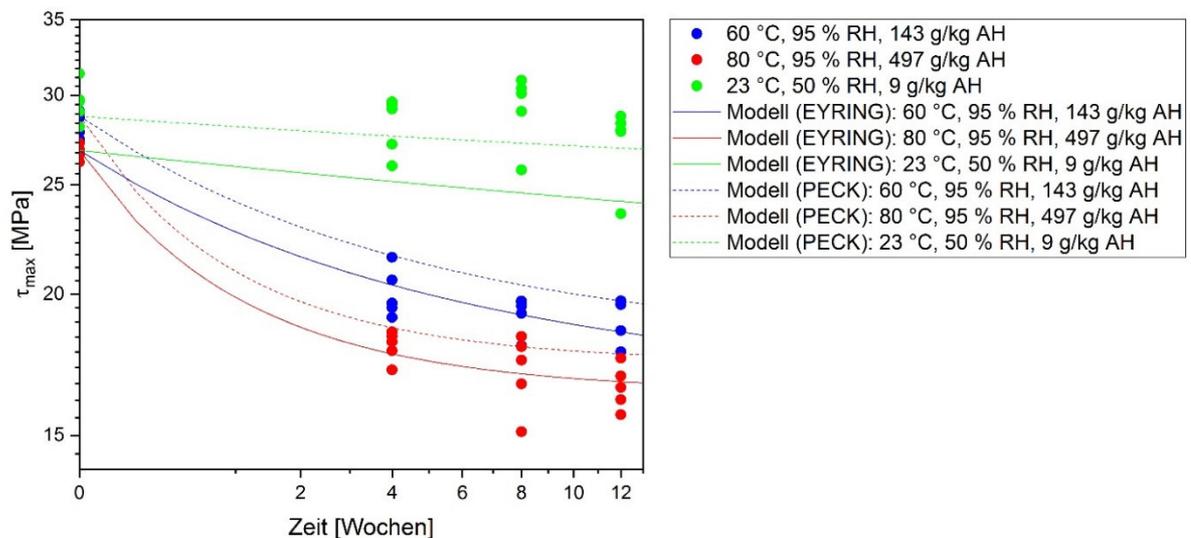


Abb. 5.38: Darstellung der kombinierten Schädigungsfunktionen in Anlehnung an EYRING bzw. PECK zur Beschreibung der Temperatur- und Feuchtigkeitsabhängigkeit der maximalen Zugspannung σ_{max} für den Klebstoff SikaForce®-7888.

Abb. 5.38 zeigt, dass sich die Modellierungsansätze nach PECK und EYRING hier deutlicher voneinander unterscheiden als dies bei den Zugscherproben der Fall ist. Für 60 °C, 95 % RH sowie 80 °C, 95 % RH scheint das Modell in Anlehnung an EYRING die Messwerte besser zu beschreiben als das nach PECK. Umgekehrt scheint das Modell in Anlehnung an PECK den

Verlauf der Messwerte bei 23 °C, 50 % RH besser zu beschreiben. Allerdings ist die Beschreibung durch EYRING bei 23 °C, 50 % RH konservativer, weswegen die sich anschließende Sicherheitsprognose für 23 °C, 50 % RH auf Basis des EYRING-Modells durchgeführt wird.

5.2.5.4. Substanz-Schulterproben, Betamate® 1496F

In Kapitel 5.2.3.4 wurde bereits angesprochen, dass zur Modellierung der Temperaturabhängigkeit eine vollständige Wiederholung der Messreihe durchgeführt werden müsste, um die Modellfunktionen zu stützen. Im Bereich, in denen mit der durchgeführten Messreihe keine Daten vorhanden sind, verändert sich die mittels JMP® bestimmte Modellfunktion sehr stark. Diese temperaturabhängige Einzelfunktion müsste auf Basis einer neuen Messreihe mit verkürzten Prüfintervallen erneut bestimmt werden. Weiterhin wurden bei der Modellierung der Feuchtigkeitsabhängigkeit vergleichsweise breite Konfidenzbänder der Modellfunktionen beobachtet (Kapitel 5.2.4.4), wodurch eine zuverlässige Prognose des Verlaufs der Messgröße nicht möglich ist. Da auf Basis der beiden Einzelfunktionen keine im Hinblick auf eine zuverlässige Beschreibung der Messgröße sinnvolle, kombinierte Schädigungsfunktion aufgestellt werden kann, wird an dieser Stelle auf eine Kombination der Einzelfunktionen verzichtet.

5.2.6. Exemplarische Validierung und Verifikation eines kombinierten Modells

In den vorangegangenen Kapiteln wurde das Vorgehen der Entwicklung kombinierter Schädigungsfunktionen am Beispiel von Zugscherproben sowie Substanz-Schulterproben dargestellt. Die Entwicklung der Schädigungsfunktionen stützte sich dabei stets auf einem Datensatz, wobei alle Messdaten für die Modellierung herangezogen wurden. In den nachfolgenden Kapiteln wird nun exemplarisch für Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ zunächst eine Validierung und anschließend eine Verifikation des kombinierten Modells durchgeführt. Im Rahmen dieser Arbeit wird dabei die Validierung mit der Frage „Ist es das richtige Modell?“ und die Verifikation mit der Frage „Ist das Modell richtig?“ verknüpft [94]. Im Folgenden wird zunächst eine Kreuzvalidierung des kombinierten Modells auf Basis des ursprünglichen Datensatzes durchgeführt. Die Verifikation des Modells findet anschließend mithilfe einer neuen Testserie statt.

5.2.6.1. Kreuzvalidierung auf Basis des ursprünglichen Datensatzes

Orientiert man sich bei der Modellierung einer Messgröße an einem Datenfit, der lediglich auf einem einzelnen Datensatz basiert, besteht die Gefahr der sog. Überanpassung (engl. overfitting) [95]. Der Begriff Überanpassung bezeichnet dabei die Modellierung mit zu komplexen Modellen [96], [97]. D. h. die Modelle besitzen zu viele Parameter, um die Veränderung der Messgröße unter Berücksichtigung der zufälligen Streuung der Messwerte sinnvoll zu beschreiben [96], [97]. Obwohl der Fehler bei solchen Modellen für die Testdaten, mithilfe derer das Modell aufgestellt wurde, sehr klein ist, ist ihre Anpassung schlecht, wenn sie auf neue Stichproben der gleichen Grundgesamtheit angewandt werden [95]. Das Modell, welches die Messgröße zuverlässig beschreibt, ist demnach nicht immer das Modell mit dem besten Datenfit [95]. Zur Überprüfung der Eignung eines Modells ist es daher zusätzlich notwendig, dessen Prognosefähigkeit zu prüfen [95]. Hierzu muss das Modell auf einem Datensatz validiert werden, der nicht für die Entwicklung des Modells herangezogen wurde [95]. Für die Validierung eines Modells hat sich das Aufteilen eines gegebenen Datensatzes in Schätz- und Validierungsteile durchgesetzt [95]. D. h. es werden nicht alle Daten eines Datensatzes zur Entwicklung des Modells herangezogen, sondern lediglich ein Teil des Datensatzes (Schätzteil). Der andere Teil des Datensatzes (Validierungsteil) dient dazu, das Modell auf seine Eignung zur Beschreibung neuer Stichproben gleicher Grundgesamtheit zu prüfen. Zur Beurteilung der Prognosefähigkeit eines Modells mit aufgeteiltem Datensatz wird eine Vielzahl verschiedene Verfahren in der Literatur diskutiert [98]. Im Rahmen dieser Arbeit wird exemplarisch die Validierung des Modells für die Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ mithilfe der etablierten „leave-one-out“-Kreuzvalidierung (kurz: LOO-Kreuzvalidierung) [97], [98] durchgeführt. Bei diesem Verfahren dient fast der komplette Datensatz als Schätzteil, lediglich eine Beobachtung des Datensatzes stellt den Validierungsteil da. Hierbei werden alle Möglichkeiten den Datensatz in einen Validierungs- und Schätzteil zu unterteilen systematisch durchgeführt und den Einfluss der unterschiedlichen Unterteilung auf das Ergebnis der Modellierung untersucht [95].

Die exemplarisch durchgeführte LOO-Kreuzvalidierung in dieser Arbeit beruht auf der Annahme, dass die 5 Messwerte zur statistischen Absicherung eines jeden Prüfzeitpunkts einer Alterungsbedingung einer Beobachtung entsprechen. D. h., dass bei der in dieser Arbeit durchgeführten LOO-Kreuzvalidierung stets 5 gleichwertige Messwerte als Validierungsteil

des Datensatzes dienen. Die restlichen Daten des Datensatzes werden als Schätzteil zur Entwicklung der Schädigungsfunktion herangezogen. Da sich die in vorangegangenem Kapitel entwickelten kombinierten Modelle aus den Einzelfunktionen zur Beschreibung der Temperatur- bzw. Feuchtigkeitsabhängigkeit der Zielmessgröße zusammensetzen, wird nachfolgend eine Kreuzvalidierung für die Einzelfunktionen durchgeführt.

a) Kreuzvalidierung temperaturabhängiger Schädigungsfunktion

In Abb. 5.39 ist noch einmal die bisher ermittelte Modellfunktion zur Beschreibung des Temperatureinflusses auf die maximale Schubspannung τ_{max} bei konstanter relativer Feuchtigkeit (95 %) für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ dargestellt.

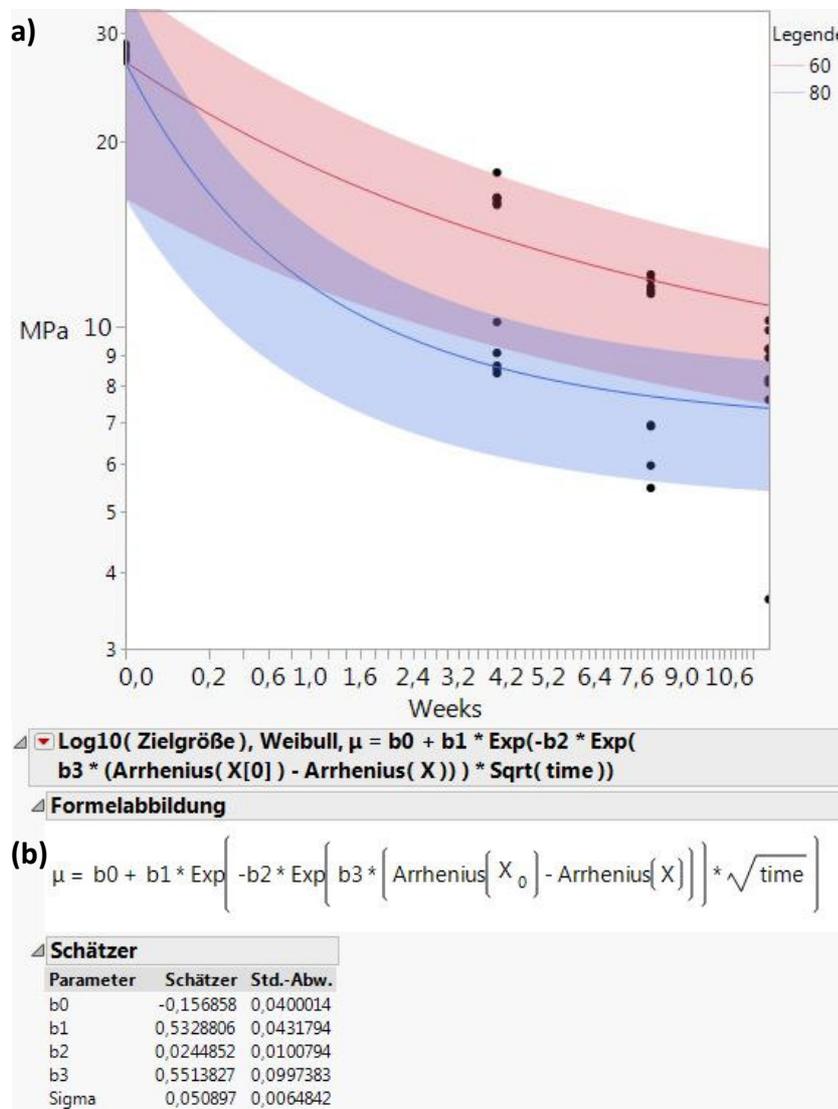


Abb. 5.39: Vorschau der Modellfunktion zur Beschreibung des Temperatureinflusses auf die maximale Schubspannung τ_{max} (a) sowie deren Parameter (b) bei konstanter relativer Feuchtigkeit (95 %) in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“.

Zur LOO-Kreuzvalidierung werden systematisch stets die 5 Messwerte eines festgelegten Prüfzeitpunkts als Validierungsteil verwendet. D. h. diese Messwerte werden zur Modellbildung der Schädigungsfunktion nicht berücksichtigt. In den Tabellen 5.16 und 5.17 sind die Parameterwerte sowie die Güteparameter AICc und BIC der Modellfunktion in Abhängigkeit von den nicht zur Modellbildung berücksichtigten Werten dargestellt. Zudem sind die Abweichungen der Parameterwerte und Güteparameter von den ursprünglich errechneten dargestellt.

Tabelle 5.16: Parameterwerte und Güteparameter der temperaturabhängigen Modellfunktion (gemäß Abb. 5.39) in Abhängigkeit von den nicht zur Modellbildung berücksichtigten Werten. (Nicht berücksichtigte Werte aus der Alterungsbedingung 60 °C, 95 % RH).

nicht berücksichtigte Messwerte Parameter der Modellfunktion	60 °C, 95 % RH Referenz	60 °C, 95 % RH 4 Wochen	60 °C, 95 % RH 8 Wochen	60 °C, 95 % RH 12 Wochen	keine
AICc	151,13	147,65	161,72	158,48	176,98
BIC	156,84	153,36	167,43	164,19	183,96
b0	-0,16	-0,141	-0,155	-0,143	-0,157
b1	0,545	0,510	0,530	0,515	0,533
b2	0,026	0,046	0,020	0,016	0,025
b3	0,540	0,463	0,585	0,631	0,551
Sigma	0,055	0,045	0,053	0,048	0,051
AICc - Abweichung [%]	14,6	16,6	8,6	10,5	-
BIC - Abweichung [%]	14,7	16,6	9,0	10,8	-
b0 - Abweichung [%]	1,9	10,2	1,3	8,9	-
b1 - Abweichung [%]	2,3	4,3	0,6	3,4	-
b2 - Abweichung [%]	6,1	87,8	18,4	34,7	-
b3 - Abweichung [%]	2,0	16,0	6,2	14,5	-
Sigma - Abweichung [%]	7,8	11,8	3,9	5,9	-

Aus Tabelle 5.16 geht hervor, dass eine Absenkung der Güteparameter AICc und BIC um ca. 9 bis 17 Prozent zu beobachten ist. Die Beobachtung, dass bei Nichtberücksichtigung von Messwerten die Güteparameter kleiner werden, ist dabei zunächst nicht ungewöhnlich. Stehen weniger Messwerte für die Modellbildung zur Verfügung, geht dies mit mehr

Freiheitsgraden für die Modellierung einher, wodurch eine bessere Anpassung erzielt werden kann, auch wenn diese unter Umständen nicht mit weiterführenden experimentellen Ergebnissen im Einklang steht. Die Abweichungen in den Güteparametern bewegen sich bei allen dargestellten Fällen in ähnlichem Bereich, ebenso wie die Parameter der Modellfunktion.

Tabelle 5.17: Parameterwerte und Güteparameter der temperaturabhängigen Modellfunktion (gemäß Abb. 5.39) in Abhängigkeit von den nicht zur Modellbildung berücksichtigten Werten. (Nicht berücksichtigte Werte aus der Alterungsbedingung 80 °C, 95 % RH).

nicht berücksichtigte Messwerte Parameter der Modellfunktion	80 °C, 95 % RH Referenz	80 °C, 95 % RH 4 Wochen	80 °C, 95 % RH 8 Wochen	80 °C, 95 % RH 12 Wochen	keine
AICc	151,09	162,12	155,23	115,83	176,98
BIC	156,8	167,83	160,93	121,54	183,96
b0	-0,160	-0,128	-0,136	-13,8	-0,157
b1	0,545	0,503	0,511	14,2	0,533
b2	0,026	0,00005	0,028	0,002	0,025
b3	0,541	2,01	0,527	0,340	0,551
Sigma	0,055	0,052	0,043	0,028	0,051
AICc - Abweichung [%]	14,6	8,4	12,3	34,6	-
BIC - Abweichung [%]	14,8	8,8	12,5	33,9	-
b0 - Abweichung [%]	1,9	18,5	13,4	8696,2	-
b1 - Abweichung [%]	2,3	5,6	4,1	2562,1	-
b2 - Abweichung [%]	6,9	99,8	14,7	93,1	-
b3 - Abweichung [%]	1,8	264,8	4,4	38,3	-
Sigma - Abweichung [%]	7,8	2,0	15,7	45,3	-

Tabelle 5.17 zeigt, dass sich die Absenkung der Güteparameter mit ca. 8 bis 15 Prozent in sehr ähnlichem Bereich bewegt wie in Tabelle 5.16 und die Mehrzahl der Parameterwerte wenig abweicht. Ausnahme hierbei ist das Nichtberücksichtigen der Messwerte nach 12-wöchiger Auslagerung bei 80 °C, 95 % RH, welches eine mit ca. 34 % vergleichsweise große Abweichung der Güteparameter von denen des ursprünglichen Modells nach sich zieht. Zusätzlich ist eine sehr große Abweichung der Parameterwerte bei Nichtberücksichtigen dieser Messwerte zu

beobachten, insbesondere für b_0 und b_1 . Folglich wird eine deutlich bessere Anpassung bei Nichtberücksichtigung der Messwerte nach 12-wöchiger Auslagerung bei 80 °C, 95 % RH erzielt. Die großen Abweichungen der Parameterwerte deuten weiterhin auf eine deutliche Änderung der Kurvencharakteristik für die temperaturabhängige Schädigungsfunktion hin.

b) Kreuzvalidierung feuchtigkeitsabhängiger Schädigungsfunktion

Die bisher ermittelte Modellfunktion zur Beschreibung des Feuchtigkeitseinflusses auf die maximale Schubspannung τ_{max} für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ ist in Abb. 5.40 dargestellt.

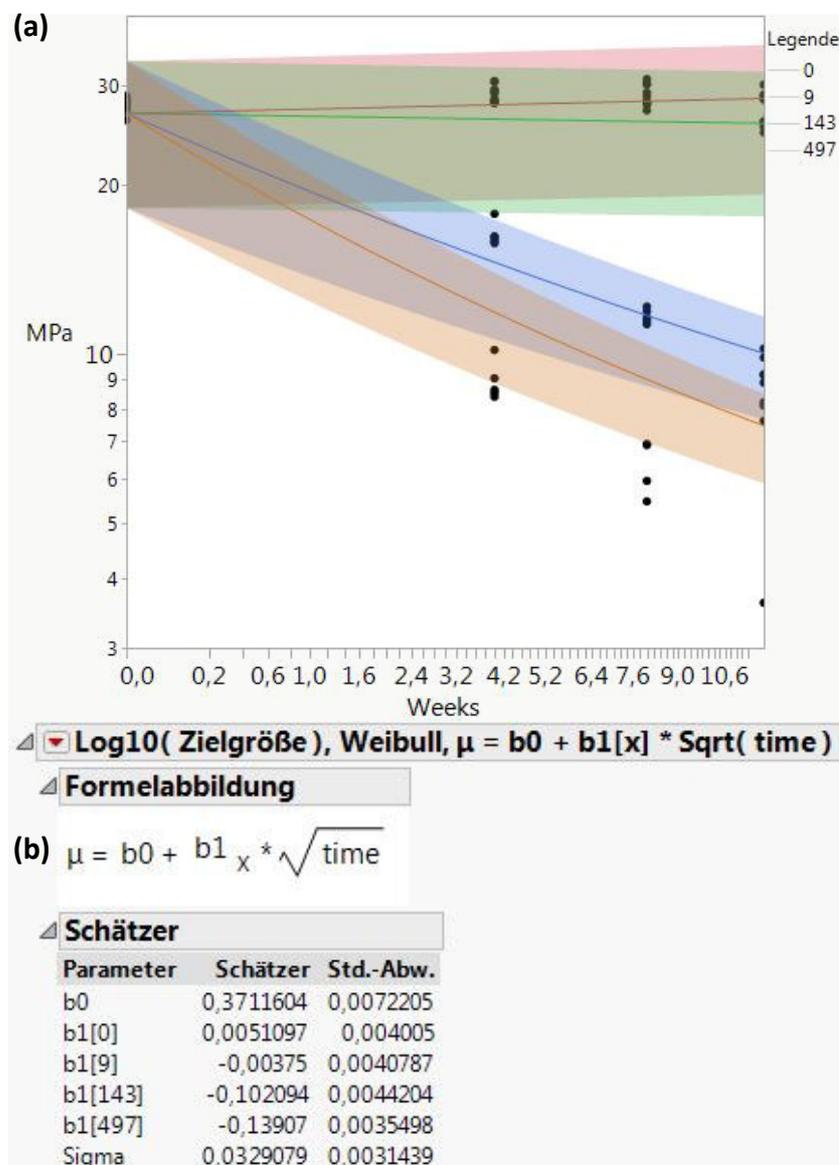


Abb. 5.40: Vorschau der Modellfunktion zur Beschreibung des Feuchtigkeitseinflusses auf die maximale Schubspannung τ_{max} (a) sowie deren Parameter (b) in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“.

Bei der LOO-Kreuzvalidierung der feuchtigkeitsabhängigen Schädigungsfunktion wird analog zur Validierung der temperaturabhängigen Schädigungsfunktion vorgegangen. In den Tabellen 5.18 bis 5.21 sind die Parameterwerte sowie die Güteparameter AICc und BIC der Modellfunktion in Abhängigkeit von den nicht zur Modellbildung berücksichtigten Werten dargestellt. Zusätzlich sind die Abweichungen von Parameterwerten und Güteparametern von den ursprünglich errechneten dargestellt.

Tabelle 5.18: Parameterwerte und Güteparameter der feuchtigkeitsabhängigen Modellfunktion (gemäß Abb. 5.40) in Abhängigkeit von den nicht zur Modellbildung berücksichtigten Werten. (Nicht berücksichtigte Werte aus der Alterungsbedingung 23 °C, 50 % RH, 9 g/kg AH).

nicht berücksichtigte Messwerte Parameter der Modellfunktion	23 °C, 50 % RH Referenz	23 °C, 50 % RH 4 Wochen	23 °C, 50 % RH 8 Wochen	23 °C, 50 % RH 12 Wochen	keine
AICc	373,32	372,85	373,25	373,37	396,31
BIC	385,99	385,52	385,92	386,04	409,45
b0	0,370	0,369	0,370	0,369	0,371
b1[0]	0,0056	0,0057	0,0054	0,0058	0,0051
b1[9]	-0,0033	-0,0045	-0,0053	0,0005	-0,0038
b1[143]	-0,1024	-0,1022	-0,1027	-0,1021	-0,1021
b1[497]	-0,1427	-0,1426	-0,1429	-0,1424	-0,1391
Sigma	0,040	0,040	0,040	0,040	0,033
AICc - Abweichung [%]	5,8	5,9	5,8	5,8	-
BIC - Abweichung [%]	5,7	5,8	5,7	5,7	-
b0 - Abweichung [%]	0,3	0,5	0,3	0,5	-
b1[0] - Abweichung [%]	9,0	12,3	4,9	14,3	-
b1[9] - Abweichung [%]	11,2	19,2	40,3	114,3	-
b1[143] - Abweichung [%]	0,3	0,1	0,6	0	-
b1[497] - Abweichung [%]	2,6	2,5	2,7	2,4	
Sigma - Abweichung [%]	20,7	20,1	20,4	19,1	

Aus Tabelle 5.18 geht hervor, dass bei Nichtberücksichtigen der Messwerte eines Prüfzeitpunkts bei 23 °C, 50 % RH mit ca. 6 % weder eine signifikante Absenkung der Güteparameter noch eine nennenswerte Änderung der Parameterwerte eintritt.

Tabelle 5.19: Parameterwerte und Güteparameter der feuchtigkeitsabhängigen Modellfunktion (gemäß Abb. 5.40) in Abhängigkeit von den nicht zur Modellbildung berücksichtigten Werten. (Nicht berücksichtigte Werte aus der Alterungsbedingung 80 °C, 0 % RH, 0 g/kg AH).

nicht berücksichtigte Messwerte Parameter der Modellfunktion	80 °C, 0 % RH Referenz	80 °C, 0 % RH 4 Wochen	80 °C, 0 % RH 8 Wochen	80 °C, 0 % RH 12 Wochen	keine
AICc	373,43	372,38	372,45	373,45	396,31
BIC	386,1	385,05	385,12	386,12	409,45
b0	0,371	0,369	0,37	0,371	0,371
b1[0]	0,0050	0,0048	0,0046	0,0052	0,0051
b1[9]	-0,0039	-0,0033	-0,0035	-0,0037	-0,0038
b1[143]	-0,1031	-0,1024	-0,1026	-0,1028	-0,1021
b1[497]	-0,1432	-0,1427	-0,1429	-0,1440	-0,1391
Sigma	0,040	0,040	0,040	0,040	0,033
AICc - Abweichung [%]	5,8	6,0	6,0	5,8	-
BIC - Abweichung [%]	5,7	6,0	5,9	5,7	-
b0 - Abweichung [%]	0,0	0,5	0,3	0,0	-
b1[0] - Abweichung [%]	2,3	5,7	9,8	2,5	-
b1[9] - Abweichung [%]	4,8	12,5	6,1	2,1	-
b1[143] - Abweichung [%]	1,0	0,3	0,5	0,7	-
b1[497] - Abweichung [%]	3,0	2,6	2,7	3,5	
Sigma - Abweichung [%]	20,4	20,4	20,4	20,4	

Tabelle 5.19 zeigt, dass das Nichtberücksichtigen der Messwerte eines Prüfzeitpunkts bei 80 °C, 0 % RH mit ca. 6 % weder eine signifikante Absenkung der Güteparameter noch eine nennenswerte Änderung der Parameterwerte zur Folge hat.

Tabelle 5.20: Parameterwerte und Güteparameter der feuchtigkeitsabhängigen Modellfunktion (gemäß Abb. 5.40) in Abhängigkeit von den nicht zur Modellbildung berücksichtigten Werten. (Nicht berücksichtigte Werte aus der Alterungsbedingung 60 °C, 95 % RH, 143 g/kg AH).

nicht berücksichtigte Messwerte Parameter der Modellfunktion	60 °C, 95 % RH Referenz	60 °C, 95 % RH 4 Wochen	60 °C, 95 % RH 8 Wochen	60 °C, 95 % RH 12 Wochen	keine
AICc	373,55	372,52	384,22	383,96	396,31
BIC	386,22	385,19	396,89	396,63	409,45
b0	0,371	0,367	0,37	0,368	0,371
b1[0]	0,0052	0,0067	0,0055	0,0062	0,0051
b1[9]	-0,0037	-0,0021	-0,0034	-0,0027	-0,0038
b1[143]	-0,1029	-0,1077	-0,1002	-0,0963	-0,1021
b1[497]	-0,1431	-0,1406	-0,1426	-0,1416	-0,1391
Sigma	0,040	0,036	0,039	0,038	0,033
AICc - Abweichung [%]	5,7	6,0	3,1	3,1	-
BIC - Abweichung [%]	5,7	5,9	3,1	3,1	-
b0 - Abweichung [%]	0,0	1,1	0,3	0,8	-
b1[0] - Abweichung [%]	1,4	31,7	8,4	21,1	-
b1[9] - Abweichung [%]	0,5	43,5	10,4	28,3	-
b1[143] - Abweichung [%]	0,8	5,4	1,9	5,7	-
b1[497] - Abweichung [%]	2,9	1,1	2,5	1,8	-
Sigma - Abweichung [%]	20,7	10,0	18,8	15,2	-

Aus Tabelle 5.20 geht hervor, dass das Nichtberücksichtigen der Messwerte eines Prüfzeitpunkts bei 60 °C, 95 % RH mit ca. 3-6 % keine signifikante Absenkung der Güteparameter und keine nennenswerte Änderung der Parameterwerte nach sich zieht.

Tabelle 5.21: Parameterwerte und Güteparameter der feuchtigkeitsabhängigen Modellfunktion (gemäß Abb. 5.40) in Abhängigkeit von den nicht zur Modellbildung berücksichtigten Werten. (Nicht berücksichtigte Werte aus der Alterungsbedingung 80 °C, 95 % RH, 497 g/kg AH).

nicht berücksichtigte Messwerte Parameter der Modellfunktion	80 °C, 95 % RH Referenz	80 °C, 95 % RH 4 Wochen	80 °C, 95 % RH 8 Wochen	80 °C, 95 % RH 12 Wochen	keine
AICc	373,45	358,98	346,39	266,36	396,31
BIC	386,12	371,65	359,06	279,03	409,45
b0	0,371	0,375	0,373	0,377	0,371
b1[0]	0,0052	0,0039	0,0044	0,0033	0,0051
b1[9]	-0,0037	-0,0050	-0,0044	-0,0055	-0,0038
b1[143]	-0,1028	-0,1033	-0,1021	-0,1005	-0,1021
b1[497]	-0,1430	-0,1387	-0,1361	-0,1993	-0,1391
Sigma	0,040	0,032	0,029	0,020	0,033
AICc - Abweichung [%]	5,8	9,4	12,6	32,8	-
BIC - Abweichung [%]	5,7	9,2	12,3	31,9	-
b0 - Abweichung [%]	0,0	1,1	0,5	1,6	-
b1[0] - Abweichung [%]	2,5	24,5	13,1	35,4	-
b1[9] - Abweichung [%]	2,1	33,9	17,1	45,3	-
b1[143] - Abweichung [%]	0,7	1,2	0,0	1,5	-
b1[497] - Abweichung [%]	2,8	0,3	2,1	43,3	-
Sigma - Abweichung [%]	20,4	4,0	12,8	39,8	-

Gemäß Tabelle 5.21 bewegen sich die Abweichungen der Güteparameter bei Nichtberücksichtigen der Messwerte des Referenzzustandes sowie nach 4- und 8-wöchiger Auslagerung bei 80 °C, 95 % RH im Bereich zwischen ca. 6 und 13 %. Eine deutlich stärkere Abweichung wird hingegen bei Nichtberücksichtigung der Messwerte nach 12-wöchiger Auslagerung beobachtet. Hier ist eine Absenkung der Güteparameter um ca. 32 % zu

beobachten, welche sich deutlich von den Abweichungen bei Nichtberücksichtigung von allen anderen Prüfzeitpunkten unterscheidet. Zusätzlich ist eine vergleichsweise große Abweichung der Parameterwerte zu beobachten. Wie bereits bei der Kreuzvalidierung der temperaturabhängigen Schädigungsfunktion, wird auch bei der feuchtigkeitsabhängigen Schädigungsfunktion eine deutlich bessere Anpassung der Modellfunktion bei Nichtberücksichtigen der Messwerte nach 12-wöchiger Auslagerung bei 80 °C, 95 % RH erzielt.

c) Kombinierte Schädigungsfunktion

Sowohl für die temperaturabhängige als auch für die feuchtigkeitsabhängige Schädigungsfunktion konnte gezeigt werden, dass durch Nichtberücksichtigung der Messwerte nach 12-wöchiger Auslagerung bei 80 °C, 95 % RH die Anpassung deutlich verbessert werden kann. Dies legt die Vermutung nahe, dass durch die Berücksichtigung des vollständigen Datensatzes ein „overfitting“ stattgefunden hat, d. h. die Messwerte nach 12-wöchiger Auslagerung bei 80 °C, 95 % RH einen zu starken Einfluss auf die Modellierung genommen haben. Werden Messwerte eines beliebigen anderen Prüfzeitpunktes bei allen 4 getesteten Alterungsbedingungen nicht für die Modellierung berücksichtigt, so ändern sich die Parameterwerte der Modellfunktion und dadurch deren Charakteristik stets nur geringfügig. Für eine optimierte, kombinierte Schädigungsfunktion werden daher die Einzelfunktion für Temperaturabhängigkeit bzw. Feuchtigkeitsabhängigkeit bei Nichtberücksichtigung der Messwerte nach 12-wöchiger Auslagerung bei 80 °C, 95 % RH verwendet. Zur Entwicklung der kombinierten Schädigungsfunktion bei Nichtberücksichtigung der Messwerte nach 12-wöchiger Auslagerung bei 80 °C, 95 % RH wird in Abb. 5.41 zunächst die entsprechende Korrelation zwischen absoluter Feuchte AH und dem feuchtigkeitsabhängigen Parameter b_1 (aus Tabelle 5.21) dargestellt.

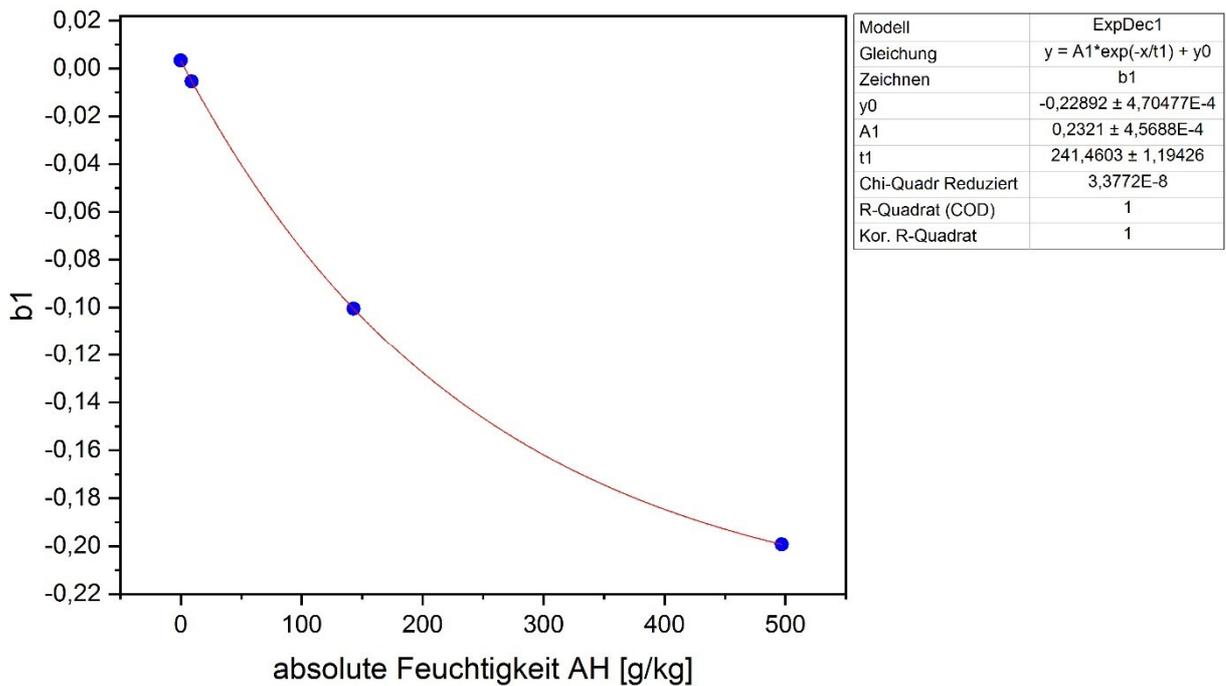


Abb. 5.41: Korrelation zwischen absoluter Feuchte AH und dem Parameter b_1 für Zugscherproben der Kombination „DP800Z - Betamate® 1496F“ bei Nichtberücksichtigung der Messwerte nach 12-wöchiger Auslagerung bei 80 °C, 95 % RH.

Gemäß Abb. 5.41 kann die Beziehung zwischen absoluter Feuchtigkeit AH und dem Parameter b_1 folgendermaßen beschrieben werden:

$$b_1(AH) = 0,232 \cdot \exp\left(-\frac{AH}{241}\right) - 0,229 \quad (LX)$$

Die entsprechende kombinierte Schädigungsfunktion in Anlehnung an EYRING für Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ ist in Gleichung (LXI) dargestellt (rot: Temperaturabhängigkeit, blau: Feuchtigkeitsabhängigkeit).

$$= \exp\left(-13,810 + 14,189 \cdot \exp\left(-0,0017 \cdot \exp\left(0,340 \cdot \left(\frac{11605}{273,15 + 23} - \frac{11605}{273,15 + T}\right)\right) \cdot \exp\left(-0,229 + 0,232 \cdot \exp\left(-\frac{AH}{241}\right)\right) \cdot 0,988 \cdot \sqrt{Zeit}\right)\right) \cdot 0,985 \quad (LXI)$$

Der empirische Parameter m des PECK-Modells wurde mithilfe der Software JMP® mittels nichtlinearer Anpassung zu 0,080 bestimmt, wodurch sich die Schädigungsfunktion in Anlehnung an PECK folgendermaßen beschreiben lässt:

$$\log(\tau_{max}(T, AH)) = \left(\exp\left(0,377 + \left(-0,229 + 0,232 \cdot \exp\left(-\frac{AH}{241}\right)\right) \cdot \sqrt{Zeit}\right) \cdot 0,988\right)^{0,080} \cdot \exp\left(-13,810 + 14,189 \cdot \exp\left(-0,0017 \cdot \exp\left(0,340 \cdot \left(\frac{11605}{273,15 + 23} - \frac{11605}{273,15 + T}\right)\right) \cdot \sqrt{Zeit}\right)\right) \cdot 0,985 \quad (LXII)$$

In Abb. 5.42 sind die kombinierten, optimierten Schädigungsfunktionen in Anlehnung an PECK bzw. EYRING bei Nichtberücksichtigung der Messwerte nach 12-wöchiger Auslagerung bei 80 °C, 95 % RH zur Modellentwicklung für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ dargestellt.

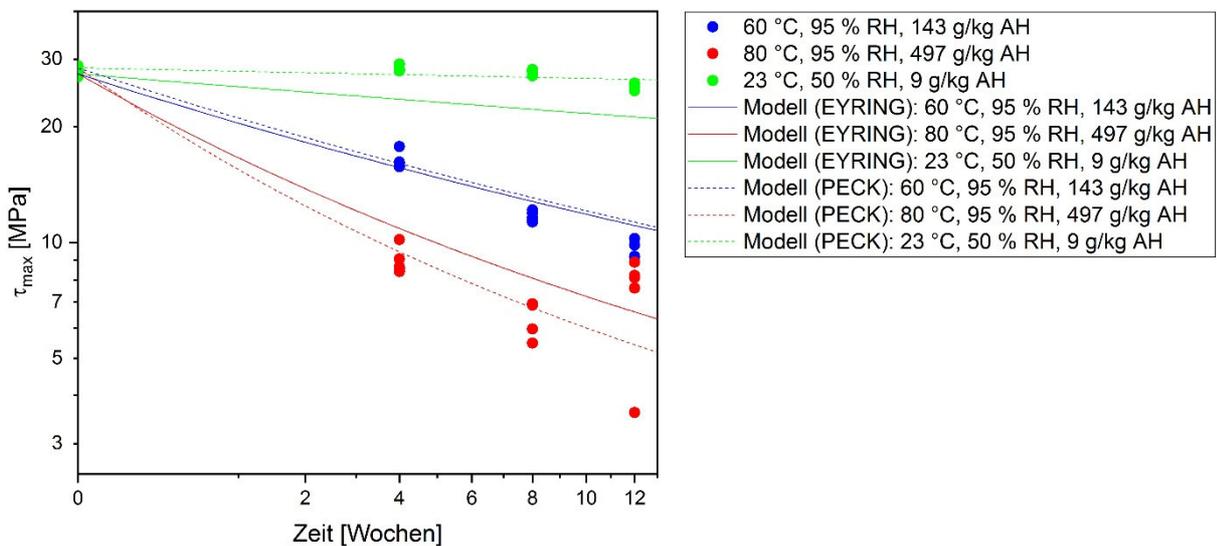


Abb. 5.42: Darstellung der kombinierten Schädigungsfunktionen in Anlehnung an EYRING bzw. PECK zur Beschreibung der Temperatur- und Feuchtigkeitsabhängigkeit der maximalen Schubspannung τ_{max} bei Nichtberücksichtigung der Messwerte nach 12-wöchiger Auslagerung bei 80 °C, 95 % RH zur Modellentwicklung für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“.

Aus Abb. 5.42 geht hervor, dass die Messpunkte mithilfe der optimierten, kombinierten Schädigungsfunktionen sinnvoll beschrieben werden können. Beide Modellansätze beschreiben den Verlauf der Messwerte in ähnlicher Weise, bei Standardbedingungen (23 °C, 50 % RH) ist das Modell in Anlehnung an EYRING allerdings konservativer. Obwohl die Messwerte nach 12-wöchiger Auslagerung bei 80 °C, 95 % RH nicht zur Modellbildung herangezogen wurden, werden diese durch die Modellfunktionen sinnvoll beschrieben. Diese Messwerte, die gemäß der Kreuzvalidierung als Validierungsteil definiert sind, bestätigen demnach dem Verlauf der Schädigungsfunktionen.

5.2.6.2. Verifikation der kreuzvalidierten Schädigungsfunktion anhand neuer Testserie

Nach der Kreuzvalidierung der kombinierten Schädigungsfunktion für Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ stellt sich nun zwangsläufig die Frage, ob dieses Modell auch in der Lage ist, Messungen einer neuen, in analoger Weise durchgeführten, Testserie zu beschreiben. Da insbesondere im Bereich zwischen Beginn der Alterungen und 4-wöchiger Auslagerung in der logarithmischen Auftragung ein vergleichsweise großer Bereich nicht von Messdaten gestützt wird, wird gezielt eine Testserie bei allen 4 Alterungskonditionen mit Auslagerungszeiten von einem Tag, 4 Tagen sowie 2 Wochen durchgeführt. Wie gut die Messwerte dieser neuen Testserie von den optimierten, kombinierten Schädigungsfunktionen beschrieben werden können, ist in Abb. 5.43 dargestellt.

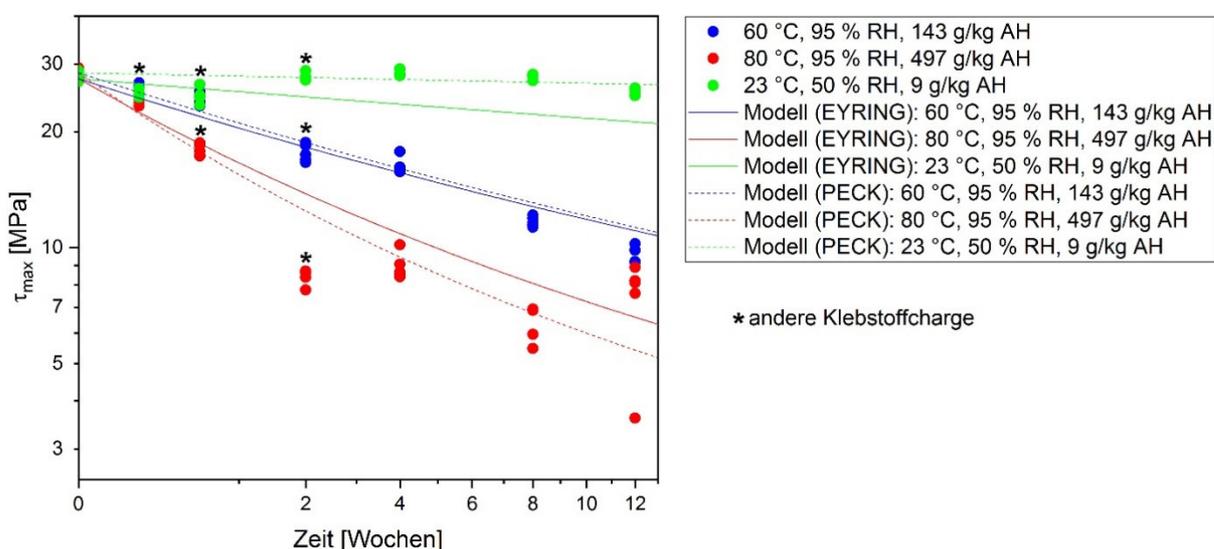


Abb. 5.43: Darstellung der kombinierten Schädigungsfunktionen in Anlehnung an EYRING bzw. PECK zur Beschreibung der Temperatur- und Feuchtigkeitsabhängigkeit der maximalen Schubspannung τ_{max} bei Nichtberücksichtigung der Messwerte nach 12-wöchiger Auslagerung bei 80 °C, 95 % RH zur Modellentwicklung für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ mit Messwerten der neuen Testserie anderer Klebstoffcharge.

Aus Abb. 5.43 geht hervor, dass auch die Messwerte der neuen Testserie gut von den Schädigungsfunktionen in Anlehnung an PECK bzw. EYRING beschrieben werden können. Die optimierten, kombinierten Schädigungsfunktionen konnten folglich mithilfe der neuen Testserie verifiziert werden. Ergänzend hierzu wird in Abb. 5.44 dargestellt, wie gut die ursprünglichen Schädigungsfunktionen, bei der der vollständige Datensatz zur Entwicklung der Modelle herangezogen wurde, die Messwerte der neuen Testserie beschreiben.

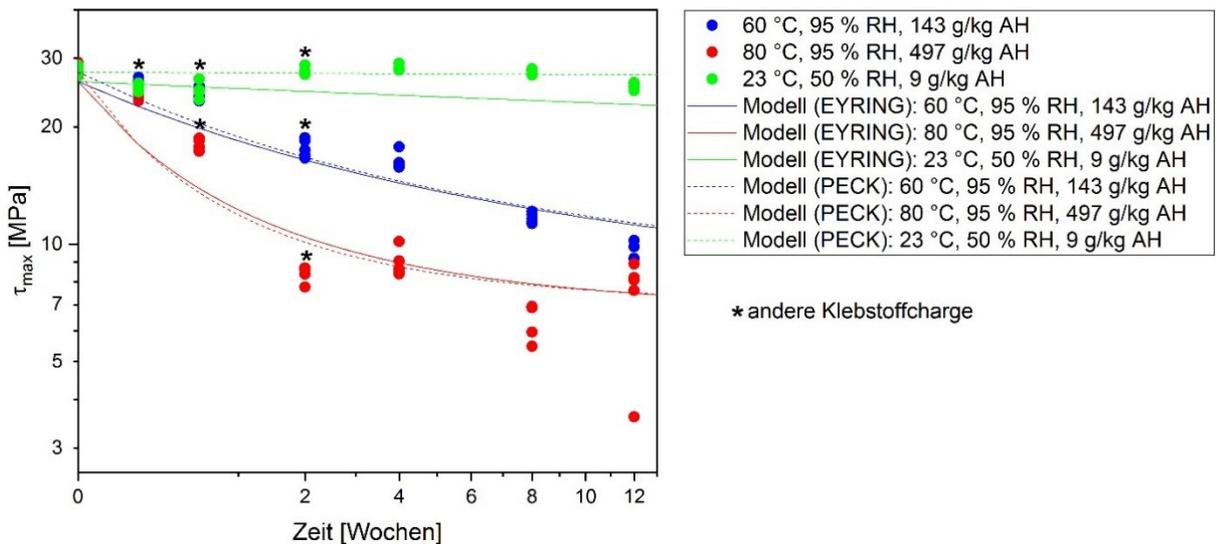


Abb. 5.44: Darstellung der kombinierten Schädigungsfunktionen in Anlehnung an EYRING bzw. PECK zur Beschreibung der Temperatur- und Feuchtigkeitsabhängigkeit der maximalen Schubspannung τ_{max} bei Berücksichtigung des vollständigen Datensatzes zur Modellentwicklung für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ mit Messwerten der neuen Testserie anderer Klebstoffcharge.

Abb. 5.44 zeigt, dass die Messwerte der neuen Testserie deutlich schlechter von den Schädigungsfunktionen beschrieben werden können, bei denen der vollständige ursprüngliche Datensatz zur Modellbildung herangezogen wurde, als durch die Schädigungsfunktionen, bei denen die Messwerte nach 12-wöchiger Auslagerung bei 80 °C, 95 % RH nicht zur Modellbildung herangezogen wurden. Folglich hat die im vorangegangenen Kapitel durchgeführte Kreuzvalidierung zu einer Verbesserung der Vorhersagegenauigkeit der Schädigungsfunktionen geführt.

5.2.7. Berechnung von Sicherheitskennwerten im Beobachtungszeitraum

5.2.7.1. Zugscherproben

An jedem Prüfhorizont kann sowohl die Versagenswahrscheinlichkeit als auch der Sicherheitsindex für eine beispielhaft gewählte Belastung berechnet werden. Im Folgenden werden Versagenswahrscheinlichkeit und Sicherheitsindex für jede Alterungsbedingung nach einer Exposition von 12 Wochen abgeschätzt. Hierzu wird zunächst geprüft, ob die Messwerte dieses Prüfzeitpunkts der WEIBULL-Verteilung unterliegen. Sofern die Messwerte der WEIBULL-Verteilung unterliegen, bilden diese bei Auftragung im WEIBULL-Netz eine Gerade, aus welcher Formparameter und Skalierungsparameter der WEIBULL-Verteilung bestimmt werden können. In Abb. 5.45 ist exemplarisch die Überprüfung der Messwerte auf WEIBULL-Verteilung der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ bei der Prüfung nach 12-wöchiger Auslagerung bei 80 °C, 95 % RH dargestellt.

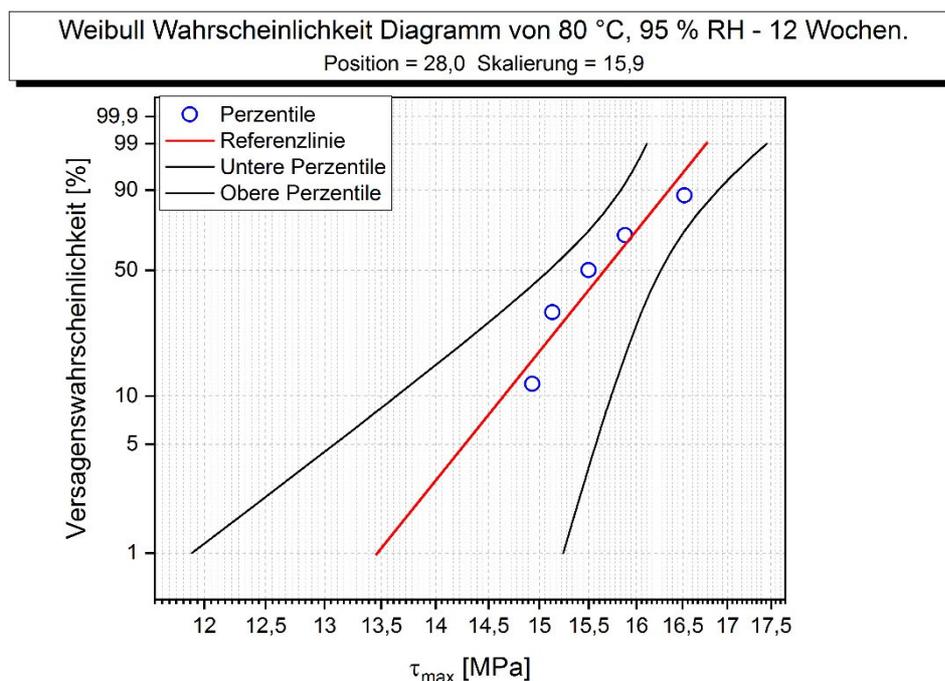


Abb. 5.45: WEIBULL-Netz für die maximalen Schubspannungswerte τ_{max} der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ nach 12-wöchiger Auslagerung bei 80 °C, 95 % RH.

Aus Abb. 5.45 geht hervor, dass die WEIBULL-Verteilung für die Messpunkte angewendet werden darf (schwarze Linien: 95 %-Quantil) und Form- sowie Skalierungsparameter berechnet werden können. Zur Bestimmung der Versagenswahrscheinlichkeit muss zunächst eine Versagensgrenze definiert werden. Für die Berechnungen im Rahmen dieser Arbeit wird als Versagensgrenze stets 50 % der Anfangsfestigkeit angenommen. Für die Kombinationen

„Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ sowie „DP800Z – Betamate® 1496F“ wird daher eine Versagensgrenze von 14 MPa bezüglich der maximalen Schubspannung festgelegt. Die Versagenswahrscheinlichkeit bei der Versagensgrenze kann direkt aus dem WEIBULL-Netz durch die lineare Interpolation als y-Wert bei der Versagensgrenze (x-Wert) abgelesen werden. Die Versagenswahrscheinlichkeiten nach 12-wöchiger Auslagerung sind in Abhängigkeit von der Auslagerungsbedingung in Tabelle 5.22 dargestellt.

Tabelle 5.22: Versagenswahrscheinlichkeiten nach 12-wöchiger Auslagerung bei den verschiedenen Alterungsbedingungen für die Kombinationen „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ sowie „DP800Z – Betamate® 1496F“ (Versagensgrenze bei beiden Kombinationen bezüglich der maximalen Schubspannung: 14 MPa).

Bedingung	Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F $P_{V,12W}$ [%]	DP800Z – Betamate® 1496F $P_{V,12W}$ [%]
23 °C, 50 % RH	0,50	$8,83 \cdot 10^{-19}$
80 °C, 0 % RH	$3,54 \cdot 10^{-4}$	$7,91 \cdot 10^{-11}$
60 °C, 95 % RH	$4,59 \cdot 10^{-3}$	100
80 °C, 95 % RH	2,93	100

Aus Tabelle 5.22 geht hervor, dass die Klebstoff-Werkstoff-Kombination entscheidenden Einfluss auf die Versagenswahrscheinlichkeit nimmt. Während die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ für alle Alterungsbedingungen nach 12-wöchiger Alterung eine relativ geringe Versagenswahrscheinlichkeit besitzt, führt eine 12-wöchige Auslagerung bei 60 °C, 95 % RH sowie bei 80 °C, 95 % RH zum vollständigen Versagen der geklebten Verbindung.

Der Sicherheitsindex nach CORNELL wird gemäß folgender Formel berechnet:

$$\beta_C = \frac{\mu_W - \mu_E}{\sqrt{\sigma_W^2 + \sigma_E^2}} \quad (LXIII)$$

Hierbei bezeichnen μ_W und σ_W den Erwartungswert sowie die Standardabweichung der Dichtefunktion des Probenwiderstands, μ_E und σ_E die entsprechenden Momente der Dichtefunktion der Einwirkungen. Beispielhaft wird im Rahmen dieser Arbeit eine singuläre Einwirkung von 5 MPa angenommen ($\mu_E = 5$ MPa, $\sigma_E = 0$ MPa). Die berechneten Sicherheitsindices nach 12-wöchiger Auslagerung sind in Tabelle 5.23 dargestellt.

Tabelle 5.23: Sicherheitsindices gemäß CORNELL nach 12-wöchiger Auslagerung bei den verschiedenen Alterungsbedingungen für die Kombinationen „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ sowie „DP800Z – Betamate® 1496F“ ($\mu_E = 5 \text{ MPa}$, $\sigma_E = 0 \text{ MPa}$).

Bedingung	Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F			DP800Z – Betamate® 1496F		
	$\mu_{W,12W}$	$\sigma_{W,12W}$	β_{12W}	$\mu_{W,12W}$	$\sigma_{W,12W}$	β_{12W}
23 °C, 50 % RH	22,3	2,6	6,6	25,5	0,4	48,8
80 °C, 0 % RH	23,1	1,2	15,2	42,2	2,0	18,9
60 °C, 95 % RH	16,3	0,3	34,3	9,7	0,4	10,6
80 °C, 95 % RH	15,9	0,7	15,1	8,2	0,5	5,9

Aus Tabelle 5.23 geht hervor, dass der Sicherheitsindex β stark von der Streuung der Messwerte abhängig ist. Obwohl beispielsweise die Erwartungswerte für die maximale Schubspannung bei der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ nach 12-wöchiger Auslagerung bei 23 °C, 50 % RH sowie 80 °C, 0 % RH deutlich größer sind als bei 60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH sind deren Sicherheitsindices deutlich geringer als bei den beiden Bedingungen mit hoher relativer Feuchtigkeit. Bei Betrachtung der entsprechenden Streuungen fällt allerdings auf, dass die Messwerte bei 23 °C, 50 % RH und 80 °C, 0 % RH eine höhere Streuung aufweisen als dies bei 60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH der Fall ist. Gemäß der Definition des Sicherheitsindex β (Gleichung (LXIII)) verhält sich die Streuung indirekt proportional zum Sicherheitsindex, d. h. je größer die Streuung einer Messgröße, desto kleiner ist der entsprechende Sicherheitsindex. Dieser Zusammenhang kann auch bei der Messreihe der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ beobachtet werden. Obwohl nach 12-wöchiger Auslagerung bei 80 °C, 95 % RH der größte Erwartungswert der maximalen Schubspannung erzielt werden konnte, wird hier nicht der größte Sicherheitsindex berechnet. Grund ist auch hier die vergleichsweise große Streuung der Messwerte, die verglichen mit den entsprechenden Messwerten der anderen Alterungsbedingungen um einen Faktor von ca. 4-5 erhöht ist. Zusammenfassend lässt sich für die Betrachtung des Sicherheitsindex β also festhalten, dass dieser nicht notwendigerweise mit dem größten Erwartungswert einer Messgröße einhergeht. Die starke Abhängigkeit von der Streuung der Messwerte muss bei der Interpretation entsprechend berücksichtigt werden.

5.2.7.2. Substanz-Schulterproben

Die Bestimmung von Versagenswahrscheinlichkeit und Sicherheitsindex bei einem festgelegten Prüfzeitpunkt erfolgt in analoger Weise zum Vorgehen bei den Zugscherproben. Zunächst erfolgt stets die Überprüfung, ob eine WEIBULL-Verteilung vorliegt. Ist dies der Fall können sowohl Form- und Skalierungsparameter der WEIBULL-Funktion bestimmt als auch die Versagenswahrscheinlichkeit für eine definierte Versagensgrenze im WEIBULL-Netz abgelesen werden. Die Versagensgrenze wird in Analogie zu den Zugscherproben bei 50 % der Anfangsfestigkeit festgesetzt. Für den Klebstoff SikaForce®-7888 ergibt sich infolgedessen eine Versagensgrenze von 14 MPa bezüglich der maximalen Zugspannung. Die Versagenswahrscheinlichkeiten nach 12-wöchiger Auslagerung sind in Abhängigkeit von der Auslagerungsbedingung in Tabelle 5.24 dargestellt.

Tabelle 5.24: Versagenswahrscheinlichkeiten nach 12-wöchiger Auslagerung bei den verschiedenen Alterungsbedingungen für den Klebstoff SikaForce®-7888 (Versagensgrenze: 14 MPa).

Bedingung	SikaForce®-7888
	$P_{V,12W}$ [%]
23 °C, 50 % RH	$1,54 \cdot 10^{-5}$
80 °C, 0 % RH	$2,97 \cdot 10^{-13}$
60 °C, 95 % RH	0,01
80 °C, 95 % RH	4,18

Zur Berechnung des Sicherheitsindex nach 12-wöchiger Auslagerung wird auch hier beispielhaft eine singuläre Einwirkung von 5 MPa angenommen ($\mu_E = 5$ MPa, $\sigma_E = 0$ MPa). Die berechneten Sicherheitsindices nach 12-wöchiger Auslagerung für den Klebstoff SikaForce®-7888 sind in Abhängigkeit von der Auslagerungsbedingung in Tabelle 5.25 dargestellt.

Tabelle 5.25: Sicherheitsindices gemäß CORNELL nach 12-wöchiger Auslagerung bei den verschiedenen Alterungsbedingungen für den Klebstoff SikaForce®-7888 ($\mu_E = 5$ MPa, $\sigma_E = 0$ MPa).

Bedingung	SikaForce®-7888		
	$\mu_{W,12W}$	$\sigma_{W,12W}$	β_{12W}
23 °C, 50 % RH	27,4	1,4	16,5
80 °C, 0 % RH	36,7	1,3	25,2
60 °C, 95 % RH	19,1	0,7	20,7
80 °C, 95 % RH	16,6	0,8	15,2

Wie bereits bei den Zugscherproben aus dem vorangegangenen Kapitel geht auch aus Tabelle 5.25 eine starke Abhängigkeit des Sicherheitsindex β von der Streuung hervor. Die Streuungen der Messwerte bei 23 °C, 50 % RH und 80 °C, 0 % RH sind hier etwa um den Faktor 2 größer als bei 60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH. Infolgedessen unterscheiden sich beispielsweise die berechneten Sicherheitsindices bei 60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH kaum von dem bei 23 °C, 50 % RH berechneten, obwohl bei letzterer Bedingung ein deutlich größerer Erwartungswert erzielt werden konnte.

5.2.8. Prognose von Sicherheitskennwerten

5.2.8.1. Problemstellung

Ziel dieser Arbeit ist es, Sicherheitskennwerte wie Versagenswahrscheinlichkeit und Sicherheitsindex nicht nur im Beobachtungszeitraum der zeitraffenden Alterung zu berechnen, sondern die Sicherheit geklebter Verbindungen auch über den Beobachtungszeitraum hinaus zu prognostizieren. Von primärem Interesse ist hierbei die Prognose der Sicherheitskennwerte bei 23 °C, 50 % RH, da diese Alterungsbedingung stellvertretend für typische Einsatzbedingungen geklebter Bauteile stehen. In Kapitel 5.2.1 wurde bereits auf die Vorgehensweise zur Entwicklung einer Schädigungsfunktion unter Berücksichtigung der Messwertstreuungen bei Degradationsprozessen eingegangen. In Abb. 5.46 ist zur Verdeutlichung des Sachverhaltes noch einmal der beispielhafte Verlauf für die zeitliche Abhängigkeit einer Zielgröße y bei Degradationsprozessen dargestellt.

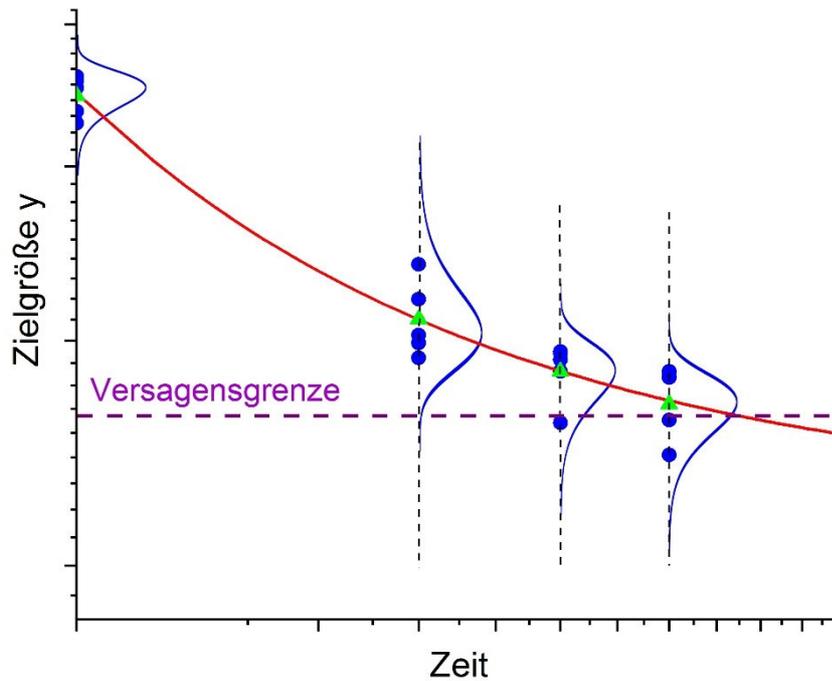


Abb. 5.46: Beispielhafter Verlauf für die zeitliche Abhängigkeit einer Zielgröße y bei Degradationsprozessen. Die rote Linie stellt eine gefittete Modellfunktion an die erhaltenen Messpunkte auf Basis der Erwartungswerte (grüne Dreiecke) an den jeweiligen Prüfzeitpunkten dar. Die Dichtefunktionen der statistisch verteilten Zielgröße am jeweiligen Prüfzeitpunkt sind durch blaue Linien gekennzeichnet.

Abb. 5.46 zeigt, dass die Schädigung bei Degradationsprozessen durch eine Modellfunktion (rote Linie) beschrieben werden kann. Die Schädigungsfunktion wird dabei ausschließlich auf Basis der Erwartungswerte der Zielgröße bei den entsprechenden Prüfzeiten entwickelt. Soll nun allerdings eine zuverlässige Sicherheitsprognose über den Beobachtungszeitraum hinaus getroffen werden, genügt die alleinige Betrachtung der Schädigungsfunktion nicht. Ohne Berücksichtigung der Messwertstreuungen kann der Fall eintreten, dass der durch die Schädigungsfunktion beschriebene Erwartungswert an einem Zeitpunkt zwar oberhalb einer definierten Versagensgrenze liegt, unter der Berücksichtigung der Messwertstreuungen allerdings bereits eine bestimmte Versagenswahrscheinlichkeit auftritt. Bei dem in Abb. 5.46 dargestellten Beispiel tritt dieser Fall insbesondere bei den beiden letzten Prüfzeitpunkten ein. Die von der entsprechenden Dichtefunktionen und der Versagensgrenze eingeschlossene Fläche, welche ein Maß für die Versagenswahrscheinlichkeit darstellt, muss für eine zuverlässige Sicherheitsprognose berücksichtigt werden, auch wenn die durch die Schädigungsfunktion beschriebenen Erwartungswerte noch oberhalb der Versagensgrenze liegen.

Zur Prognose der Sicherheitskennwerte an einem beliebigen Zeitpunkt nach Abschluss des durch Messwerte gestützten Beobachtungszeitraums sind daher sowohl eine Abschätzung des Erwartungswertes als auch eine Abschätzung der Streuung an diesem Zeitpunkt notwendig. Dabei ist zu beachten, dass die Prognosen stets unsicherer werden, je weiter entfernt der für die Prognose gewählte Zeitpunkt vom Ende des Beobachtungszeitraums liegt. Der Erwartungswert für den gewählten Zeitpunkt kann mithilfe der Schädigungsfunktion direkt berechnet werden. Über die Messwertstreuung gibt es allerdings keinerlei Informationen, da keine Messwerte für diesen Zeitpunkt verfügbar sind. Dennoch kann aus Basis von den beiden folgenden Annahmen eine Aussage über die Streuung an diesem Zeitpunkt getroffen werden:

- 1) Proben, die im Beobachtungszeitraum gegenüber dem Erwartungswert eine vergleichsweise große Zielgröße (d. h. beispielsweise Schubspannung, Zugspannung) aufweisen, würden auch eine vergleichsweise große Zielgröße zu einem späteren Zeitpunkt nach Abschluss des Beobachtungszeitraums aufweisen.
- 2) Proben, die im Beobachtungszeitraum gegenüber dem Erwartungswert eine vergleichsweise kleine Zielgröße aufweisen, würden auch eine vergleichsweise kleine Zielgröße zu einem späteren Zeitpunkt aufweisen.

Auf Basis dieser beiden Annahmen ist es möglich, im Beobachtungszeitraum erhaltene Informationen auf einen Zeitpunkt nach Ende der Messreihe zu übertragen. Dieses Übertragen der Informationen wird mathematisch durch eine Verschiebung der Messwerte eines jeden Prüfzeitpunktes in konstantem Abstand entlang der Schädigungsfunktion zu einem frei wählbaren Prognosezeitpunkt realisiert. Auf diese Weise ist es möglich, auf Basis des durch die Schädigungsfunktion ermittelten Erwartungswertes sowie den Informationen zur Streuung der Messwerte eine sinnvolle Prognose für die Sicherheitskennwerte zu treffen. Für alle Prognosen in dieser Arbeit werden exemplarisch 52 Wochen als Prognosezeitpunkt festgelegt.

5.2.8.2. Zugscherproben

Die Messwerte für die maximale Schubspannung, die kombinierte, Kreuzvalidierte und verifizierte Schädigungsfunktionen in Anlehnung an EYRING sowie die gemäß den Annahmen in Kapitel 5.2.8.1 prognostizierte Werte für die maximale Schubspannung sind in Abb. 5.47 für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ dargestellt.

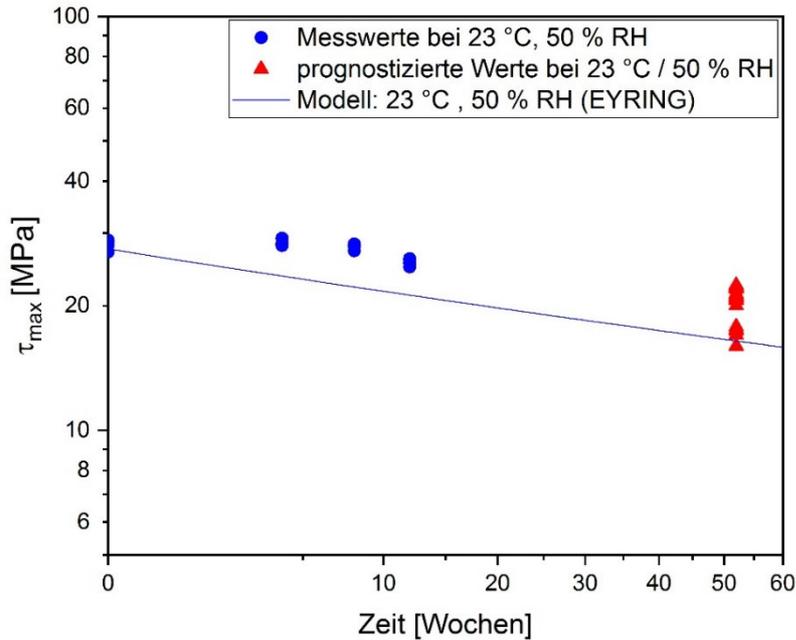


Abb. 5.47: Messwerte für maximale Schubspannung τ_{max} (blaue Punkte), kombinierte, Kreuzvalidierte und verifizierte Schädigungsfunktionen in Anlehnung an EYRING zur Beschreibung der Temperatur- und Feuchtigkeitsabhängigkeit der maximalen Schubspannung τ_{max} (blaue Linie) sowie prognostizierte Werte für die maximale Schubspannung τ_{max} (rote Dreiecke) für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“.

Die prognostizierten Messwerte für die maximale Schubspannung der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ werden im WEIBULL-Netz dargestellt (Abb. 5.48).

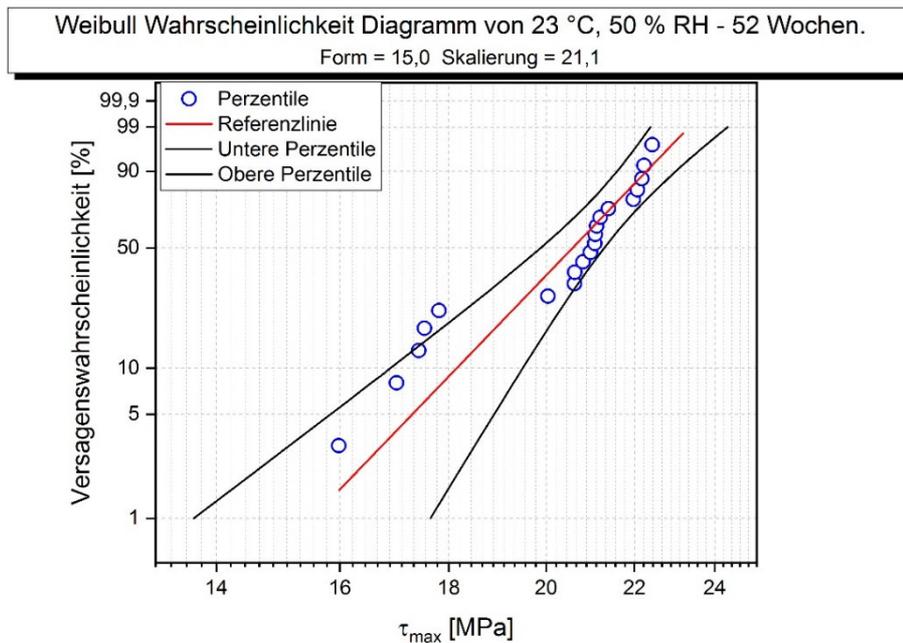


Abb. 5.48: WEIBULL-Netz für die prognostizierten maximalen Schubspannungswerte τ_{max} der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ nach 52-wöchiger Auslagerung bei 23 °C, 50 % RH.

Gemäß Abb. 5.48 kann die WEIBULL-Verteilung auch für die prognostizierten Werte der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ angenommen werden, lediglich 2 der prognostizierten Werte befinden sich außerhalb der Grenzen der 95 % - Konfidenzintervalle. In Abb. 5.49 sind die Messwerte für die maximale Schubspannung, die kombinierte Schädigungsfunktionen in Anlehnung an EYRING sowie die prognostizierten Werte für die maximale Schubspannung für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ dargestellt.

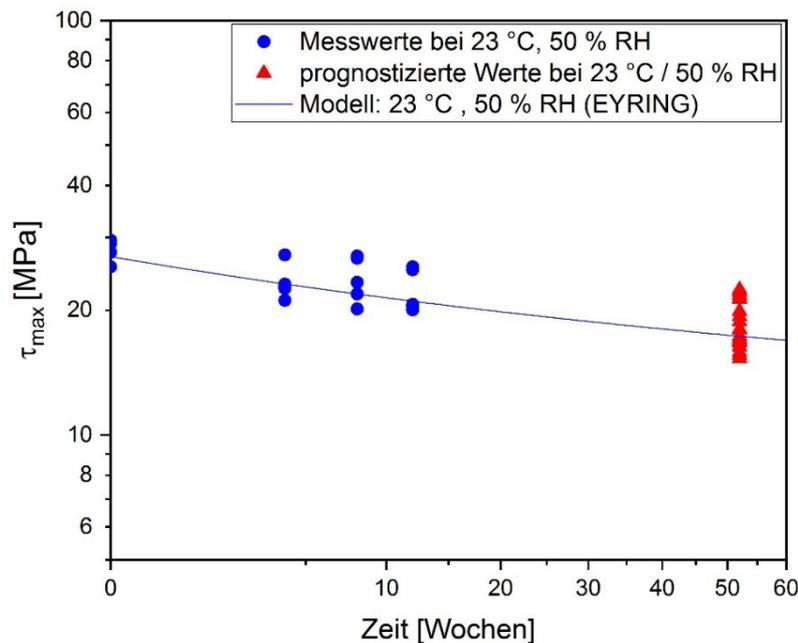


Abb. 5.49: Messwerte für maximale Schubspannung τ_{max} (blaue Punkte), kombinierte Schädigungsfunktionen in Anlehnung an EYRING zur Beschreibung der Temperatur- und Feuchtigkeitsabhängigkeit der maximalen Schubspannung τ_{max} (blaue Linie) sowie prognostizierte Werte für die maximale Schubspannung τ_{max} (rote Dreiecke) für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“.

In Abb. 5.50 sind die prognostizierten Messwerte für die maximale Schubspannung der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ im WEIBULL-Netz dargestellt. Daraus geht hervor, dass auch hier die WEIBULL-Verteilung für die prognostizierten Werte angewendet werden kann, da sich alle Werte in den Grenzen der 95 % - Konfidenzintervalle befinden. Auf Basis der entsprechenden prognostizierten Werte sind in Tabelle 5.26 die prognostizierten Versagenswahrscheinlichkeiten sowie Sicherheitsindices für eine 52-wöchige Auslagerung bei 23 °C, 50 % RH für die Kombinationen „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ sowie „DP800Z – Betamate® 1496F“ dargestellt. Zur Berechnung der Versagenswahrscheinlichkeit wurde, wie bereits bei den Berechnungen im Beobachtungszeitraum, die Versagensgrenze mit 14 MPa festgelegt. Für die Berechnung des Sicherheitsindex wurde in Analogie zu den vorangegangenen Berechnungen eine singuläre Belastung von 5 MPa angenommen.

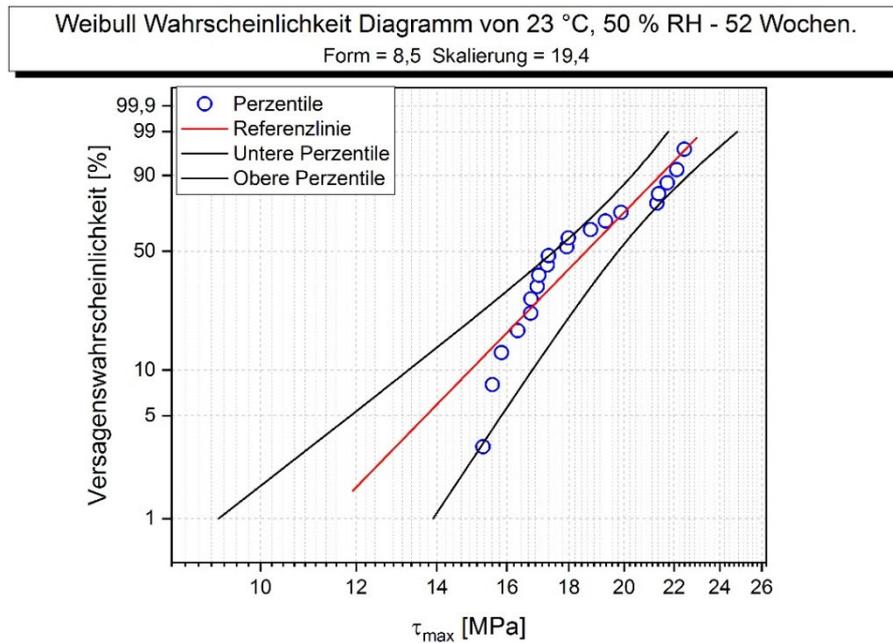


Abb. 5.50: WEIBULL-Netz für die prognostizierten maximalen Schubspannungswerte τ_{max} der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ nach 52-wöchiger Auslagerung bei 23 °C, 50 % RH.

Tabelle 5.26: Prognostizierte Versagenswahrscheinlichkeiten P_V und Sicherheitsindices β gemäß CORNELL nach 52-wöchiger Auslagerung bei 23 °C, 50 % RH für die Kombinationen „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ bzw. „DP800Z – Betamate® 1496F“ (Versagensgrenze bzgl. τ_{max} : 14 MPa, $\mu_E = 5$ MPa, $\sigma_E = 0$ MPa).

Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F				DP800Z – Betamate® 1496F			
$P_{V,52W}$	$\mu_{W,52W}$	$\sigma_{W,52W}$	β_{52W}	$P_{V,52W}$	$\mu_{W,52W}$	$\sigma_{W,52W}$	β_{52W}
6,1	19,4	2,6	5,5	0,2	21,1	1,7	9,5

Bei Vorliegen eines konkreten Anwendungsfall erfolgt im nächsten Schritt ein Abgleich der prognostizierten Sicherheitsindices mit DIN EN 1990 [69], in welcher Mindestwerte des Sicherheitsindex in Abhängigkeit von Bezugszeitraum sowie Schadensfolgeklasse empfohlen werden (Kapitel 2.6.2).

5.2.8.3. Substanz-Schulterproben

Für die Prognose der Sicherheitskennwerte der Substanz-Schulterproben wird analog zu den Zugscherproben vorgegangen. Die Messwerte und die prognostizierten Werte für die maximale Zugspannung sowie die Schädigungsfunktionen in Anlehnung an EYRING sind für den Klebstoff SikaForce®-7888 in Abb. 5.51 dargestellt.

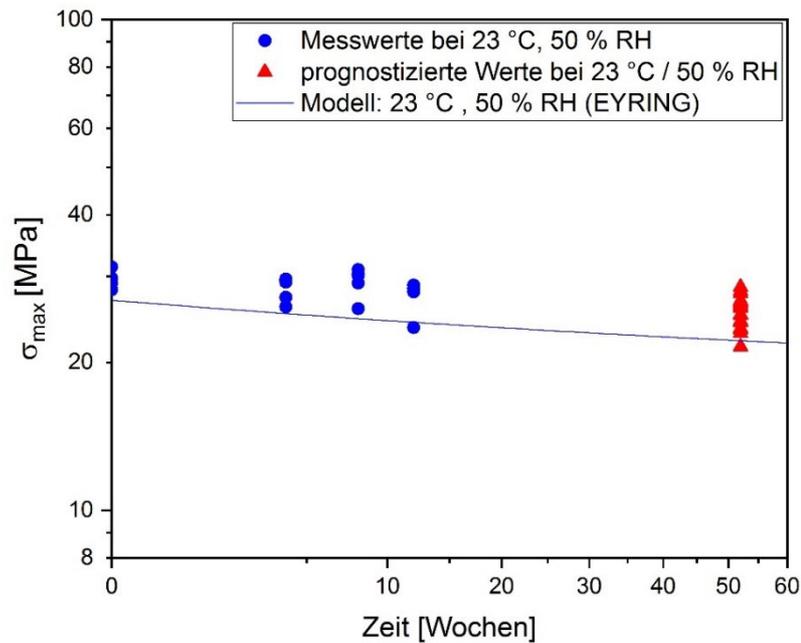


Abb. 5.51: Messwerte für maximale Zugspannung σ_{max} (blaue Punkte), kombinierte Schädigungsfunktionen in Anlehnung an EYRING zur Beschreibung der Temperatur- und Feuchtigkeitsabhängigkeit der maximalen Zugspannung σ_{max} (blaue Linie) sowie prognostizierte Werte für die maximale Zugspannung σ_{max} (rote Dreiecke) für den Klebstoff SikaForce®-7888.

In Abb. 5.52 sind die prognostizierten Messwerte für die maximale Zugspannung des Klebstoffs SikaForce®-7888 im WEIBULL-Netz eingetragen.

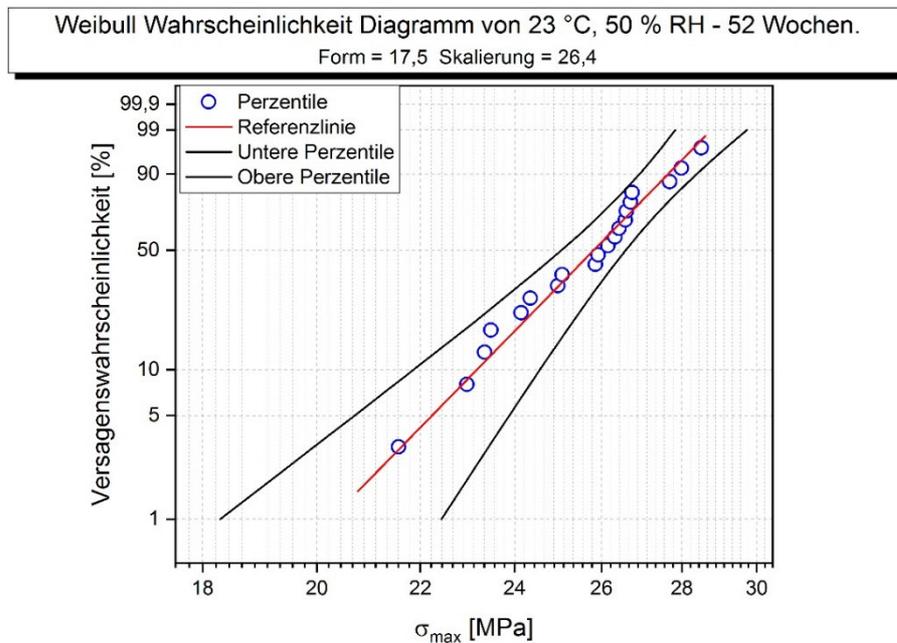


Abb. 5.52: WEIBULL-Netz für die prognostizierten maximalen Zugspannungswerte σ_{max} des Klebstoffs SikaForce®-7888 nach 52-wöchiger Auslagerung bei 23 °C, 50 % RH.

Aus Abb. 5.52 geht hervor, dass auch für die prognostizierten Zugspannungswerte die WEIBULL-Verteilung angewendet werden darf. Alle prognostizierten Werte liegen innerhalb der 95 % -Konfidenzbänder. Für den Klebstoff SikaForce®-7888 sind auf Basis der prognostizierten Werte die Versagenswahrscheinlichkeit und der Sicherheitsindex für eine 52-wöchige Auslagerung bei 23 °C, 50 % RH dargestellt (Tabelle 5.27). Die Versagensgrenze wurde mit 14 MPa analog zu den Berechnungen im Beobachtungszeitraum gewählt und für die Berechnung des Sicherheitsindex eine singuläre Belastung von 5 MPa angenommen.

Tabelle 5.27: Prognostizierte Versagenswahrscheinlichkeit P_V und Sicherheitsindex β gemäß CORNELL nach 52-wöchiger Auslagerung bei 23 °C, 50 % RH für den Klebstoff SikaForce®-7888 (Versagensgrenze bzgl. σ_{max} : 14 MPa, $\mu_E = 5$ MPa, $\sigma_E = 0$ MPa).

SikaForce®-7888			
$P_{V,52W}$	$\mu_{W,52W}$	$\sigma_{W,52W}$	β_{52W}
$1,51 \cdot 10^{-3}$	26,4	1,8	11,9

Auch hier erfolgt bei Vorliegen eines konkreten Anwendungsfall im nächsten Schritt ein Abgleich des prognostizierten Sicherheitsindex mit DIN EN 1990 [69].

5.3. Entwicklung neuer Modelle zur Prognose der Alterungsprogression in Abhängigkeit von Temperatur, Feuchtigkeit und mechanischer Belastung

5.3.1. Auswahl geeigneter Datenbasis für die Modellierung

Bei den mit mechanischer Belastung gealterten Zugscherproben waren bei den Bedingungen mit niedriger absoluter Feuchtigkeit (23 °C, 50 % RH und 80 °C, 0 % RH) keine signifikanten Veränderungen des Verlaufs der maximalen Schubspannung im Beobachtungszeitraum gegenüber den Alterungen ohne mechanische Belastung zu erkennen. Bei den Bedingungen mit hoher absoluter Feuchtigkeit (60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH) konnte allerdings ein deutlicher Einfluss der mechanischen Belastung beobachtet werden. Im belasteten Zustand versagten die Proben bei diesen beiden Bedingungen bereits nach wenigen Tagen und damit deutlich vor dem ersten Prüfzeitpunkt zur Charakterisierung der maximalen Schubspannung nach 4-wöchiger Auslagerung. Aufgrund des sehr frühen Versagens der Proben bei den Bedingungen mit hohem Feuchtegehalt ist es nicht möglich, die maximale Schubspannung als Charakteristikum zur Entwicklung einer Schädigungsfunktion zu verwenden. Da sich allerdings

die Zeit bis zum Versagen (*TTF*) der Proben bei 60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH unterscheidet, kann die *TTF* prinzipiell ersatzweise zur maximalen Schubspannung als Charakteristikum verwendet werden. Hierzu wurden zusätzliche Alterungsuntersuchungen für weitere Temperatur-Feuchte-Kombinationen mit hoher, absoluter Feuchtigkeit durchgeführt. In den nachfolgenden Kapiteln zur Modellierung der Schädigung von Zugscherproben in Abhängigkeit von Temperatur, Feuchtigkeit und mechanischer Belastung wird auf Basis der *TTF* die Abhängigkeit von diesen Einflussfaktoren mithilfe der kommerziellen Softwares JMP® und Origin® (OriginLab Cooperation, Northampton, USA) durchgeführt.

5.3.2. Analyse der Effektzusammensetzung

Für die Proben, die unter statischer Belastung gealtert wurden, kann für die Modellierung nicht in analoger Weise vorgegangen werden wie bei den Proben, die unbelastet gealtert wurden. Grund hierfür ist, dass nicht für alle der 4 ursprünglich festgelegten Alterungsbedingungen eine kontinuierliche Veränderung der maximalen Schubspannung durch die Wahl der Prüfzeitpunkte nach 4, 8 und 12 Wochen beobachtet werden konnte. Bei den Bedingungen mit hoher absoluter Feuchtigkeit (60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH) wurde ein Versagen der Proben vor dem ersten Prüfzeitpunkt beobachtet, wodurch die maximale Schubspannung zu keinem Zeitpunkt nach der Referenzprüfung erfasst werden konnte. Für die Bedingungen mit niedriger absoluter Feuchtigkeit (80 °C, 0 % RH und 23 °C, 50 % RH) wurde hingegen gegenüber den Proben, die unbelastet gealtert wurden, keine signifikante Veränderung des Degradationsverhaltens anhand der maximalen Schubspannung beobachtet. Da nur für 2 der 4 ursprünglich festgelegten Alterungsbedingungen die maximale Schubspannung zu allen Prüfzeitpunkten ermittelt werden konnte, ist die Datenbasis für die Auswertung gemäß eines zerstörenden Degradationstests (ADDT) wie sie für die unbelastet gealterten Proben durchgeführt wurde, unzureichend. Die Beobachtung, dass bei den Auslagerungsbedingungen mit hoher absoluter Feuchtigkeit ein sehr frühes Versagen der geklebten Verbindung eintritt, während bei den Auslagerungsbedingungen mit geringer absoluter Feuchtigkeit keine signifikante Veränderung der Eigenschaften des Klebverbundes gegenüber unbelastet gealterten Proben festgestellt werden konnte, deutet auf einen starken Einfluss der Feuchtigkeit auf das Versagensverhalten von unter Belastung gealterter Proben hin. Weiterhin konnte jedoch anhand der experimentellen Daten beobachtet werden, dass die *TTF* in erster Linie von der Temperatur abzuhängen scheint, sobald eine gewisse Menge

Feuchtigkeit im System vorhanden ist. Um eine mathematisch fundierte Einschätzung der Effekteinflüsse auf die *TTF* treffen zu können, werden nachfolgend die Einflüsse der Effekte Temperatur, absoluter Feuchtigkeit und Last auf die *TTF* untersucht. Zunächst werden in Fall 1 stets die Ergebnisse aller Alterungsbedingungen berücksichtigt (also sowohl die Ergebnisse für Alterungsbedingungen mit niedriger als auch mit hoher absoluter Feuchtigkeit). Zur Untersuchung des Effekteinflusses bei einer gewissen Feuchtigkeitsmenge im System werden in Fall 2 nur die Ergebnisse bei Anwesenheit mit einer vergleichsweise großen absoluten Feuchtigkeit berücksichtigt. Die Analyse der Effektzusammensetzung wird mithilfe der Software JMP® durchgeführt.

5.3.2.1. Zugscherproben, Kombination DP800Z – Betamate® 1496F

a) Fall 1: Effekteinfluss bei Berücksichtigung der Ergebnisse mit hoher und niedriger absoluter Feuchtigkeit

Zur Berücksichtigung der Ergebnisse bei niedriger absoluter Feuchtigkeit wird die Annahme getroffen, dass die *TTF* 12 Wochen beträgt. Es ist zwar nicht zu erwarten, dass die Proben unmittelbar nach Ablauf des Beobachtungszeitraums von 12 Wochen versagen, allerdings sind keine Erkenntnisse über das Verhalten der unter mechanischer Belastung gealterter Proben nach Ende des Beobachtungszeitraums vorhanden. Bei dem letzten Prüfzeitpunkt nach 12 Wochen wurde sowohl bei 23 °C, 50 % RH als auch bei 80 °C, 0 % RH noch eine hohe maximale Schubspannung gemessen. Folglich beträgt die *TTF* mindestens 12 Wochen. Die Zusammenfassung der Effekteinflüsse von Temperatur, absoluter Feuchtigkeit und Last auf die Zielgröße *TTF* für Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“, die unter statischer Zuglast gealtert wurden, ist in Abb. 5.53 dargestellt.

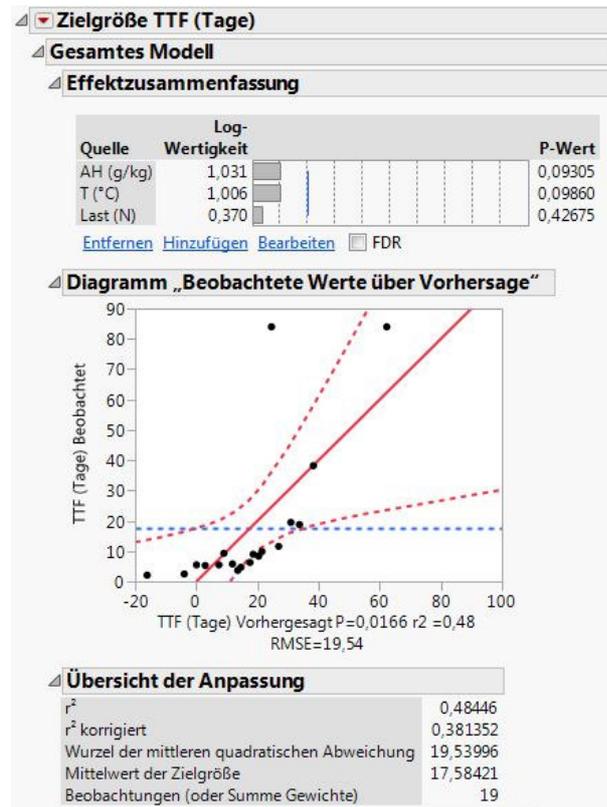


Abb. 5.53: Zusammenfassung der Effekteinflüsse von absoluter Feuchtigkeit (AH), Last und Temperatur (T) auf die Zielgröße *TTF* für Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“, die unter statischer Zuglast gealtert wurden. Fall 1: Berücksichtigung aller Bedingungen (mit hohen und niedrigen absoluten Feuchten).

Abb. 5.53 zeigt das Ergebnis der softwareinternen Regression zur Ermittlung der Effekteinflüsse von absoluter Feuchtigkeit, Last und Temperatur. Das korrigierte Bestimmtheitsmaß r^2 , welches das Verhältnis der durch das softwareinterne Modell erklärten Varianz im Verhältnis zur Gesamtvarianz charakterisiert, ist zu 0,38 berechnet. Grundsätzlich gilt hierbei: Je kleiner das Bestimmtheitsmaß ist, desto weniger Varianz kann durch das zur Regression gewählte Modell aufgeklärt werden. In diesem Fall bedeutet ein korrigiertes Bestimmtheitsmaß von 0,38, dass 38 % der Varianz durch das verwendete Modell beschrieben und folglich auf die modellierten Effekteinflüsse zurückgeführt werden kann. Zur Charakterisierung der Effektstärke werden in der Literatur eine Vielzahl von Maßzahlen diskutiert. Wird wie hier eine Regressionsanalyse durchgeführt hat sich als Maß für die Effektstärke COHEN's f^2 bewährt, welches mit dem Bestimmtheitsmaß r^2 in folgendem Zusammenhang steht [99]:

$$f^2 = \frac{r^2}{1 - r^2} \quad (LXIV)$$

Gemäß der Einteilung der Effektstärken nach COHEN wird mit $f^2 = 0,02$ eine kleine, mit $f^2 = 0,15$ eine mittlere und mit $f^2 = 0,35$ eine große Effektstärke eingestuft [100]. Demnach gilt für die durch die Effekteinflüsse absolute Feuchtigkeit, Last und Temperatur hervorgerufene Effektstärke nach COHEN's f^2 :

$$f^2 = \frac{0,38}{1 - 0,38} = 0,62 \quad (LXV)$$

Die Effektstärke nach COHEN's f^2 würde demnach mit 0,62 einer großen Effektstärke zugeordnet werden. Zu berücksichtigen ist hier allerdings, dass die *TTF* für die Alterungen bei niedriger absoluter Feuchtigkeit (23 °C, 50 % RH und 80 °C, 0 % RH) wie eingangs beschrieben zu 12 Wochen angenommen wurden. Es ist jedoch zu erwarten, dass die *TTF* in beiden Fällen deutlich größer ist. Demnach können sowohl die Maßzahl nach COHEN sowie die weitere Charakterisierung der Effektstärken nur qualitativ und nicht quantitativ zur Analyse der Ergebnisse herangezogen werden. Aus Abb. 5.53 geht ebenfalls eine differenzierte Bewertung der Effektstärken von absoluter Feuchtigkeit, Last und Temperatur hervor. Die größte Effektstärke wird dabei der absoluten Feuchtigkeit zugeschrieben, knapp gefolgt von dem Temperatureinfluss und schließlich dem Lasteinfluss mit der geringsten Effektstärke. Auch diese Analyse kann aufgrund der starken Vereinfachung der *TTF* bei den Bedingungen mit kleiner absoluter Feuchtigkeit nur qualitativer Natur sein. Weiterhin ist darauf hinzuweisen, dass in Abb. 5.53 ein kleiner p-Wert mit einer hohen Effektstärke assoziiert ist. Der p-Wert ist zwar eine Funktion der Effektstärke und wird daher in der praktischen Anwendung häufig zur Charakterisierung der Effektstärke verwendet [101]. Es ist allerdings zu beachten, dass der p-Wert auch vom Stichprobenumfang abhängt [101], [102]. Folglich kann ein kleiner p-Wert entweder durch einen großen Effekt oder aber auch durch einen großen Stichprobenumfang hervorgerufen sein [102]. Umgekehrt kann ein kleiner p-Wert auf eine kleine Effektstärke hinweisen oder in einem kleinen Stichprobenumfang begründet sein [102]. Aufgrund dessen können die Effektstärken dieser Testserie untereinander zwar qualitativ anhand der p-Werte charakterisiert werden, für Vergleiche mit weiteren Versuchsreihen oder unterschiedlicher Stichproben sind die p-Werte allerdings nicht aussagekräftig [101]. Nichtsdestotrotz geht aus Abb. 5.53 deutlich hervor, dass die absolute Feuchtigkeit und die Temperatur ähnliche Effektstärken aufweisen. Die Einflussdiagramme für die Effekteinflüsse von Temperatur, absoluter Feuchtigkeit und Last sind in Abb. 5.54 dargestellt.

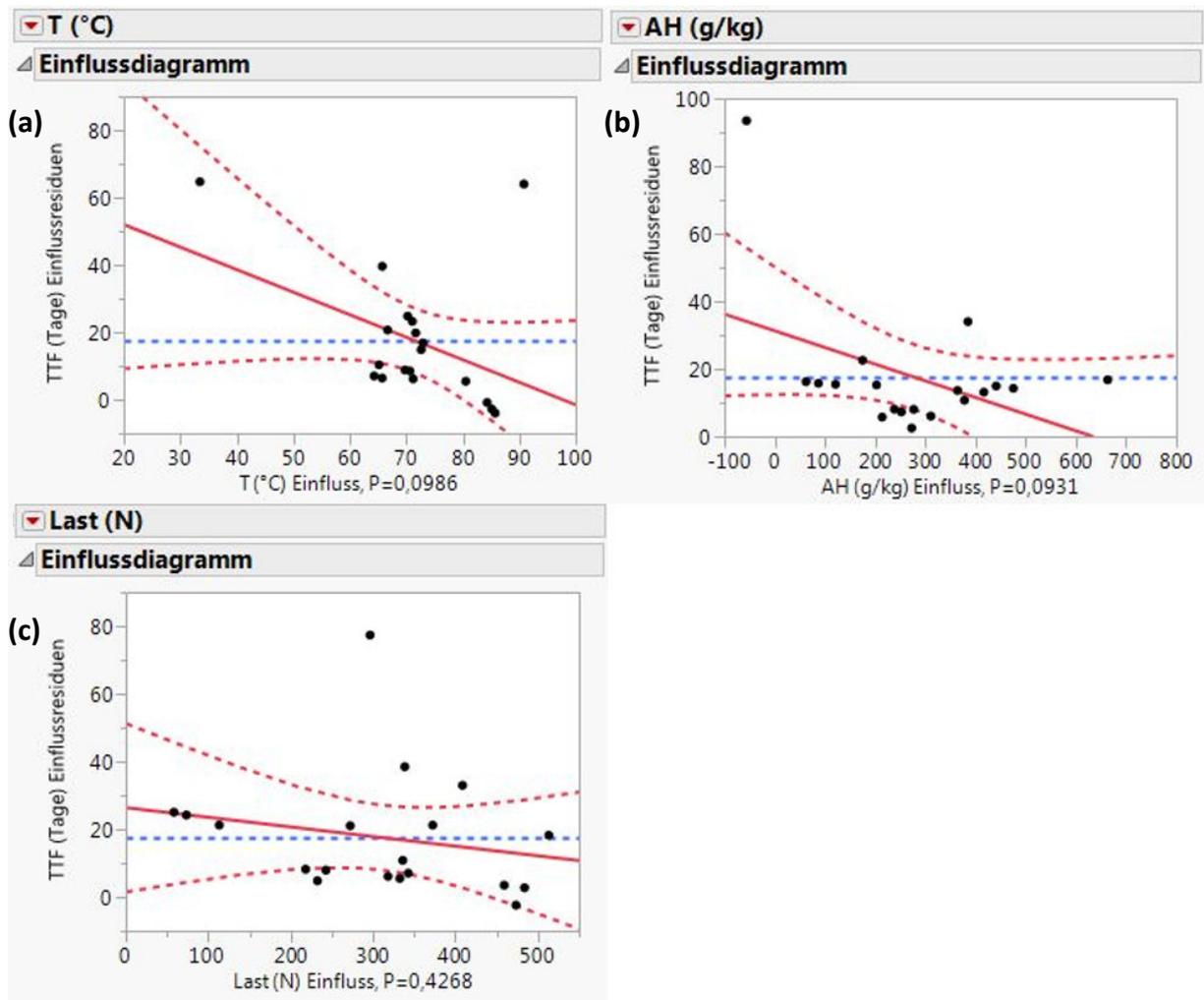


Abb. 5.54: Effekteinfluss von Temperatur (a), absoluter Feuchtigkeit (b) sowie Last (c) auf die Zielgröße *TTF* für Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“, die unter statischer Zuglast gealtert wurden. Fall 1: Berücksichtigung aller Bedingungen (mit hohen und niedrigen absoluten Feuchten).

Aus den Einflussdiagrammen in Abb. 5.54 kann als Maß für die Effektstärke der Betrag der Steigung der Regressionsgeraden herangezogen werden. Dabei weisen die Regressionsgeraden in den Einflussdiagrammen von absoluter Feuchtigkeit und Temperatur große Steigungen auf (welche mit einer große Effektstärke korrelieren), während im Einflussdiagramm der Last eine deutlich geringere Steigung der Regressionsgeraden (und damit einhergehend auch eine geringe Effektstärke) zu verzeichnen ist.

b) Fall 2: Effekteinfluss bei Berücksichtigung der Ergebnisse mit hoher absoluter Feuchtigkeit

In Abgrenzung zu vorangegangenem Fall werden nun die Effekteinflüsse nur unter Berücksichtigung der Ergebnisse bei hoher absoluter Feuchtigkeit untersucht. Hierzu werden alle Bedingungen mit Ausnahme der Bedingungen 23 °C, 50 % RH und 80 °C, 0 % RH verwendet. Für diesen 2. Fall ist die Zusammenfassung der Effekteinflüsse von Temperatur, absoluter Feuchtigkeit und Last auf die Zielgröße *TTF* für Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ in Abb. 5.55 dargestellt.

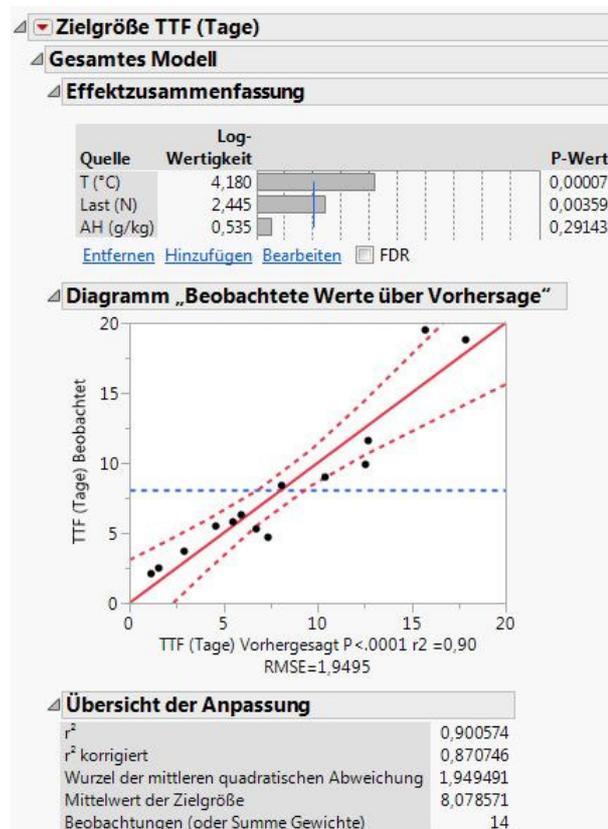


Abb. 5.55: Zusammenfassung der Effekteinflüsse von absoluter Feuchtigkeit (AH), Last und Temperatur (T) auf die Zielgröße *TTF* für Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“, die unter statischer Zuglast gealtert wurden. Fall 2: Nur Berücksichtigung der Bedingungen mit hohen absoluten Feuchten.

Aus Abb. 5.55 geht hervor, dass das korrigierte Bestimmtheitsmaß r^2 der Regression zur Ermittlung der Effekteinflüsse von absoluter Feuchtigkeit, Last und Temperatur zu 0,87 berechnet ist. Das heißt 87 % der Varianz kann durch das verwendete Modell beschrieben und folglich auf die modellierten Effekteinflüsse zurückgeführt werden. Zur Charakterisierung der Effektstärke wird erneut die Maßzahl nach COHEN f^2 berechnet:

$$f^2 = \frac{0,87}{1 - 0,87} = 6,69 \quad (LXVI)$$

Gemäß der Einteilung der Effektstärken nach COHEN's f^2 würde der Gesamteinfluss der Effekte demnach als groß eingestuft werden [100]. Aus Abb. 5.55 geht die differenzierte Bewertung der Effektstärken von absoluter Feuchtigkeit, Last und Temperatur hervor. Die größte Effektstärke wird in diesem Fall der Temperatur zugeschrieben, gefolgt von dem Lasteinfluss und schließlich der absoluten Feuchtigkeit mit der kleinsten Effektstärke. Gegenüber vorangegangenem Fall, bei welchem auch die Bedingungen mit niedriger absoluter Feuchtigkeit berücksichtigt wurden, hat sich die Reihenfolge der Effektstärken folglich völlig verändert. Die absolute Feuchtigkeit, welche bei Berücksichtigung der Bedingungen mit hoher und niedriger absoluter Feuchtigkeit, die größte Effektstärke aufgewiesen hat, hat bei ausschließlicher Berücksichtigung der Ergebnisse bei hohen absoluten Feuchten nur einen geringen Effekteinfluss. Folglich ist davon auszugehen, dass bei einer gewissen Menge Feuchtigkeit im System die Versagenszeit nur noch maßgeblich von Temperatur und Last beeinflusst wird, allerdings kaum noch von der absoluten Feuchtigkeit (hier betrachteter Fall 2). Bis dieser Grenzwert der absoluten Feuchtigkeit erreicht ist, wird die Versagenszeit im Gegensatz dazu maßgeblich von der absoluten Feuchtigkeit beeinflusst, während sowohl Last als auch Temperatur einen geringen Einfluss ausüben (vorangegangener Fall 1). Die einzelnen Einflussdiagramme für die Effekteinflüsse von Temperatur, absoluter Feuchtigkeit und Last bei ausschließlicher Berücksichtigung der Bedingungen mit hohen absoluten Feuchten sind in Abb. 5.56 dargestellt.

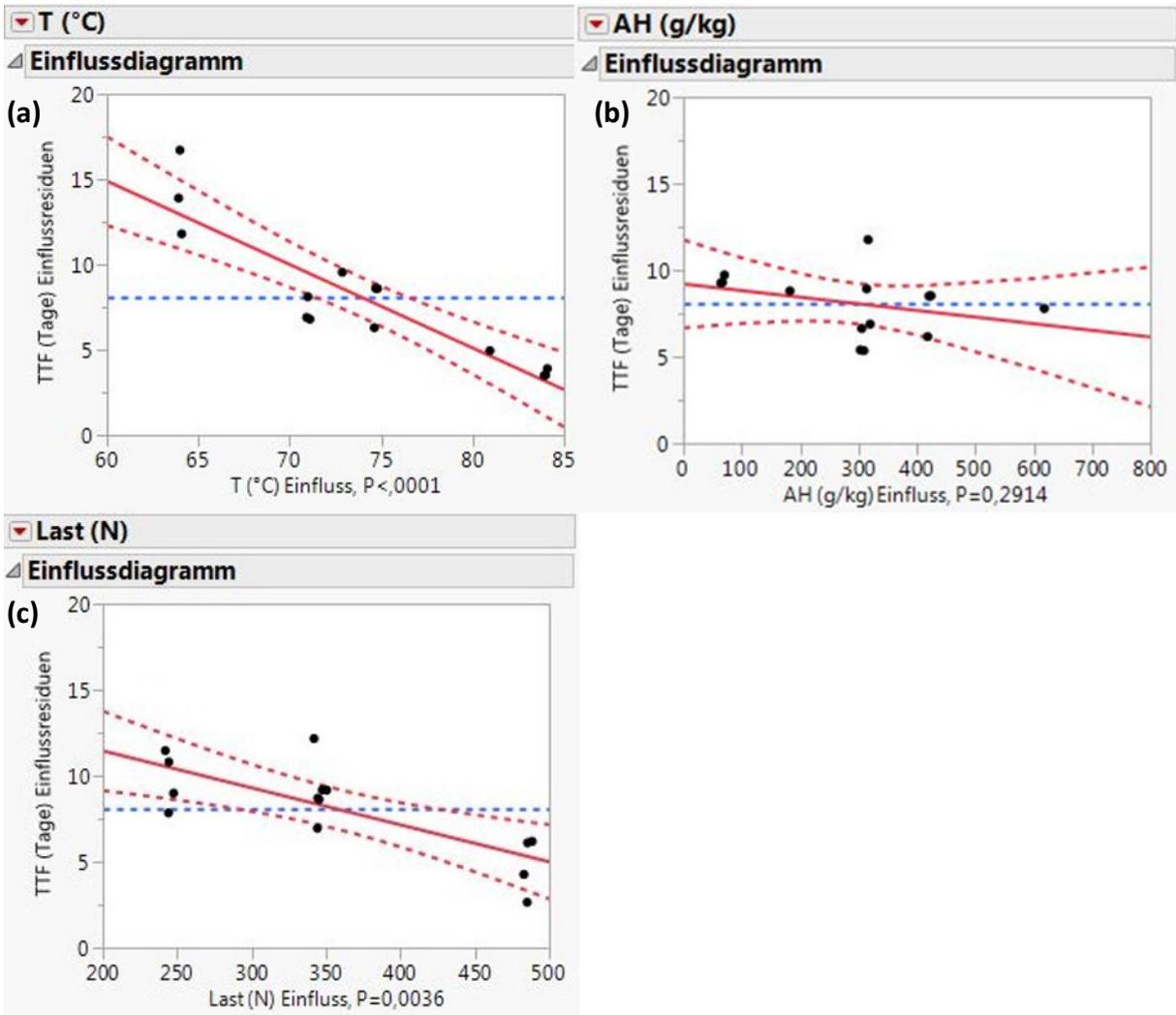


Abb. 5.56: Effekteinfluss von Temperatur (a), absoluter Feuchtigkeit (b) sowie Last (c) auf die Zielgröße *TTF* für Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“, die unter statischer Zuglast gealtert wurden. Fall 2: Nur Berücksichtigung der Bedingungen mit hohen absoluten Feuchten.

Die Regressionsgerade im Einflussdiagramm der Temperatur weist die größte Steigung auf und die absolute Feuchtigkeit die kleinste Steigung. Der Temperatur ist demnach der größte Effekteinfluss zuzuordnen, der absoluten Feuchtigkeit der kleinste.

5.3.2.2. Zugscherproben, Kombination Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F

Zur Untersuchung des Effekteinflusses auf die Alterungsbeständigkeit von Zugscherproben der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ wird analog zum vorangegangenen Kapitel vorgegangen. Auch die entsprechende Fallunterscheidung (Fall 1: Effekteinfluss bei Berücksichtigung der Ergebnisse mit hoher und niedriger absoluter Feuchtigkeit, Fall 2: Effekteinfluss bei ausschließlicher Berücksichtigung der Ergebnisse bei hoher absoluter Feuchtigkeit) wird beibehalten.

a) Fall 1: Effekteinfluss bei Berücksichtigung der Ergebnisse mit hoher und niedriger absoluter Feuchtigkeit

Zur Berücksichtigung der Ergebnisse bei niedriger absoluter Feuchtigkeit wird auch hier die Annahme getroffen, dass die *TTF* für 80 °C, 0 % RH und 23 °C, 50 % RH 12 Wochen beträgt. Die Zusammenfassung der Effekteinflüsse von Temperatur, absoluter Feuchtigkeit und Last auf die Zielgröße *TTF* für Zugscherproben der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ ist in Abb. 5.57 dargestellt.

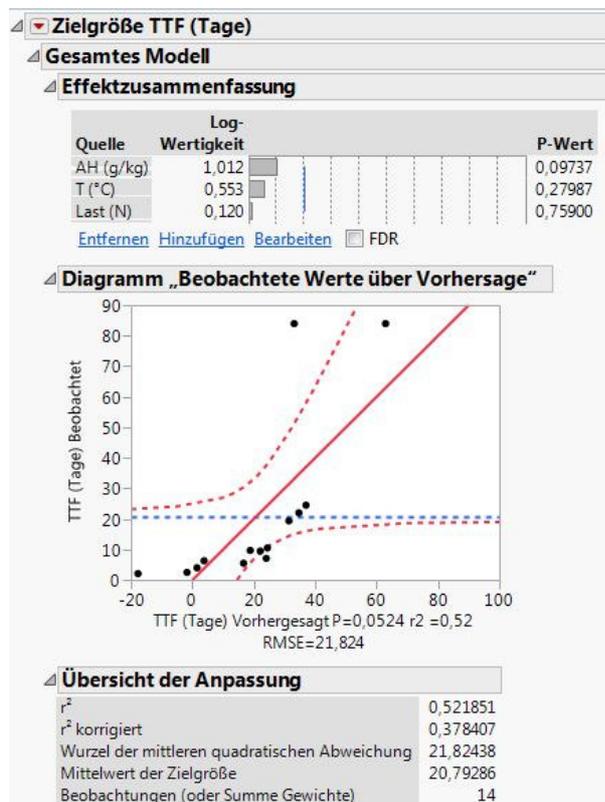


Abb. 5.57: Zusammenfassung der Effekteinflüsse von absoluter Feuchtigkeit (AH), Last und Temperatur (T) auf die Zielgröße *TTF* für Zugscherproben der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“, die unter statischer Zuglast gealtert wurden. Fall 1: Berücksichtigung aller Bedingungen (hohe und niedrige absolute Feuchten).

Gemäß Abb. 5.57 wurde das korrigierte Bestimmtheitsmaß r^2 zu 0,38 berechnet, d. h. 38 % der Varianz kann durch das verwendete Modell beschrieben und folglich auf die modellierten Effekteinflüsse zurückgeführt werden kann. Die durch die Summe der Effekteinflüsse hervorgerufene Effektstärke nach COHENS f^2 ergibt sich demnach zu:

$$f^2 = \frac{0,38}{1 - 0,38} = 0,62 \quad (LXVII)$$

Die Effektstärke nach COHEN's f^2 würde mit 0,62 demnach gemäß der Einteilung nach COHEN [100] als große Effektstärke eingruppiert werden.

Aus Abb. 5.57 geht eine differenzierte Bewertung der Effektstärken von absoluter Feuchtigkeit, Last und Temperatur hervor. Die größte Effektstärke wird dabei der absoluten Feuchtigkeit zugeschrieben, gefolgt von dem Lasteinfluss und schließlich dem Temperatureinfluss mit der geringsten Effektstärke. Diese Analyse kann aufgrund der starken Vereinfachung der *TTF* bei den Bedingungen mit kleiner absoluter Feuchtigkeit nur qualitativer Natur sein. Die Einflussdiagramme für die Effekteinflüsse von Temperatur, absoluter Feuchtigkeit und Last sind in Abb. 5.58 dargestellt.

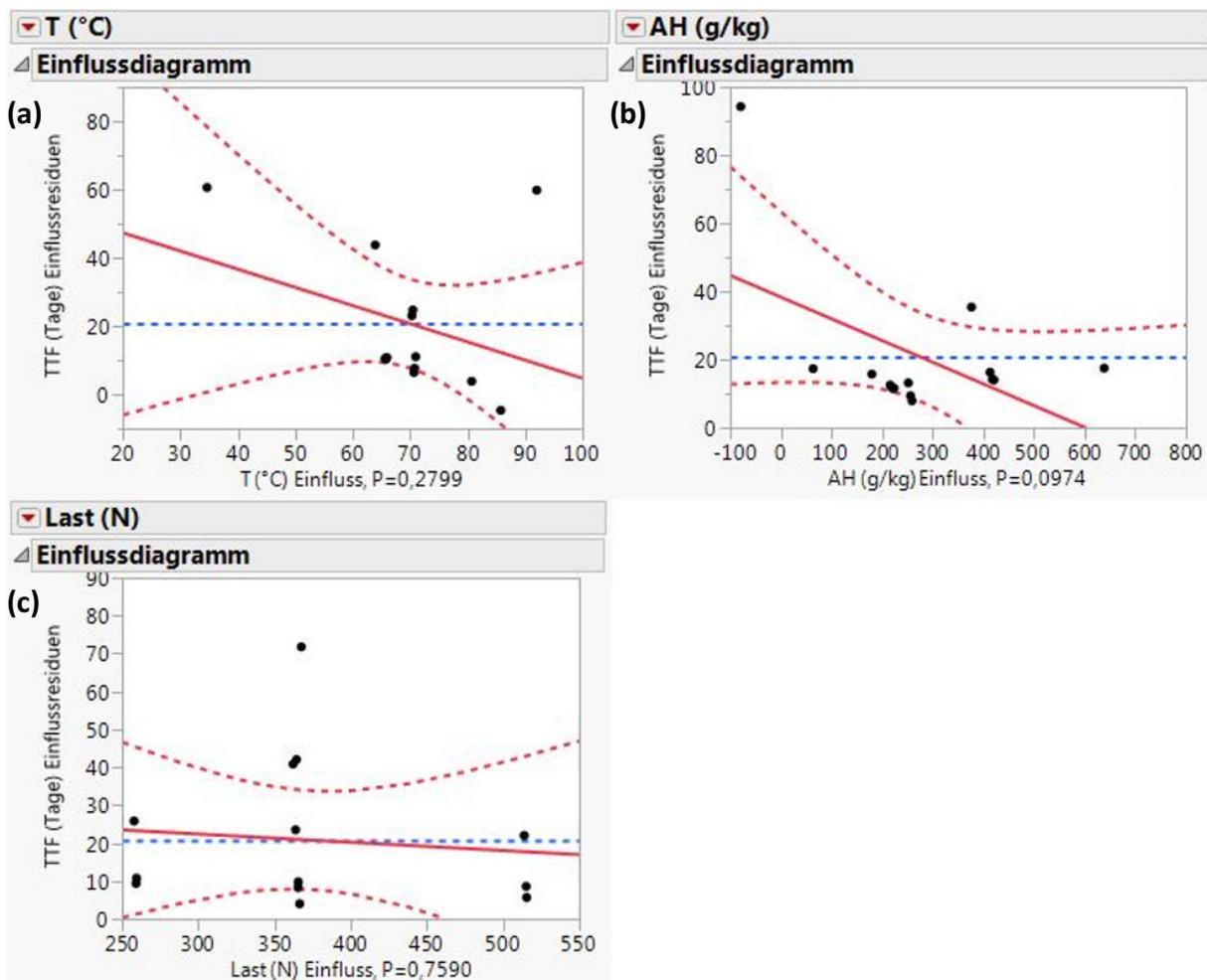


Abb. 5.58: Effekteinfluss von Temperatur (a), absoluter Feuchtigkeit (b) sowie Last (c) auf die Zielgröße *TTF* für Zugscherproben der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“, die unter statischer Zuglast gealtert wurden. Fall 1: Berücksichtigung aller Bedingungen (mit hohen und niedrigen absoluten Feuchten).

In Abb. 5.58 weist die Regressionsgerade im Einflussdiagramm der absoluten Feuchtigkeit die größte Steigung auf und die Temperatur die kleinste Steigung. Folglich stellt hier die absolute Feuchtigkeit den größten und die Temperatur den kleinsten Einfluss dar.

b) Fall 2: Effekteinfluss bei Berücksichtigung der Ergebnisse mit hoher absoluter Feuchtigkeit

Für den Fall, dass ausschließlich die Ergebnisse mit hoher absoluter Feuchtigkeit zur Bewertung der Effekteinflüsse herangezogen werden, ist die Zusammenfassung der Effekteinflüsse von Temperatur, absoluter Feuchtigkeit und Last auf die Zielgröße *TTF* für Zugscherproben der Kombination „Stahl 1.4301– Betamate® 1496F in Abb. 5.59 dargestellt.

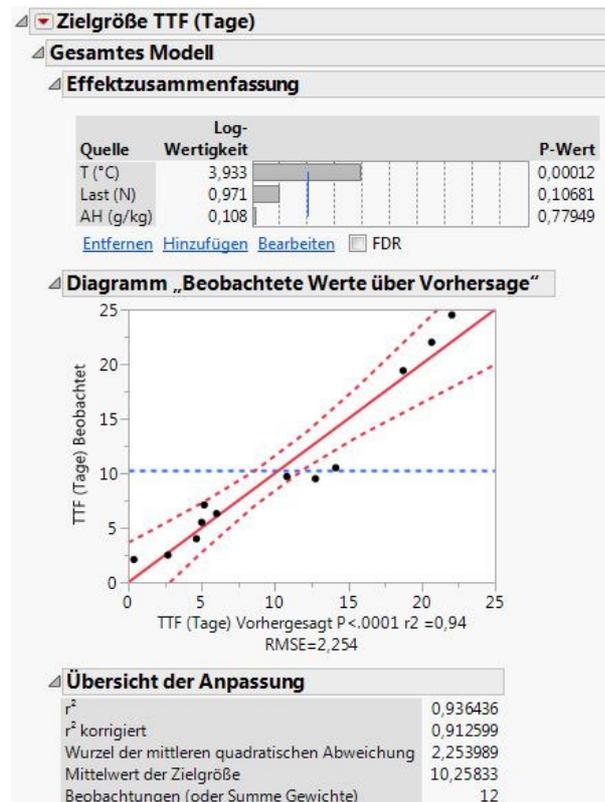


Abb. 5.59: Zusammenfassung der Effekteinflüsse von absoluter Feuchtigkeit (AH), Last und Temperatur (T) auf die Zielgröße *TTF* für Zugscherproben der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“, die unter statischer Zuglast gealtert wurden. Fall 2: Nur Berücksichtigung der Bedingungen mit hohen absoluten Feuchten.

Abb. 5.59 zeigt, dass das korrigierte Bestimmtheitsmaß r^2 der Regression zur Ermittlung der Effekteinflüsse von absoluter Feuchtigkeit, Last und Temperatur zu 0,91 berechnet wurde. Zur Charakterisierung der Effektstärke wird mithilfe des korrigierten Bestimmtheitsmaß r^2 erneut die Effektstärke nach COHEN f^2 berechnet:

$$f^2 = \frac{0,91}{1 - 0,91} = 10,1 \quad (LXVIII)$$

Gemäß der Einteilung der Effektstärken nach COHEN's f^2 wird der Gesamteinfluss der Effekte demnach als groß eingruppiert [100].

Abb. 5.59 zeigt bei der Einzelbetrachtung der Effekte, dass die Temperatur die größte Effektstärke aufweist, gefolgt von Last und schließlich der absoluten Feuchtigkeit. Gegenüber Fall 1 hat sich die Reihenfolge der Effektstärken demnach grundlegend verändert. Die absolute Feuchtigkeit, die in Fall 1 noch maßgeblichen Einfluss genommen hat, nimmt bei ausschließlicher Berücksichtigung der Ergebnisse bei hohen absoluten Feuchten einen geringen Einfluss auf die *TTF*. Auch hier ist – wie bereits bei der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ – bei Überschreiten eines gewissen Grenzwerts an absoluter Feuchtigkeit im System die *TTF* nur noch maßgeblich von Temperatur und Last abhängig. Im Gegensatz hierzu wird die *TTF* bis zum Erreichen dieses Grenzwerts der absoluten Feuchtigkeit in erster Linie von der absoluten Feuchtigkeit beeinflusst (Fall 1). Die einzelnen Einflussdiagramme für die Effekteinflüsse von Temperatur, absoluter Feuchtigkeit und Last bei ausschließlicher Berücksichtigung der Bedingungen mit hohen absoluten Feuchten sind in Abb. 5.60 dargestellt.

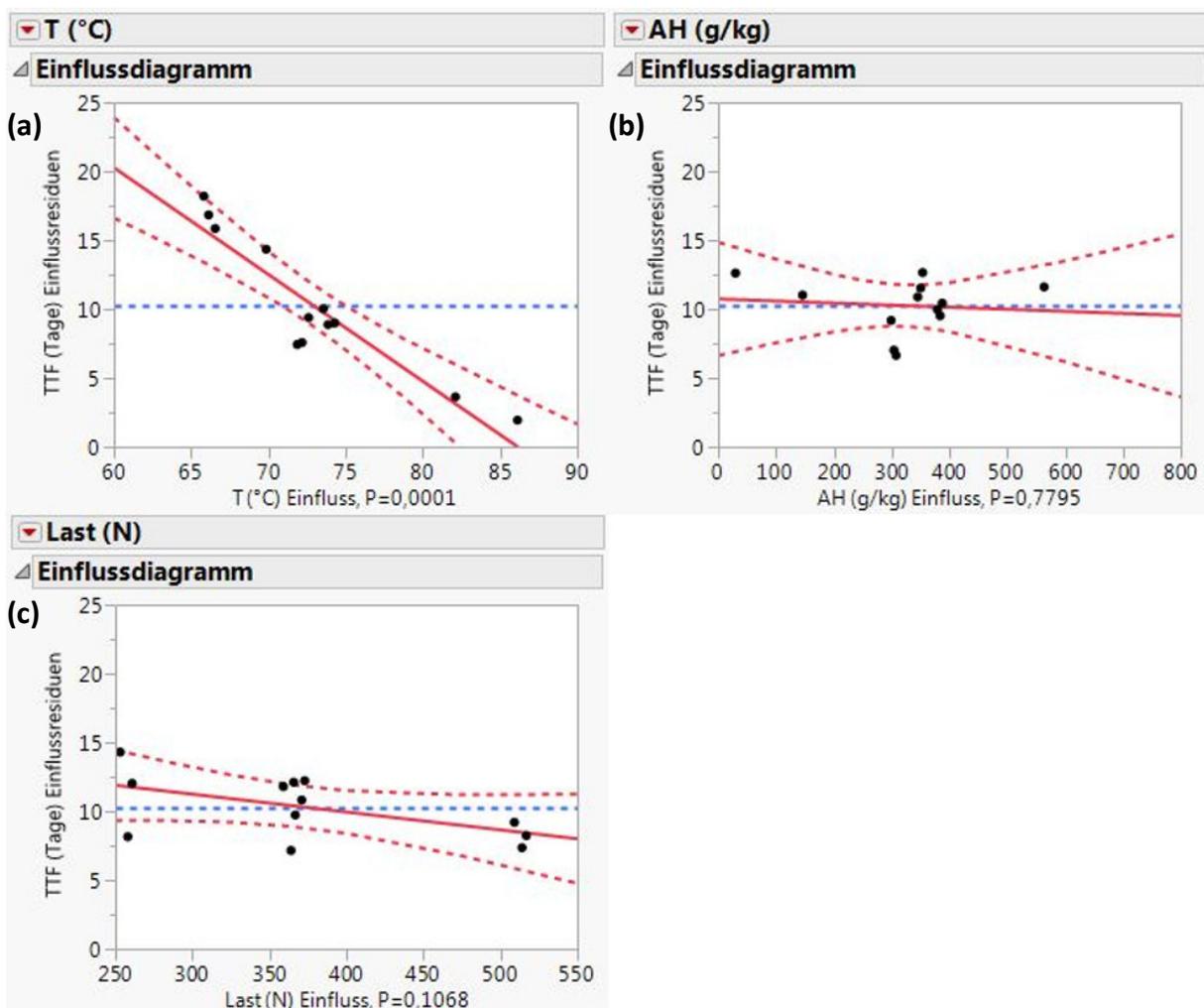


Abb. 5.60: Effekteinfluss von Temperatur (a), absoluter Feuchtigkeit (b) sowie Last (c) auf die Zielgröße *TTF* für Zugscherproben der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“, die unter statischer Zuglast gealtert wurden. Fall 2: Nur Berücksichtigung der Bedingungen mit hohen absoluten Feuchten.

Die Regressionsgerade im Einflussdiagramm der Temperatur weist die größte Steigung auf und die absolute Feuchtigkeit die kleinste Steigung. Die Temperatur weist demnach den größten Effekteinfluss auf, die Feuchtigkeit den kleinsten.

5.3.3. Temperaturabhängige Schädigungsfunktion

Da die Modellierung der Alterungsbeständigkeit von unter Belastung gealterten Zugscherproben nicht – wie bei den unbelastet gealterten Zugscherproben – auf der Datenbasis eines ADDT erfolgen kann, wird der Zusammenhang zwischen TTF und den Einflussfaktoren untersucht. Hierbei wird zunächst die Abhängigkeit der TTF von der Temperatur betrachtet. Zur Beschreibung des Temperatureinflusses für unbelastet gealterte Zugscherproben hat sich ein ARRHENIUS-Term bewährt. Im Folgenden wird daher zunächst Eignung der ARRHENIUS-Gleichung zur Beschreibung der Alterung unter mechanischer Belastung gealterter Zugscherproben untersucht. Wie bereits in Kapitel 2 erläutert, beschreibt die ARRHENIUS-Gleichung den Zusammenhang zwischen der Geschwindigkeit einer Reaktion und der Temperatur gemäß nachfolgender Gleichung [30], [32].

$$k_{AR} = A \cdot \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) \quad (LXIX)$$

Hierbei bezeichnet k die Reaktionsgeschwindigkeitskonstante, E_a die Aktivierungsenergie und T die Temperatur der chemischen Reaktion, R die universelle Gaskonstante und A einen konstanten Frequenzfaktor. Die Reaktionsgeschwindigkeitskonstante ist dabei ein Maß für die Geschwindigkeit einer Reaktion. Für die in dieser Arbeit durchgeführten zeitraffenden Alterungsuntersuchungen kann die TTF als Charakteristikum für die Degradationsgeschwindigkeit der unter mechanischer Belastung gealterten Zugscherproben herangezogen werden. Die TTF ist umgekehrt proportional zur Degradationsgeschwindigkeit. Es gilt demnach:

$$\frac{1}{TTF} \sim k_{AR} \quad (LXX)$$

Durch Einsetzen von Gleichung (LXIX) in Gleichung (LXX) und Logarithmieren kann die Beziehung zwischen TTF und Temperatur T folgendermaßen beschrieben werden:

$$\ln\left(\frac{1}{TTF}\right) \sim \ln(A) - \frac{E_a}{RT} \quad (LXXI)$$

Wird nun $\ln\left(\frac{1}{TTF}\right)$ in Abhängigkeit von $\frac{1}{T}$ in einem Diagramm aufgetragen kann durch lineare Regression überprüft werden, ob der Zusammenhang zwischen TTF und Temperatur T durch die ARRHENIUS-Gleichung beschrieben werden kann.

5.3.3.1. Zugscherproben, Kombination DP800Z – Betamate® 1496F

In Abb. 5.61 ist für die Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“, die unter einer statischen Zuglast von 345 N (= 10 % $F_{max,80°C}$) gealtert wurden, $\ln\left(\frac{1}{TTF}\right)$ in Abhängigkeit von $\frac{1}{T}$ aufgetragen. Zusätzlich wurde eine lineare Regression durchgeführt.

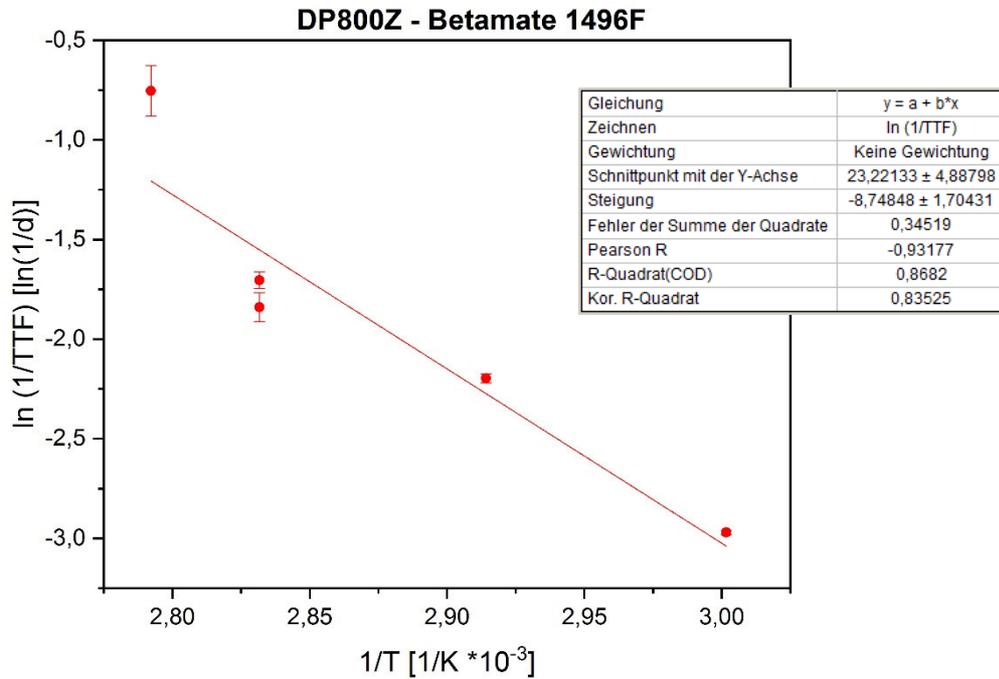


Abb. 5.61: Auftragung von $\ln\left(\frac{1}{TTF}\right)$ in Abhängigkeit von $\frac{1}{T}$ für die Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“, die unter einer statischen Zuglast von 345 N (= 10 % $F_{max,80°C}$) gealtert wurden. Die rote Linie beschreibt die lineare Regression der Messwerte, deren Parameter in der Tabelle dargestellt sind.

Aus den Abb. 5.61 geht hervor, dass die Messwerte bei Auftragung von $\ln\left(\frac{1}{TTF}\right)$ in Abhängigkeit von $\frac{1}{T}$ durch eine lineare Regression (korrigiertes Bestimmtheitsmaß $R^2 = 0,83$) und demnach durch die ARRHENIUS-Gleichung beschrieben werden können. Die direkte Abhängigkeit der TTF von der Temperatur T für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ kann daher wie folgt beschrieben werden:

$$TTF(T) = 8,40 \cdot 10^{-11} \cdot \frac{1}{\exp\left(-\frac{8748}{T}\right)} \quad (LXXII)$$

5.3.3.2. Zugscherproben, Kombination Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F

Für die Zugscherproben der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“, die unter einer statischen Zuglast von 365 N (= 10 % $F_{max,80°C}$) gealtert wurden, ist in Abb. 5.62 $\ln\left(\frac{1}{TTF}\right)$ in Abhängigkeit von $\frac{1}{T}$ aufgetragen und eine lineare Regression durchgeführt.

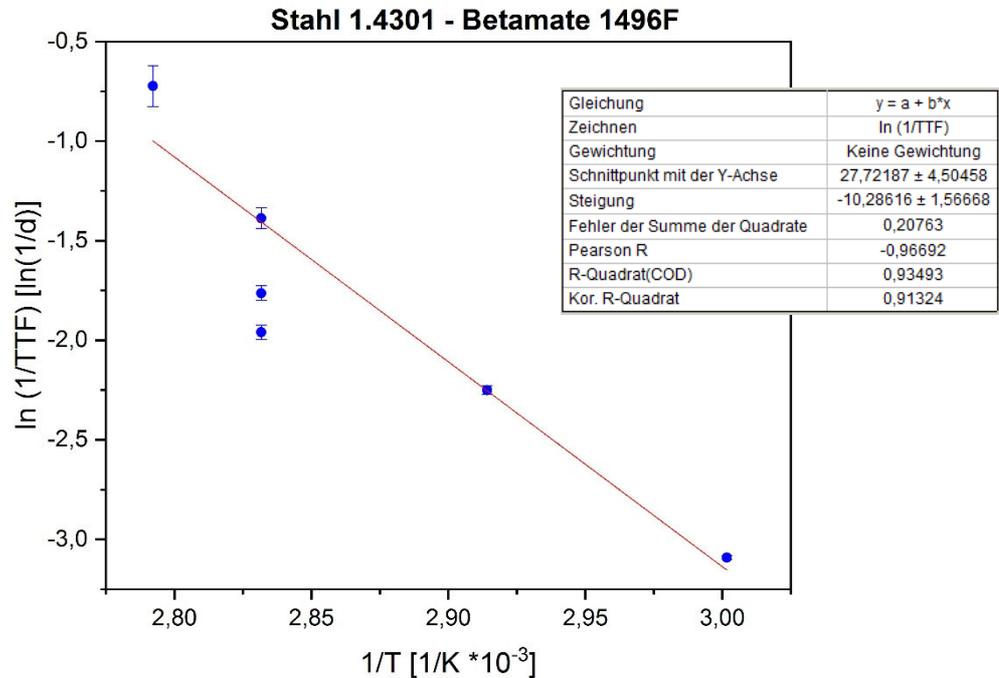


Abb. 5.62: Auftragung von $\ln\left(\frac{1}{TTF}\right)$ in Abhängigkeit von $\frac{1}{T}$ für die Zugscherproben der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“, die unter einer statischen Zuglast von 365 N (= 10 % $F_{max,80°C}$) gealtert wurden. Die rote Linie beschreibt die lineare Regression der Messwerte, deren Parameter in der Tabelle dargestellt sind.

Abb. 5.62 zeigt, dass die Messwerte bei Auftragung von $\ln\left(\frac{1}{TTF}\right)$ in Abhängigkeit von $\frac{1}{T}$ durch eine lineare Regression beschrieben werden können (korrigiertes Bestimmtheitsmaß $R^2 = 0,91$) und folglich durch die ARRHENIUS-Gleichung beschrieben werden können. Die direkte Abhängigkeit der TTF von der Temperatur T für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ kann daher folgendermaßen beschrieben werden:

$$TTF(T) = 9.33 \cdot 10^{-13} \cdot \frac{1}{\exp\left(-\frac{1029}{T}\right)} \quad (LXXIII)$$

5.3.4. Feuchtigkeitsabhängige Schädigungsfunktion

Bei der Modellierung der Feuchtigkeitsabhängigkeit von unter Belastung gealterten Zugscherproben wird aufgrund der unzureichenden Datenbasis zur Modellierung eines ADDT in analoger Weise zur Modellierung der Temperaturabhängigkeit vorgegangen. Zur Analyse der Feuchtigkeitsabhängigkeit wird der Zusammenhang zwischen TTF und der absoluten Feuchtigkeit AH untersucht. In Kapitel 5.3.2 zur Analyse der Effektzusammensetzung wurde bereits gezeigt, dass bis zu einer bestimmten Feuchtigkeitsmenge im System die TTF in erster Linie von der absoluten Feuchtigkeit AH abhängig ist. Ist diese definierte Feuchtigkeitsmenge hingegen überschritten, so konnte sowohl für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ als auch für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ gezeigt werden, dass dann die TTF in erster Linie von der Temperatur abhängig ist und die Feuchtigkeit nur einen nachrangigen Einfluss auf die TTF nimmt. In den nachfolgenden Kapiteln wird der Einfluss der absoluten Feuchtigkeit AH auf die TTF für hohe Feuchtigkeitsmengen untersucht (also nach Überschreiten des Umschlagpunkts der Effektzusammensetzung). Da für diese bisher keine Modellierungsansätze vorhanden sind, wird untersucht, ob sich auch die Feuchtigkeitsabhängigkeit prinzipiell auch durch eine ARRHENIUS-Gleichung beschreiben lässt. Der zu überprüfende Modellierungsansatz ergibt sich in Anlehnung an das Vorgehen zur Modellierung der Temperaturabhängigkeit wie folgt:

$$\ln\left(\frac{1}{TTF}\right) \sim \ln(A) - \frac{E_a}{R \cdot AH} \quad (LXXIV)$$

Nachfolgend wird analog zur Vorgehensweise bei der Analyse der Temperaturabhängigkeit $\ln\left(\frac{1}{TTF}\right)$ in Abhängigkeit von $\frac{1}{AH}$ in einem Diagramm aufgetragen und durch lineare Regression überprüft, ob der Zusammenhang zwischen TTF und absoluter Feuchtigkeit AH durch die ARRHENIUS-Gleichung beschrieben werden kann.

5.3.4.1. Zugscherproben, Kombination DP800Z – Betamate® 1496F

Abb. 5.63 zeigt für die Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“, die unter einer statischen Zuglast von 345 N (= 10 % $F_{max,80^\circ C}$) gealtert wurden, die Auftragung von $\ln\left(\frac{1}{TTF}\right)$ in Abhängigkeit von $\frac{1}{AH}$ sowie die entsprechende lineare Regression.

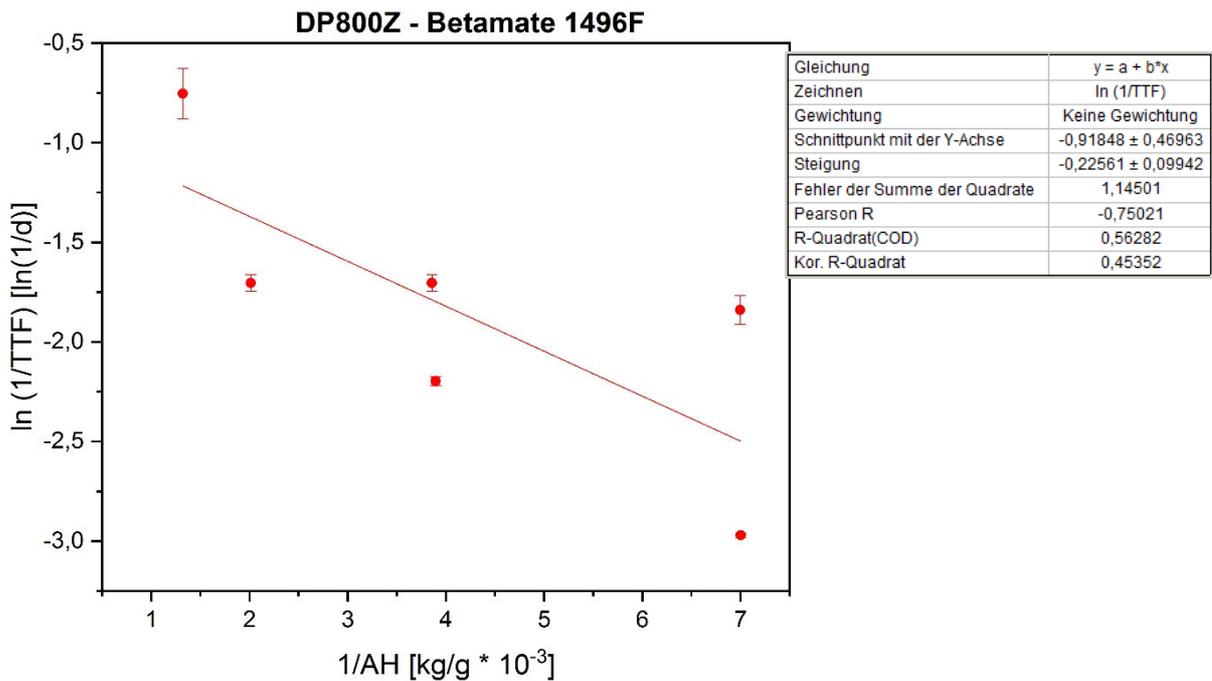


Abb. 5.63: Auftragung von $\ln\left(\frac{1}{TTF}\right)$ in Abhängigkeit von $\frac{1}{AH}$ für die Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“, die unter einer statischen Zuglast von 345 N (= 10 % $F_{max,80^\circ C}$) gealtert wurden. Die rote Linie beschreibt die lineare Regression der Messwerte, deren Parameter in der Tabelle dargestellt sind.

Abb. 5.63 zeigt, dass die Messwerte bei Auftragung von $\ln\left(\frac{1}{TTF}\right)$ in Abhängigkeit von $\frac{1}{AH}$ nur unzureichend durch eine lineare Regression beschrieben werden können (korrigiertes Bestimmtheitsmaß $R^2 = 0,45$). Dies könnte dadurch begründet sein, dass die TTF im Bereich der hohen Feuchtigkeitsmengen nicht in erster Linie von der Feuchtigkeit AH abhängig ist, sondern von der Temperatur T . Temperatureinfluss und Feuchtigkeitseinfluss überlagern sich also in der Darstellung aus Abb. 5.63 möglicherweise. Da allerdings keine vollständige Trennung von Temperatur- und Feuchtigkeitseinfluss möglich ist, kann die Abhängigkeit der TTF von der absoluten Feuchtigkeit AH für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ zumindest näherungsweise durch die aus der linearen Anpassung resultierenden Funktionsgleichung beschrieben werden:

$$TTF(AH) = 2,5 \cdot \frac{1}{\exp\left(-\frac{226}{AH}\right)} \quad (LXXV)$$

5.3.4.2. Zugscherproben, Kombination Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F

In Abb. 5.64 ist für die Zugscherproben der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“, die unter einer statischen Zuglast von 365 N (= 10 % $F_{max,80°C}$) gealtert wurden, die Auftragung von $\ln\left(\frac{1}{TTF}\right)$ in Abhängigkeit von $\frac{1}{AH}$ sowie eine lineare Regression dieser Messwerte dargestellt.

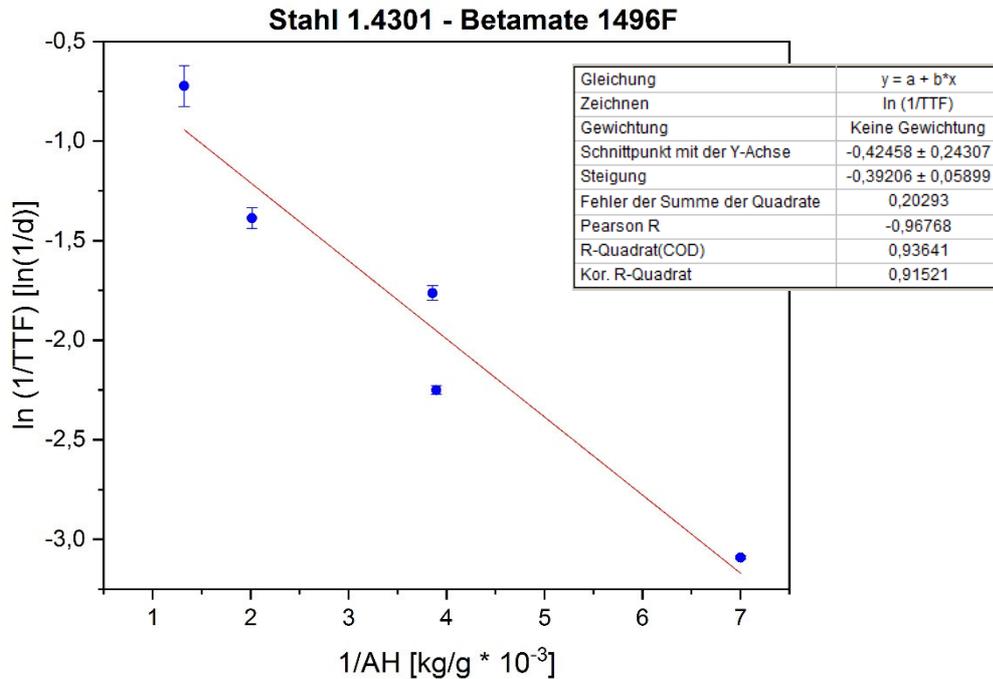


Abb. 5.64: Auftragung von $\ln\left(\frac{1}{TTF}\right)$ in Abhängigkeit von $\frac{1}{AH}$ für die Zugscherproben der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“, die unter einer statischen Zuglast von 365 N (= 10 % $F_{max,80°C}$) gealtert wurden. Die rote Linie beschreibt die lineare Regression der Messwerte, deren Parameter in der Tabelle dargestellt sind.

Aus Abb. 5.64 geht hervor, dass die Messwerte bei Auftragung von $\ln\left(\frac{1}{TTF}\right)$ in Abhängigkeit von $\frac{1}{AH}$ durch eine lineare Regression beschrieben werden können (korrigiertes Bestimmtheitsmaß $R^2 = 0,91$). Die Abhängigkeit der TTF von der absoluten Feuchtigkeit AH für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ kann daher durch die aus der linearen Anpassung resultierenden Funktionsgleichung beschrieben werden:

$$TTF(AH) = 0,7 \cdot \frac{1}{\exp\left(-\frac{392}{AH}\right)} \quad (LXXVI)$$

5.3.5. Lastabhängige Schädigungsfunktion

In analoger Weise zu den vorangegangenen Kapiteln zur Modellierung von Temperatur- und Feuchtigkeitsabhängigkeit wird zur Modellierung der Lastabhängigkeit der Zusammenhang zwischen der *TTF* und der statischen Last untersucht. Da bisher keine Informationen über Modellierungsansätze zur lastabhängigen Degradation der in dieser Arbeit untersuchten geklebten Verbindungen bekannt sind, erfolgt die Modellierung in den nachfolgenden Kapiteln schrittweise auf Basis von definierten Annahmen zu den lastabhängigen mechanischen Eigenschaften der geklebten Verbindungen.

5.3.5.1. Zugscherproben, Kombination DP800Z – Betamate® 1496F

In Abb. 5.65 sind zunächst für die Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ die bei verschiedenen zeittraffenden Alterungsbedingungen aufgenommenen Messwerte der *TTF* in Abhängigkeit von der aufgetragenen statischen Last aufgetragen.

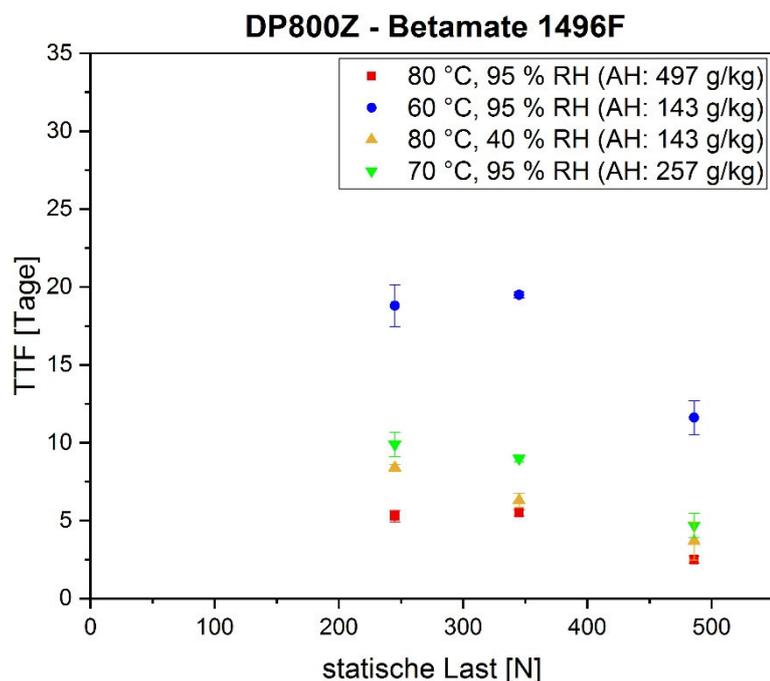


Abb. 5.65: Darstellung der Messwerte zur *TTF* in Abhängigkeit von der statischen Last und den Alterungsbedingungen für die Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“.

Zusätzlich zu den in Abb. 5.65 dargestellten Messwerten zur *TTF* werden für die Grenzbereiche der Belastung bei allen Alterungsbedingungen folgende idealisierte Annahmen getroffen:

- 1) Nähert sich die aufgebrachte Last 0 N an (d. h. bei Annäherung an die Alterung unbelasteter Zugscherproben) strebt die TTF gegen unendlich.
- 2) Es existiert eine Last, bei welcher für eine definierte Alterungsbedingung TTF unmessbar klein wird (und somit 0 Tagen entspricht).

Eine Modellfunktion, die sowohl die Messwerte zur TTF sowie die beiden idealisierten Annahmen bedient, muss demnach folgende Charakteristika aufweisen:

- 1) Für sehr kleine Lasten, die gegen 0 N streben, muss die Modellfunktion gegen unendlich streben. Es soll folglich kein Schnittpunkt der Funktion mit der y-Achse erfolgen.
- 2) Für große Lasten muss in Abhängigkeit von einer Alterungsbedingung eine maximale Last existieren, bei welchem die Proben sofort versagen, d. h. TTF 0 Tagen entspricht. Es soll folglich ein Schnittpunkt der Funktion mit der x-Achse existieren.
- 3) Aus Abb. 5.65 geht weiterhin hervor, dass zwischen den beiden Lastgrenzbereichen aus 1) und 2) durch die Modellfunktion ein Plateau der Messwerte abgebildet werden muss, in welchem eine Änderung der Last sehr wenig Einfluss auf die TTF nimmt.

Zur Realisierung der Charakteristika 1) bis 3) wird die Modellfunktion aus zwei Einzelfunktionen zusammengesetzt. Zur Realisierung von Charakteristikum 1) wird ein hyperbolischer Verlauf gemäß nachfolgender Gleichung angenommen:

$$TTF(Last)_{Hyperbel} = \frac{1}{Last} \quad (LXXVII)$$

Zur Beschreibung der Charakteristika 2) und 3) wird ein exponentieller Verlauf gemäß Gleichung (LXXVIII) angenommen:

$$TTF(Last)_{Exponentialfunktion} = a + \exp(c \cdot Last) \quad (LXXVIII)$$

Die Parameter a und c sind hierbei empirische Parameter. Die Gleichungen (LXXVII) und (LXXVIII) werden im nächsten Schritt nun additiv zu einer Gesamtfunktion zusammengesetzt, wobei gemäß Gleichung (LXXIX) die beiden Gewichtungsfaktoren w_1 und w_2 zur Gewichtung der Einzelfunktionen innerhalb der Gesamtfunktion dienen:

$$TTF(Last) = w_1 \cdot (a + \exp(c \cdot Last)) + w_2 \cdot \frac{1}{Last} \quad (LXXIX)$$

Gleichung (LXXIX) wird nun als Basis für eine nichtlineare Modellierung mithilfe der Software JMP® verwendet. Die nichtlineare Modellierung wird für jede Alterungsbedingung einzeln auf

Basis der entsprechenden Messwerte für die *TTF* durchgeführt. Zur Realisierung der Anpassung in den Lastgrenzbereichen werden für jede Bedingung zusätzlich die Punkte (0,1 N / 1000 Tage) sowie (590 N / 0 Tage) aufgenommen. Hierbei resultiert der Punkt (0,1 N / 1000 Tage) aus der Annahme, dass für sehr kleine Lasten die *TTF* gegen unendlich strebt. Der Punkt (590 N / 0 Tage) beruht auf der Annahme, dass für jeden Alterungsbedingung eine maximale Belastung vorhanden ist, welche eine unmessbar kleine *TTF* zur Folge hat. Durch empirische Versuche hat sich gezeigt, dass bei Verschiebung des Punkts (590 N / 0 Tage) zu größeren maximalen Kraftwerten der gewünschte Kurvenverlauf nicht mehr abgebildet werden konnte. Bei der Wahl der beiden Punkte handelt es sich ebenfalls um idealisierte Annahmen. Prinzipiell müsste die Wahl der Punkte in Abhängigkeit von der jeweiligen Alterungsbedingung erfolgen. Da die Korrelation zwischen Alterungsbedingung und Verhalten in den Grenzbereichen der Lastabhängigkeit allerdings nicht bekannt ist, werden die Punkte für alle Alterungsexpositionen zunächst identisch gewählt. Die Ergebnisse der nichtlinearen Anpassung mithilfe der Software JMP® auf Basis der in Gleichung (LXXIX) dargestellten Funktion sind für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ in Tabelle 5.28 dargestellt.

Tabelle 5.28: Ergebnisse der nichtlinearen Anpassung mithilfe der Software JMP® auf Basis von Gleichung (LXXIX) für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“.

Bedingung	a	c	w_1	w_2
80 °C, 95 % RH	-30,4	0,00586	-0,200	99,4
60 °C, 95 % RH	-164,6	0,00867	-0,124	98,0
80 °C, 40 % RH	-6,5	0,00318	-1,817	99,0
70 °C, 95 % RH	-20,2	0,00513	-0,582	98,9

Die entsprechenden Modellfunktionen sind für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ in Abb. 5.66 dargestellt.

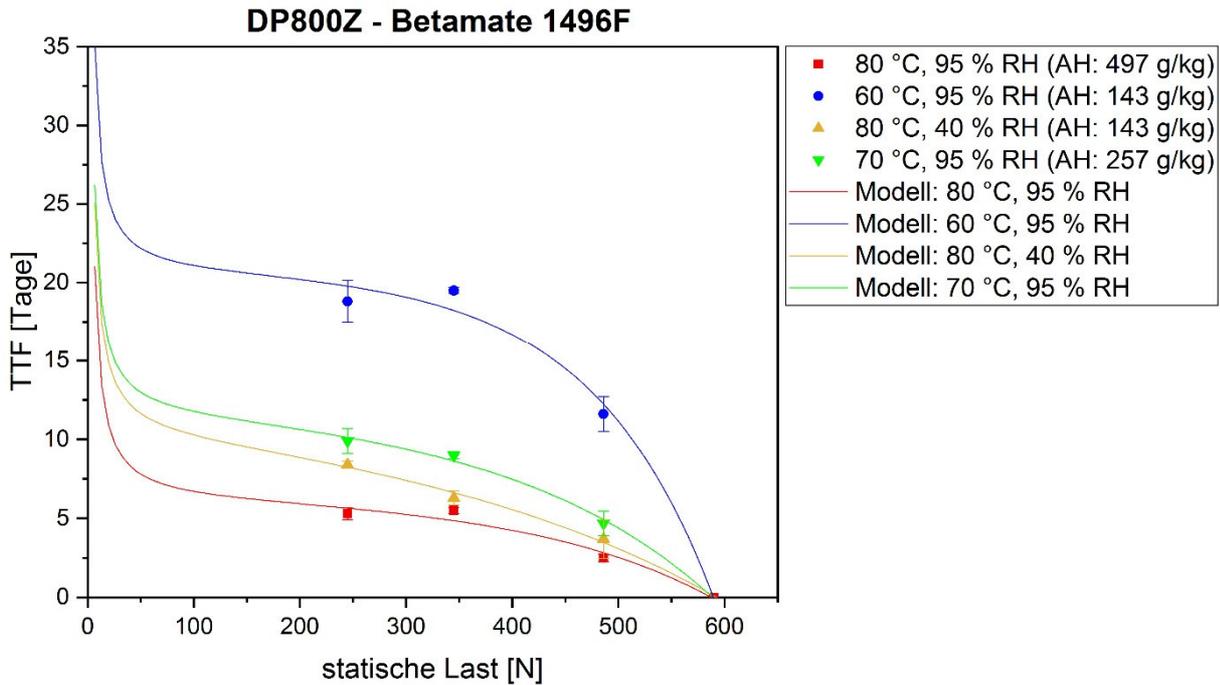


Abb. 5.66: Darstellung der Messwerte zur *TTF* (Punkte) in Abhängigkeit von der statischen Last und den Alterungsbedingungen für die Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ sowie der entsprechenden, aus der nichtlinearen Anpassung resultierenden Modellfunktionen (Linien).

Abb. 5.66 verdeutlicht, dass alle experimentellen Daten mithilfe von Gleichung (*LXXIX*) im Rahmen einer nichtlinearen Modellierung erfolgreich beschrieben werden können. Allerdings sind die Funktionen insbesondere im Bereich kleiner Lasten kaum von experimentellen Daten gestützt. Die vermutete hyperbolische Annäherung der Funktionen an die y-Achse für sehr kleine Lasten wird alleine durch einen fiktiven Punkt gestützt. Für eine zuverlässige Beschreibung der Lastabhängigkeit sind folglich weiterführende Versuchsreihen, insbesondere im Bereich kleiner Lasten notwendig. Eine solche Verifizierung der Modelle wird exemplarisch für die Bedingungen 60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH in Kapitel 5.3.6 durchgeführt. Weiterhin ist hervorzuheben, dass der mit 590 N maximal mögliche Lasthorizont zur Abbildung des Schnittpunkts mit der x-Achse bei gleichzeitigem Erhalt der Anpassungsgüte kritisch betrachtet werden muss. Es ist bekannt, dass Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ im ungealterten Referenzzustand in der quasistatischen Prüfung mittels Zugscherversuch Lasten im Bereich von ca. 7000 N bis 8000 N tragen können. Auch wenn die Messwerte aus der quasistatischen Prüfung nicht zur gleichen Grundgesamtheit gehören wie die in Abb. 5.66 dargestellten Messwerte der Zeitstandsversuche und demnach nicht direkt für die mathematische Modellierung herangezogen

werden können, so geben sie dennoch Auskunft über die Größenordnung, in welcher der Schnittpunkt mit der x-Achse in der Modellierung des Lasteinflusses liegt. Die im quasistatischen Zugscherversuch ermittelte maximale Zuglast entspricht demnach etwa der Last, die in obiger Messreihe einer Versagenszeit von 0 Tagen entspricht. Bei Berücksichtigen dieser zusätzlichen Information aus der quasistatischen Prüfung wird ersichtlich, dass der modellierte Schnittpunkt bei einer Last von 590 N sehr stark konservativ ist. Das Einbeziehen eines Schnittpunkts mit der x-Achse bei ca. 7000 N bis 8000 N würde hier allerdings – wenn überhaupt – nur einen sehr geringen Mehrwert bringen. Im Bereich zwischen der größten Last in den Zeitstandversuchen (bei ca. 500 N) und der in der quasistatischen Prüfung ermittelten maximalen Zuglast sind keine weiteren Punkte bekannt. Der Verlauf der Modellfunktion wäre demnach in diesem sehr großen Bereich ungewiss, wodurch auch eine Interpolation in diesem Bereich sehr wenig fundiert wäre. Weiterhin würde die Anpassung einer neuen Funktion, die den Schnittpunkt aus der quasistatischen Prüfung einbezieht, mit einer deutlich schlechteren Anpassung des wichtigen Plateau-Bereichs einhergehen. Aus diesen Gründen wird der Schnittpunkt aus der quasistatischen Prüfung an dieser Stelle nicht zur Anpassung der Modellfunktion verwendet. Es muss allerdings hervorgehoben werden, dass obige Modellierung im Bereich großer Lasten sehr stark konservativ und eine Prognose im Bereich großer Lasten auf Basis dieser Modellfunktion unzuverlässig ist.

5.3.5.2. Zugscherproben, Kombination Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F

Zur Modellierung des Lasteinflusses auf die Alterungsbeständigkeit von Zugscherproben der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ wird in analoger Weise zu den Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ aus dem vorangegangenen Kapitel vorgegangen. In Abb. 5.67 sind hierzu zunächst die bei verschiedenen zeitraffenden Alterungsbedingungen aufgenommenen Messwerte der *TTF* in Abhängigkeit von der aufgetragenen statischen Last zunächst für die Zugscherproben der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ aufgetragen.

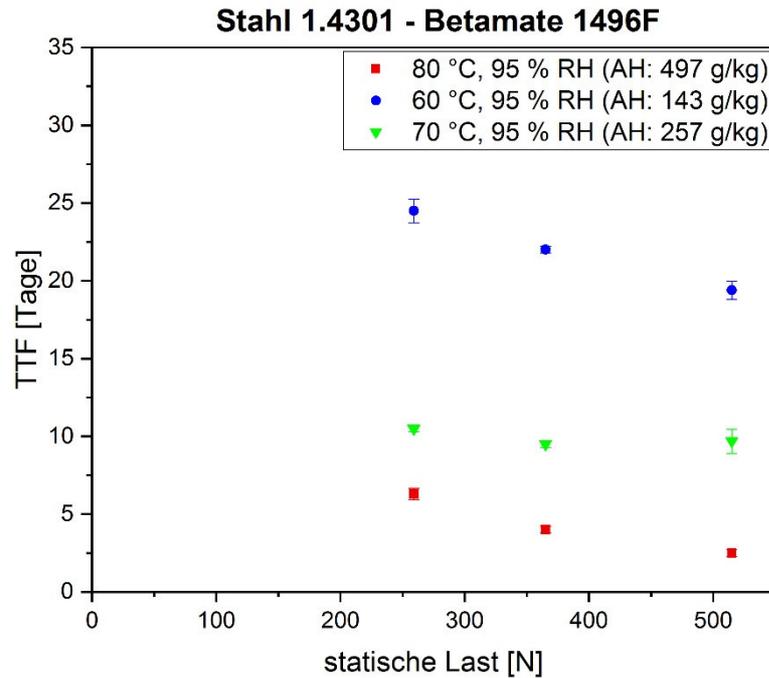


Abb. 5.67: Darstellung der Messwerte zur *TTF* in Abhängigkeit von der statischen Last und den Alterungsbedingungen für die Zugscherproben der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“.

Die Modellierung der Lastabhängigkeit wird unter den gleichen Annahmen für das Verhalten der *TTF* in den Lastgrenzbereichen auf Basis von Gleichung (LXXIX) im Rahmen einer nichtlinearen Modellierung mithilfe der Software JMP® durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Anpassung sind für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ in Tabelle 5.29 dargestellt.

Tabelle 5.29: Ergebnisse der nichtlinearen Anpassung mithilfe der Software JMP® auf Basis von Gleichung (LXXIX) für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“.

Bedingung	<i>a</i>	<i>c</i>	<i>w</i> ₁	<i>w</i> ₂
80 °C, 95 % RH	-1,0	$2,89 \cdot 10^{-6}$	$-4,54 \cdot 10^3$	99,1
60 °C, 95 % RH	-340,5	0,00834	-0,0718	97,6
70 °C, 95 % RH	$-1,73 \cdot 10^6$	0,0205	$-5,58 \cdot 10^{-6}$	99,0

Die entsprechenden Modellfunktionen sind für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ in Abb. 5.68 dargestellt.

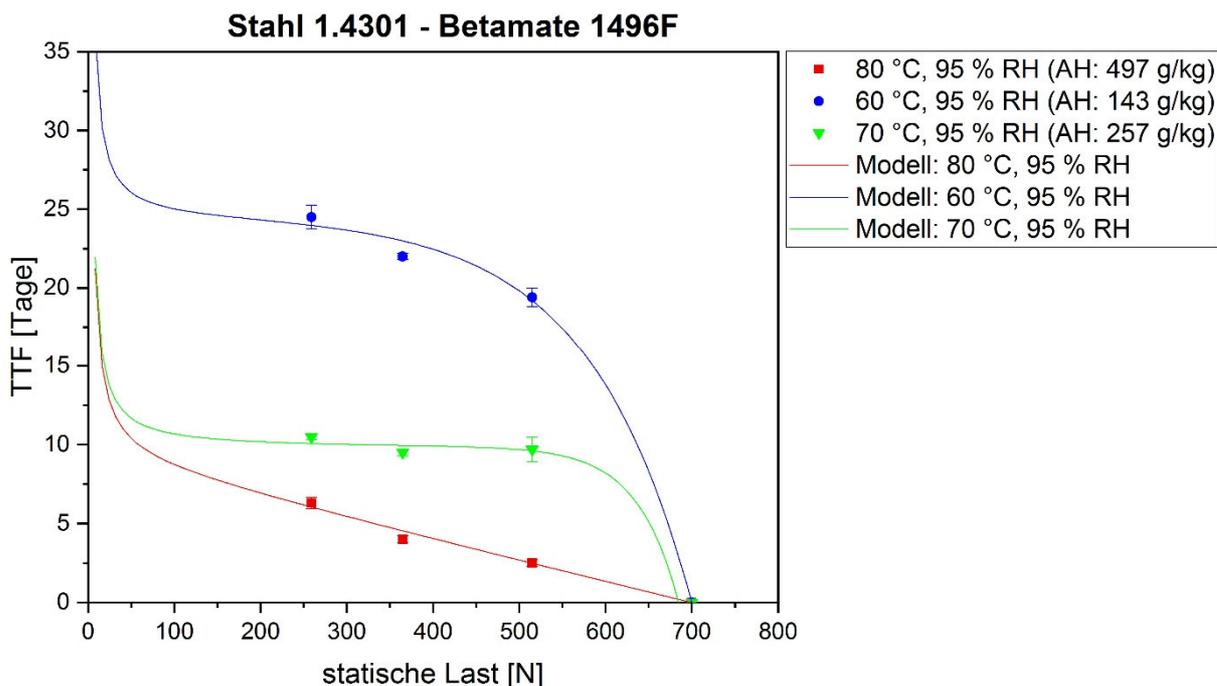


Abb. 5.68: Darstellung der Messwerte zur TTF (Punkte) in Abhängigkeit von der statischen Last und den Alterungsbedingungen für die Zugscherproben der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ sowie der entsprechenden, aus der nichtlinearen Anpassung resultierenden Modellfunktionen (Linien).

Aus Abb. 5.68 geht hervor, dass auch die experimentellen Daten der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ mithilfe von Gleichung ($LXXIX$) erfolgreich beschrieben werden können. Wie bereits bei der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ sind die Funktionen vor allem im Bereich kleiner Lasten kaum von experimentellen Daten gestützt. Folglich sind auch hier weiterführende Versuchsreihen für eine zuverlässige Beschreibung der Lastabhängigkeit notwendig. Eine exemplarische Verifizierung der Modelle wird in Kapitel 5.3.6 für die Bedingungen 60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH durchgeführt. Auch hier muss – wie bereits bei der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ – hervorgehoben werden, dass der ermittelte Schnittpunkt mit der x-Achse kritisch betrachtet werden muss. Auch hier wurde stets der größtmögliche Lasthorizont als Schnittpunkt mit der x-Achse gewählt, bei der die Messwerte gerade noch mit der Modellfunktion angepasst werden konnten. Auch für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ ist aus den quasistatischen Prüfungen bekannt, dass die Proben im ungealterten Referenzzustand dieser Kombination eine maximale Zuglast von ca. 7000 N tragen können. Der Schnittpunkt mit der x-Achse läge unter Einbeziehung dieser Information demnach auch hier bei deutlich größeren Lasthorizonten als die durch die obigen Modellfunktionen abgebildeten. Aus den in Kapitel 5.3.5.1 dargestellten Problemen bei Einbeziehung der Ergebnisse aus der quasistatischen

Prüfung werden die Modellfunktionen auch an dieser Stelle nicht verändert. Es soll allerdings auch hier auf die stark konservative Modellierung im Bereich großer Lasthorizonte sowie die unzureichende Prognosegüte in diesem Bereich hingewiesen werden.

5.3.6. Verifikation lastabhängiger Schädigungsfunktion

Um die Modelle aus Kapitel 5.3.5 zu verifizieren, werden weitere Versuchsreihen bei niedrigen Lasthorizonten exemplarisch für die beiden Bedingungen 60 °C, 95 % RH sowie 80 °C, 95 % RH durchgeführt.

5.3.6.1. Zugscherproben, Kombination DP800Z – Betamate® 1496F

Zur Festlegung von zwei neuen Lasthorizonten wird der bereits getestete, bisher niedrigste Lasthorizont (245 N) um einen Faktor $2 \cdot \sqrt{2}$ verringert (86 N) sowie um einen Faktor 8 (31 N). Die Ergebnisse der entsprechenden Zeitstandversuche sind in Tabelle 5.30 dargestellt.

Tabelle 5.30: Ermittelte Versagenszeiten (*TTF*) unter statischer Zugbelastung (31 N, 86 N) für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ bei verschiedenen klimatischen Bedingungen.

Bedingung	absolute Feuchtigkeit [g/kg]	<i>TTF</i> (31 N) [Tage]	<i>TTF</i> (86 N) [Tage]
60 °C, 95 % RH	143	85,0	38,2
80 °C, 95 % RH	497	9,3	5,5

Zur Beurteilung, wie gut die bisherigen Modelle auch die Ergebnisse der neuen Testserie beschreiben, werden die Versagenszeiten der beiden neuen Lasthorizonte gemeinsam mit den bisherigen Ergebnissen und Modellfunktionen in Abb. 5.69 dargestellt.

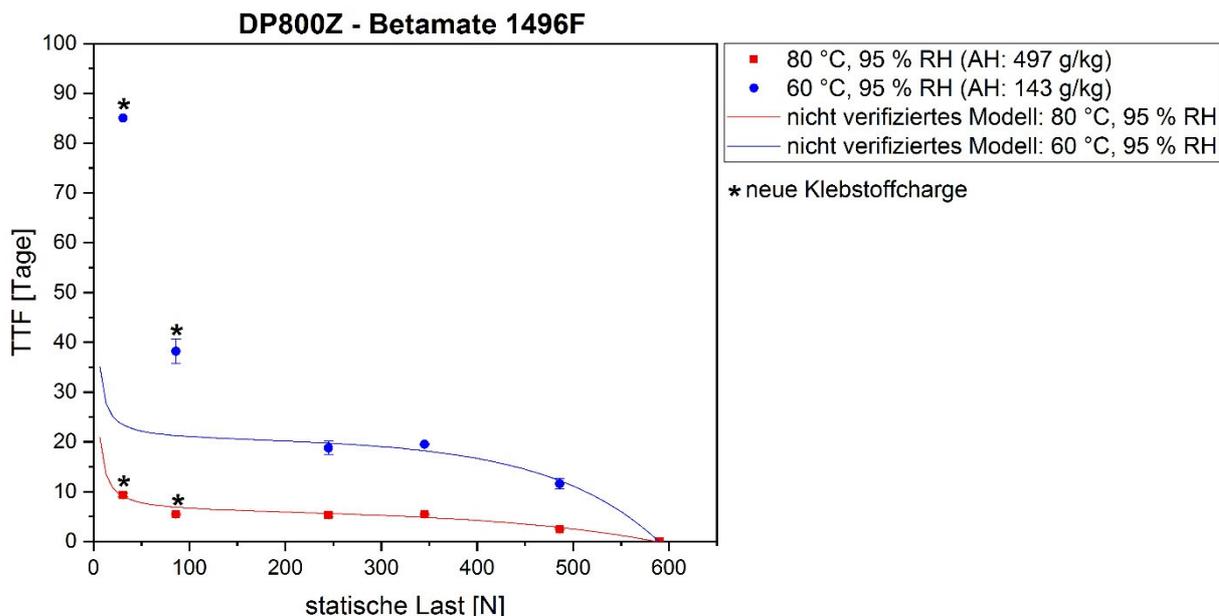


Abb. 5.69: Darstellung der Messwerte zur TTF (Punkte) in Abhängigkeit von der statischen Last und den Alterungsbedingungen für die Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ mit Messpunkten der neuen Testserie sowie der entsprechenden, nicht verifizierten Modellfunktionen.

Aus Abb. 5.69 geht hervor, dass die Modellfunktion der Bedingung 80 °C, 95 % RH die Ergebnisse der neuen Testreihe bereits sehr gut beschreibt. Im Gegensatz dazu beschreibt die Modellfunktion der Bedingung 60 °C, 95 % RH die neuen Ergebnisse unzureichend. Die hyperbolische Krümmung der Funktion setzt hier erst bei sehr kleinen Lasten ein, zur Beschreibung der Ergebnisse der neuen Testserie müsste die hyperbolische Krümmung allerdings deutlich früher einsetzen. Zur zuverlässigen Beschreibung der Lastabhängigkeit der TTF ist demnach eine Modifizierung, insbesondere der Modellfunktion bei 60 °C, 95 % RH, notwendig. Hierzu wird der bisherige Datensatz mit den neuen Daten kombiniert und auf Basis des kombinierten Datensatzes die Modellfunktion gemäß Gleichung (LXXIX) erneut angepasst. Für die Modellfunktion bei 80 °C, 95 % RH wäre nicht zwangsläufig eine Optimierung der Funktion notwendig, möglicherweise kann bei Betrachtung des kombinierten Datensatzes ein größerer x-Achsenabschnitt abgebildet werden. Bei dem bisherigen Vorgehen wurden diese identisch gewählt, da alle Modellfunktionen bei größeren x-Achsenabschnitten nicht mehr abgebildet werden konnten. Dadurch konnte allerdings auch keine physiko-chemisch sinnvolle Differenzierung der Alterungsbedingungen erfolgen. Im Folgenden werden daher die Funktionen beider Bedingungen optimiert. Die entsprechenden Parameter sind in Tabelle 5.31 und die Funktionen sowie experimentellen Daten in Abb. 5.70 dargestellt.

Tabelle 5.31: Ergebnisse der nichtlinearen Anpassung mithilfe der Software JMP® auf Basis von Gleichung (LXXIX) und unter Berücksichtigung der neuen Testserien für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“.

Bedingung	a	c	w_1	w_2
80 °C, 95 % RH	-17,8	0,00450	-0,329	99,4
60 °C, 95 % RH	-50,2	0,00593	-0,245	2261,3

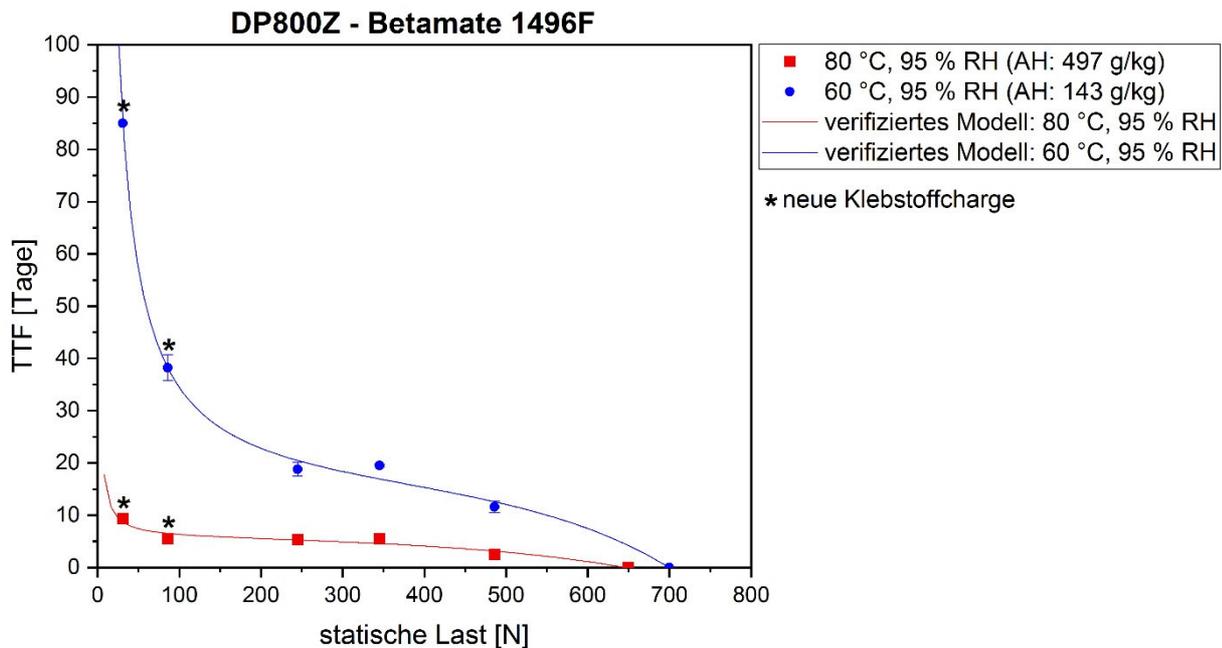


Abb. 5.70: Darstellung der Messwerte zur *TTF* (Punkte) in Abhängigkeit von der statischen Last und den Alterungsbedingungen für die Zugscherproben der Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ mit Messpunkten der neuen Testserie sowie der entsprechenden verifizierten Modellfunktionen.

Aus Abb. 5.70 geht hervor, dass die optimierten Modellfunktionen beider Bedingungen die experimentellen Daten nun auch im Bereich kleiner Lasten gut beschreiben. Weiterhin ist jetzt auch eine Differenzierung der beiden Funktionen anhand der x-Achsenabschnitte möglich. Bei der Bedingung 60 °C, 95 % RH liegt der x-Achsenabschnitt bei höheren Lasten als bei 80 °C, 95 % RH. Da die gesamte, durch experimentelle Daten gestützte, Modellfunktion der Bedingung 80 °C, 95 % RH unterhalb der Funktion von 60 °C, 95 % RH liegt, ist auch zu erwarten, dass bei 80 °C, 95 % RH eine geringere Last zum augenblicklichen Probenversagen führt als bei 60 °C, 95 % RH. Folglich steht diese Differenzierung der x-Achsenabschnitte auch im Einklang mit den Erwartungen.

5.3.6.2. Zugscherproben, Kombination Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F

Zur Verifikation der lastabhängigen Modellfunktionen für die Zugscherproben der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ wird in analog zum vorangegangenen Kapitel vorgegangen. Auch hier werden zwei neue Lasthorizonte festgelegt, die aus dem bereits getesteten, bisher niedrigsten Lasthorizont (259 N) durch Verringerung um den Faktor 2 (130 N) sowie um einen Faktor 4 (65 N). Die Ergebnisse der entsprechenden Zeitstandversuche sind in Tabelle 5.32 dargestellt.

Tabelle 5.32: Ermittelte Versagenszeiten (*TTF*) unter statischer Zugbelastung (65 N, 130 N) für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ bei verschiedenen klimatischen Bedingungen.

Bedingung	absolute Feuchtigkeit [g/kg]	<i>TTF</i> (65 N) [Tage]	<i>TTF</i> (130 N) [Tage]
60 °C, 95 % RH	143	> 112	5,5
80 °C, 95 % RH	497	> 112	42,5

Aus Tabelle 5.32 geht hervor, dass für den Lasthorizont von 65 N bei keiner der Bedingungen ein Versagen vor Ablauf des 16-wöchigen Auslagerungszeitraums zu verzeichnen war. Demnach sind für diesen Lasthorizont zunächst keine experimentellen Daten für die *TTF* vorhanden. Die Ergebnisse können allerdings dennoch für die Diskussion des Verlaufs der Modellfunktionen herangezogen werden. Die Versagenszeiten bei 130 N sind zusammen mit den bisherigen Ergebnissen und Modellfunktionen in Abb. 5.71 dargestellt.

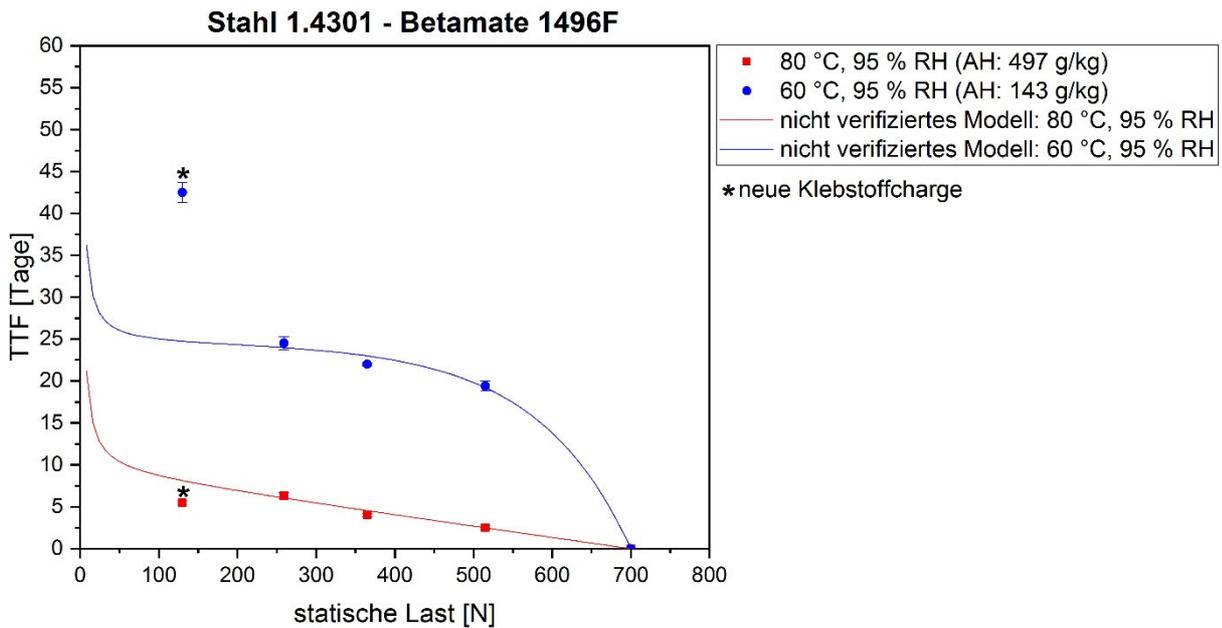


Abb. 5.71: Darstellung der Messwerte zur *TTF* (Punkte) in Abhängigkeit von der statischen Last und den Alterungsbedingungen für die Zugscherproben der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ mit Messpunkten der neuen Testserie sowie der entsprechenden, nicht verifizierten Modellfunktionen.

Abb. 5.71 zeigt, dass die Modellfunktion der Bedingung 60 °C, 95 % RH auch hier die Versagenszeit des neuen Lasthorizonts nicht beschreibt, während die Funktion bei 80 °C, 95 % RH auch den neuen Messpunkt beschreibt. Die hyperbolische Krümmung der Funktion bei 60 °C, 95 % RH setzt auch hier zur Beschreibung des neuen Messwerts zu spät ein. Die beiden Funktionen werden auch für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ erneut gemäß Gleichung (LXXIX) angepasst. Die entsprechenden Parameter sind in Tabelle 5.33 und die Funktionen sowie experimentellen Daten in Abb. 5.72 dargestellt.

Tabelle 5.33: Ergebnisse der nichtlinearen Anpassung mithilfe der Software JMP® auf Basis von Gleichung (LXXIX) und unter Berücksichtigung der neuen Testserien für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“.

Bedingung	<i>a</i>	<i>c</i>	<i>w</i> ₁	<i>w</i> ₂
80 °C, 95 % RH	-6,97	0,00282	-0,971	99,4
60 °C, 95 % RH	2,36 · 10 ⁹	0,00315	4,46 · 10 ⁻⁹	4079,8

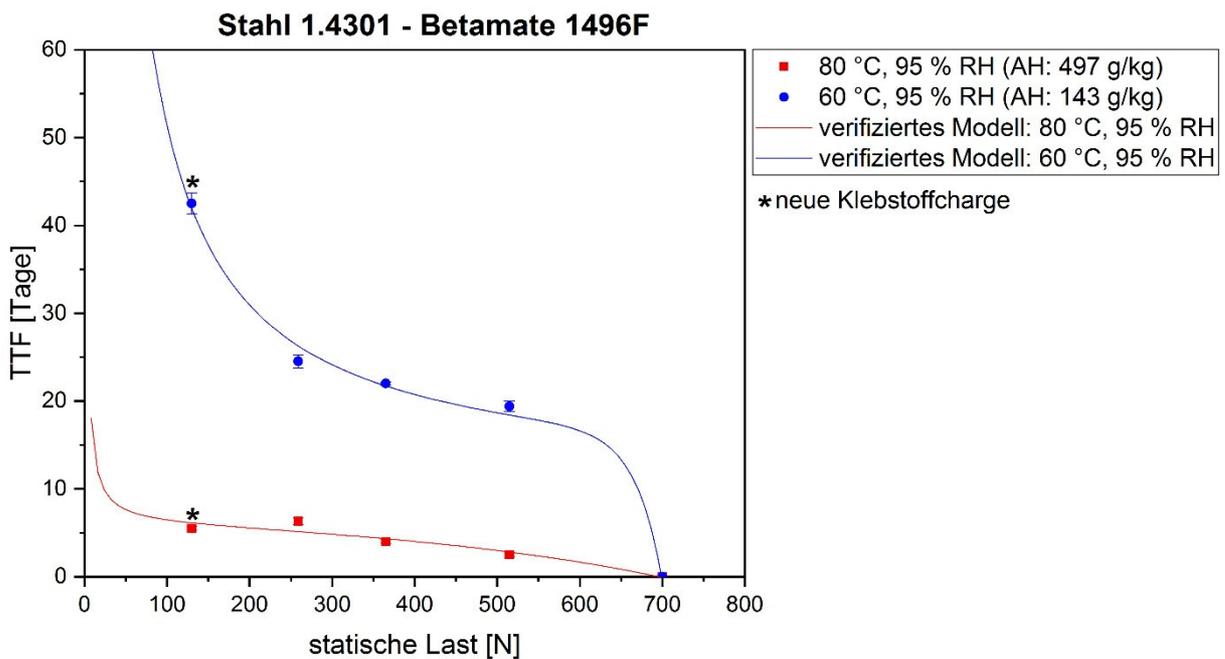


Abb. 5.72: Darstellung der Messwerte zur *TTF* (Punkte) in Abhängigkeit von der statischen Last und den Alterungsbedingungen für die Zugscherproben der Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ mit Messpunkten der neuen Testserie sowie der entsprechenden verifizierten Modellfunktionen.

Abb. 5.72 zeigt, dass die optimierten Modellfunktionen beider Bedingungen die Messpunkte der neuen Testserie beschreiben können. Eine Differenzierung der beiden Bedingungen anhand ihres x-Achsenabschnitt ist allerdings in diesem Fall nicht möglich. Weiterhin muss berücksichtigt werden, dass der tatsächliche Verlauf der Lastabhängigkeit im Bereich sehr kleiner Lasten (kleiner als die getesteten 130 N) für 80 °C, 95 % RH weiterhin fehlerbehaftet sein muss. Aus der neuen Testserie ist bekannt, dass bereits bei 65 N kein Versagen innerhalb von 16 Wochen zu verzeichnen ist. Durch die Modellfunktion wird für 65 N bei 80 °C, 95 % RH ein Versagen bereits nach wenigen Tagen prognostiziert. Demnach setzt die hyperbolische Krümmung der Modellfunktion bei 80 °C, 95 % RH erst bei zu kleinen Lasten ein. Zur weiteren Optimierung dieser Modellfunktion wären demnach noch weitere Testserien bei geringer Last notwendig.

6. Zusammenfassung und Schlussfolgerungen

6.1. Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurden systematische, zeitraffende Alterungsuntersuchungen bei vier unterschiedlichen Alterungsbedingungen für Zugscherproben und Substanz-Schulterproben in Abhängigkeit von Temperatur, Feuchtigkeit und mechanischer Beanspruchung durchgeführt. Dabei wurden Klebstoffe, Fügeteilwerkstoffe, Bedingungen für die zeitraffenden Alterungen sowie die Auslagerungszeiten so gewählt, dass über den gesamten Beobachtungszeitraum eine Schädigung der geklebten Verbindung anhand kontinuierlich verändernder mechanischer Parameter zu beobachten war. Aus dieser umfangreichen Datenbasis wurde eine zur exemplarischen Modellierung der Alterungsprogression geeignete Datenbasis ausgewählt. Die Modellierung wurde mithilfe der kommerziellen Software JMP® EDV-basiert durchgeführt.

Für die experimentelle Datenbasis von unbelastet gealterten Zugscherproben sowie unbelastet gealterten Substanz-Schulterproben war es möglich, die Modellierung auf Basis kontinuierlich verändernder mechanischer Parameter (Schubspannung, Zugspannung) im Rahmen eines zerstörenden Degradationstests durchzuführen. Da die Software JMP® für eine solche Datenbasis die Modellierung von nur einem Einflussparameter vorsieht, wurden zunächst Einzelfunktionen für Temperatur- und Feuchtigkeitsabhängigkeit der Alterungsprogression entwickelt. Anschließend wurden die Einzelfunktionen gemäß den Modellen nach EYRING und PECK kombiniert und unter anderem mittels Kreuzvalidierung auf ihre Eignung zur Beschreibung der experimentellen Daten überprüft. Da die Schädigungsfunktionen auf Basis von EYRING die Messwerte der Standardbedingungen konservativer beschreiben, wurde die exemplarische Prognose der Sicherheitskennwerte (Versagenswahrscheinlichkeit, Sicherheitsindex) auf deren Basis durchgeführt.

Die Modellierung der Alterungsprogression von Zugscherproben, die unter mechanischer Belastung gealtert wurden, konnte hingegen nicht auf Basis kontinuierlich verändernder mechanischer Parameter durchgeführt werden. Insbesondere bei den Alterungskonditionen mit hoher Feuchtigkeit versagten die Proben bereits vor dem ersten Prüfzeitpunkt, wodurch keine mechanischen Parameter über die Auslagerungszeit erfasst werden konnten. Nach weiterführenden Untersuchungen mithilfe von Zeitstandversuchen konnte allerdings die Zeit

bis zum Versagen (TTF) der Proben zur Modellierung verwendet werden. Für die Zugscherproben, die unter mechanischer Belastung gealtert wurden, wurde die Modellierung demnach auf Basis der temperatur-, feuchtigkeits- und lastabhängigen TTF durchgeführt. Zunächst wurden hierzu die dominierenden Effekteinflüsse untersucht. Dabei zeigte sich folgender Trend: Bis zu einem bestimmten Grenzwert der absoluten Feuchtigkeit ist die TTF in erster Linie abhängig von der Feuchtigkeit. Nach Überschreiten dieses Grenzwertes ergibt sich eine völlig andere Effektzusammensetzung. Der Feuchtigkeitseinfluss ist dann nachrangig und die TTF in erster Linie abhängig von Temperatur und Last. Für die Bedingungen mit hoher absoluter Feuchtigkeit, also nach Überschreiten des Grenzwertes, konnten Einzelfunktionen für Temperatur-, Feuchtigkeits- und Lastabhängigkeit der TTF entwickelt werden. Die Modellierung von Temperatur- und Feuchtigkeitseinfluss wurde auf Basis des ARRHENIUS-Modells durchgeführt. Die Lastabhängigkeit der TTF wurde mithilfe von zwei Annahmen zum Verhalten der geklebten Verbindungen unter Einbeziehung der Grenzbereiche mit einer eigens entwickelten Funktionsgleichung modelliert und anschließend exemplarisch mit einer neuen Testserie verifiziert.

Zusammenfassend kann demnach festgestellt werden, dass die Entwicklung einer kombinierten Schädigungsfunktion in Abhängigkeit von Temperatur und absoluter Feuchtigkeit für unbelastet gealterte Proben mithilfe einer kommerziellen Software durchgeführt werden konnte. Diese kombinierte Schädigungsfunktion konnte in einem nächsten Schritt zur Prognose von Sicherheitskennwerten für einen exemplarischen benutzerdefinierten Anwendungsfall herangezogen werden. Für Zugscherproben, die unter mechanischer Belastung gealtert wurden, ergab sich ein differenziertes Bild. Aufgrund der sehr inhomogenen Datenbasis war – ohne eine Fallunterscheidung - keine Modellierung mithilfe einer kommerziellen Software möglich. Nach Analyse der Effektzusammensetzung war es allerdings möglich, mithilfe einer Fallunterscheidung Einzelfunktionen für die Temperatur-, Feuchtigkeits- und Lastabhängigkeit zu entwickeln.

6.2. Schlussfolgerungen

Aus den Ergebnissen konnten die folgenden Erkenntnisse gewonnen werden:

- Es konnte gezeigt werden, dass auf Basis systematischer, zeitraffender Alterungsuntersuchungen geklebter Verbindungen unter Verwendung kommerzieller Software die Entwicklung von temperatur-, feuchtigkeits- und lastabhängigen Schädigungsfunktionen zur Beschreibung des Alterungsverhaltens bei einer benutzerdefinierten Bedingung möglich ist.
- Für Proben, die ohne mechanische Belastung gealtert wurden, können mithilfe der Software JMP® zunächst Einzelfunktionen für Temperaturabhängigkeit bzw. Feuchtigkeitsabhängigkeit einer Zielgröße entwickelt und anschließend nach dem Vorbild etablierter Modelle (z. B. ARRHENIUS, PECK) kombiniert werden.
- Sofern die geklebten Verbindungen ohne mechanische Belastung gealtert werden, kann für einen benutzerdefinierten Anwendungsfall auf Basis der entwickelten temperatur- und feuchtigkeitsabhängigen Schädigungsfunktionen und der experimentellen Datenbasis eine Prognose von Sicherheitskennwerten erfolgen.
- Die Alterung der in dieser Arbeit verwendeten geklebten Verbindungen unter kombiniertem Temperatur-, Feuchtigkeits- und Lasteinfluss hat eine sehr inhomogene experimentelle Datenbasis zur Folge. Es wird eine Totaldelamination vor dem ersten Prüfzeitpunkt von Proben beobachtet, die unter Bedingungen mit hoher absoluter Feuchtigkeit ausgelagert wurden. Im Gegensatz dazu ist keine signifikante Veränderung der mechanischen Parameter für Proben zu beobachten, die bei niedrigen absoluten Feuchten gealtert wurden. Dadurch ist es – ohne Fallunterscheidung – nicht möglich eine Modellierung der gesamten Datenbasis durchzuführen. Mithilfe der Analyse der Effektzusammensetzung ist es allerdings unter Verwendung einer Fallunterscheidung möglich, Einzelfunktionen für die Temperatur-, Feuchtigkeits- und Lastabhängigkeit zu entwickeln.

Somit konnte in dieser Arbeit erfolgreich ein Vorgehen zur temperatur-, feuchtigkeits- sowie lastabhängigen Modellierung des Alterungsverhaltens geklebter Verbindungen entwickelt werden. Eine solche Schädigungsfunktion ermöglicht das Verhindern eines vorzeitigen Versagens geklebter Verbindungen, eine Steigerung der Zuverlässigkeit von Klebungen sowie eine Minimierung des Materialeinsatzes für die Konstruktion entsprechender Bauteile.

7. Tabellenverzeichnis

Tabelle 2.1: Klassen für Schadensfolgen gemäß DIN EN 1990 [69].....	33
Tabelle 2.2: Empfehlungen für Mindestwerte des Sicherheitsindex β gemäß DIN EN 1990 [69].....	34
Tabelle 4.1: Technische Daten der Klebstoffe gemäß den jeweiligen Herstellerangaben [8], [80], [81].....	36
Tabelle 4.2: Technische Daten der Stahllegierung 1.4301 gemäß DIN EN 10088-3 [85] sowie des feuerverzinkten Dualphasenstahls HCT780X gemäß Herstellerangabe [86].....	37
Tabelle 4.3: Matrix zur Kombination der Füge­teilwerkstoffe und Klebstoffe.	38
Tabelle 5.1: Bruchflächen der Zugscherproben in Abhängigkeit von der Alterungsexposition sowie der Auslagerungszeit für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“.....	49
Tabelle 5.2: Bruchflächen der Zugscherproben in Abhängigkeit von der Alterungsexposition sowie der Auslagerungszeit für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“.....	53
Tabelle 5.3: Bruchflächen der Zugscherproben in Abhängigkeit von der Alterungsexposition sowie der Auslagerungszeit für die Kombination „DP800Z – SikaForce®-7888“.....	57
Tabelle 5.4: Bruchflächen der Zugscherproben in Abhängigkeit von der Alterungsexposition sowie der Auslagerungszeit für die Kombination „Stahl 1.4301 – SikaForce®-7888“.....	61
Tabelle 5.5: Bruchflächen der Zugscherproben in Abhängigkeit von der Oberflächenvorbehandlung mit Haftvermittlerapplikation für die Kombinationen „Stahl 1.4301 – SikaForce®-7888“ und „DP800Z – SikaForce®-7888“.....	64
Tabelle 5.6: Bruchflächen der Zugscherproben in Abhängigkeit von der Alterungsexposition sowie der Auslagerungszeit für die Kombination „DP800Z + KTL – Körapur® 666“.....	68
Tabelle 5.7: Bruchflächen der Zugscherproben für 23 °C, 50 % RH und 80 °C, 0 % RH in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“, statische Zuglast: 345 N.....	71
Tabelle 5.8: Bruchflächen der Zugscherproben für 60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“, statische Zuglast: 345 N.....	71

Tabelle 5.9: Ermittelte Versagenszeiten (<i>TTF</i>) unter statischer Zugbelastung (345 N) für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ bei verschiedenen klimatischen Bedingungen.	72
Tabelle 5.10: Ermittelte Versagenszeiten (<i>TTF</i>) unter statischer Zugbelastung (245 N, 345 N, 486 N) für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ bei verschiedenen klimatischen Bedingungen.	75
Tabelle 5.11: Bruchflächen der Zugscherproben für 23 °C, 50 % RH und 80 °C, 0 % RH in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“, statische Zuglast: 365 N.	78
Tabelle 5.12: Bruchflächen der Zugscherproben für 60 °C, 95 % RH und 80 °C, 95 % RH in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit für die Kombination „Stahl 1.4301 - Betamate® 1496F“, statische Zuglast: 365 N.	79
Tabelle 5.13: Ermittelte Versagenszeiten (<i>TTF</i>) unter statischer Zugbelastung (365 N) für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ bei verschiedenen klimatischen Bedingungen.	79
Tabelle 5.14: Ermittelte Versagenszeiten (<i>TTF</i>) unter statischer Zugbelastung (259 N, 365 N, 515 N) für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ bei verschiedenen klimatischen Bedingungen.	81
Tabelle 5.15: Absolute Feuchtigkeit in Abhängigkeit von den klimatischen Bedingungen. .	100
Tabelle 5.16: Parameterwerte und Güteparameter der temperaturabhängigen Modellfunktion (gemäß Abb. 5.39) in Abhängigkeit von den nicht zur Modellbildung berücksichtigen Werten. (Nicht berücksichtigte Werte aus der Alterungsbedingung 60 °C, 95 % RH).	117
Tabelle 5.17: Parameterwerte und Güteparameter der temperaturabhängigen Modellfunktion (gemäß Abb. 5.39) in Abhängigkeit von den nicht zur Modellbildung berücksichtigen Werten. (Nicht berücksichtigte Werte aus der Alterungsbedingung 80 °C, 95 % RH).	118
Tabelle 5.18: Parameterwerte und Güteparameter der feuchtigkeitsabhängigen Modellfunktion (gemäß Abb. 5.40) in Abhängigkeit von den nicht zur Modellbildung berücksichtigen Werten. (Nicht berücksichtigte Werte aus der Alterungsbedingung 23 °C, 50 % RH, 9 g/kg AH).	120
Tabelle 5.19: Parameterwerte und Güteparameter der feuchtigkeitsabhängigen Modellfunktion (gemäß Abb. 5.40) in Abhängigkeit von den nicht zur Modellbildung berücksichtigen Werten. (Nicht berücksichtigte Werte aus der Alterungsbedingung 80 °C, 0 % RH, 0 g/kg AH).	121

Tabelle 5.20: Parameterwerte und Güteparameter der feuchtigkeitsabhängigen Modellfunktion (gemäß Abb. 5.40) in Abhängigkeit von den nicht zur Modellbildung berücksichtigten Werten. (Nicht berücksichtigte Werte aus der Alterungsbedingung 60 °C, 95 % RH, 143 g/kg AH).....	122
Tabelle 5.21: Parameterwerte und Güteparameter der feuchtigkeitsabhängigen Modellfunktion (gemäß Abb. 5.40) in Abhängigkeit von den nicht zur Modellbildung berücksichtigten Werten. (Nicht berücksichtigte Werte aus der Alterungsbedingung 80 °C, 95 % RH, 497 g/kg AH).....	123
Tabelle 5.22: Versagenswahrscheinlichkeiten nach 12-wöchiger Auslagerung bei den verschiedenen Alterungsbedingungen für die Kombinationen „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ sowie „DP800Z – Betamate® 1496F“ (Versagensgrenze bei beiden Kombinationen bezüglich der maximalen Schubspannung: 14 MPa).....	130
Tabelle 5.23: Sicherheitsindices gemäß CORNELL nach 12-wöchiger Auslagerung bei den verschiedenen Alterungsbedingungen für die Kombinationen „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ sowie „DP800Z – Betamate® 1496F“ ($\mu E = 5$ MPa, $\sigma E = 0$ MPa) ..	131
Tabelle 5.24: Versagenswahrscheinlichkeiten nach 12-wöchiger Auslagerung bei den verschiedenen Alterungsbedingungen für den Klebstoff SikaForce®-7888 (Versagensgrenze: 14 MPa).....	132
Tabelle 5.25: Sicherheitsindices gemäß CORNELL nach 12-wöchiger Auslagerung bei den verschiedenen Alterungsbedingungen für den Klebstoff SikaForce®-7888 ($\mu E = 5$ MPa, $\sigma E = 0$ MPa).	133
Tabelle 5.26: Prognostizierte Versagenswahrscheinlichkeiten PV und Sicherheitsindices β gemäß CORNELL nach 52-wöchiger Auslagerung bei 23 °C, 50 % RH für die Kombinationen „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ bzw. „DP800Z – Betamate® 1496F“ (Versagensgrenze bzgl. τ_{max} : 14 MPa, $\mu E = 5$ MPa, $\sigma E = 0$ MPa).....	138
Tabelle 5.27: Prognostizierte Versagenswahrscheinlichkeit PV und Sicherheitsindex β gemäß CORNELL nach 52-wöchiger Auslagerung bei 23 °C, 50 % RH für den Klebstoff SikaForce®-7888 (Versagensgrenze bzgl. σ_{max} : 14 MPa, $\mu E = 5$ MPa, $\sigma E = 0$ MPa).	140
Tabelle 5.28: Ergebnisse der nichtlinearen Anpassung mithilfe der Software JMP® auf Basis von Gleichung (LXXIX) für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“.....	161
Tabelle 5.29: Ergebnisse der nichtlinearen Anpassung mithilfe der Software JMP® auf Basis von Gleichung (LXXIX) für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“.....	164

Tabelle 5.30: Ermittelte Versagenszeiten (*TTF*) unter statischer Zugbelastung (31 N, 86 N) für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ bei verschiedenen klimatischen Bedingungen..... 166

Tabelle 5.31: Ergebnisse der nichtlinearen Anpassung mithilfe der Software JMP® auf Basis von Gleichung (*LXXIX*) und unter Berücksichtigung der neuen Testserien für die Kombination „DP800Z – Betamate® 1496F“ 168

Tabelle 5.32: Ermittelte Versagenszeiten (*TTF*) unter statischer Zugbelastung (65 N, 130 N) für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ bei verschiedenen klimatischen Bedingungen..... 169

Tabelle 5.33: Ergebnisse der nichtlinearen Anpassung mithilfe der Software JMP® auf Basis von Gleichung (*LXXIX*) und unter Berücksichtigung der neuen Testserien für die Kombination „Stahl 1.4301 – Betamate® 1496F“ 170

8. Literaturverzeichnis

- [1] DIN Deutsches Institut für Normung e.V., *Klebstoffe - Benennungen und Definitionen (DIN EN 923)*. 2016.
- [2] G. Habenicht, *Kleben - Grundlagen, Technologien, Anwendungen*, 5. Aufl. Berlin Heidelberg: Springer, 2006.
- [3] W. Brockmann, P. L. Geiß, J. Klingen, K. B. Schröder, *Klebtechnik: Klebstoffe, Anwendungen und Verfahren*. Weinheim: Wiley-VCH, 2005.
- [4] G. Habenicht, *Kleben - erfolgreich und fehlerfrei*, 4. Aufl. Wiesbaden: Friedr. Vieweg & Sohn Verlag, GWV Fachwerkverlage GmbH, 2006.
- [5] B. Müller, W. Rath, *Formulierung von Kleb- und Dichtstoffen: das kompetente Buch für Studium und Praxis*. Hannover: Vincentz Network, 2004.
- [6] H. Stepanski, M. Leimenstoll, *Polyurethan-Klebstoffe: Unterschiede und Gemeinsamkeiten*. Wiesbaden: Springer, 2016.
- [7] H. Kleimann, "Polyurethan-Schaumstoffe", *Chemie unserer Zeit*, Bd. 5, Nr. 3, S. 78–81, 1971.
- [8] Dow Automotive AG, "Betamate 1496V, Technisches Datenblatt", 2002.
- [9] D. Symietz, A. Lutz, "Strukturklebstoffe", in *Strukturkleben im Fahrzeugbau - Eigenschaften, Anwendungen und Leistungsfähigkeit eines neuen Fügeverfahrens*, München: Bibliothek der Technik 291, verlag moderne industrie, 2006, S. 26–43.
- [10] H. Liu, G. Wang, Y. Mai, Y. Zeng, "On fracture toughness of nano-particle modified epoxy", *Composites Part B*, Bd. 42, Nr. 8, S. 2170–2175, 2011.
- [11] M. Abadyan, R. Bagheri, M. A. Kouchakzadeh, "Fracture Toughness of a Hybrid-Rubber-Modified Epoxy . I . Synergistic Toughening", *J. Appl. Polym. Sci.*, Bd. 125, S. 2467–2475, 2012.
- [12] DIN Deutsches Institut für Normung e.V., *Begriffe auf dem Gebiet der Alterung von Materialien - Polymere Werkstoffe (DIN 50035)*. 2012.
- [13] M. R. Bowditch, "The durability of adhesive joints in the presence of water", *Int. J. Adhes. Adhes.*, Bd. 16, Nr. 2, S. 73–79, 1996.
- [14] W. Brockmann, "Das Langzeitverhalten von Metallklebverbindungen", *Zeitschrift für Werkstofftechnik*, Bd. 8, Nr. 8, S. 259–267, 1977.
- [15] E. M. Knox, M. J. Cowling, "Durability aspects of adhesively bonded thick adherend lap shear joints", *Int. J. Adhes. Adhes.*, Bd. 20, Nr. 4, S. 323–331, 2000.

- [16] O. Hahn, X. S. Yi, "Untersuchungen zurn Sorptions-, Desorptions- und Quellungsverhalten von Klebstoffen", *Zeitschrift für Werkstofftechnik*, Bd. 18, S. 55–66, 1987.
- [17] DIN Deutsches Institut für Normung e. V., *Thermische Analyse, Differenzthermoanalyse, Grundlagen (DIN 51007)*. 1994.
- [18] E. Regio, M. Wobst, "Chemisch-mineralische Untersuchungsmethoden zur Schadensanalyse", in *Baustoff und Konstruktion - Festschrift zum 60. Geburtstag von Harald Budelmann*, R. Nothnagel, H. Twelmeier, Hrsg. Berlin Heidelberg: Springer Vieweg, 2013, S. 203–212.
- [19] A. Einstein, "Über die von der molekularkinetischen Theorie der Wärme geforderte Bewegung von in ruhenden Flüssigkeiten suspendierten Teilchen", *Ann. Phys.*, Bd. 17, S. 549–560, 1905.
- [20] M. Fernández-García, M. Y. M. Chiang, "Effect of Hygrothermal Aging History on Sorption Process, Swelling, and Glass Transition Temperature in a Particle-Filled Epoxy-Based Adhesive", *J. Appl. Polym. Sci.*, Bd. 84, Nr. 8, S. 1581–1591, 2002.
- [21] E. Schollmeyer, M. Sodnik, H. Herlinger, "Zum Selbstdiffusionskoeffizienten des Wassers im Polymer (Feststoff)-Wasser-System", *Colloid Polym. Sci.*, Bd. 254, Nr. 11, S. 951–956, 1976.
- [22] H. J. V. Tyrrell, "The Origin and Present Status of Fick's Diffusion Law", *J. Chem. Educ.*, Bd. 41, Nr. 7, S. 397–400, 1964.
- [23] K. Krynicky, C. D. Green, D. W. Sawyer, "Pressure and Temperature Dependence of Self-diffusion in Water", *Faraday Discuss. Chem. Soc.*, Bd. 66, S. 199–208, 1978.
- [24] W. D. Callister, D. G. Rethwisch, "Polymere: Eigenschaften, Verarbeitung und Verwendung", in *Materialwissenschaften und Werkstofftechnik - Eine Einführung*, 1. Aufl., M. Scheffler, Hrsg. Weinheim: Wiley-VCH, 2013, S. 523–531.
- [25] A. J. Kinloch, "Interfacial Fracture Mechanical Aspects of Adhesive Bonded Joints — A Review", *J. Adhes.*, Bd. 10, Nr. 3, S. 193–219, 1979.
- [26] P. L. Geiß, D. Vogt, "Assessment and prediction of mechanical long-term properties of adhesives with high plasticity", *J. Adhes. Sci. Technol.*, Bd. 19, Nr. 15, S. 1291–1303, 2005.
- [27] P. L. Geiß, M. Schumann, "Creep Load Conditions", in *Handbook of Adhesion Technology*, 2. Aufl., L. F. M. da Silva, A. Oechsner, R. D. Adams, Hrsg. Berlin Heidelberg: Springer, 2011, S. 875–902.
- [28] A. Matting, *Metallkleben: Grundlagen Technologie Prüfung Verhalten Berechnung Anwendungen*. Berlin Heidelberg: Springer, 1969.

- [29] R. Bürgel, H. J. Maier, T. Niendorf, *Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik: Grundlagen, Werkstoffbeanspruchungen, Hochtemperaturlegierungen und -beschichtungen*, 4. Aufl. Vieweg + Teubner Verlag, Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH, 2011.
- [30] L. A. Escobar, W. Q. Meeker, "A Review of Accelerated Test Models", *Stat. Sci.*, Bd. 21, Nr. 4, S. 552–577, 2006.
- [31] J. W. McPherson, *Reliability Physics and Engineering: Time-To-Failure Modeling*. New York Dordrecht Heidelberg London: Springer, 2010.
- [32] K. J. Laidler, "The Development of the Arrhenius Equation", *J. Chem. Educ.*, Bd. 61, Nr. 6, S. 494–498, 1984.
- [33] S. Gladstone, K. J. Laidler, H. Eyring, *The Theory of Rate Processes: The Kinetics of Chemical Reactions, Viscosity, Diffusion and Electrochemical Phenomena*. New York: McGraw-Hill Book Co. Inc, 1941.
- [34] H. Eyring, S. H. Lin, S. M. Lin, *Basic Chemical Kinetics*. New York: Wiley, 1980.
- [35] G. Boccaletti, F. R. Borri, F. D'Esponosa, E. Ghio, "Accelerated tests", in *Microelectronic Reliability 2. Integrity Assessment and Assurance*, E. Pollino, Hrsg. Norwood: Artech House, 1989.
- [36] D. J. Klinger, "On the Notion of Activation Energy in Reliability : Arrhenius , Eyring , and Thermodynamics", Proceeding Paper, *Annual Reliability and Maintainability Symposium*, Florida, 29.-31. Januar, 1991.
- [37] W. Nelson, *Accelerated Testing: Statistical Models, Test Plans and Data Analysis*. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 1990.
- [38] A. L. Hartzell, M. G. da Silva, H. R. Shea, *MEMS Reliability*. New York Dordrecht Heidelberg London: Springer, 2011.
- [39] W. Li, R. Feng, "Highly Accelerated Life Test for the Reliability Assessment of the Lead-Free SMT Mainboard", Proceeding Paper, *Microsystems, Packaging, Assembly Conference*, Taiwan, 15.-20. Oktober, 2006.
- [40] D. Kececioglu, *Reliability & Life Testing Handbook, Volume 2*. USA: DEStech Publications Inc., 2002.
- [41] W. Schultz, S. Gottesfeld, "Frequently asked questions about PEM reliability", Conference Paper, *Florida LOG'98 with PEM Consortium Conference*, Florida, 6.-7. Februar, 1998.
- [42] H. Caruso, A. Dasgupta, "A Fundamental Overview of Accelerated -Testing - Analytic Models", *J. IEST*, Bd. 41, Nr. 1, S. 16–20, 1998.

- [43] K. Eden, H. Gebhard, *Dokumentation in der Mess- und Prüftechnik: Messen - Auswerten - Darstellen - Protokolle - Berichte - Präsentationen*, 2. Aufl. Wiesbaden: Springer, 2014.
- [44] H.-J. Gudladt, I. Bazios, "Verwendung von statistischen Grundlagen für die Lebensdauervorhersage bei schwingender Beanspruchung", *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, Bd. 29, Nr. 4, S. 154–162, 1998.
- [45] DIN Deutsches Institut für Normung e.V., *Statistische Auswertungen - Teil 1: Kontinuierliche Merkmale (DIN 53804-1)*. 2002.
- [46] S. A. Frömmel, "Untersuchungen zum mechanischen Verhalten von Klebverbindungen unter Berücksichtigung von Grenzflächendefekten", Dissertation, Universität der Bundeswehr München, 2013.
- [47] N. Schmitz, *Vorlesungen über Wahrscheinlichkeitstheorie*. Stuttgart: Teubner, 1996.
- [48] A. B. Kesel, M. M. Junge, W. Nachtigall, *Einführung in die angewandte Statistik für Biowissenschaftler*. Basel: Springer.
- [49] H. J. Trampisch, J. Windeler, B. Ehle, S. Lange, *Medizinische Statistik*, 2. Aufl., H. J. Trampisch, J. Windeler, Hrsg. Berlin Heidelberg New York: Springer, 2000.
- [50] E. Macherauch, H.-W. Zoch, *Praktikum in Werkstoffkunde - 91 ausführliche Versuche aus wichtigen Gebieten der Werkstofftechnik*, 11. Aufl. Vieweg + Teubner Verlag, Springer Fachmedien Wiesbaden GmbH, 2011.
- [51] M. N. Sharif, M. Nazrul, "The Weibull Distribution as a General Model for Forecasting Technological Change", *Technol. Forecast. Soc.*, Bd. 18, Nr. 3, S. 247–256, 1981.
- [52] K. Staupendahl, "Modellierung der Überlebenswahrscheinlichkeit von Waldbeständen mithilfe der neu parametrisierten Weibull-Funktion", *forstarchiv*, Bd. 82, Nr. 1, S. 10–19, 2011.
- [53] A. Y. C. Nee, B. Song, S.-K. Ong, *Re-engineering Manufacturing for Sustainability - Proceedings of the 20th CIRP International Conference on Life Cycle Engineering, Singapore 17.-19. April, 2013*. Singapore Heidelberg New York Dordrecht London: Springer, 2013.
- [54] M. Feindt, U. Kerzel, *Prognosen bewerten - Statistische Grundlagen und praktische Tipps*. Berlin Heidelberg: Springer Gabler, 2015.
- [55] G. Teschl, S. Teschl, "Spezielle stetige Verteilungen", in *Mathematik für Informatiker - Band 2: Analysis und Statistik*, 3. Aufl., Berlin Heidelberg: Springer Vieweg, 2014, S. 325–346.
- [56] R. Remmert, G. Schumacher, "Die Gammafunktion", in *Funktionentheorie 2*, 3. Aufl., Berlin Heidelberg: Springer, 2007, S. 36–46.

- [57] M. Kühlmeyer, *Statistische Auswertungsmethoden für Ingenieure*. Berlin Heidelberg: Springer, 2001.
- [58] G. Kemnitz, *Test und Verlässlichkeit von Rechnern*. Berlin Heidelberg: Springer, 2007.
- [59] G. Siebert, *Entwurf und Bemessung von tragenden Bauteilen aus Glas*. Berlin: Ernst & Sohn, 2001.
- [60] B. Bertsche, G. Lechner, *Zuverlässigkeit im Maschinenbau - Ermittlung von Bauteil- und System-Zuverlässigkeiten*. Berlin Heidelberg: Springer, 1990.
- [61] C. U. Ronniger, "Zuverlässigkeitsanalyse mit Weibull in Entwicklung und Serie", *ATZ-Automobiltechnische Zeitschrift*, Bd. 101, Nr. 11, S. 942–949, 1999.
- [62] C. F. Dormann, I. Kühn, *Angewandte Statistik für die biologischen Wissenschaften*, 2. Aufl. Helmholtz Zentrum für Umweltforschung-UFZ, 2009.
- [63] G. E. P. Box, D. R. Cox, "An Analysis of Transformations", *J. R. Stat. Soc.*, Bd. 26, Nr. 2, S. 211–252, 1964.
- [64] T. Arens, F. Hettlich, C. Karpfinger, U. Kockelkorn, K. Lichtenegger, H. Stachel, *Mathematik*, 3. Aufl. Berlin Heidelberg: Springer, 2015.
- [65] K. Ulrich, *Einführung in die Wahrscheinlichkeitstheorie und Statistik*, 8. Aufl. Wiesbaden: Friedr. Vieweg & Sohn Verlag, GWV Fachwerkverlage GmbH, 2005.
- [66] *Konvention zum Schutze der Menschenrechte und Grundfreiheiten vom 04.11.1950; Ratifizierung durch die Bundesrepublik Deutschland am 05.12.1952; veröffentlicht in BGBl. 1952 II, S. 685; BGBl. 2002 II, S. 1054. In Kraft getreten am 03.09.1953.*
- [67] *Art. 1 Grundgesetz für die Bundesrepublik Deutschland in der im Bundesgesetzblatt Teil III, Gliederungsnummer 100-1, veröffentlichten bereinigten Fassung, zuletzt durch Artikel 1 des Gesetzes vom 13.07.2017 (BGBl. I S. 2347) geändert.*
- [68] *Produktsicherheitsgesetz vom 8.11.2011 (BGBl. I S. 2178, 2179; 2012 I S. 131), durch Artikel 435 der Verordnung vom 31.08.2015 (BGBl. I S. 1474) geändert.*
- [69] DIN Deutsches Institut für Normung e.V., *Eurocode: Grundlagen der Tragwerksplanung (DIN EN 1990)*. 2010.
- [70] O. Klingmüller, U. Bourgund, *Sicherheit und Risiko im Konstruktiven Ingenieurbau*. Braunschweig Wiesbaden: Friedr. Vieweg & Sohn Verlagsgesellschaft mbH, 1992.
- [71] G. Franz, E. Hampe, K. Schäfer, *Konstruktionslehre des Stahlbetons - Band II: Tragwerke - Teil B: Entstehen und Bestehen der Bauwerke*, 2. Aufl. Berlin Heidelberg New York London Paris Tokyo Hong Kong Barcelona Budapest: Springer, 1991.

- [72] W. Jäger, G. Marzahn, *Mauerwerk - Bemessung nach DIN 1053-100*. Berlin: Ernst & Sohn, 2010.
- [73] K.-W. Bieger, K.-P. Groß, H. Hamfler, L. Heusingner, J. Lierse, H.-U. Litzner, A. Pardey, M. Ringkamp, J. Roth, T. Ruge, *Stahlbeton- und Spannbetontragwerke nach Eurocode 2 - Erläuterungen und Anwendungen*, 2. Aufl., K.-W. Bieger, Hrsg. Berlin Heidelberg: Springer, 1995.
- [74] G. Spaethe, "Die Berechnung der Versagenswahrscheinlichkeit einfacher Tragwerke unter statischer Belastung", *Technische Mechanik I*, Bd. 1, Nr. 1, S. 27–32, 1980.
- [75] G. Spaethe, *Die Sicherheit tragender Baukonstruktionen*, 2. Aufl. Wien New York: Springer, 1992.
- [76] W. Graße, "Zuverlässigkeitskonzept (Teil II)", in *1. Dresdner Probabilistik-Symposium - Sicherheit und Risiko im Bauwesen*, 2. Aufl., Dresden: Dirk Proske Verlag, 2006, S. 33–51.
- [77] A. M. Fischer, "Bestimmung modifizierter Teilsicherheitsbeiwerte zur semiprobabilistischen Bemessung von Stahlbetonkonstruktionen im Bestand", Dissertation, Technische Universität Kaiserslautern, 2010.
- [78] H. Xu, "Ein konsistentes Sicherheitskonzept für Verbundträger", Dissertation, Technische Universität Darmstadt, 2003.
- [79] H. C. Poehls, "Entwicklung der Handelsschiffstypen und ihres Entwurfs", in *100 Jahre Schiffbautechnische Gesellschaft*, Berlin Heidelberg: Springer, 1999, S. 36–47.
- [80] Sika Automotive GmbH, "SikaForce-7888 L10, Provisorisches Produktdatenblatt", 2010.
- [81] Kömmerling Chemische Fabrik GmbH, "Körapur 666, Produktinformationen", 2009.
- [82] DIN Deutsches Institut für Normung e.V., *Kunststoffe - Bestimmung der Zugeigenschaften - Teil 1: Allgemeine Grundsätze (DIN EN ISO 527-1)*. 2012.
- [83] DIN Deutsches Institut für Normung e.V., *Klebstoffe - Bestimmung der Zugscherfestigkeit von Überlappungsklebung (DIN EN 1465)*. 2009.
- [84] EMW Stahl Service GmbH, "Feuerverzinktes Feinblech", 13.07.2016. [Online]. http://www.emw-stahl-service.de/fileadmin/redakteur/EMW/DOWNLOAD/PDFs_Einzelseiten/Katalog-05-11/Feuerverzinktes-Feinblech-EMW.pdf.
- [85] DIN Deutsches Institut für Normung e.V., *Nichtrostende Stähle - Teil 3: Technische Lieferbedingungen für Halbzeug, Stäbe, Walzdraht, gezogenen Draht, Profile und Blankstahlerzeugnisse aus korrosionsbeständigen Stählen für allgemeine Verwendung (DIN EN 10088-3)*. 2014.

- [86] voestalpine Steel Divison, "Dualphasen-Stähle: Datenblatt", 2017.
- [87] DIN Deutsches Institut für Normung e.V., *Strukturklebstoffe - Bestimmung des Scherverhaltens struktureller Klebungen - Teil 2: Scherprüfung für dicke Füge­teile (DIN EN 14869-2)*. 2011.
- [88] DIN Deutsches Institut für Normung e.V., *Kunststoffe - Bestimmung der Zugeigenschaften - Teil 2: Prüfbedingungen für Form- und Extrusionsmassen (DIN EN ISO 527-2)*. 2012.
- [89] R. Friedland, "Alterungsprogression in Klebverbunden unter mechanischer und klimatischer Beanspruchung", Dissertation, Technische Universität Kaiserslautern, 2015.
- [90] DVS Deutscher Verband für Schweißen und verwandte Verfahren e.V., *Kleben im Karosseriebau: Bewertung von Bruchbildern (Richtlinie DVS 3302)*. 2018.
- [91] K. Aho, D. Derryberry, T. Peterson, "Model selection for ecologists : the worldviews of AIC and BIC", *Ecology*, Bd. 95, Nr. 3, S. 631–636, 2014.
- [92] K. R. Burnham, D. R. Anderson, "Multimodel Inference Understanding AIC and BIC in Model Selection", *Sociol. Method. Res.*, Bd. 33, Nr. 2, S. 261–304, 2004.
- [93] J. E. Cavanaugh, "Unifying the derivations for the Akaike and corrected Akaike information criteria", *Stat. Probabil. Lett.*, Bd. 33, Nr. 2, S. 201–208, 1997.
- [94] T. Gerberich, "Modellverifikation und -validierung", in *Lean oder MES in der Automobilzulieferindustrie - Ein Vorgehensmodell zur fallspezifischen Auswahl*, 1. Aufl., Wiesbaden: Springer Gabler, 2011, S. 359–390.
- [95] J. Kuhlmann, "Ausgewählte Verfahren der Holdout- und Kreuzvalidierung", in *Methodik der empirischen Forschung*, 3. Aufl., S. Albers, D. Klapper, U. Konradt, A. Walter, J. Wolf, Hrsg. Wiesbaden: Springer Gabler, 2009, S. 539–546.
- [96] D. M. Hawkins, "The Problem of Overfitting", *J. Chem. Inf. Comp. Sci.*, Bd. 44, Nr. 1, S. 1–12, 2004.
- [97] V. M. P. Van der Aalst, V. Rubin, H. M. W. Verbeeker, B. F. van Dongen, E. Kindler, C. W. Günther, "Process mining : a two-step approach to balance between underfitting and overfitting", *Softw. Syst. Model.*, Bd. 9, S. 87–111, 2010.
- [98] S. Arlot, A. Celisse, "A survey of cross-validation procedures for model selection", *Statist. Surv.*, Bd. 4, S. 40–79, 2010.
- [99] J. Schwarz, L. Imhof, H. Petry, "Vergleichbarkeit von ergebnisorientiertem Pflegeassessment (ePA _ AC) und Erweitertem Barthel Index (EBI)", *Neurol. Rehabil.*, Bd. 20, Nr. 1, S. 24–30, 2014.

- [100] J. Cohen, *Statistical power analysis for the behavioral sciences*, 2. Aufl. New York: Lawrence Erlbaum Associates, 1988.
- [101] G. M. Sullivan, R. Feinn, “Using Effect Size—or Why the P Value Is Not Enough”, *Journal of Graduate Medical Education*, Bd. 4, Nr. 3, S. 279–282, 2012.
- [102] M. Borenstein, “Effect sizes for continuous data”, in *The Handbook of Research Synthesis and Meta-Analysis*, 2. Aufl., H. Cooper, L. V. Hedge, J. C. Valentine, Hrsg. New York: Russell Sage Foundation, 2009, S. 221–236.

9. Studentische Arbeiten mit Bezug zur Dissertation

- P. Morgenstern, *Alterungsbeständigkeit von Klebungen mit feuerverzinkten und korrosionsbeständigen Stahlhalbzeugen*, Masterarbeit, Arbeitsgruppe Werkstoff- und Oberflächentechnik Kaiserslautern (AWOK), Technische Universität Kaiserslautern, 2016.
- M. Meiners, *Charakterisierung der Alterungsbeständigkeit geklebter Verbindungen anhand von Zugscherproben*, Masterarbeit, Arbeitsgruppe Werkstoff- und Oberflächentechnik Kaiserslautern (AWOK), Technische Universität Kaiserslautern, 2017.
- M. Bachmann, *Tragfähigkeit und Sicherheit elementar geklebter Verbindungen des Fahrzeugbaus unter Einwirkung betriebsbedingter Einflüsse*, Masterarbeit, Arbeitsgruppe Werkstoff- und Oberflächentechnik Kaiserslautern (AWOK), Technische Universität Kaiserslautern, 2018.
- S. Ringer, *Charakterisierung der Alterungsbeständigkeit von Klebstoffen anhand von Substanz-Schulterproben*, Studienarbeit, Arbeitsgruppe Werkstoff- und Oberflächentechnik Kaiserslautern (AWOK), Technische Universität Kaiserslautern, 2018.
- S. Ringer, *Experimentelle Untersuchung der Tragfähigkeit und Sicherheit elementar geklebter Verbindungen anhand von zeitraffenden Alterungsverfahren*, Diplomarbeit, Arbeitsgruppe Werkstoff- und Oberflächentechnik Kaiserslautern (AWOK), Technische Universität Kaiserslautern, 2019.

10. Publikationen

10.1. Vorträge

- K. Groß, P.L. Geiß, *Lifetime prediction and safety of adhesively bonded joints under detrimental service conditions*, 12th European Adhesion Conference and 4th Luso-Brazilian Conference, September 5-7 2018, Lisbon, Portugal.
- K. Groß, P.L. Geiß, *Tragfähigkeit und Sicherheit unter Einwirkung betriebsbedingter Einflüsse auf elementar geklebte Strukturen – Eco-Operation*, 18. Kolloquium „Gemeinsame Forschung in der Klebtechnik“, 27.-28. Februar 2018, Köln.
- K. Groß, P.L. Geiß, *Zeitraffende Alterung und Sicherheitsprognose geklebter Verbindungen*, 16. Praxisseminar Kleben, 24. Januar 2018, Jena.
- K. Groß, P.L. Geiß, *Tragfähigkeit und Sicherheit unter Einwirkung betriebsbedingter Einflüsse auf elementar geklebte Strukturen – Eco-Operation*, 17. Kolloquium „Gemeinsame Forschung in der Klebtechnik“, 14.-15. Februar 2017, Köln.

10.2. Veröffentlichungen in referierten Fachjournalen

- K. Groß, P.L. Geiß (2018): *Safety of adhesively bonded joints under detrimental service conditions*, Applied Adhesion Science, Bd. 6, Nr. 4, DOI: 10.1186/s40563-018-0105-4.

11. Lebenslauf

Persönliche Angaben

Name: Katja Groß
Geburtsort: Neunkirchen
Staatsangehörigkeit: deutsch



Wissenschaftliche Tätigkeiten

seit 06/2016 wissenschaftliche Mitarbeiterin/Doktorandin
Arbeitsgruppe Werkstoff- und Oberflächentechnik Kaiserslautern (AWOK), Technische Universität Kaiserslautern

03/2015 bis 06/2016 wissenschaftliche Hilfskraft
Leibniz Institut für Neue Materialien, Saarbrücken

10/2013 bis 12/2014 wissenschaftliche Hilfskraft
Lehrstuhl für Physikalische Chemie, Universität des Saarlandes, Saarbrücken

Schul- und Berufsausbildung

10/2013 bis 12/2015 Studium der Materialchemie
Universität des Saarlandes, Saarbrücken
Abschluss: Master of Science

10/2010 bis 08/2013 Studium der Chemie
Universität des Saarlandes, Saarbrücken
Abschluss: Bachelor of Science

08/2002 bis 06/2010 Allgemeine Hochschulreife
Gymnasium am Krebsberg, Neunkirchen