



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes
zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11)

205 919

Int.Cl.³

3(51) C 09 J 3/16

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 09 J/ 2403 872

(22) 02.06.82

(44) 11.01.84

(71) siehe (72)

(72) RUHSLAND, KLAUS, DIPL.-ING.; WINKLER, BODO, DIPL.-CHEM.; KORNETT, KLAUS; SCHOENE, PETER; DD;

(73) siehe (72)

(74) ZI F. SCHWEISSTECHNIK DER DDR ABT. RATIONALISIERUNG 1110 BERLIN WACKENBERGSTR.
84-88

(54) **VERFAHREN ZUR VERKÜRZUNG DER HAARTEZEIT VON KLEBSTOFFEN**

(57) Die Voraussetzung für die Anwendung kalthärtender Zwei- oder Mehrkomponenten-Klebstoffe bei mechanisierten und automatisierten Klebprozessen in der Massenfertigung sind kürzeste Härtezeiten. Es gilt als Aufgabe kalthärtende Reaktionsklebstoffe, vorwiegend amin- oder amidhärtbare Epoxidharzklebstoffe bei erhöhter Temperatur im Bereich einer Minute zu härten. Erfindungsgemäß wird der Klebstoffansatz vor dem Auftragen auf die Fügeteile einer Vorreaktionszeit von vorzugsweise 15 bis 60 min bei Raumtemperatur oder etwa 5 bis 15 min bei erhöhter Temperatur von etwa 30 bis 60°C unterworfen. Nach Beendigung der Vorreaktionszeit wird der Klebstoffansatz sofort auf oder unter Raumtemperatur abgekühlt. Anwendung findet diese erfindungsgemäße Lösung in der Elektro-, Feingerätetechnik und Konsumgüterproduktion.

Verfahren zur Verkürzung der Härtezeit von Klebstoffen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Verkürzung der Härtezeit von an sich kalthärtenden Zwei- oder Mehrkomponenten-Klebstoffen als Voraussetzung für ihre Anwendung bei mechanisierten und automatisierten Klebprozessen in der Massenfertigung.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Es ist bekannt, daß kalthärtende Reaktionsklebstoffe, insbesondere amin- oder amidhärtbare Epoxidharzklebstoffe, nach verschiedenen Varianten gehärtet werden können.

Dabei beträgt die Härtezeit bei einer reinen Kalthärtung bei Raumtemperatur (RT) meist mehrere Tage, bei einer Heißhärtung $> 90^{\circ}\text{C}$ immer noch einige Stunden. Erst bei einer sog. Temperaturschockhärtung an sich kalthärtender Klebstoffe bei Härtetemperaturen von 300 bis 400°C , die jedoch nicht für alle Klebstofftypen verträglich ist, werden Härtezeiten von wenigen Minuten erreicht.

Dieser Vorteil wird jedoch weitgehend wieder dadurch aufgehoben, daß eine so gehärtete Klebverbindung anschließend zum Spannungsausgleich im Klebstoff langsam (etwa in 2 bis 4 h) von Härte-temperatur auf RT abgekühlt werden muß. Damit sind alle diese Härtevarianten für mechanisierte bzw. automatisierte Klebprozesse in der Massenfertigung ungeeignet.

Es wurde bereits vorgeschlagen (WP C 09 J/210 647) an sich kalthärtende Klebstoffe bei erhöhter Temperatur lediglich anzuhärten, die Klebverbindung anschließend sofort auf RT abzukühlen und die endgültige Aushärtung bei RT vorzunehmen. Nach eigenen umfangreichen Untersuchungen sind hierbei je nach Reaktivität der Klebstoffe Härtezeiten von etwa 2 bis 10 min bei einer Härtetemperatur von $95^{\circ}\text{C} \pm 3 \text{ K}$ erreichbar (Härtetemperaturen über 100°C sind nicht anwendbar, da der dann in der Klebfuge sich bildende Wasserdampf zur Porenbildung im Klebfilm führt). Dies ist insbesondere für automatisierte Klebprozesse in der Massenfertigung unzureichend, bei denen Härtezeiten im Bereich von einer Minute gefordert werden.

Ziel der Erfindung

Es ist Ziel der Erfindung, ein Verfahren zu entwickeln, welches die Voraussetzung für mechanisierte und automatisierte Klebprozesse mit kürzester Härtezeit in der Massenfertigung schafft.

Das Wesen der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Verkürzung der Härtezeit von Klebstoffen, insbesondere kalthärtender Reaktionsklebstoffe - vorwiegend amin- oder amidhärtbarer Epoxidharzklebstoffe - zu entwickeln, mit dem Härtezeiten im Bereich einer Minute erreicht werden.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die an sich kalthärtenden Reaktionsklebstoffe auf Epoxidharzbasis, bevor sie eine Anhärtung bei erhöhter Temperatur erfahren, einer Vorreaktionszeit der Klebstoffmischung bei RT oder leicht erhöhter Temperatur unterworfen werden. Die Vorreaktionszeit beträgt dabei je nach Reaktivität der Harz/Härtermischung und in Abhängigkeit von der Ansatzmenge etwa 15 bis 60 min bei RT oder etwa 5 bis 15 min bei Temperaturen von etwa 30 bis 60°C. Nach Beendigung dieser Vorreaktionszeit wird die Klebstoffmischung zur Verlängerung ihrer Gebrauchsdauer in bekannter Weise auf oder unter RT abgekühlt.

Eine derartige Vorreaktionszeit an sich kalthärtender Klebstoffe führt bei ihrer anschließenden Heißhärtung

überraschenderweise bei konstanten Härtezeiten zu beachtlichen Festigkeitssteigerungen der Klebverbindung oder bei einer Anhärtung bei erhöhter Temperatur bis zu einer konstanten Anfangsfestigkeit der Klebverbindung zu einer beträchtlichen Verkürzung der Härtezeiten (s. Ausführungsbeispiele).

Dies steht im Widerspruch zu der bisher gültigen Erkenntnis, daß eine derartige Vorreaktion kalt-härtender Klebstoffe zwar ihre Empfindlichkeit gegenüber Umwelteinflüssen, insbesondere gegen hohe relative Luftfeuchten verringert, auf Grund der fortschreitenden Vernetzung der Klebstoffkomponenten und dem damit verbundenen Viskositätsanstieg der Klebstoffmischung bei Kalt- oder Normalhärtung (24 h RT + 2 h 90°C) der Klebstoffe eine schlechtere Benetzung der Fügeteiloberflächen verbunden mit einem Festigkeitsabfall der Klebverbindungen zur Folge hat.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an zwei Ausführungsbeispielen näher erläutert werden. Bei beiden Klebstoffen handelt es sich dabei um an sich kalt-härtende Systeme auf Epoxidharzbasis, wobei Nr. 1 eine reaktive Klebstoffmischung mit einem aliphatischen Amin als Härter darstellt und Nr. 2 ein relativ reaktionsträges System mit einem aromatischen Aminoamid als Härter.

Wie Tabelle 1 zu entnehmen ist, tritt bei beiden Klebstoffsystemen mit steigender Vorreaktionszeit bei Normalhärtung der Klebstoffe der bekannte Festigkeitsabfall auf, während bei der Heißhärtung im Gegensatz dazu ein beträchtlicher Festigkeitsanstieg zu verzeichnen ist (Zugscherfestigkeit nach TGL 14 910/02; Fügeteilwerkstoff: Al Mg 3 F 26; Oberflächenbehandlung: bei Nr. 1 = entfettet, bei Nr. 2 = entfettet und gebeizt). Der Festigkeitsunterschied nach 45 min Vorreaktionszeit beim Klebstoff Nr. 1 beträgt immerhin etwa 80 % (vgl. Zeile 3 und 6 in Tabelle 1) und beim Klebstoff Nr. 2 nach 60 min Vorreaktionszeit etwa 105 % (vgl. Zeile 9 und 12 in Tabelle 1) und dies, obwohl für beide Systeme die gewählte Härtezeit von 2 bzw. 3 min bei 95°C als zu niedrig anzusehen ist (s. Zeile 4 und 10 in Tabelle 1).

Klebstoff	Vorreaktionszeit	Härtung	$\Delta \bar{\tau}$ / % /
	/min/		
	ohne	24h bei RT + 2h bei 90°C = 100	
	30	"	- 21,1
	45	"	- 36,6
1	ohne	2 min bei 95°C	- 34,9
	30	"	- 13,8
	45	"	+ 13,0
	ohne	24h bei RT + 2h bei 90°C = 100	
	30	"	- 13,8
	60	"	- 46,2
2	ohne	3 min bei 95°C	- 4,1
	30	"	$\pm$ 0
	60	"	+ 9,7

Tabelle 1: Einfluß der Vorreaktionszeit eines 100 g - Ansatzes bei RT auf die Zugscherfestigkeit bei konstanten Härtebedingungen

Wird nun anstelle der in Tabelle 1 erkennbaren Festigkeitssteigerung bei Heißhärtung an sich kalthärtender Reaktionsklebstoffe durch die Vorreaktion lediglich eine konstante Anfangsfestigkeit der Klebverbindung von etwa 5 N/mm² durch eine Anhärtung bei erhöhter Temperatur angestrebt, so können die hierfür notwendigen Härtezeiten entscheidend verkürzt werden (s. Tabelle 2).

Klebstoff	Vorreaktionszeit /min/	Anhärtezeit bei 95°C / s /
1	ohne	90
	30	60
	45	30
2	ohne	150
	30	120
	60	90

Tabelle 2: Einfluß der Vorreaktionszeit eines
100 g - Ansatzes bei RT auf die Härte-
zeit bei konstanter Anfangsfestigkeit
der Klebverbindung

Erfindungsansprüche

1. Verfahren zur Verkürzung der Härtezeit von Klebstoffen, insbesondere an sich kalthärtender amin- oder amidhärtbarer Reaktionsklebstoffe auf Epoxidharzbasis, die bei erhöhter Temperatur gehärtet oder angehärtet werden, gekennzeichnet dadurch, daß der Klebstoffansatz vor dem Auftragen auf die Fügeteile einer Vorreaktionszeit von vorzugsweise 15 bis 60 min bei Raumtemperatur oder etwa 5 bis 15 min bei erhöhter Temperatur von etwa 30 bis 60°C unterworfen wird.
2. Verfahren zur Verkürzung der Härtezeit von Klebstoffen nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß der Klebstoffansatz nach Beendigung der Vorreaktionszeit sofort auf oder unter Raumtemperatur abgekühlt wird.