

DIN 54458**DIN**

ICS 83.180

**Strukturklebstoffe –
Bestimmung des Fließ- und Applikationsverhaltens von
viskoelastischen Klebstoffen mit Hilfe der Oszillationsrheometrie**

Structural adhesives –

Determination of the flowability and application behaviour of viscoelastic adhesives using the oscillation rheometry

Adhésifs structuraux –

Détermination de l'attitude du fluage et de l'application des adhésifs viscoélastiques avec la méthode de la rhéologie oscillométrique

Gesamtumfang 17 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Inhalt

Seite

Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Symbole und Einheiten	10
5 Prüfverfahren	10
5.1 Allgemeines	10
5.2 Messprinzip	10
5.3 Standardprüfung	11
5.4 Erweiterte Prüfung	11
6 Prüfeinrichtungen	12
6.1 Oszillationsrheometer	12
6.2 Messsystem	12
6.3 Temperierung	13
6.4 Inertisierung	13
7 Probennahme und Probenvorbereitung	13
8 Durchführung	14
8.1 Allgemeines	14
8.2 Einstellparameter	14
8.3 Standardprüfung	14
8.4 Erweiterte Prüfung	14
9 Auswertung	15
10 Prüfbericht	16
Literaturhinweise	17

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-04-55 AA „Prüfung von Konstruktionsklebstoffen, -klebeverbindungen und Kernverbunden“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. Das DIN [und/oder] DKE sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

SICHERHEITSHINWEIS — Anwender dieser Norm müssen mit üblicher Laborpraxis vertraut sein. Die Norm kann nicht alle Sicherheitsprobleme ansprechen, die mit ihrer Anwendung verbunden sein können. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders, Maßnahmen für den Arbeits- und Gesundheitsschutz festzulegen und deren Übereinstimmung mit den europäischen und nationalen Regelungen sicherzustellen.

UMWELTSCHUTZHINWEIS — Die in dieser Norm zugelassenen Materialien können negative Auswirkungen auf die Umwelt haben. Sobald der technologische Fortschritt zu besseren Alternativen zu diesen Materialien führt, werden sie soweit wie möglich aus der Norm entfernt. Am Ende der Prüfung muss der Anwender für eine geeignete Entsorgung des Abfalls entsprechend den regionalen Bedingungen Sorge tragen.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Messverfahren zur Charakterisierung der rheologischen Eigenschaften von Konstruktionsklebstoffen mit Hilfe der Oszillationsrheometrie fest. Der Vorteil der Methode gegenüber Rotationsmessungen liegt in der Auftrennung von elastischen und viskosen Materialeigenschaften. Dadurch sind genauere Informationen über das Fließverhalten der Stoffe zugänglich, die zu einem besseren Verständnis ihrer Verarbeitungseigenschaften führen.

Das beschriebene Verfahren eignet sich insbesondere für gefüllte und pastöse Klebstoffe. Diese werden im industriellen Einsatz häufig unter Verwendung automatisierter Pump- und Auftragssysteme verarbeitet und müssen in ihren Fließeigenschaften präzise eingestellt sein. Da das rheologische Verhalten ungehärteter Klebstoffe meist unabhängig von ihren Eigenschaften im ausgehärteten Zustand ist, kann die Norm auch zur Untersuchung nicht-struktureller Klebstoffe dienen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 1342-1, *Viskosität — Teil 1: Rheologische Begriffe*

DIN 53019-1, *Viskosimetrie — Messung von Viskositäten und Fließkurven mit Rotationsviskosimetern — Teil 1: Grundlagen und Messgeometrie*

DIN 53019-2, *Viskosimetrie — Messung von Viskositäten und Fließkurven mit Rotationsviskosimetern — Teil 2: Viskosimeterkalibrierung und Ermittlung der Messunsicherheit*

DIN EN 923, *Klebstoffe — Benennungen und Definitionen*

DIN EN ISO 14678, *Klebstoffe — Bestimmung des Widerstandes gegen Fließen (Sagging)*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN 53019-1, DIN 53019-2, DIN EN 923 und DIN 1342-1 und die folgenden Begriffe.

3.1

Deformation

γ
Verhältnis von Auslenkung s zu Plattenabstand bzw. Spaltweite H einer zwischen zwei Platten befindlichen Probe bei linearer Auslenkung der oberen Platte gemäß dem Tangens des Auslenkwinkels φ (siehe Bild 1)

$$\gamma = \frac{s}{H} = \tan \varphi \quad (1)$$

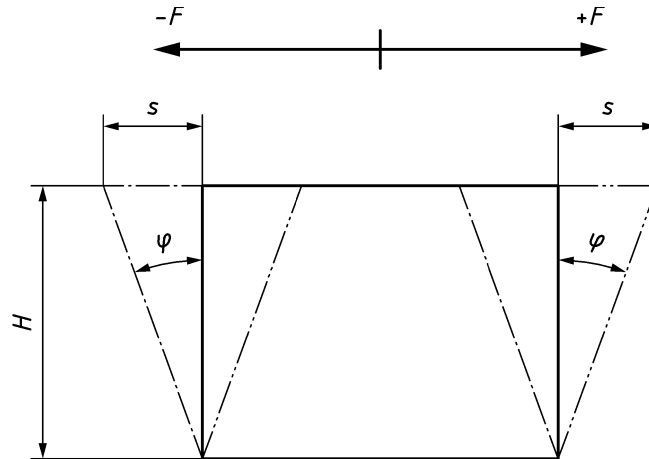


Bild 1 — Auslenkung s und Auslenkwinkel φ der Messprobe im Scherspalt H [1]

Anmerkung 1 zum Begriff: Für eine kreisförmige Auslenkung im Platte/Platte-Messsystem eines Rheometers gilt diese Beziehung nur für ein infinitesimales Flächenelement. Die Auslenkung ist hier vom Abstand zur Drehachse abhängig und somit innerhalb des Scherspalts uneinheitlich. Man bezieht den Deformationswert deshalb meist auf den Plattenrand (d. h. auf $r_{\max}$), manchmal auch auf einen mittleren Abstand zur Drehachse (z. B. $2/3 r_{\max}$). In dieser Norm wird der Plattenrand als Bezugswert verwendet (wie in DIN 53019-1 empfohlen). Bei einem Kegel/Platte-System ist die Deformation aufgrund der nach außen hin zunehmenden Spaltweite im gesamten Scherspalt konstant.

3.2

Deformationsfunktion

mathematische Darstellung der sinusförmigen Veränderung der Deformation bei Oszillationsversuchen mit geregelter Deformation

$$\gamma(t) = \gamma_A \sin(\omega t) \quad (2)$$

Dabei ist

- $\gamma(t)$ die Deformation zum Zeitpunkt t ;
- γ_A die maximale Deformation (Deformationsamplitude);
- f die Frequenz, in Hz;
- ω die Kreisfrequenz, in rad/s, mit $\omega = 2 \pi f$.

3.3

Schubspannungsfunktion

zur Deformation phasenverschobene Sinusfunktion der Schubspannung als Antwort einer im Scherspalt befindlichen Probe (siehe Bild 2)

$$\tau(t) = \tau_A \sin(\omega t + \delta) \quad (3)$$

Dabei ist

- $\tau(t)$ die Schubspannung zum Zeitpunkt t ;
- τ_A die maximale Schubspannung (Schubspannungsamplitude);
- f die Frequenz, in Hz;
- ω die Kreisfrequenz, in rad/s, mit $\omega = 2 \pi f$;
- δ die Phasenverschiebung (Verlustwinkel).

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei ideal-elastischem Verhalten (nach Hooke) beträgt der Verlustwinkel $\delta = 0^\circ$, d. h. Deformation und Schubspannung sind stets in gleicher Phase. Maximale Schubspannung wird bei maximaler Deformation gemessen. Bei ideal-viskosem Verhalten (nach Newton) beträgt der Verlustwinkel $\delta = 90^\circ$, d. h. die Schubspannungskurve eilt der Deformationskurve um 90° voraus. Hier resultiert die maximale Schubspannung bei Deformation Null, d. h. bei größter Winkelgeschwindigkeit des Messkörpers.

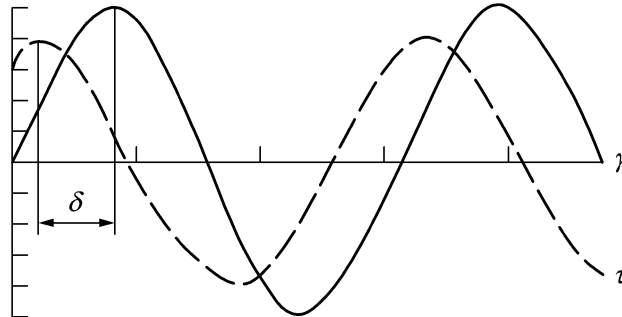


Bild 2 — Deformations- und Schubspannungsfunktion beim Oszillationsversuch [1]

3.4

Speichermodul

G'

berechnet aus der während der Deformation reversibel gespeicherten Energie, die nach dem Ende des Deformationsvorgangs vollständig für eine Rückdeformation zur Verfügung steht

$$G' = \frac{\tau_A}{\gamma_A} \cos \delta \quad (4)$$

Dabei ist

τ_A die maximale Schubspannung (Schubspannungsamplitude);

γ_A die maximale Deformation (Deformationsamplitude);

δ die Phasenverschiebung (Verlustwinkel).

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Speichermodul ist ein Maß für das elastische Verhalten einer Substanz und beschreibt eine typische Festkörpereigenschaft.

3.5

Verlustmodul

G''

berechnet aus der während der Deformation irreversibel verbrauchten Energie, die nicht mehr für eine Rückdeformation zur Verfügung steht sondern als Wärme an die Umgebung dissipiert wird

$$G'' = \frac{\tau_A}{\gamma_A} \sin \delta \quad (5)$$

Dabei ist

τ_A die maximale Schubspannung (Schubspannungsamplitude);

γ_A die maximale Deformation (Deformationsamplitude);

δ die Phasenverschiebung (Verlustwinkel).

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Verlustmodul ist ein Maß für das viskose Verhalten einer Substanz und beschreibt eine typische Flüssigkeitseigenschaft.