



Bayer MaterialScience

***Untersuchung der Oberflächen- und
Grenzflächenbeschaffenheit von Flacheisen
(einschließlich Haftvermittler)***

Das grundsätzliche Problem der Größen- und Zeitskala

**Oberflächen-
Charakterisierung** erfolgt
oft an speziellen
Versuchskörpern – im
Labor und nicht in der
Praxis-Umgebung – und
typisch im Bereich von
einigen μm^2 bis mm^2



Oberflächenprobleme treten
in der Praxis eher im Bereich
> 1 cm^2 auf – und oft auch nur
sporadisch in Ort und Zeit

**Daraus ergibt sich die Fragestellung, in wie weit die zu
Verfügung gestellten Muster geeignet sind, für die Praxis
relevante Aussagen abzuleiten?**

INHALT

- ◆ **Mikroskopaufnahmen, Flacheisen**
 - ◆ Vergrößerung 75 x
 - ◆ Vergrößerung 300 x, Oberflächenprofil

- ◆ **Rauigkeitsparameter, Flacheisen**
 - ◆ aus Mikroskopaufnahmen
 - ◆ mit dem Micro-Prof-Gerät (Messung bei BTS)
 - ◆ mit dem Tastschnittverfahren (Perthometer Mahr M2)

- ◆ **Festkörper-Oberflächenspannungen, Flacheisen**

- ◆ **ATR-FTIR-Spektroskopie der geprimerten Flacheisen**

Untersuchte Proben: Flacheisen (ohne Vulkollan)

- 1.a) Flacheisen ST37 unbehandelt
- 1.b) Flacheisen + MEK
- 1.c) Flacheisen + MEK + Strahlen (30 μ)
- 1.d) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft
- 1.e) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK
- 1.f) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (getr.)
- 1.g) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (30', 100°C) *
- 1.h) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (24h, 180°C) **

- 2.a) Flacheisen ST37 unbehandelt
- 2.b) Flacheisen + Strahlen (30 μ)
- 2.c) Flacheisen + Strahlen + Luft
- 2.d) Flacheisen + Strahlen + Luft + MEK

* handschriftliche Bezeichnung auf Tüte 1.g I

** handschriftliche Bezeichnung auf Tüte 1.g II

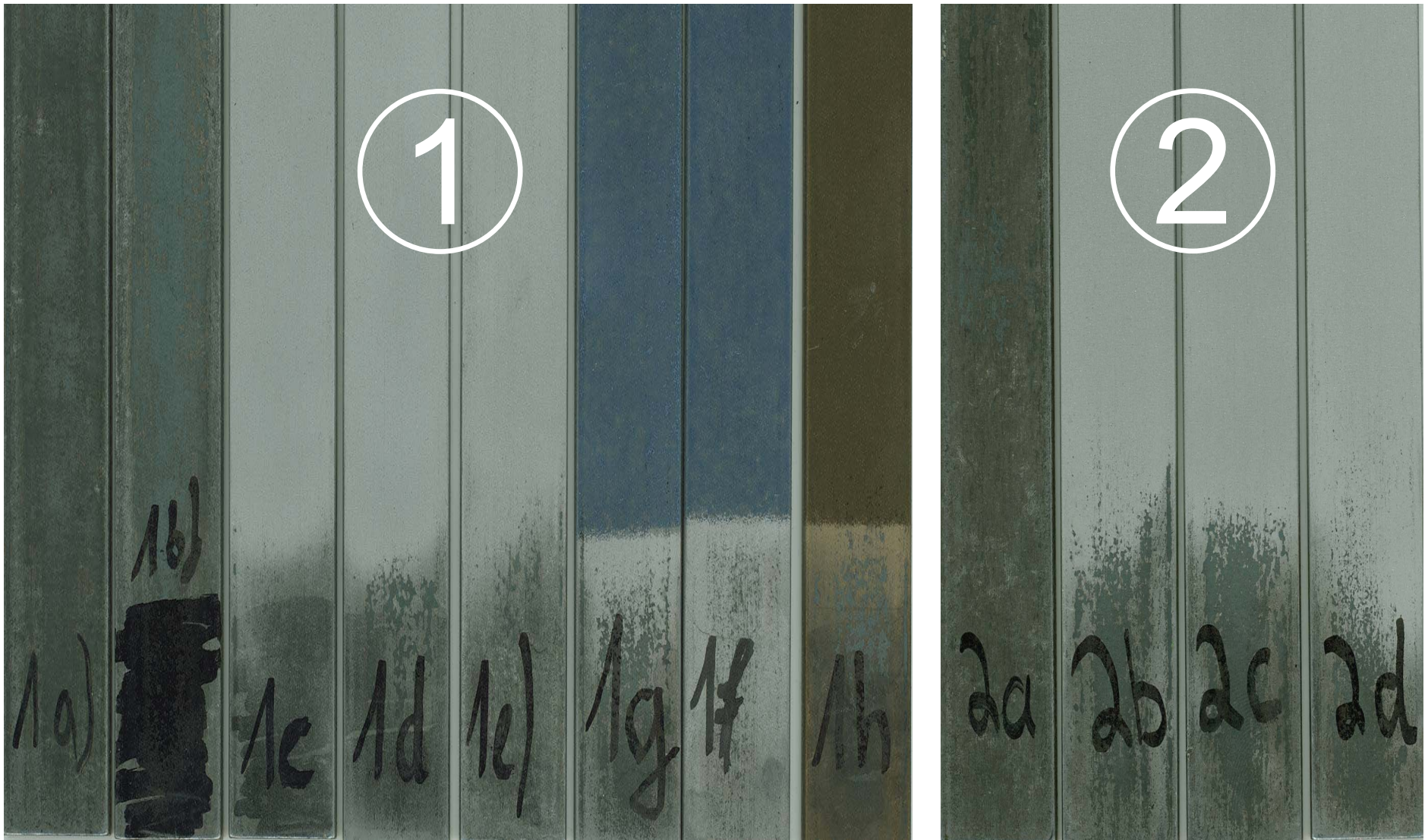
Angaben der Räder Hersteller zur Rauigkeit nach dem Strahlen: Rz = 30 \pm 5 μ m

Schichtdicke der Haftvermittlerschicht: 20 – 25 μ m an einem nicht gestrahlten Dummy gemessen

Maße der Flacheisen: ca. 3 x 20 cm²



Probenserie



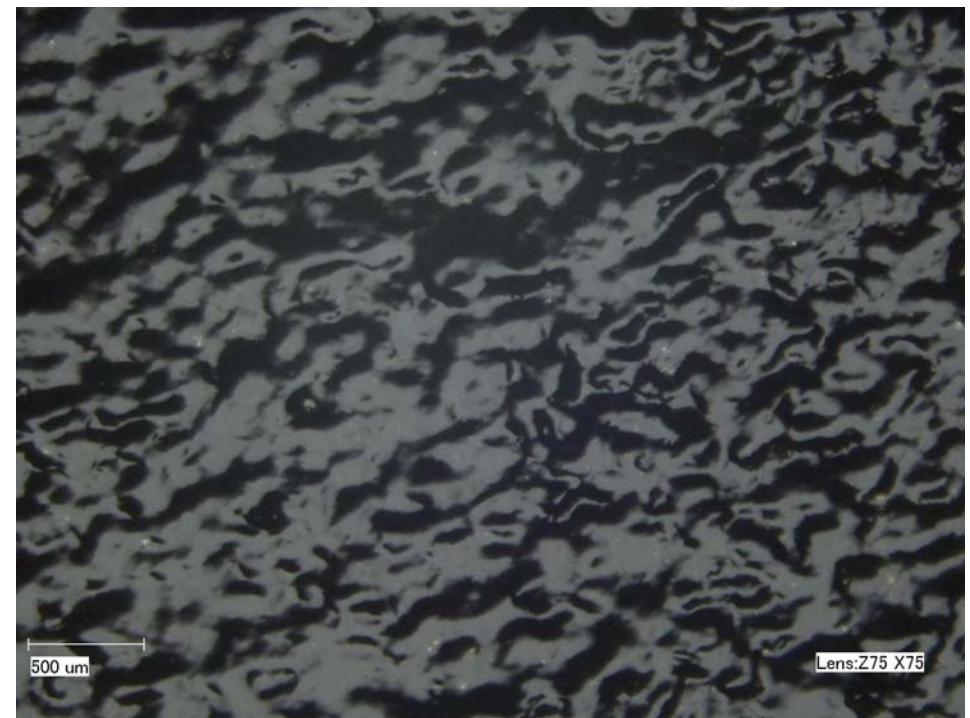
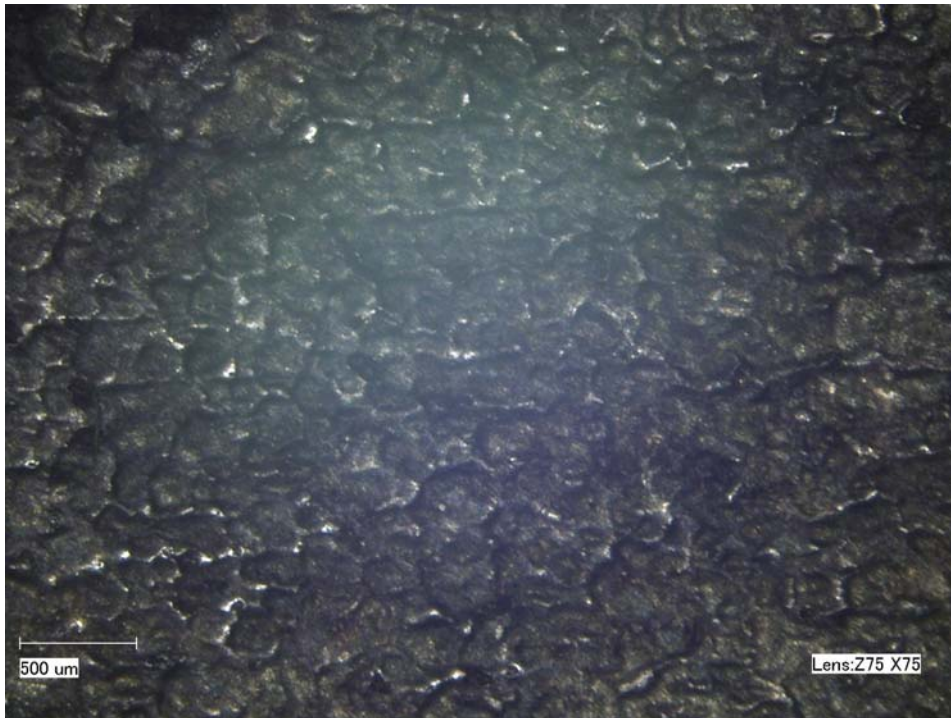
Keyence-Digitalmikroskop VHX-600

- ◆ Schnelle, für digitale Weiterverarbeitung optimierte Bilderfassung
- ◆ 2,1 Megapixel CCD (bis 54 Megapixel durch Reglerelektronik)
- ◆ Telezoom-Objektiv 25-175 fache Vergrößerung
- ◆ HD Zoom-Objektiv 75-750 fache Vergrößerung
- ◆ Hochauflösendes Zoom-Objektiv 500-5000 fache Vergrößerung
- ◆ Vergrößerung der Schärfentiefe durch elektronische Überlagerung von Bildern aus unterschiedlichen Fokusebenen (Motorfokusstativ)
- ◆ Falschfarbendarstellung von Oberflächenprofilen
- ◆ Messung und Ausgabe von Profildaten entlang Profillinien
- ◆ Excel-basierte Berechnung von Rauigkeitsparametern aufgrund der Linienprofile



Digitalmikroskopie der Oberflächen

Vergrößerung: 75 x

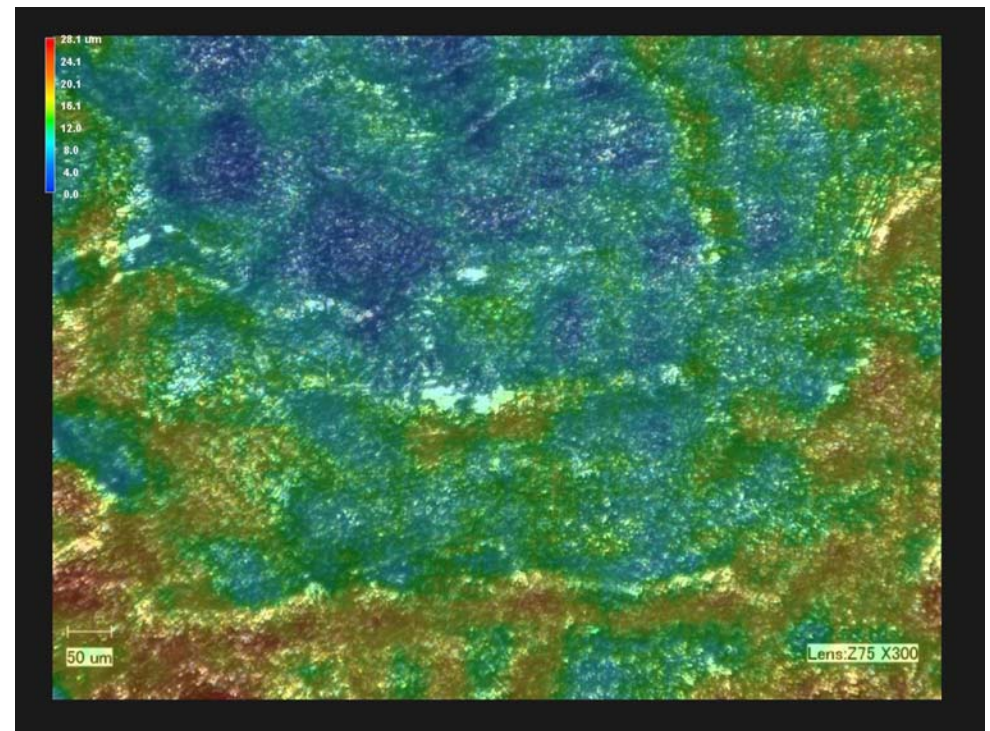
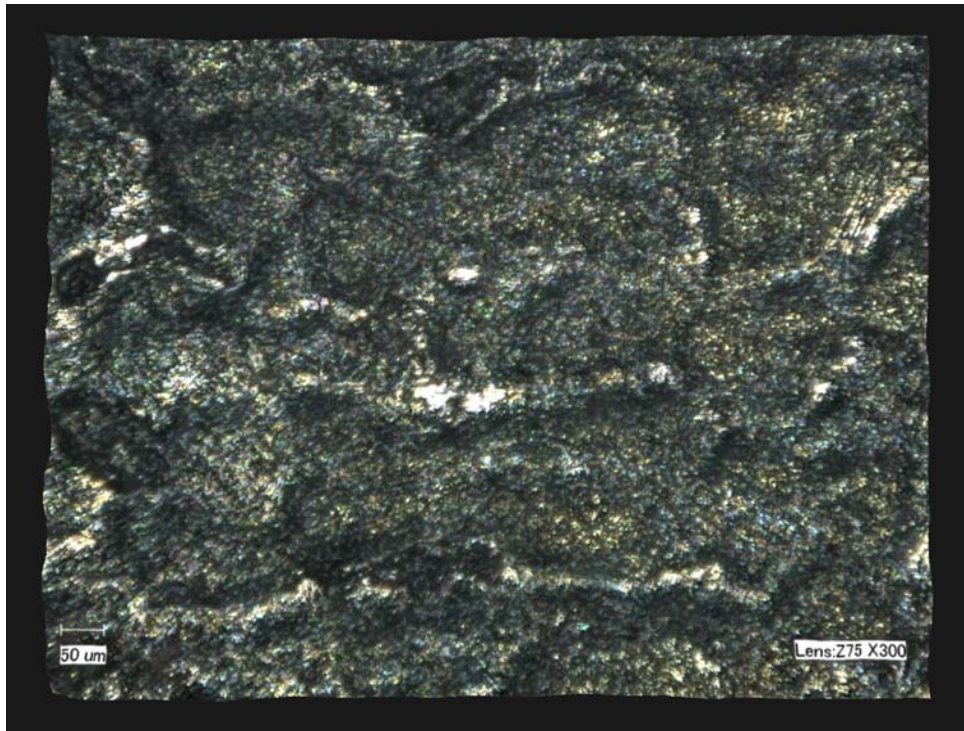


***Beispiel: Probe 1a 75-Fach
Flacheisen ST37 unbehandelt***

***Beispiel: Probe 1g2 (h) 75-Fach
+ MEK + Strahlen + Luft + MEK
+ Primer (24h, 180°C)***

Digitalmikroskopie der Oberflächen

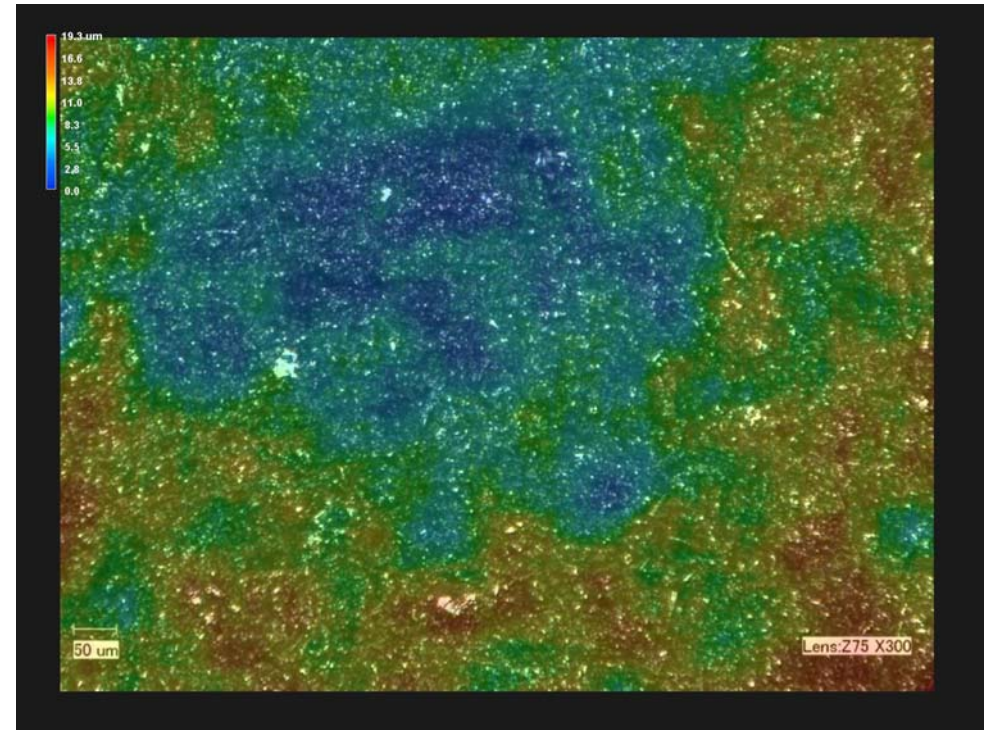
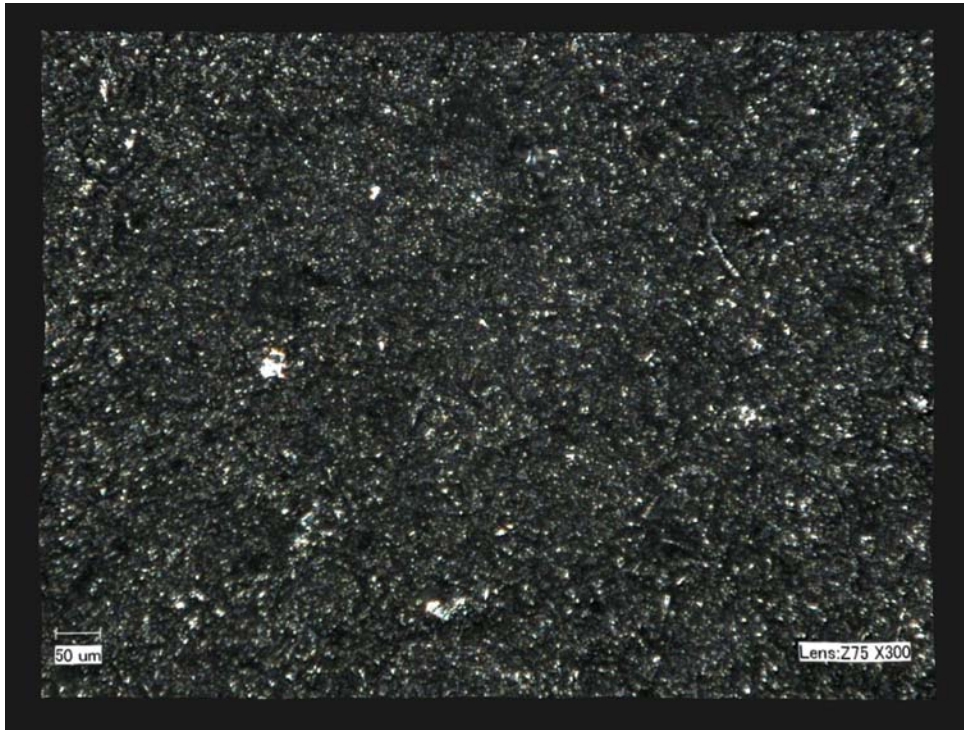
Vergrößerung: 300 x (3D – Aufsicht + Profil)



Beispiel: Probe 1a Profil
Flacheisen ST37 unbehandelt

Digitalmikroskopie der Oberflächen

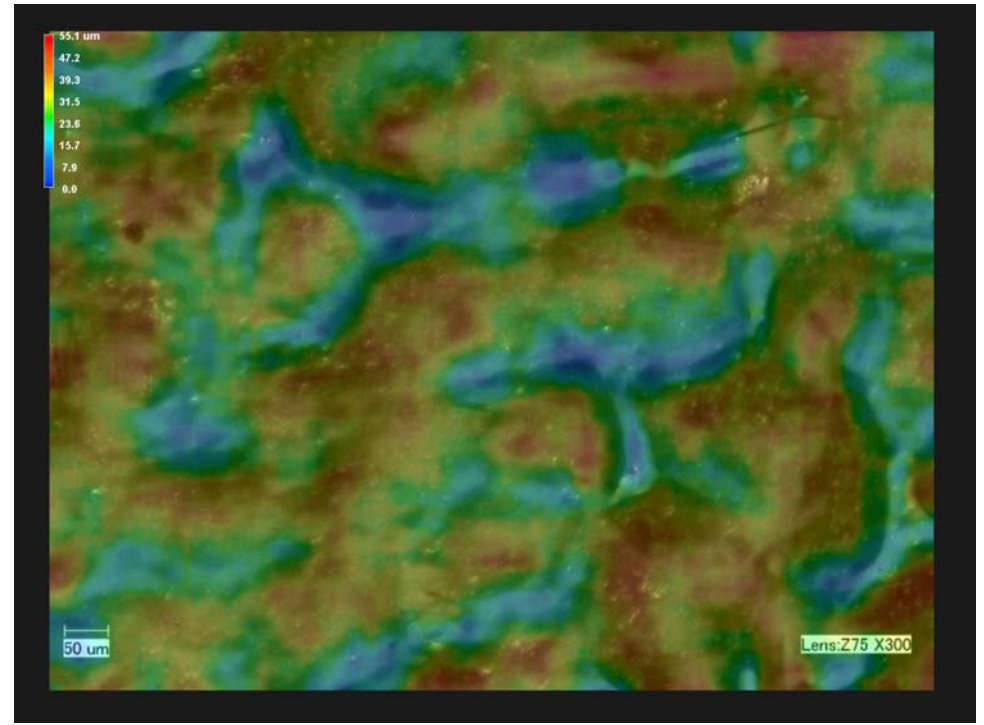
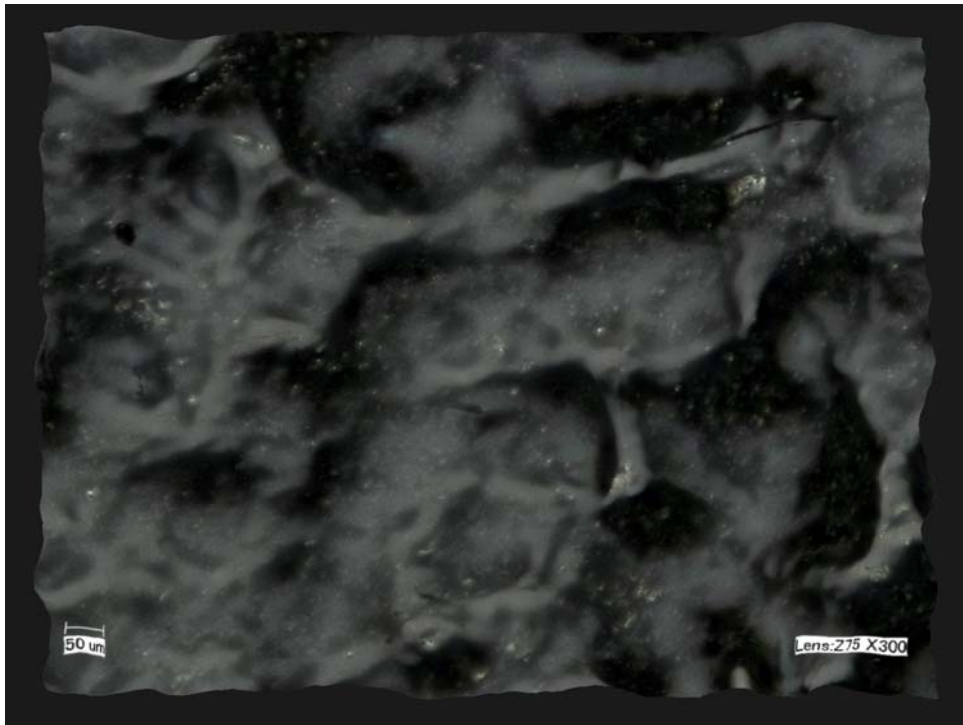
Vergrößerung: 300 x (3D – Aufsicht + Profil)



***Beispiel: Probe 1c Profil
+ MEK + Strahlen (30μ)***

Digitalmikroskopie der Oberflächen

Vergrößerung: 300 x (3D – Aufsicht + Profil)



***Beispiel: Probe 1g2 (h) Profil
+ MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (24h, 180°C)***

FAZIT Mikroskopaufnahmen

- ◆ Die Flacheisen der Serie 1 und der Serie 2 unterscheiden sich dem Augenschein nach in ihrer metallischen Textur.
- ◆ Von den Bearbeitungsschritten führen nur das Strahlen und das Auftragen des Primers zu deutlich sichtbaren Unterschieden der Oberflächenmorphologie im Mikroskopbild.
- ◆ Die Wirkung der MEK-Reinigung bzw. der Luft-Reinigung sind im Mikroskopbild nicht zu erkennen.
- ◆ Durch das Strahlen wird die Oberfläche dunkler und Einzelheiten werden weniger gut wiedergegeben.
- ◆ Das Auftragen des Primers führt unabhängig von der Art der Nachbehandlung zu einer gut erkennbaren, sanft gerundeten Oberflächenmorphologie.
- ◆ Die Profilauswertung der Mikroskopdaten liefert für die geprimerten Oberflächen überraschend große Profiltiefen, die deutlich größer sind, als die Profiltiefen der unbehandelten bzw. gestrahlten Flacheisen.
- ◆ **Vermutlich handelt es sich hierbei um eine Fehlmessung mit dem optischen Verfahren, welches mit der leicht transparenten Primer-Beschichtung nicht zurecht kommt.**



THEORIE:

Rauigkeits-Parameter aus Digitalmikroskop-Profilen

Quantitative Analyse der Oberflächenmorphologie

Auswertung von Profil-Daten des Keyence-Digitalmikroskops in Anlehnung an

DEUTSCHE NORM

Oktober 1998

Geometrische Produktspezifikationen (GPS)		DIN EN ISO 4287
Oberflächenbeschaffenheit: Tastschnittverfahren Benennungen, Definitionen und Kenngrößen der Oberflächenbeschaffenheit (ISO 4287 : 1997) Deutsche Fassung EN ISO 4287 : 1998		

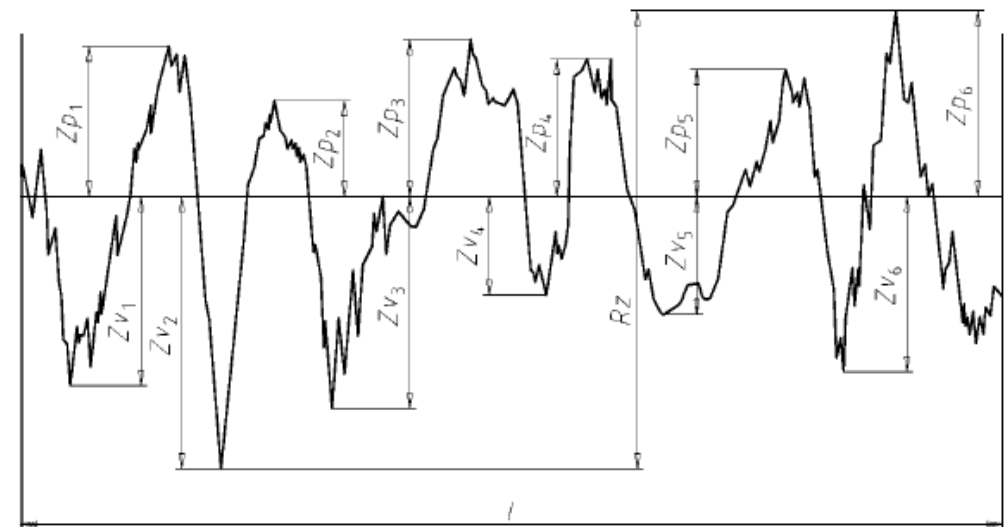
Rz = größte Höhe des Profils

4.1.3 Größte Höhe des Profils P_z , R_z , W_z

Summe aus der Höhe der größten Profilspitze Z_p und der Tiefe des größten Profiltals Z_v innerhalb einer Einzelmeßstrecke (siehe Bild 8).

INFO: Arten der Kenngrößen:

- P:** berechnet aus dem Primärprofil
- R:** berechnet aus dem Rauheitsprofil gegenüber der "Mittellinie"
- W:** berechnet aus dem Welligkeitsprofil nach Herausfiltern kurzweiliger Anteile



l = Einzelmeßstrecke

Bild 8: Größte Höhe des Profils

Quantitative Analyse der Oberflächenmorphologie

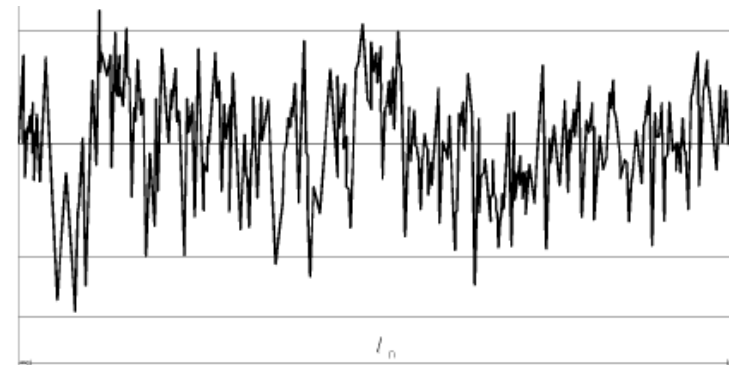
Ra = arithmetischer Mittelwert der Profilkordinaten (“Rauheit“)

4.2.1 Arithmetischer Mittelwert der Profilkordinaten

Pa, Ra, Wa

Arithmetischer Mittelwert der Beträge der Ordinatenwerte $Z(x)$ innerhalb einer Einzelmeßstrecke.

$$Pa, Ra, Wa = \frac{1}{l} \int_0^l |Z(x)| dx$$



RSm = Mittlere Periodenlänge (“Rillenbreite“)

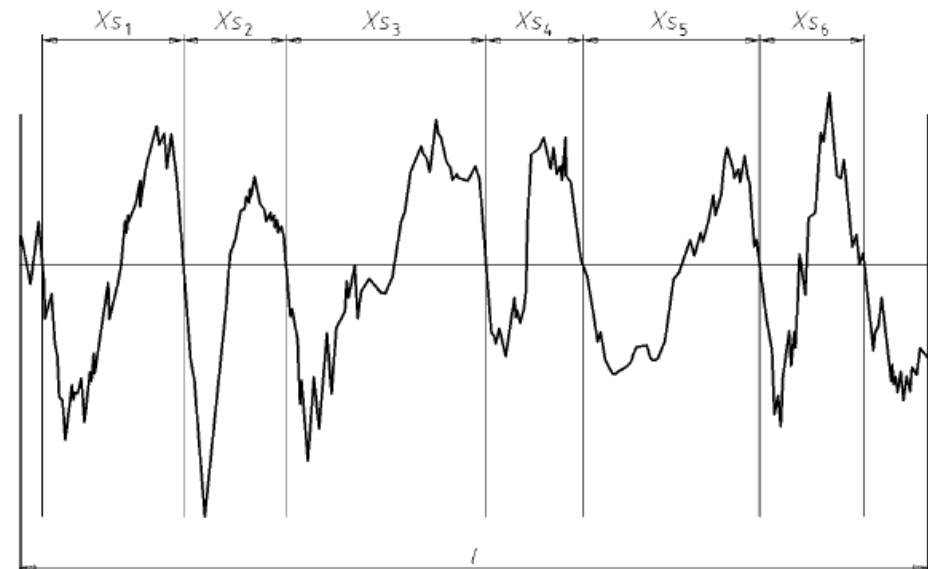
4.3.1 Mittlere Rillenbreite der Profilelemente

PSm, RSm, WSm

Mittelwert der Breite der Profilelemente Xs innerhalb einer Einzelmeßstrecke (siehe Bild 10).

$$PSm, RSm, WSm = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m Xs_i$$

ANMERKUNG: Die Kennwerte PSm, RSm und WSm erfordern die Festlegung einer vertikalen und horizontalen Zählschwelle. Wenn nicht anders festgelegt, soll der Betrag der vertikalen Zählschwelle 10 % jeweils von Pz, Rz, Wz betragen und der Betrag der horizontalen Zählschwelle soll 1 % der Einzelmeßstrecke betragen. Beide Bedingungen müssen erfüllt sein.



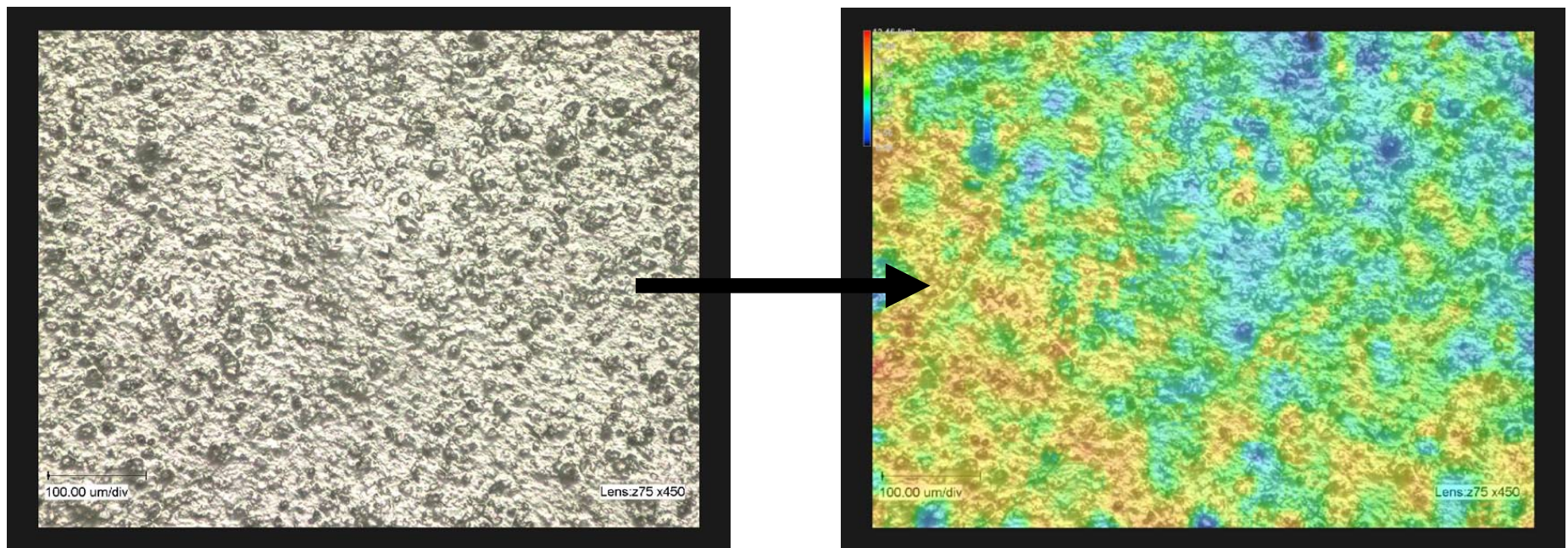
l = Einzelmeßstrecke

Bild 10: Rillenbreite der Profilelemente

Quantitative Analyse der Oberflächenmorphologie: Durchführung

1. Schritt:

Aufnahme eines Oberflächenprofils mit dem Digitalmikroskop



Festlegung der Vergrößerung, bzw. der Messflächen-Dimension, bei der die Strukturen der Oberfläche optisch gut aufgelöst werden

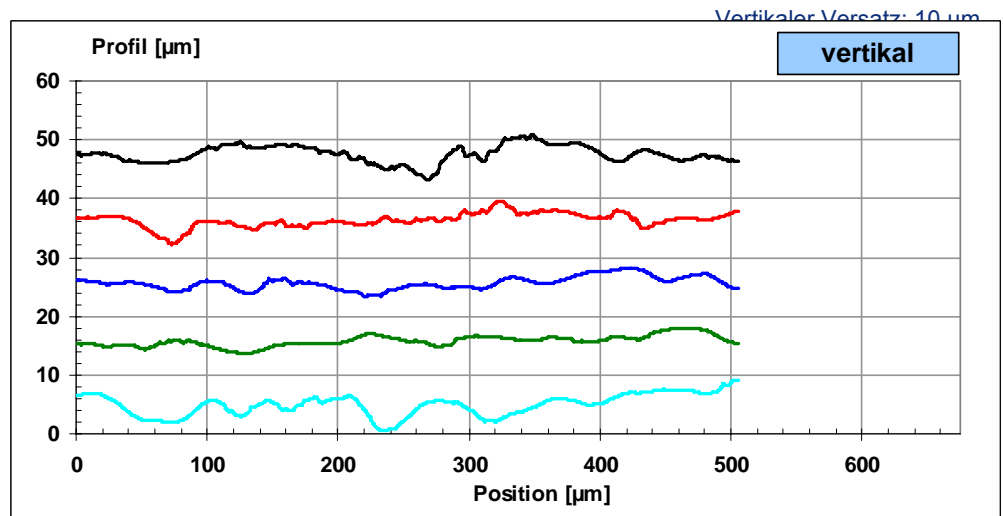
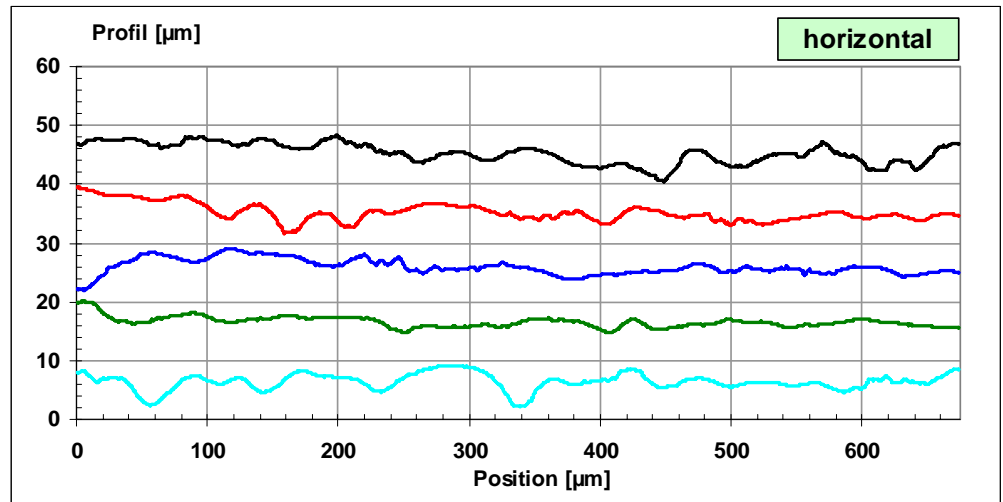
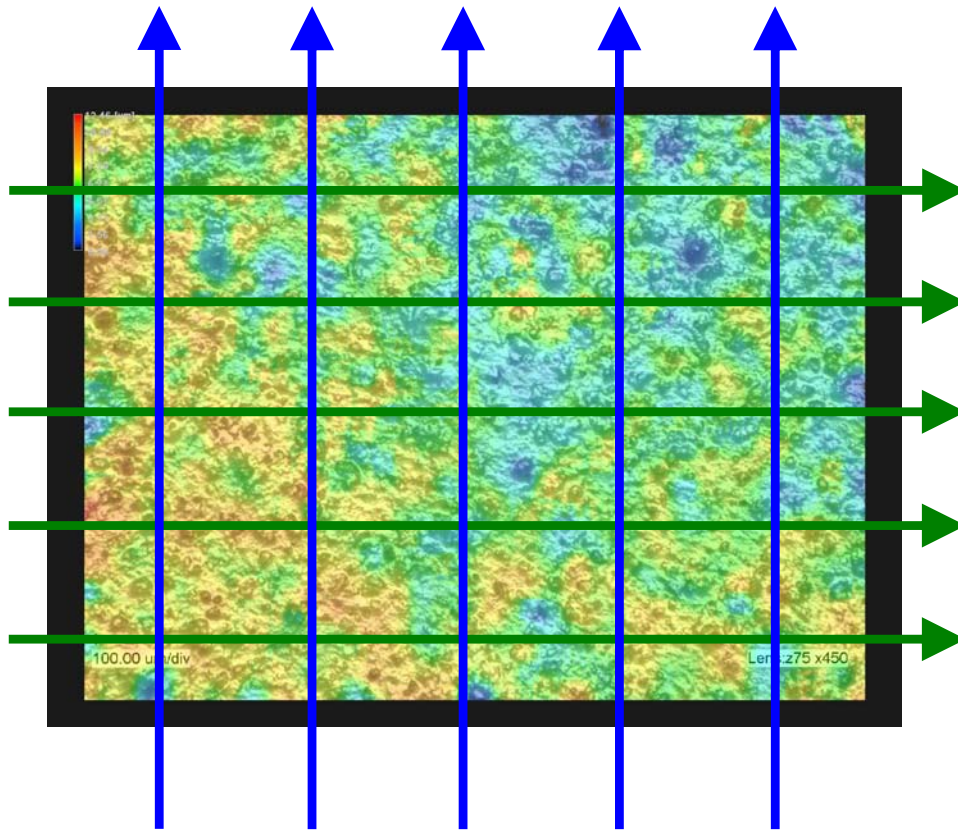
Vergrößerung: 450 fach

Dimension der Messfläche [μm^2]:

673,6 x 505,2

Quantitative Analyse der Oberflächenmorphologie: Durchführung

2. Schritt: Auswertung von 5 horizontalen und 5 vertikalen Profilen



Quantitative Analyse der Oberflächenmorphologie: Durchführung

3. Schritt: Festlegung der Mittellinie und Berechnung der Kenngrößen (I)

Mittellinie = an das Primärprofil angepasste Gerade

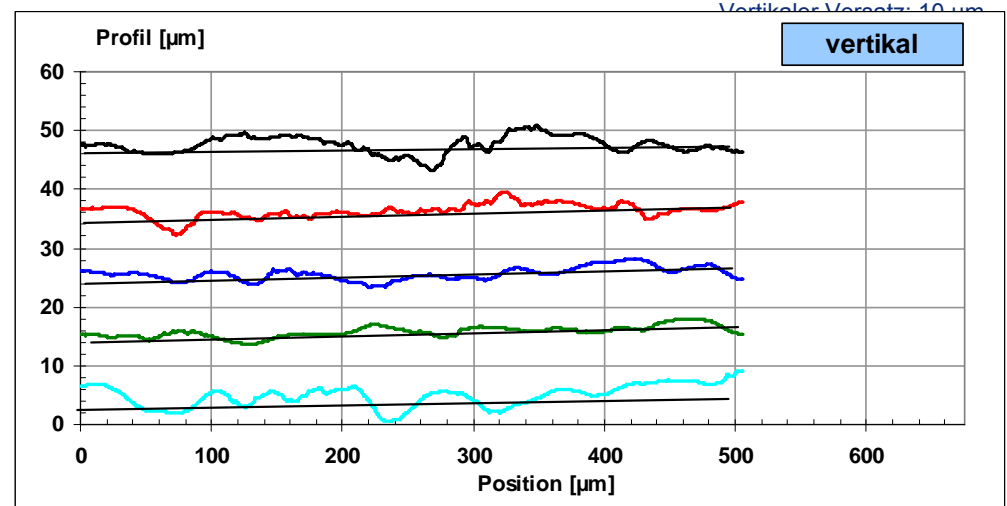
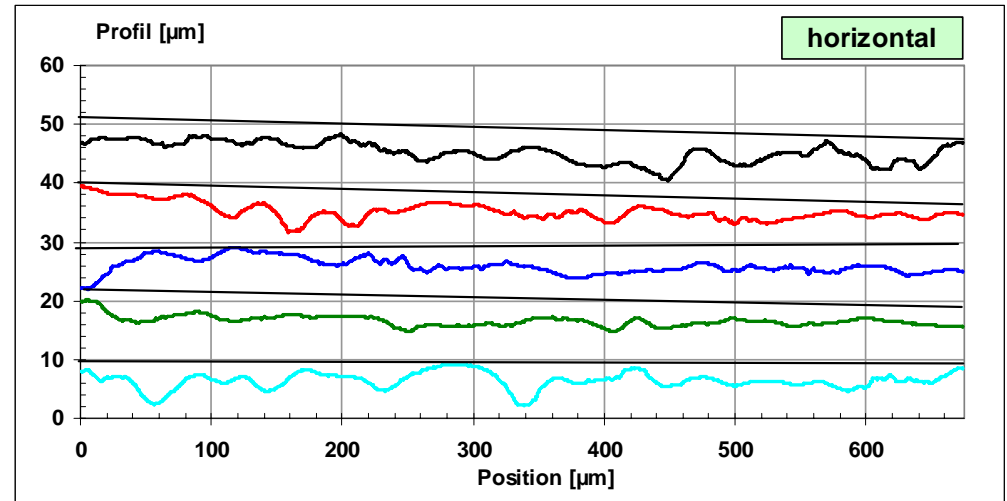
Mittelwerte über die 10 ausgewerteten Strecken:

Größte Höhe des Profils Rz [μm]:

Mittel	Stabw.	St./M. [%]	
6,31	1,73	27,43	GESAMT
6,88	1,24	17,99	horizontal
5,74	2,10	36,54	vertikal

Rauigkeit Ra [μm]:

Mittel	Stabw.	St./M. [%]	
2,16	0,60	27,87	GESAMT
2,10	0,45	21,54	horizontal
2,23	0,78	34,84	vertikal



Quantitative Analyse der Oberflächenmorphologie: Durchführung

3. Schritt: Festlegung der Mittellinie und Berechnung der Kenngrößen (II)

Mittellinie = an das Primärprofil angepasste Gerade

Mittelwerte über die 10 ausgewerteten Strecken:

Größte Höhe des Profils Rz [μm]:

Mittel	Stabw.	St./M. [%]	
6,31	1,73	27,43	GESAMT
6,88	1,24	17,99	horizontal
5,74	2,10	36,54	vertikal

Rauigkeit Ra [μm]:

Mittel	Stabw.	St./M. [%]	
2,16	0,60	27,87	GESAMT
2,10	0,45	21,54	horizontal
2,23	0,78	34,84	vertikal

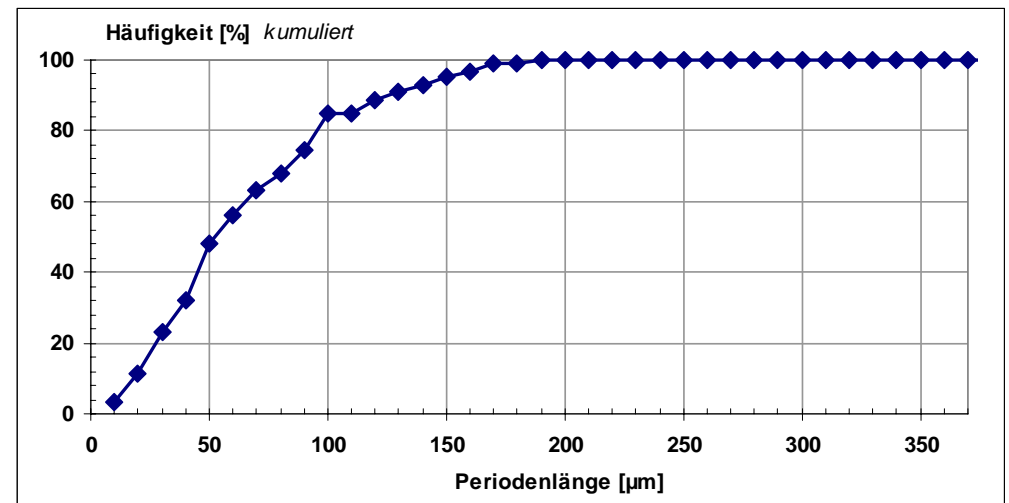
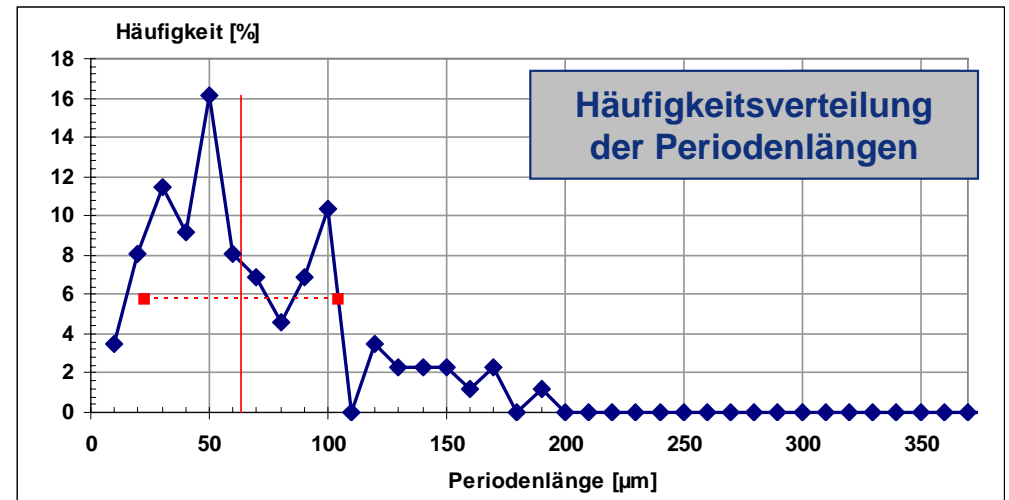
Mittlere Periodenlänge RSm [μm]:

Mittel	Stabw.	St./M. [%]	
63,46	41,01	64,63	GESAMT
64,40	42,31	65,70	horizontal
62,19	39,74	63,90	vertikal

max. Periodenl. [μm]: 181,08

Zählschwelle Profil [%]: 5

Zählschwelle Periodenlänge [%]: 1



Ergebnisse Rauigkeitsmessung Digitalmikroskop

	Ra [μm]	Rz [μm]	Rzmax [μm]	Rsm [μm]
1A) Flacheisen ST37 unbehandelt	3,2	11,1	28,1	120,9
1B) Flacheisen + MEK	3,4	12,8	30,1	130,2
1C) Flacheisen + MEK + Strahlen (30 μ)	2,4	8,6	19,3	127,9
1D) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft	2,2	8,3	21,3	108,5
1E) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK	2,5	8,5	16,4	110,2
1F) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (getr.)	5,4	22,1	40,9	104,1
1G) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (30', 100°C)	13,5	50,1	75,0	119,7
1H) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (24h, 180°C)	13,4	47,3	55,1	143,0
2A) Flacheisen ST37 unbehandelt	2,5	9,8	20,3	97,4
2B) Flacheisen + Strahlen (30 μ)	2,8	9,2	18,4	131,6
2C) Flacheisen + Strahlen + Luft	2,1	8,0	14,9	106,0
2D) Flacheisen + Strahlen + Luft + MEK	2,2	8,1	20,0	109,2

Ra = "Rauigkeit" = arithmetischer Mittelwert der Profilkordinaten $|z|$ relativ zur Ausgleichsgerade entlang einer Einzelmessstrecke, gemittelt über 10 Messstrecken

Rz = "Profiltiefe" = "größte Höhe des Profils" entlang einer Einzelmessstrecke, gemittelt über 10 Messstrecken

Rzmax = "Profiltiefe" = "größte Höhe des Profils" aus dem vollständigen 3D-Flächenprofil

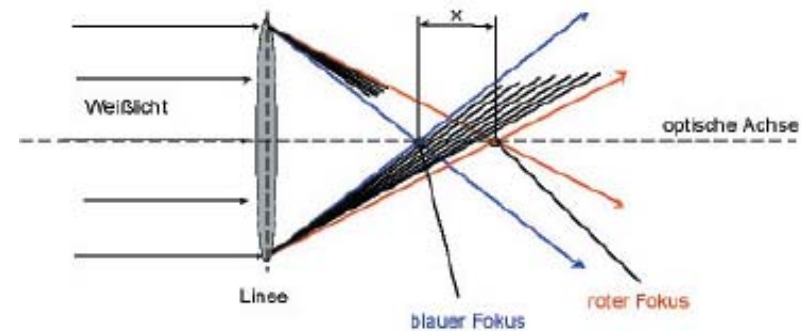
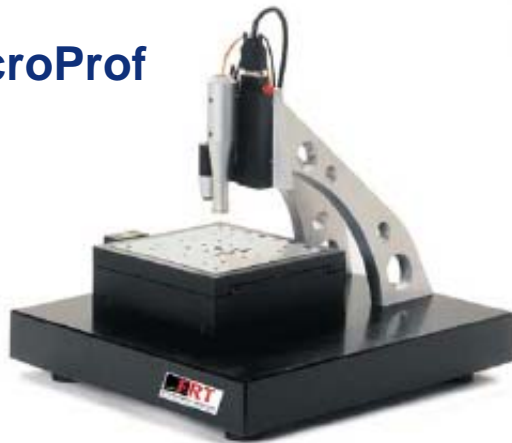
Rsm = "Rillenbreite" = arithmetischer Mittelwert der Periodenlängen entlang einer Einzelmessstrecke, gemittelt über 10 Messstrecken

Rauigkeits-Parameter

MicroProf-Gerät der Fa. FRT bei BTS



MicroProf



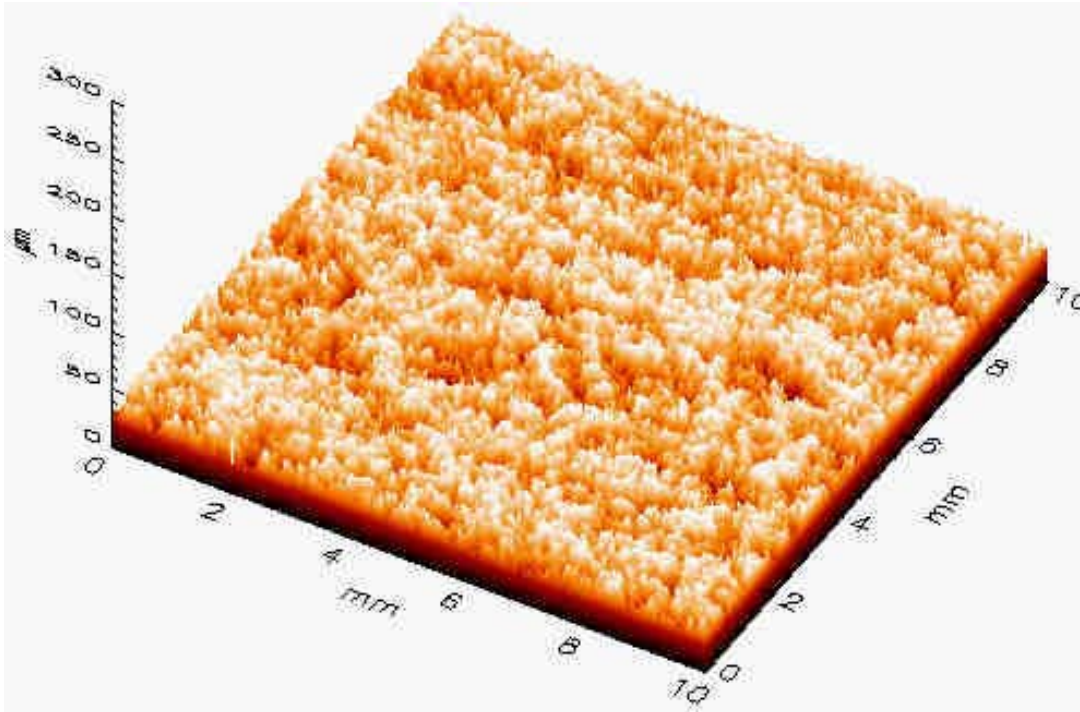
Chromatische Aberration als
Beispiel für eine optische Höhenmessung

.... Eine sehr vielseitige Methode der quantitativen Oberflächenmessung ist die chromatische Messung mit weißem Licht. Diese nutzt den unvermeidlichen Farbfehler des zur Messung benutzten optischen Linsensystems aus.

Dieser Farbfehler führt bei der Beleuchtung mit weißem Licht zur Streckung des Fokus für die verschiedenen Farbanteile des Lichtes entlang der optischen Achse auf der Strahlausgangsseite. Führt man das von der Oberfläche reflektierte Licht in ein Spektrometer, so gibt die Wellenlänge dieses Lichtes bei korrekter Kalibrierung des Systems einen Höhenwert der Probe an.

Diesen Lichtfleck kann man nun zeilenförmig über die Oberfläche führen und diese dabei in Linien oder dreidimensionalen Strukturen charakterisieren.

Rauigkeits-Parameter nach dem Prinzip der Chromatischen Aberration



Statistik der Rauheitsdaten ($L_c = 1.429$ mm):

$x = [1.429$ mm, 8.571 mm]

$y = [1.429$ mm, 8.571 mm]

sRa: 4.806 µm

sRq: 6.070 µm

sRz(DIN): 54.648 µm

sRmax: 59.087 µm

Messung über eine Fläche von 10×10 mm²

(vorangestelltes s bedeutet "surface", d.h. Parameter werden abweichend von der Norm nicht entlang einer Linie ermittelt)

Mittenrauhwert Ra:

ist der arithmetische Mittelwert aller Beträge aller Profilwerte des Rauheitsprofils.

Quadratischer Mittenrauhwert Rq:

ist der quadratische Mittelwert aller Profilwerte des Rauheitsprofils.

Gemittelte Rauhtiefe Rz:

ist der arithmetische Mittelwert der 5 Einzelrauhtiefen R_{zi} aufeinanderfolgender Einzelmessstrecken.

Maximale Rauhtiefe Rmax:

ist die größte Einzelrauhtiefe (R_{zi}) innerhalb der Gesamtmessstrecke.

Ergebnisse Rauigkeitsmessung

MicroProf

	Ra [μm]	Rz [μm]	Rzmax [μm]
1A) Flacheisen ST37 unbehandelt	3,8	50,9	59,8
1B) Flacheisen + MEK	3,8	38,8	43,8
1C) Flacheisen + MEK + Strahlen (30 μ)	4,1	54,9	75,1
1D) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft	4,4	54,5	60,9
1E) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK	3,8	47,2	53,5
1F) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (getr.)	4,1	50,9	59,8
1G) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (30', 100°C)	3,7	66,5	85,1
1H) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (24h, 180°C)	2,7	41,3	57,6
2A) Flacheisen ST37 unbehandelt	4,5	43,7	60,8
2B) Flacheisen + Strahlen (30 μ)	4,8	53,9	63,2
2C) Flacheisen + Strahlen + Luft	4,5	52,4	61,1
2D) Flacheisen + Strahlen + Luft + MEK	4,8	54,7	59,1



Rauheitsmessung mit dem Perthometer M2 der Fa. Mahr

Infos zu Tastschnittverfahren (Perthometer) aus WIKIPEDIA:

Das Tastschnittverfahren ist eine Methode zur messtechnischen Beschreibung von Oberflächen. Bei der Rauheitsmessung mit mechanischen Tastschnittgeräten wird eine **Tastspitze aus Diamant** mit konstanter Geschwindigkeit über die Oberfläche einer Probe (Werkstück) verfahren. Das Messprofil ergibt sich aus der vertikalen Lageverschiebung der Tastspitze, die in der Regel durch ein **induktives Wegmeßsystem** erfasst wird. Zur messtechnischen Beschreibung einer Oberfläche werden aus dem Messprofil genormte Rauheitskenngößen gewonnen.

Beim mechanischen Tastschnitt tritt die Tastspitze direkt mit der Oberfläche in Kontakt, deshalb wird dieses Verfahren auch als taktilen bzw. berührendes Messverfahren bezeichnet. Es ist leicht vorstellbar, dass die **Form der Tastspitze** großen Einfluß auf das Messergebnis ausübt. Beispielsweise können Poren oder Risse in einer Oberfläche nur soweit dargestellt werden, wie die Tastspitze in sie einzudringen vermag. Die Tastspitze wirkt wie ein mechanisches Filter auf die abzutastende Oberfläche. In **DIN EN ISO 3274** wird der **Spitzenwinkel** γ und der **Spitzenradius** r_t von Diamanttastspitzen festgelegt. Am häufigsten wird ein Tastspitzenradius von 5 μm und ein Spitzenwinkel von 60° verwendet. Genormt sind jedoch auch Radien von 2 und 10 μm und Winkel von 90° .

Das Messprofil enthält die kurzwelligen Anteile der Oberflächenrauheit, die von langwelligen Merkmalen, der Welligkeit und, bei hinreichend langer Messstrecke, der Formabweichung, überlagert wird. Man unterscheidet beim Tastschnittverfahren zwischen Ein- und Zweikufentastsystemen sowie einem Bezugsflächentastsystem. Während beim Ein- und Zweikufentastsystem die Oberfläche durch den Abstand der Kufen bzw. den Abstand zwischen Kufe und Tastspitze mechanisch vorgefiltert werden, liegen beim Bezugsflächentastsystem sämtliche Wellenanteile im Messsignal vor.

Rauheitsmessung mit dem Perthometer M2 der Fa. Mahr

Bestimmung der Rauheitsparameter mit dem Perthometer:

- ◆ Mechanisches Vorschubmessgerät für die Bestimmung des Oberflächenprofils (Taster NHT 150)
- ◆ Eine Messstrecke = die mittleren 5x0,8 mm aus 7x0,8 mm, d.h. = 4 mm
- ◆ Profilmessbereich bis max. 150 μm
- ◆ Ausgabe Ra, Rq, Rz, Rmax [μm] für eine Messstrecke

- ◆ Gerät ausgeliehen von Werkstatt B 106 TECTRION, BT/SOMA Mechanik
- ◆ Kalibriertes Gerät für standardmäßige Rauheitsmessungen in der Werkstatt

- ◆ **Anmerkung: Zur Messung der beschichteten Oberflächen wurde der gleiche Messaufbau verwendet wie für die nicht beschichteten Oberflächen. Daraus ergibt sich ein Messfehler!**



Rauheitsmessung mit dem Perthometer M2 der Fa. Mahr

Merkmale

Taster für vielfältige Messaufgaben zur Verwendung mit PFM/PFM2. Die N-Taster zeichnen sich durch besondere Konstruktionsmerkmale aus:

- Tastspitzengeometrie gemäß EN ISO 3274, Standard $2\ \mu\text{m}/90^\circ$ = laterale Auflösung
- Normgerechte Messkraft ca. $0,7\ \text{mN}$ (gemäß EN ISO 3274)
- Zuverlässiger induktiver Wandler
- Robustes, biegesteifes Gehäuse
- Selbsteinstellende, angefederte Lager
- Zuverlässige Steckverbindung

Der Standard-Taster NHT 6-100 z. B. passt sich durch besondere Gestaltung von Tastarm und Kufe unterschiedlichen Messflächen an.

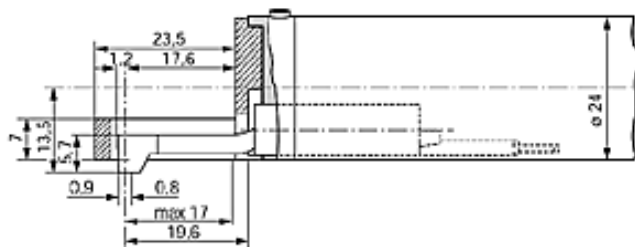
Weitere Taster wie der NHT 11 sind für vertieft liegende Messflächen und Nuten geeignet.

Der Zubehör-Taster NHT 6-100 mit 180° gedrehter Kufe ist speziell für weiche Oberflächen wie z.B. Gummi ausgelegt.

Eigenschaften des Nachfolgergeräts des eingesetzten Tasters NHT 150

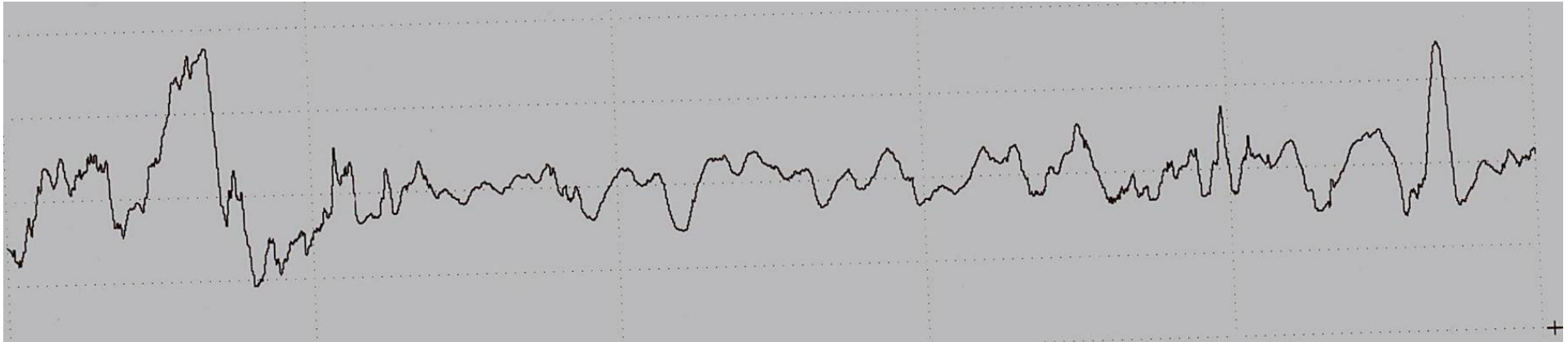
(Kopie von <http://www.mahr.de>)

MarSurf NHT



Beispiel: Probe 1a

Flacheisen ST37 unbehandelt



Beispiel längs

↔
400 µm

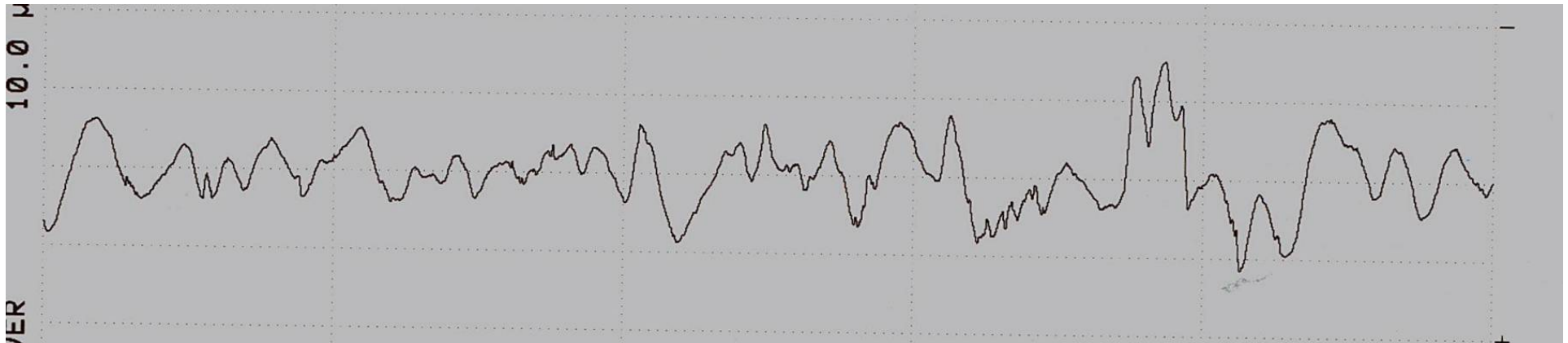
Ra [µm]	Rz [µm]
3,04	14,90

Messung:

Je 5 Messstrecken längs
und quer. Angabe von
Ra und Rz (Mittelwert)

10 µm

Beispiel quer



Vergleich der Rauigkeits-Parameter:

- a) Digitalmikroskop-Profile
- b) MikroProf-Gerät
- c) Perthometer

Ergebnisse Rauigkeitsmessung

Keyence

MicroProf

	Ra [μm]	Rz [μm]	Rzmax [μm]	Rsm [μm]	Ra [μm]	Rz [μm]	Rzmax [μm]
1A) Flacheisen ST37 unbehandelt	3,2	11,1	28,1	120,9	3,8	50,9	59,8
1B) Flacheisen + MEK	3,4	12,8	30,1	130,2	3,8	38,8	43,8
1C) Flacheisen + MEK + Strahlen (30 μ)	2,4	8,6	19,3	127,9	4,1	54,9	75,1
1D) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft	2,2	8,3	21,3	108,5	4,4	54,5	60,9
1E) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK	2,5	8,5	16,4	110,2	3,8	47,2	53,5
1F) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (getr.)	5,4	22,1	40,9	104,1	4,1	50,9	59,8
1G) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (30', 100°C)	13,5	50,1	75,0	119,7	3,7	66,5	85,1
1H) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (24h, 180°C)	13,4	47,3	55,1	143,0	2,7	41,3	57,6
2A) Flacheisen ST37 unbehandelt	2,5	9,8	20,3	97,4	4,5	43,7	60,8
2B) Flacheisen + Strahlen (30 μ)	2,8	9,2	18,4	131,6	4,8	53,9	63,2
2C) Flacheisen + Strahlen + Luft	2,1	8,0	14,9	106,0	4,5	52,4	61,1
2D) Flacheisen + Strahlen + Luft + MEK	2,2	8,1	20,0	109,2	4,8	54,7	59,1

Perthometer

	Ra [μm]	Rz [μm]
1A) Flacheisen ST37 unbehandelt	3,0	14,9
1B) Flacheisen + MEK	2,6	14,0
1C) Flacheisen + MEK + Strahlen (30 μ)	3,0	16,9
1D) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft	3,8	20,6
1E) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK	3,0	18,1
1F) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (getr.)	1,7	8,2
1G) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (30', 100°C)	1,8	9,0
1H) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (24h, 180°C)	2,1	9,0
2A) Flacheisen ST37 unbehandelt	2,3	11,9
2B) Flacheisen + Strahlen (30 μ)	3,2	19,6
2C) Flacheisen + Strahlen + Luft	3,1	18,2
2D) Flacheisen + Strahlen + Luft + MEK	3,7	20,3

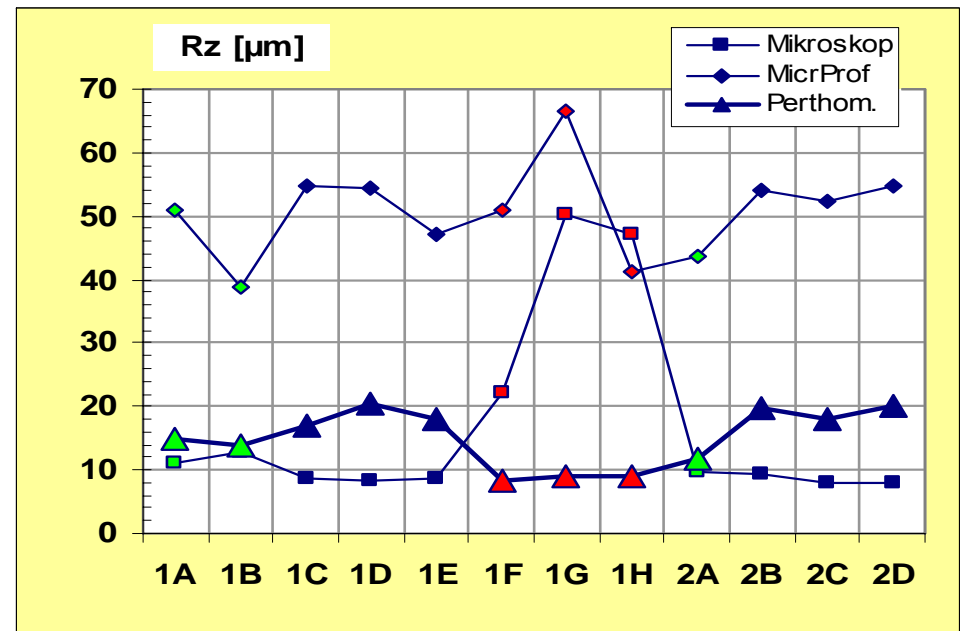
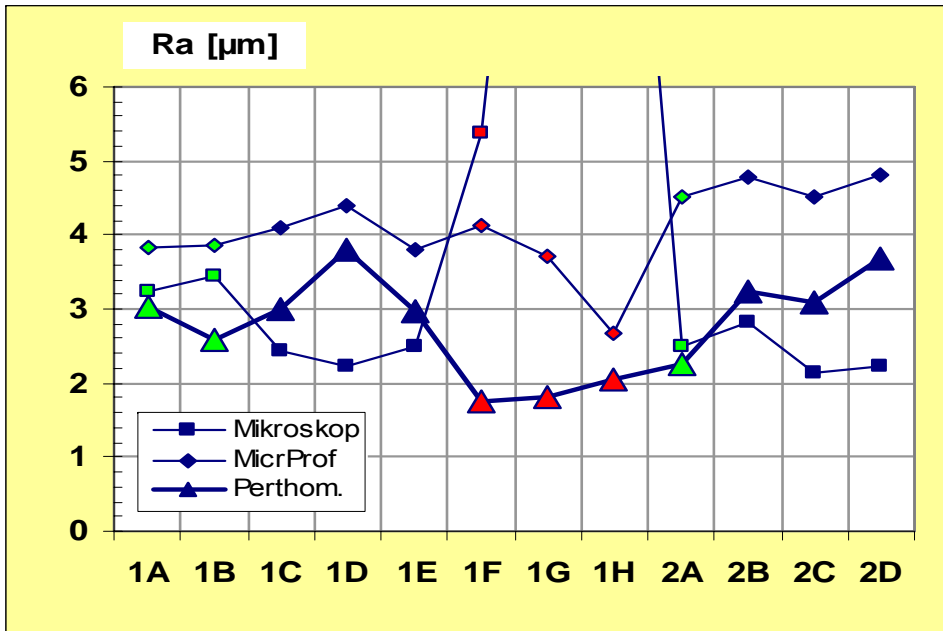
Angaben der Räder Hersteller: Rz = 30 \pm 5 μm
 Dicke der Haftvermittlerschicht: 20 – 25 μm
 an einem nicht gestrahlten Dummy gemessen



Ergebnisse Rauigkeitsmessung: VERGLEICH

Proben
1A) Flacheisen ST37 unbehandelt
1B) Flacheisen + MEK
1C) Flacheisen + MEK + Strahlen (30 μ)
1D) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft
1E) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK
1F) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (getr.)
1G) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (30', 100°C)
1H) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (24h, 180°C)
2A) Flacheisen ST37 unbehandelt
2B) Flacheisen + Strahlen (30 μ)
2C) Flacheisen + Strahlen + Luft
2D) Flacheisen + Strahlen + Luft + MEK

Angaben der Räder Hersteller: Rz = 30 \pm 5 μ m
 Dicke der Haftvermittlerschicht: 20 – 25 μ m
 an einem nicht gestrahlten Dummy gemessen



FAZIT Rauigkeitsmessung !!!

- ◆ Die Rauigkeitsberechnung auf Basis der Mikroskop-Profile ist wegen der Messprobleme mit den leicht transparenten Primer-Oberflächen fragwürdig. Darüber hinaus könnten die Bilder der gestrahlten Oberflächen tendenziell zu dunkel für eine verlässliche Profilbestimmung gewesen sein. *(Eine weitergehende Untersuchung und Optimierung der Messprozeduren erfolgte nicht)*
- ◆ Den mit der optischen Methode der Chromatischen Aberration ermittelten Rauigkeiten sollte aus prinzipiellen Überlegungen ebenfalls misstraut werden (Farbeeinfluss (?), reflektierende Oberflächen – Metall (!), leicht transparente Oberflächen). Ferner ergibt diese Methode wesentlich größere Rz-Werte als die beiden anderen Methoden. *(Eine weitergehende Untersuchung und Optimierung der Messprozeduren erfolgte nicht)*
- ◆ Die Analyse hat gezeigt, dass die mit dem klassischen Tastschnittverfahren ermittelten Rauigkeiten am verlässlichsten sind. Tendenziell wurde gefunden:
 - ◆ Durch das Strahlen der Metalloberflächen nehmen Ra und Rz bei beiden Flacheisen-Serien leicht zu.
 - ◆ Durch das Primern sinken Ra und Rz etwa auf die Hälfte der Werte bei den gestrahlten Oberflächen.
 - ◆ Die hier an den gestrahlten Oberflächen ermittelten Werte von Rz (knapp 20 μm) stimmen in ihrer Größenordnung mit den Angaben der Räder Hersteller (30 μm) überein. Wenn eine ca. 20-25 μm dicke Primer-Schicht aufgetragen wurde, ist die hier ermittelte Profiltiefe mit Primer von Rz \approx 10 μm durchaus plausibel.
 - ◆ Für Untersuchungen an Primer-Schichten sollten spezielle Taster für **weiche** Flächen getestet werden.

Festkörper- Oberflächenspannung



EXKURS: Polarer Oberflächenspannungsanteil und Haftung

Bedeutung polarer und disperser Oberflächenspannungsanteile von Plastomeren und Beschichtungstoffen für die Haftfestigkeit von Verbundsystemen

H. Potente, R. Krüger, Farbe+Lack 84 (1978) 72

Haftung prinzipiell beeinflusst durch:

Physikalische Wechselwirkungen: Dispersions-, Dipol-Induktions- und Dipol-Dipol-Wechselwirkungen (Reichweite 7 – 10 Å)

Haftfestigkeit wird in starkem Maße von Oberflächenspannungen der Verbundpartner abhängen (Gesamtoberflächen-
spannung, disperse, polare Anteile ?)

Chemische Wechselwirkungen: Reaktionen zw. Endgruppen von Substrat und Beschichtung (Reichweite 3 Å)

Wesentlich stärker als physikalische Wechselwirkungen

Diffusionsvorgänge zwischen Substrat und Beschichtung können Haftung verbessern

Gleiche Löslichkeitsparameter bei Substrat und Beschichtung sind von Vorteil

Inhalt der Arbeit:

Abhängigkeit der Adhäsion von physikalischen Wechselwirkungen (d.h. *disperser und polarer Anteil der Oberflächenspannung*) für Verbundsysteme, bei denen Effekte aufgrund von Diffusion und chemischer Reaktion auszuschließen sind.



EXKURS: Polarer Oberflächenspannungsanteil und Haftung

Bedeutung polarer und disperser Oberflächenspannungsanteile von Plastomeren und Beschichtungstoffen für die Haftfestigkeit von Verbundsystemen

H. Potente, R. Krüger, Farbe+Lack 84 (1978) 72

Es wurden 42 Polymer-/Lack-Kombinationen untersucht. Die Polymer-Substrate waren: PMMA, PVC, PP, SAN, PC, PA-6 und PS. Bei den Lacken 1 und 2 handelte es sich um Alkydharze, bei den Lacken 3, 4, 5 und 6 um Acrylatharze. Die Lacke wurden in einer farblosen Einstellung verwendet.

In Anlehnung an DIN 53232 wurde die Haftfestigkeit der Lacke auf den Substraten nach dem Stirnabzugsverfahren gemessen. Prüfstempel mit einem Durchmesser von 8 mm, entsprechend 0,5 cm² Fläche, wurden senkrecht auf den lackierten Polymeren mit einem wärmehärtenden Zweikomponentenklebstoff aufgeklebt und anschließend zwei Tage bei 60°C im Wärmeofen getrocknet.

Aufgrund theoretischer Überlegungen sollte eine optimale Haftfestigkeit erreicht werden, wenn gilt:

$$\left(\frac{\sigma_1}{\sigma_2}\right)^d = 1 \quad \text{und} \quad \left(\frac{\sigma_1}{\sigma_2}\right)^p = 1$$

bzw.

$$\left(\frac{\sigma_1}{\sigma_2}\right) = 1 \quad \text{und} \quad \left(\frac{\sigma_1}{\sigma_2}\right)^p = 1$$

Es hat sich aber gezeigt, daß eine Korrelation der Gesamtoberflächenspannung mit der Haftfestigkeit keine derartig eindeutigen Abhängigkeiten ergibt, wie sie bei Dyckerhoff [1] in zwei Fällen aufgezeigt wurde. Sehr wohl läßt sich ein deutlicher Einfluß des polaren Verhältnisses der Festkörperoberflächenspannungen erkennen (Abb. 4 und 5). Sowohl bei allen Alkyd- als auch bei allen Acrylatharzen zeigen sich dann maximale Haftfestigkeiten, wenn die polaren Anteile von Lack und Polymer gleich groß sind. Diese Gesetzmäßigkeit ist

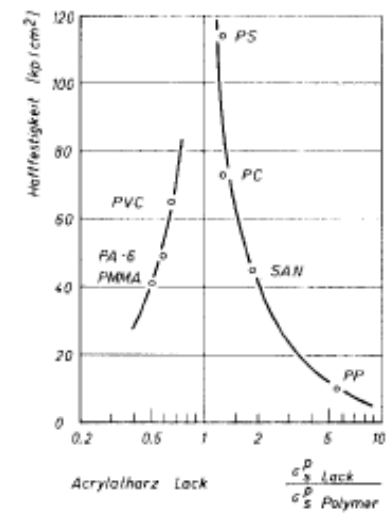
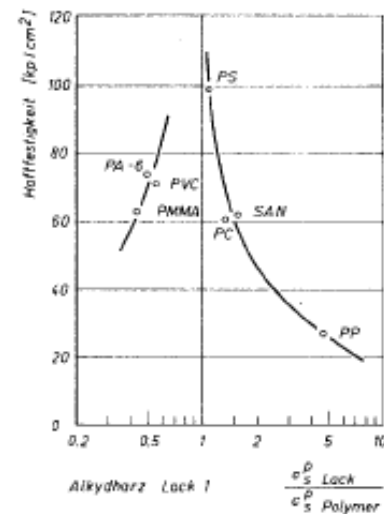


Abb. 4 und 5: Haftfestigkeit als Funktion der polaren Oberflächenspannungsanteile (Auswertung nach Wu) beim Alkydharzlack 1 (Abb. 4) und beim Acrylatharzlack (Abb. 5)

Wenn physikalische Wechselwirkungen vorherrschen, erwartet man optimale Haftfestigkeit bei gleichen polaren Oberflächenspannungsanteilen

Messung der Festkörper-Oberflächenspannung

.... mit mehreren Flüssigkeiten unterschiedlicher Polarität

Optical contact angle measurement
instrument OCA 20 with E/MD-4



- Multibus-System for adding plug&play-Accessories
- E-MD/4: Automatic, software controlled Multi-Mosing Unit

Quelle: Data Physics

Business Unit Polyurethanes

Auftraggeber: BD - Elastomers • 2008-11 • Seite 35



Bayer MaterialScience

Messung der Festkörper-Oberflächenspannung

.... mit mehreren Flüssigkeiten unterschiedlicher Polarität

Flüssigkeit	Oberflächen- spannung [mN/m]	Disperser Anteil [mN/m]	Polarer Anteil [mN/m]
Diiodmethan	50,0	47,4	2,6
Formamid	58,2	28,7	29,5
Wasser	72,8	26,0	46,8

Report of Surface Energy Calculation

Method used for calculation: Owens-Wendt & Kaelble (OW)
File: Schultz Method-2:

Liquid	SFT (Total)	SFT (D)	SFT (P)	CA	±
Water	72.80	26.00	46.80	79.0	3.0
Diiodmethane	50.00	47.40	2.60	32.2	3.1
Formamide	58.20	28.70	29.50	58.5	2.7

Calculation Results:

Surface Energy (total): 42.84 mN/m ± 1.98 mN/m
Dispersive component: 39.47 mN/m ± 1.76 mN/m
Polar component: 3.38 mN/m ± 0.90 mN/m

chi²/n: 3.4128
RQ: 0.7157

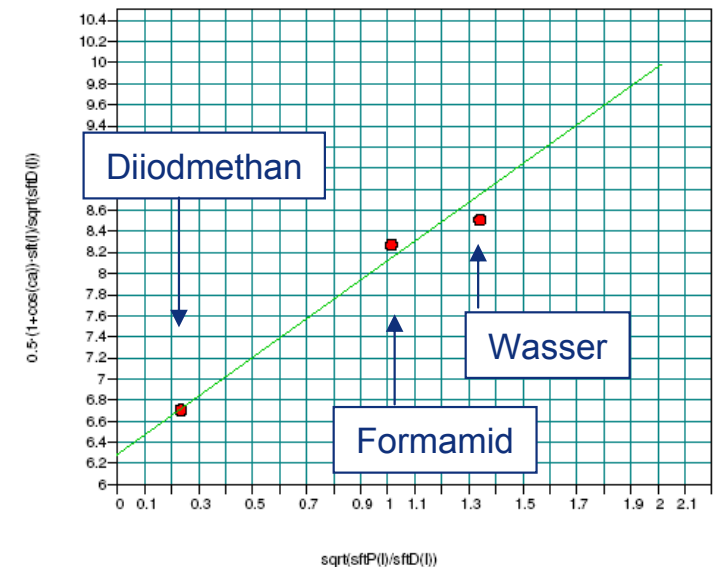
Messung der Randwinkel von je 4 Flüssigkeitstropfen

Auswahl der Flüssigkeiten:

Diiodmethan, Formamid und Wasser erlauben eine weitgehend problemlose Messung auf vielen Substraten

Andere getestete Flüssigkeiten (Cyclopentanol, Ethylenglykol, Glycerin) sind problematischer (zu kleine Randwinkel, zu hohe Viskosität, ziehen Wasser, schlechte Geradenanpassung)

SE - Plot



Festkörper-Oberflächenspannung

Festkörper-Oberflächenspannung der sandgestrahlten und geprimerten Muster:

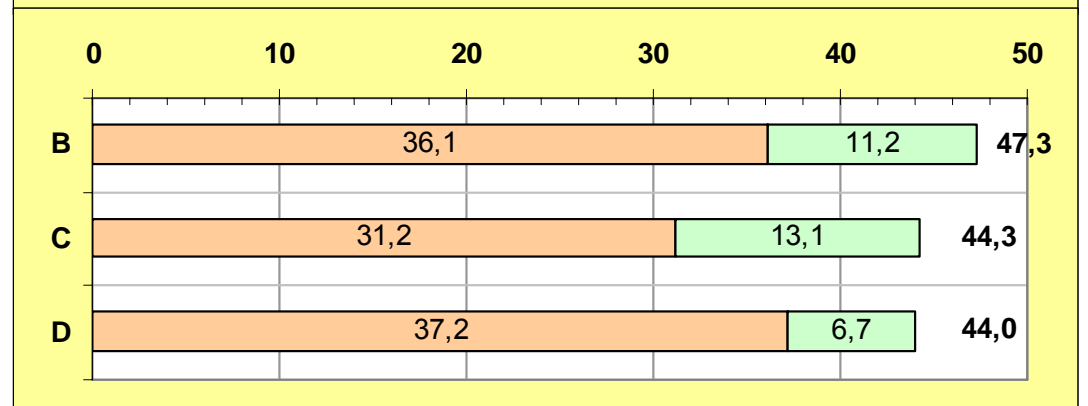
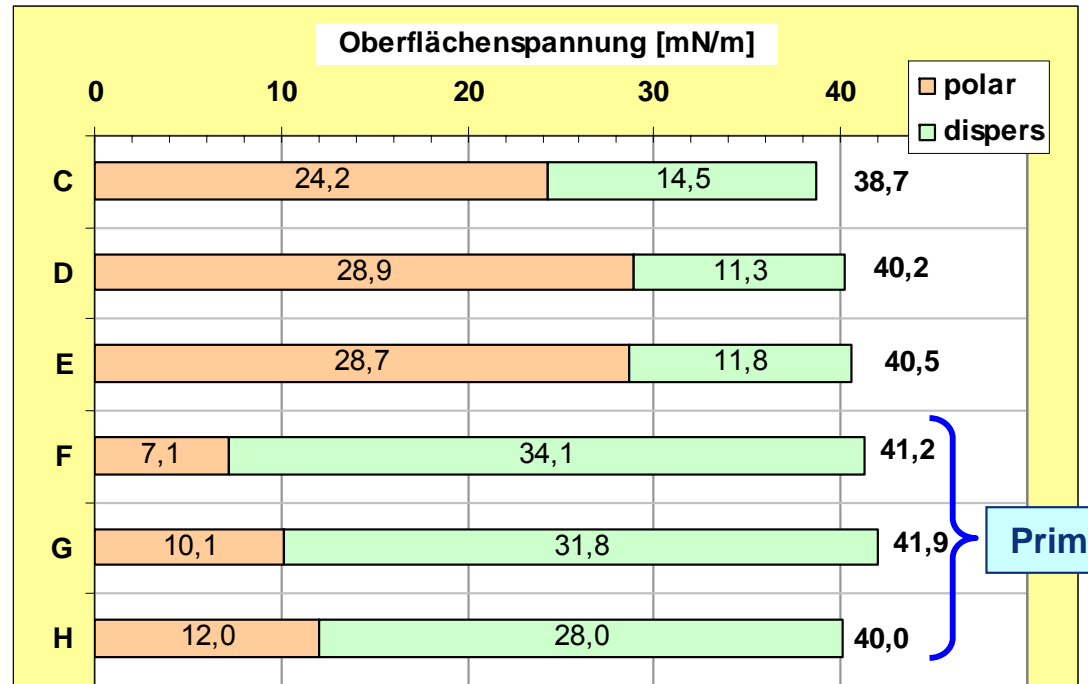
Proben
1A) Flacheisen ST37 unbehandelt
1B) Flacheisen + MEK
1C) Flacheisen + MEK + Strahlen (30 μ)
1D) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft
1E) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK
1F) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (getr.)
1G) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (30', 100°C)
1H) Flacheisen + MEK + Strahlen + Luft + MEK + Primer (24h, 180°C)
2A) Flacheisen ST37 unbehandelt
2B) Flacheisen + Strahlen (30 μ)
2C) Flacheisen + Strahlen + Luft
2D) Flacheisen + Strahlen + Luft + MEK

Serie 1

Serie 2

Mittelwerte:

	gesamt	polar	dispers
sandgestrahlt Serie 1	39,8	27,3	12,6
sandgestrahlt Serie 2	45,2	34,9	10,3
geprimert	41,1	9,8	31,3



FAZIT Oberflächenspannung

- ◆ An den sandgestrahlten Flacheisen konnten mit der Randwinkelmethode überraschend problemlos Oberflächenspannungen gemessen werden.
- ◆ Die Gesamtoberflächenspannungen der gestrahlten Flacheisen der Serie 1 sind mit 39,8 mN/m signifikant niedriger als bei Serie 2 (45,2 mN/m im Mittel). Der Unterschied beruht im Wesentlichen auf dem polaren Oberflächenspannungsanteil (27,3 vs. 34,9 mN/m). Da der polare Anteil bei Serie 1 (mit erster MEK-Reinigung) niedriger ist, obwohl man durch Abtragen von Fettschichten einen höheren polaren Wert erwarten würde, könnten die Unterschiede auf die Eisenqualität zurückzuführen sein.
- ◆ Für die Reinigungsschritte an den gestrahlten Proben (Luft, MEK) wird kein konsistenter Effekt festgestellt.
- ◆ Die geprimerten Oberflächen haben eine Gesamtoberflächenspannung von ca. 41 mN/m. Ein Wert > 40 mN/m scheint nach unseren Feststellungen im Metal-Panel-Bereich eine notwendige Bedingung für gute Beschäumbarkeit / Benetzung zu sein.
- ◆ Der polare Anteil der geprimerten Oberflächen liegt mit gemittelten 9,8 mN/m deutlich unter den Werten der sandgestrahlten Eisenoberflächen. Von der Größenordnung her ähnelt er Werten für durchreagiertes Polyurethan*, was nach der Arbeit von Potente und Krüger für den Verbund günstig sein sollte (sofern nur physikalische Wechselwirkungen eine Rolle spielen).
- ◆ Durch Verschärfung der Einbrennbedingungen ergab sich eine Zunahme des polaren Anteils, was eventuell ein "Finetuning" auf den polaren Anteil des Polyurethans erlaubt.

* vgl. z.B. D. Scharnowski: Untersuchungen zum Haftungsverhalten von Polyurethanschäumen auf Thermoplastmaterialien, Diplomarbeit, Uni Halle-Wittenberg, 1999, S. 48, polarer Anteil (20°C) "Schaum A" **12,9 mN/m**, "Schaum B" **11,0 mN/m**, PUR-Lack **13,5 mN/m**, Thermoplast. PU **14,2 mN/m**

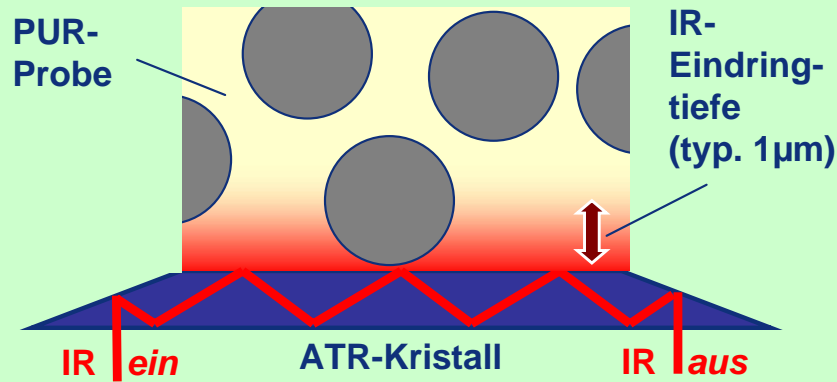


ATR-FTIR-Spektroskopie der geprimerten Flacheisen



ATR-FTIR-Spektroskopie: Prinzip + Messanordnungen

ATR- (abgeschwächte Totalreflexion) Spektroskopie



Analyse fertiger Proben



MIRacle

$\varnothing_{\text{mess}} =$
1,8 mm

Heizbar, $A_{\text{mess}} = 10 \times 48 \text{ mm}^2$



Horiz. ATR-Kristall

Reaktionskinetik

mit Heizung (Vorgabe einfacher Temperaturprofile, $A_{\text{mess}} = 10 \times 48 \text{ mm}^2$)

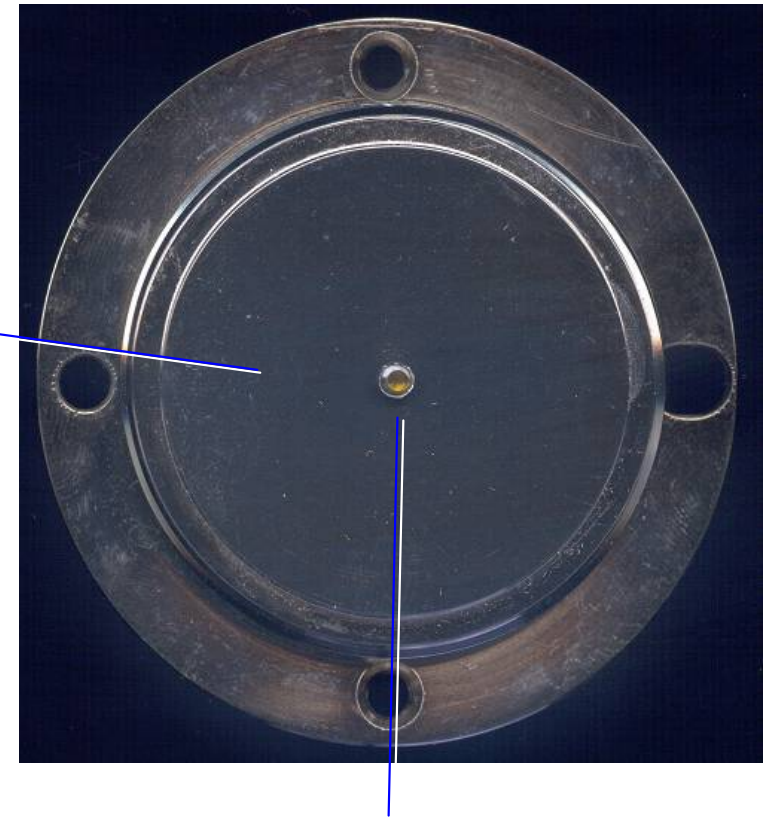
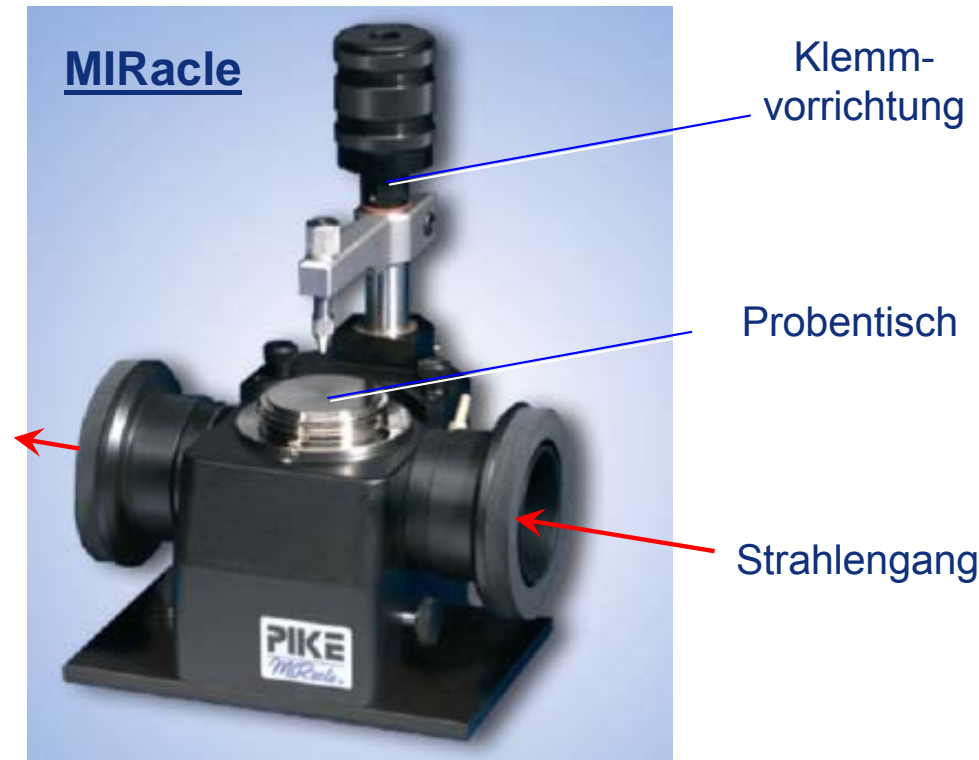


Schäumzelle



Rührzelle

Ortsaufgelöste ATR-FTIR-Spektroskopie mit dem PIKE - MIRacle



Vorteile:

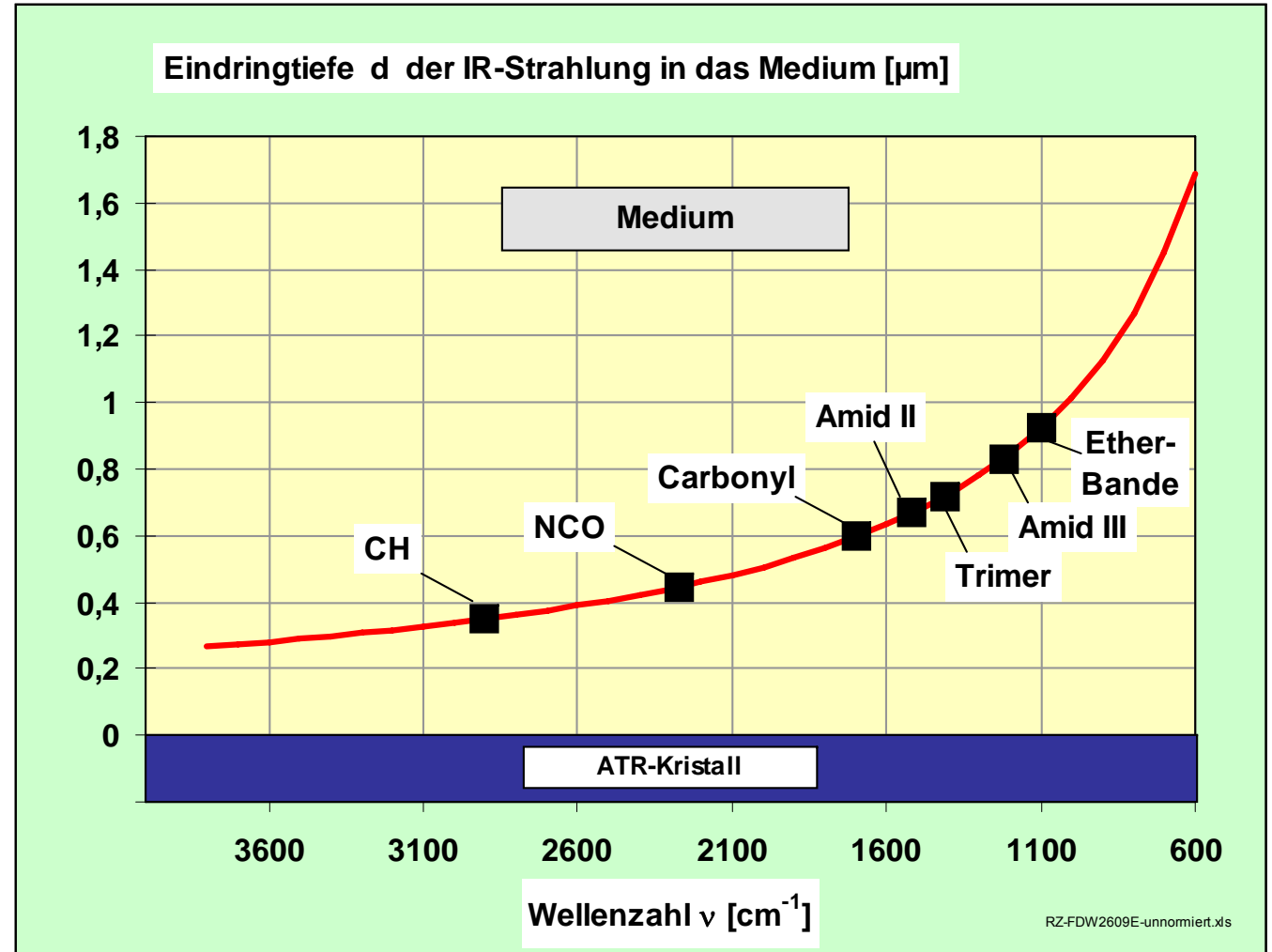
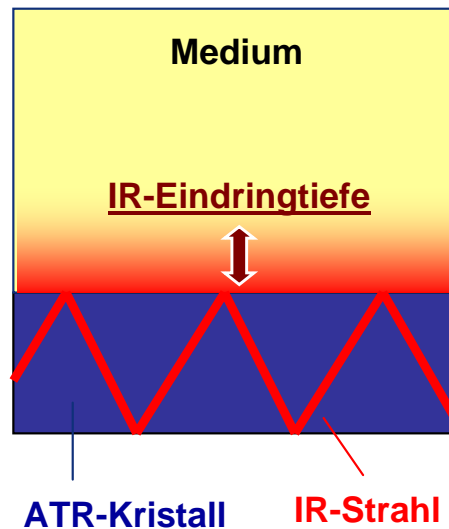
- **Gute Ortsauflösung (Kristall-Ø= 1,8 mm)**
- **Reproduzierbares Anpressen der Probenkörper**
(Klemmvorrichtung mit Ratsche; Messfläche gegenüber Probentisch leicht erhöht)

ATR-FTIR-Spektroskopie: Eindringtiefe evaneszenter Wellen

Berechnung der Eindringtiefe d:

- ◆ ZnSe-ATR-Kristall ($n_{\text{krist}} = 2,43$)
Einfallswinkel $\alpha = 60^\circ$
- ◆ Medium ($n_{\text{PUR}} = 1,4$)

$$d = 1 / \left[2 \cdot \pi \cdot n_{\text{krist}} \cdot \nu \cdot \sqrt{\sin^2 \alpha - \frac{n_{\text{PUR}}}{n_{\text{krist}}}} \right]$$



ATR-FTIR-Spektroskopie der geprimerten Flacheisen

Fazit:

- ◆ Messungen an mehreren Positionen der Primerschicht belegen eine hohe chemische Gleichmäßigkeit.
- ◆ Die Spektren des flüssigen Primers und der aufgetragenen getrockneten bzw. eingebrannten Primer-Schichten zeigen eine ausgeprägte Bande im Bereich der XH-Streckschwingungen oberhalb 3300 cm^{-1} , die in den Literaturspektren der Einzelkomponenten nicht vorhanden sind. Der Effekt wird vermutlich durch die verwendete Farbpaste hervorgerufen.
- ◆ Die Form dieser Bande verändert sich systematisch mit der Verschärfung der Einbrennbedingungen.



Aus der Arbeit ergeben sich neue Fragestellungen

- ◆ Wie weit eignen sich die zu Verfügung gestellten Muster um relevante Aussagen für die Praxis abzuleiten? Welche Muster sind geeigneter?
- ◆ Rauheitsmessung mittels Tastschrittverfahren: Einfluss der Testnadel?
- ◆ Festkörper-Oberflächenspannung: Einfluss der Oberflächenspannung Metall/Primer und Primer/Vulkollan[®] sowie Metall/Vulkollan[®]?
- ◆ ATR-FTIR-Spektroskopie: Einfluss der Güte des Haftvermittlers auf die Haftung?



Resümee:

Die in dieser Präsentation beschriebenen Verfahren und Ergebnisse bilden eine solide Grundlage für weitere Untersuchungen. Wobei für weitere Entwicklungstätigkeiten zum Thema Schwerlastrolle es Empfehlenswert ist, folgende Faktoren als eine Teil des ganzes zu sehen:

- Design des Gerätes***
- Design des Rades***
- Auswahl eines geeigneten Vulkollan® Systems***
- Auswahl des Haftvermittlers und dessen Anwendung***
- Auswahl des zu beschichteten Werkstoffes***
- Einfluss der vorbereitenden Tätigkeiten zur Herstellung von Rädern***
- Erwartungen und Nutzen der Rollen beim Einsatz***

