

Peel Tests zur Untersuchung des Haftungsverhaltens von Einbettungsmaterialien für Photovoltaik-Module

Masterarbeit

von

Christof Haingartner

erstellt am

Lehrstuhl für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe

an der Montanuniversität Leoben

und bei der

Polymer Competence Center Leoben GmbH



Betreuung: Dipl. -Ing. Dr.mont. Gernot Oreški

Begutachtung: Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Gerald Pinter

Leoben, August 2013

MASTERARBEIT

für Herrn cand.Ing. Christof Haingartner

Thema: Untersuchung des Adhäsionsverhaltens in Photovoltaik Modulen

Aufgabenstellung:

Photovoltaikmodule bestehen aus einer Vielzahl von unterschiedlichen Materialien, angefangen bei Glas als Frontschutz, der Solarzelle, Kunststofffolien zur Einbettung der Solarzellen und als Rückseite sowie der metallischen Leiter. Hauptaufgabe des Einbettungsmaterials ist die Herstellung des Gesamtverbundes aus allen einzelnen Komponenten. Die Delamination einzelner oder mehrerer Schichten ist einer der kritischsten Fehler während der Nutzungsdauer eines PV-Moduls. Durch Delamination kann es zu vermehrtem Eindringen von Umgebungsmedien ins Modul kommen, was zu einer beschleunigten Materialalterung führen kann. Darüber hinaus kann Delamination zu einem Leistungsabfall führen. Eine gute Haftung der einzelnen Schichten ist ein essentieller Faktor für die Erreichung einer gewünschten Nutzungsdauer von 20 – 25 Jahren.

Ziel der Arbeit ist es daher, das Haftungsverhalten von gängigen Einbettmaterialien zu Glas und zu verschiedenen Rückseitenlaminaten zu ermitteln. Darüber hinaus soll das Bruchverhalten beschrieben werden. Zum Schluss soll der Einfluss von Prüfgeometrie, Prüfparametern und Materialalterung auf das Haftungsverhalten untersucht werden.

Leoben, 22.08.2004

(Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Gerald Pinter)

EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

AFFIDAVIT

I declare in lieu of oath, that I wrote this thesis and performed the associated research myself, using only literature cited in this volume.

Datum

Christof Haingartner

DANKSAGUNG

Allen voran danke ich dem Vorstand des Lehrstuhls für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe (WPK) der Montanuniversität Leoben, Herrn Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Gerald Pinter für die Ermöglichung und Begutachtung dieser Arbeit.

Ganz besonders möchte ich meinem Betreuer und gleichzeitig Leiter des Forschungsprojektes, Herrn Dipl.-Ing. Dr. mont. Gernot Oreški von der Polymer Competence Center Leoben GmbH (PCCL) danken. Seine fachlich kompetente und immer wieder motivierende Unterstützung trug wesentlich zum Gelingen dieser Arbeit bei.

Für die Zusammenarbeit bei der Prüfkörperherstellung danke ich Frau Christina Bauer und Herrn Oliver Schäfer von der Wacker Chemie AG.

Weiters danke ich Herrn Dipl.-Ing. Peter Gutmann und Herrn Jürgen Grosser vom WPK, die stets behilflich waren, wenn Fragen zur oder Probleme mit der Zugprüfmaschine auftauchten.

Für Hilfestellungen bei Infrarotspektroskopie-Untersuchungen danke ich Frau Astrid Rauschenbach vom PCCL.

Die vorliegende Forschungsarbeit wurde an der Polymer Competence Center Leoben GmbH im Rahmen des Kompetenzzentren-Programms COMET des Bundesministeriums für Verkehr, Innovation und Technologie unter Beteiligung der Montanuniversität Leoben (Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe) und der Wacker Chemie AG durchgeführt und mit Mitteln des Bundes und der Länder Steiermark und Oberösterreich gefördert.

KURZFASSUNG

In der Photovoltaik (PV)-Industrie ist der Peel Test ein häufig angewandtes Mittel, um die Haftungseigenschaften von Einbettungsmaterialien für PV-Module zu Glas und Rückseitenfolien zu charakterisieren. Aus der Literatur ist bekannt, dass viele Einflussfaktoren Auswirkungen auf die dabei gemessene Peel Strength haben. Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit solchen Einflussfaktoren. Dazu wurden 180° Peel Tests und T Peel Tests an Laminaten aus Glas, 5 verschiedenen Einbettungsmaterialien und 3 unterschiedlichen Rückseitenfolien durchgeführt. Dabei wurden gezielt die Prüftemperatur und -geschwindigkeit variiert, verschiedene Peelarme in 180° Peel Tests verwendet und die Hälfte der Prüfkörper einer beschleunigten Materialalterung durch heiß-feuchte Auslagerung unterzogen.

Bei der Auswertung der Peel Tests stellten sich zwei Probleme. Häufig verlief der Bruch nicht an der gewünschten Grenzschicht, was eine permanente Dokumentation der Art des Bruches erfordert. Es wurde auch festgestellt, dass der Bruch nicht immer in der schwächsten Schicht verläuft. Das zweite Problem war die große Streubreite der gemessenen Peel Strength. Dies verdeutlicht die Bedeutsamkeit einheitlicher Bedingungen bei der Prüfkörperherstellung und -lagerung und während der Prüfung. Aufgrund der großen Streubreite der Messergebnisse konnte kein eindeutiger Einfluss der Steifigkeit des Peelarms auf die Peel Strength erkannt werden. Die Steifigkeit des Einbettungsmaterials hatte jedoch Auswirkungen auf die Art des Bruches: in Prüfkörpern mit relativ steifen Einbettungsmaterialien trat gehäuft Delamination in der Rückseitenfolie auf. Das wurde darauf zurückgeführt, dass mit höherer Steifigkeit des Einbettungsmaterials ein kleinerer Peelradius und damit lokal größere Belastungen des Peelarms einhergehen.

Um den Einfluss der Prüftemperatur zu ergründen, wurden alle Materialkombinationen bei 23°C, 45°C und 70°C geprüft. Im Allgemeinen zeigte sich eine Abnahme der Peel Strength mit zunehmender Prüftemperatur. Diese war für unterschiedliche Materialkombinationen verschieden stark ausgeprägt und häufig, aufgrund der großen Streuung, nicht signifikant. Peel Tests wurden auch bei unterschiedlichen Prüfgeschwindigkeiten (5 mm/min, 10 mm/min, 50 mm/min und 100 mm/min) durchgeführt. Für Adhäsionsbrüche wurde kein eindeutiger Einfluss auf die Peel

Strength festgestellt. Für Kohäsionsbrüche nahm die Peel Strength mit steigender Prüfgeschwindigkeit geringfügig zu. Nach heiß-feuchter Auslagerung verringerte sich die Peel Strength für Adhäsionsbrüche, unterschiedlich ausgeprägt bei den einzelnen Einbettungsmaterialien. Bei einem Einbettungsmaterial wurde auch eine Änderung des vorherrschenden Versagensmechanismus festgestellt: von Kohäsionsbruch tief im Einbettungsmaterial auf Kohäsionsbruch im Einbettungsmaterial nahe der Grenzschicht zu Glas bei viel geringeren Kräften.

ABSTRACT

The peel test in the photovoltaic (PV) industry is a widely used method to characterize adhesive properties of materials used as encapsulants for PV modules. This thesis deals with the various factors that influence the peel strength determined from peel tests. 180° peel tests and T peel tests were carried out on specimens laminated from glass, 5 different encapsulants and 3 different backsheets. Peel tests were conducted at different temperatures (23°C, 45°C, 70°C) and test rates (5 mm/min, 10 mm/min, 50 mm/min, 100 mm/min) and different peel arms were used in 180° peel tests. Half of the specimens were aged for 1000 h in damp heat conditions.

While evaluating the peel tests, two major problems arose. In many cases the crack did not propagate at the desired interface and specimens did not even break in the weakest layer. This emphasizes the necessity of documentation whether the rupture was cohesive or adhesive and at which interface. The second problem was the wide scattering of peel strength, stressing the importance of equal conditions during fabrication, storage and testing of specimens. For the wide scattering, no significant influence of the peel arm's stiffness on the peel strength was identified. The stiffness of the encapsulant, however, turned out to be crucial for the kind of fracture. The higher the encapsulant's stiffness, the more prevalent was delamination within the backsheet instead of an adhesive fracture between the encapsulant and glass or backsheet because high stiffness of the encapsulant leads to a smaller peel radius and therefore higher local stresses in the backsheet.

In general, peel strength for adhesive and cohesive fracture decreased with rising test temperature. Some materials showed stronger temperature dependence than others. Contradictory to time-temperature equivalence, the test rate hardly showed any effect on the peel strength. Only for cohesive fracture was a slight increase of peel strength with rising test rate observed. For all encapsulants the peel strength decreased after damp heat aging. Again, as for temperature dependence, the effect was individual for each material. For one of the encapsulants the prevalent fracture mechanism changed after aging: aged specimens broke via cohesive fracture within the encapsulant close to the interface to glass, exhibiting much lower

peel strength than for a cohesive fracture deeper within the material, suggesting the creation of a weak boundary layer.

INHALT

SYMBOLE UND ABKÜRZUNGEN	1
1. EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG	2
2. GRUNDLAGEN	5
2.1. Einbettungsmaterialien für Photovoltaikmodule	5
2.2. Peel Test	6
2.2.1. Adhesive Fracture Energy	8
2.3. Lap Shear Test	11
3. EXPERIMENTELLES	13
3.1. Werkstoffe und Prüfbedingungen	13
3.2. Prüfkörperherstellung	15
3.3. Versuchsdurchführung und Bestimmung der Peel Strength	19
3.4. Bestimmung der Adhesive Fracture Energy	22
4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION	25
4.1. Qualitatives Bruchverhalten der Werkstoffe im Peel Test	25
4.1.1. Einbettungsmaterialien	26
4.1.2. Rückseitenfolien	31
4.1.3. Spezielle Phänomene im Bruchbild und in der Kraft-Weg-Kurve	33
4.2. Quantitative Gegenüberstellung der Einbettungsmaterialien mittels	
Peel Tests	38
4.3. Einfluss ausgewählter Parameter auf die Ergebnisse von Peel Tests	49
4.3.1. Einflüsse aus der Prüfkörperherstellung	50
4.3.2. Einfluss des Peelarms	52
4.3.3. Temperatureinfluss	56
4.3.4. Geschwindigkeitseinfluss	58
4.3.5. Alterungseinfluss	60

4.4. Lap Shear Test	66
5. ZUSAMMENFASSUNG	68
6. LITERATUR	73

SYMBOLE UND ABKÜRZUNGEN

Abkürzung	Bedeutung
a	gealtert
b	Breite (in Prüfkörpern)
EVA	Ethylen/Vinylacetat-Copolymer
G_C	Adhesive Fracture Energy
G_d	Plastic Work in Bending
G_{tot}	gesamte von außen eingebrachte spezifische Energie
h	Dicke (in Prüfkörpern)
IEEE	Institute of Electrical and Electronics Engineers
L	Länge (in Prüfkörpern)
LLDPE	lineares Polyethylen niedriger Dichte
NREL	National Renewable Energy Laboratory
PA	Polyamid
PE	Polyethylen
PET	Polyethylenterephthalat
PS	Peel Strength
PV	Photovoltaik
PVDF	Polyvinylidenfluorid
PVF	Polyvinylfluorid
R_0	Peelradius
TPSE	thermoplastisches Silikonelastomer
u	ungealtert
ÜL	Überlappungslänge (beim Lap Shear Test)
α	Work Hardening Parameter
ϵ_a	maximale Dehnung im Peelarm
ϵ_y	Streckdehnung
σ_a	maximale Spannung im Peelarm
σ_y	Streckgrenze

1. EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG

Ein häufiger Grund für Leistungsverluste oder Versagen von Photovoltaik (PV)-Modulen ist Delamination zwischen Einbettungsmaterialien und PV-Zellen bzw. Verglasung oder Rückseitenfolien aufgrund von Haftungsverlusten. Deshalb ist das Haftungsverhalten der verschiedenen Materialien untereinander essenziell für die Langzeitstabilität von PV-Modulen. Um verschiedene Werkstoffe in dieser Hinsicht zu vergleichen, ist es notwendig, die Haftung zwischen unterschiedlichen Materialien zu quantifizieren (Czanderna und Pern, 1996, King et al., 1999, Pern und Glick, 2003, Chamberlin et al., 2011).

Ein in der PV-Industrie weit verbreitetes Prüfverfahren zur Messung der Haftfestigkeit ist der Peel Test (Jorgensen et al., Pern und Glick, 2003). Dieser ist einfach durchzuführen, bringt allerdings verschiedene Probleme mit sich: Die dabei gemessene Peel Strength wird nicht allein von der Haftung bestimmt, sondern ist von vielen Faktoren abhängig. Zudem ist seine Praxisrelevanz fragwürdig, da die im Peel Test induzierte Schälbelastung in PV-Modulen im Einsatz kaum auftritt. Andere Prüfverfahren wie Compressive Shear Test oder Trommelschälversuch bieten zwar Vorteile in ihrer Auswertung, sind aber wesentlich aufwändiger in der Durchführung (Breslauer und Troczynski, 2001, Chapuis et al., 2011).

Als Einflussfaktoren auf die Ergebnisse von Peel Tests werden in der Literatur die Prüftemperatur- und -geschwindigkeit sowie Materialeigenschaften, Abmessungen und Anordnung der Prüfkörper genannt. Bezüglich Abmessungen und Anordnung werden insbesondere der Peelwinkel, die Prüfkörperbreite sowie die Dicken der Klebeschicht und der Peelarme erwähnt. Was die Materialeigenschaften betrifft, so ändern sich diese im Zuge der Materialalterung, wodurch den Bedingungen bei der Prüfkörperherstellung und -lagerung entscheidende Bedeutung zukommt (Kinloch et al., 1994, Price und Sargent, 1997, Cook et al., 1998, Sargent, 1998, Brown, 2004, Williams und Kauzlarich, 2005, Nase et al., 2008, Oreški und Pinter, 2011).

Die Prüfkörperbreite (zwischen 2 mm und 12 mm) stellt nach Price und Sargent (1997) im 90° Peel Test an Aluminium-Epoxidharz-Klebeverbindungen keinen

nennenswerten Einfluss auf die Peel Strength dar. Eine größere Dicke des Peel arms bewirkt nach Untersuchungen von Kinloch et al. (1994) nur eine leichte Erhöhung der Peel Strength. Die in dieser Veröffentlichung vorgestellte analytische Betrachtung des Peel Tests sagt einen Anstieg der Peel Strength mit zunehmender Klebeschichtdicke voraus. Dies wurde von Price und Sargent (1997) und Sargent (1998) experimentell bestätigt.

Der Einfluss des Peelwinkels wurde von einigen Autoren untersucht und ihre Ergebnisse widersprechen einander. Die Messungen von Kinloch et al. (1994) an Laminaten zwischen verschiedenen Kunststoffen ergaben einen Anstieg der Peel Strength mit zunehmendem Peelwinkel zwischen 30° und 150° . Cook et al. (1998) untersuchten Klebeverbindungen zwischen Naturkautschuk und Stahl und stellten einen Anstieg der „Peel Energy“ (von der Gesamtenergie wurde nur ein Dehnungsanteil abgezogen) mit zunehmendem Peelwinkel zwischen 30° und 90° auf etwa den fünffachen Wert fest. Die Prüfungen von Williams und Kauzlarich (2005) dagegen ergaben stark abfallende Peel Strength mit zunehmendem Peelwinkel zwischen 10° und etwa 90° und annähernd gleich bleibende Peel Strength bei weiterer Vergrößerung des Peelwinkels und bestätigten somit ihr Modell für nichtlineares mechanisches Werkstoffverhalten. Nase et al. (2008) wiederum beobachteten eine U-förmige Abhängigkeit der Peel Strength vom Peelwinkel zwischen 70° und 180° mit einem Minimum bei etwa 120° . Offenbar sind die Auswirkungen des Peelwinkels auf die Peel Strength nur in Synergie mit den mechanischen Eigenschaften der getesteten Werkstoffe zu betrachten. In der Studie von Kinloch et al. (1994) wurde nachgewiesen, dass die nach der dort vorgestellten Theorie analytisch berechnete Adhesive Fracture Energy G_c nahezu unabhängig von den Prüfkörperabmessungen und vom Peelwinkel ist. Diese ist jedoch, da sie durch (viskoelastische) Materialverformung um die Risspitze dissipierte Energie beinhaltet, abhängig von Prüftemperatur und -geschwindigkeit.

Der Einfluss der Prüftemperatur wurde von Brown (2004) im 90° Peel Test an Kupfer-Epoxidharz-Klebeverbindungen sowie von Oreški und Pinter (2011) im 180° Peel Test und T Peel Test an Einkapselungsmaterialien für PV-Module analysiert. Beide Untersuchungen zeigten abnehmende Peel Strength mit steigender Prüftemperatur, wobei die Stärke des Zusammenhangs je nach Materialkombina-

tion stark variierte und in einigen Fällen auch eine Änderung des Versagensmechanismus auftrat.

Die Messungen von Kinloch et al. (1994) ergaben einen Anstieg der Adhesive Fracture Energy um den Faktor ~ 2 bei Vergrößerung der Rissausbreitungsgeschwindigkeit um zwei Dekaden. Dagegen fanden Cook et al. (1998) einen kaum über die statistischen Schwankungen hinausgehenden Anstieg der „Peel Energy“ und Brown (2004) weitaus geringere Auswirkungen der Prüfgeschwindigkeit als der Temperatur und der Feuchtigkeit.

Untersuchungen über Auswirkungen diverser Parameter auf Ergebnisse von Peel Tests sind also zahlreich. Dennoch werden in der Industrie Peel Tests in sehr unterschiedlichen Variationen durchgeführt. In dieser Arbeit sollen die Haftungseigenschaften neuer thermoplastischer Einbettungsmaterialien für PV-Module mit dem Peel Test charakterisiert werden. Dabei sollen verschiedene Einflüsse auf die Ergebnisse von Peel Tests analysiert werden, um aufzuzeigen, inwieweit Herstellerangaben über die in Datenblättern häufig zu findende Peel Strength miteinander vergleichbar sind, und mögliche Probleme in der Deutung von Peel Tests darzulegen. Im Speziellen werden die Einflüsse der Peelarme (insbesondere ihre Steifigkeit), der Prüftemperatur und -geschwindigkeit, sowie der Materialalterung nach heiß-feuchter Auslagerung und mögliche Auswirkungen der Prüfkörperherstellung untersucht.

2. GRUNDLAGEN

2.1. Einbettungsmaterialien für Photovoltaikmodule

Photovoltaik (PV)-Module der Silizium-Technologie bestehen aus einem mehrschichtigen Aufbau wie in Abb. 2.1 abgebildet. Die Hauptanforderungen an die Einkapselung sind mechanische Unterstützung und Positionierung der PV-Zellen, optische Kopplung und Transparenz im solaren Strahlungsspektrum, elektrische Isolation und Schutz vor Umgebungsmedien. Die spröden PV-Zellen sind in einem Einbettungsmaterial, das den Verbund zur vorderseitigen Verglasung und zur Rückseitenfolie herstellt, eingebettet.

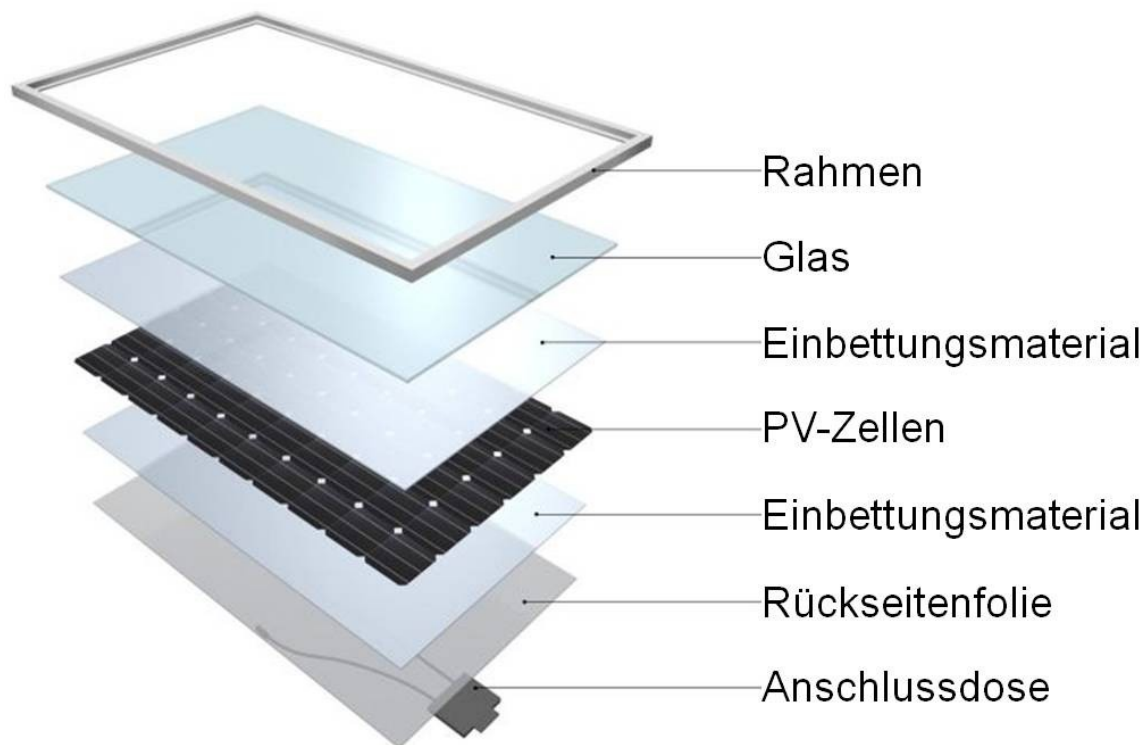


Abb. 2.1: Prinzipieller Aufbau eines PV-Moduls (<http://www.centrotherm.de/produkte-dienstleistungen/solarzelle-modul/technologie.html>; Zugriff am 20.05.2013).

Eine zentrale Aufgabe des Einbettungsmaterials ist es, die unterschiedlichen Wärmeausdehnungen der eingesetzten Werkstoffe ohne großen Spannungsaufbau aufzunehmen. Deshalb werden als Einbettungsmaterial bevorzugt gummielastische Kunststoffe mit niedrigem E-Modul (Größenordnung 20 MPa bei Raumtem-

peratur) eingesetzt (Shioda und Zenkoh, 2012). PV-Module sind während ihrer üblicherweise auf 20 bis 30 Jahre ausgelegten Lebensdauer einer Reihe von Belastungen (u. a. Temperatur- und Feuchtigkeitsschwankungen, UV-Strahlung, atmosphärischen Gasen und mechanischen Belastungen wie Hagelschlag) ausgesetzt. Diese können durch Alterung der Werkstoffe zum Versagen der Module führen. Ein Grund für Leistungsverluste oder Versagen von PV-Modulen ist Delamination zwischen Einbettungsmaterialien und PV-Zellen bzw. Verglasung oder Rückseitenfolien aufgrund von Haftungsverlusten. Zumeist tritt Delamination zwischen PV-Zellen und Einbettungsmaterial ausgehend von den gelöteten Zellverbindungen auf (King et al., 1999, Chamberlin et al., 2011, Shioda, 2013). Hierbei spielt Feuchtigkeit eine zentrale Rolle (Tucker, 2008). Durch Delamination wird in erster Linie die optische Kopplung beeinträchtigt (Leistungsverluste bis -43 % (Shioda, 2013)) und können sich, was weitaus kritischer betrachtet wird, an den neu gebildeten Oberflächen Sauerstoff, Wasser oder andere Stoffe ansammeln, die in weiterer Folge zu Korrosion führen. In der PV-Industrie wird daher besonderer Wert auf die Haftungseigenschaften zwischen den verwendeten Werkstoffen gelegt (Czanderna und Pern, 1996, King et al., 1999, Pern und Glick, 2003, Chamberlin et al., 2011).

Als Einbettungsmaterial für PV-Module hat sich seit den 1980er Jahren vernetztes Ethylen-Vinylacetat (EVA) als Standard etabliert. In jüngerer Zeit wurden schnellvernetzende Typen und thermoplastische Einbettungsmaterialien entwickelt, da sich durch die verkürzte bzw. wegfallende Vernetzungsdauer kürzere Produktionszyklen und damit Kostenersparnisse ergeben. Kunststoffklassen, die als thermoplastische Einbettungsmaterialien bereits eingesetzt werden, sind Polyolefine, Ionomere, thermoplastische Silikon-Elastomere bzw. deren Copolymere mit Polyolefinen, Polyvinylbutyral und thermoplastische Polyurethane. (Klemchuk et al., 1997, Pern und Glick, 2003, Tucker, 2008, Kempe et al., 2010, Moseley et al., 2011, Miller et al., 2012).

2.2. Peel Test

Der Peel Test ist in der PV-Industrie weit verbreitet und akzeptiert (Jorgensen et al., Pern und Glick, 2003). Viele Hersteller geben in den Datenblättern ihrer Ein-

bettungsmaterialien die Peel Strength zu Glas und in den Datenblättern von Rückseitenfolien die Peel Strength zum häufigen Einbettungsmaterial EVA an.

Beim Peel Test werden die Enden zweier aneinandergeliebter Teile unter konstanter Geschwindigkeit belastet, so dass sich die Teile in einem Schälvorgang voneinander lösen. Es wird unterschieden zwischen Peel Test unter konstantem Peelwinkel θ und T Peel Test bei dem sich der Peelwinkel je nach der Steifigkeit der beiden Peelarme von selbst einstellt. In Abb. 2.2 ist ein Schema des T Peel Tests dargestellt. Die aufgebrachte Kraft P wird gemessen und ein Kraft-Weg-Diagramm erstellt. Im Idealfall stellt sich eine annähernd konstante Kraft (Peel Force) ein. Diese, über den Peelweg gemittelt (\bar{P}) und durch die Breite des Peelarms b gebrochen, ergibt die Peel Strength (s. Abb. 2.3), welche für ideal elastische Materialverformungen eine direkte Messgröße für die Haftung zwischen den getrennten Oberflächen darstellt (Aravas et al., 1989, Kinloch et al., 1994). In der vorliegenden Arbeit wird der Terminus Peel Strength für Adhäsionsbrüche genauso wie für Kohäsionsbrüche verwendet.

$$\text{Peel Strength} = \frac{\bar{P}}{b} \quad (2.1)$$

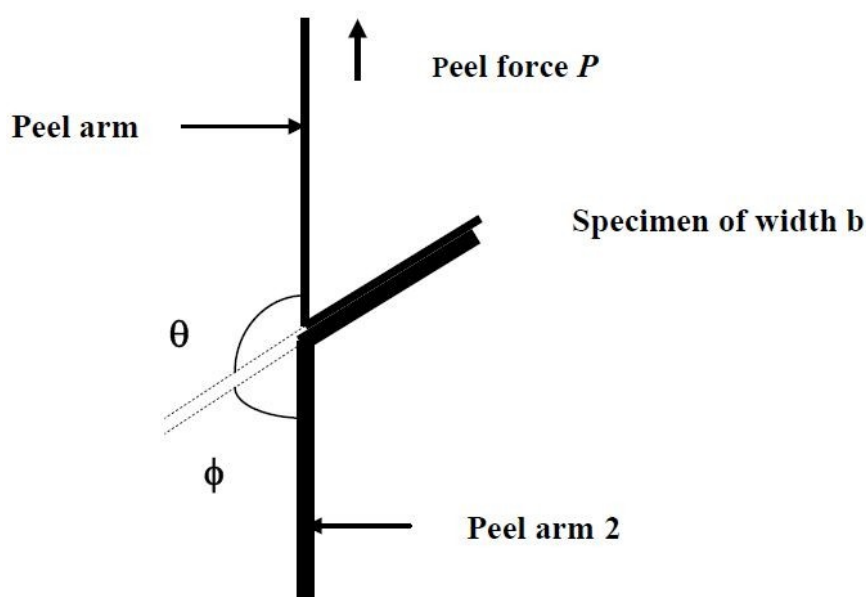


Abb. 2.2: Schema des T Peel Tests (Moore und Williams 2010).

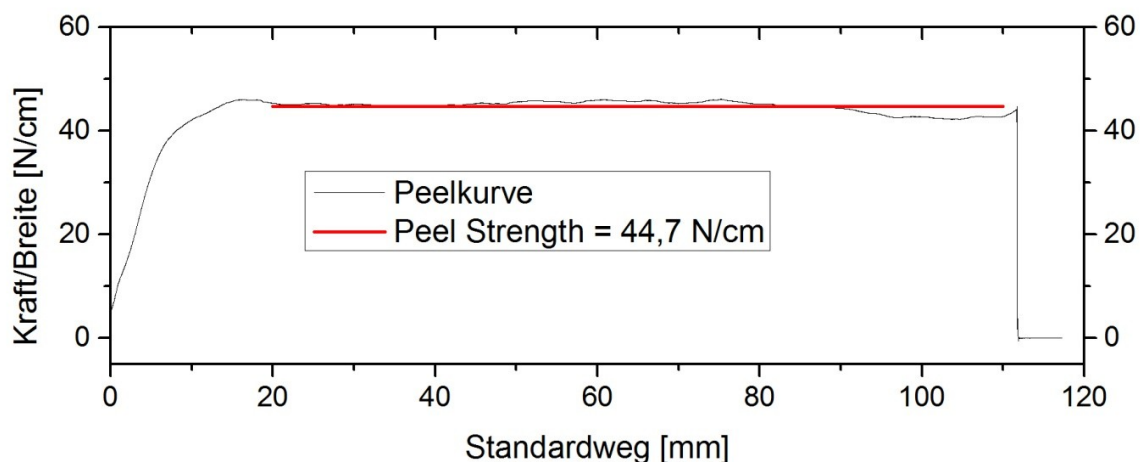


Abb. 2.3: Ermittlung der Peel Strength aus dem Peel Test.

In den meisten Fällen, besonders bei guter Haftung und niedriger Streckgrenze des als Peelarm eingesetzten Werkstoffes, wird jedoch zumindest ein Peelarm inelastisch deformiert. In diesem Fall stellt die Peel Strength keine direkte Messgröße für die Haftung zwischen den getrennten Oberflächen dar, da ein Teil der einwirkenden Kraft für die Verformung des Peelarms benötigt wird und nicht für die Trennung der Kontaktfläche zur Verfügung steht. Über einen energiebasierenden Ansatz kann jedoch ein von den Prüfkörperabmessungen unabhängiger Kennwert für die Haftung zwischen den getrennten Oberflächen, die Adhesive Fracture Energy, berechnet werden. Eine experimentelle Methode zu deren direkten Bestimmung in einem Trommelschälversuch (Mandrel Peel Test) wurde von Breslauer und Troczynski (2001) beschrieben. Aufgrund des aufwändigeren Messaufbaus des Trommelschälversuches wird in dieser Arbeit auf eine Berechnung aus einfachen Peel Tests und Zugprüfungen zurückgegriffen.

2.2.1. Adhesive Fracture Energy

Die Berechnung von G_c basiert auf der Theorie von Kinloch, Lau und Williams (Kinloch et al., 1994). Sämtliche Ausführungen in diesem Kapitel entstammen dieser Veröffentlichung. Demnach kann die gesamte von außen eingebrachte Energie in drei Teile aufgespalten werden (vgl. Abb. 2.4):

- Einen Dehnungsanteil, der die im Peelarm elastisch gespeicherte und durch inelastische Dehnung dissipierte Energie beinhaltet,

- einen Biegungsanteil, der die durch inelastische Biegung und anschließende inelastische Streckung im Peelarm dissipierte Energie berücksichtigt und
- die zur Trennung der Grenzfläche nötige Energie, die, bezogen auf ein Flächenelement, als Adhesive Fracture Energy G_c bezeichnet wird.

Für viele Materialkombinationen ist der Dehnungsanteil vernachlässigbar gering.

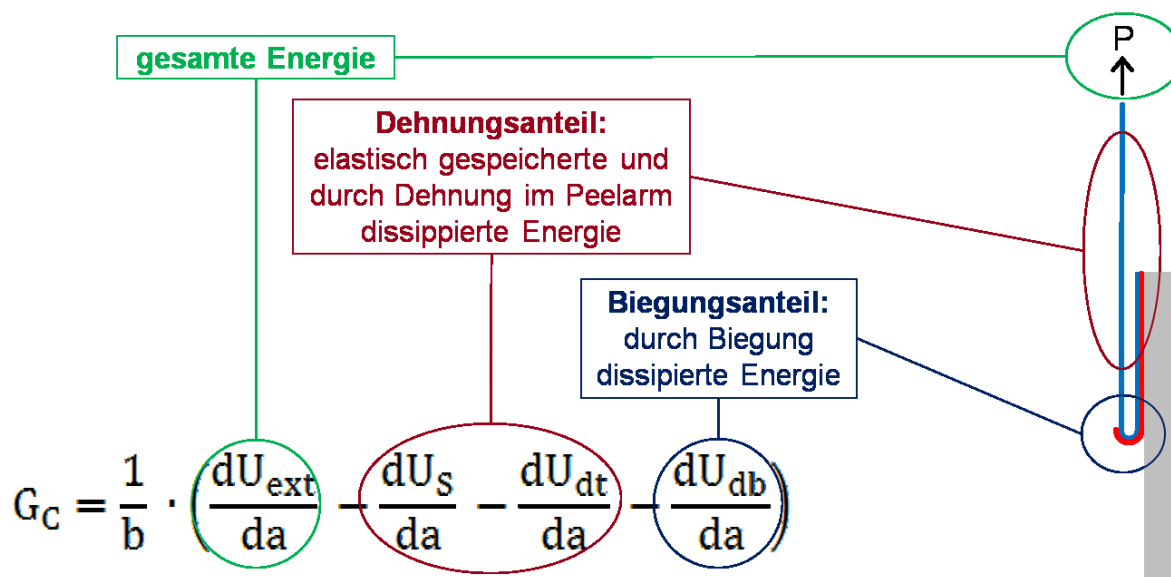


Abb. 2.4: Aufteilung der gesamten im Peel Test von außen zugeführten Energie in einen Dehnungsanteil, einen Biegungsanteil und den adhäsiven Anteil G_c , jeweils als spezifische (flächenbezogene) Energie (nach Kinloch et al., 1994).

Die Berechnung von G_c geht von einer Energiebilanz (2.2) aus.

$$G_c = \frac{1}{b} \cdot \left(\frac{dU_{\text{ext}}}{da} - \frac{dU_s}{da} - \frac{dU_{\text{dt}}}{da} - \frac{dU_{\text{db}}}{da} \right) \quad (2.2)$$

b steht für die Breite des Prüfkörpers, U_{ext} für die von außen eingebrachte Arbeit, U_s für die im Peelarm gespeicherte Dehnungsenergie, U_{dt} für die durch irreversible Zugverformung im Peelarm dissipierte Energie, U_{db} für die durch Biegung dissipierte Energie und da für ein Element entlang des Peelweges. Nach dieser Theorie stellt G_c einen materialspezifischen Kennwert dar, der unabhängig von den Abmessungen des Prüfkörpers ist. Er beinhaltet die Energie zur Trennung der Stoffe und die lokal um die Risspitze dissipierte Energie, bezogen auf eine Flä-

cheneinheit. Deshalb ist er im Falle viskoelastischer Materialien abhängig von Temperatur und Abzugsgeschwindigkeit. Zur Berechnung von G_c wurde basierend auf der genannten Theorie das Computerprogramm ICPeel (Kawashita und Moore, 2006) entwickelt. Mit der in diesem Programm verwendeten Nomenklatur lässt sich schreiben:

$$G_c = G_{\text{tot}} - G_d \quad \text{mit} \quad (2.3)$$

$$G_{\text{tot}} = \frac{1}{b} \cdot \left(\frac{dU_{\text{ext}}}{da} - \frac{dU_S}{da} - \frac{dU_{\text{dt}}}{da} \right) \quad \text{und} \quad (2.4)$$

$$G_d = \frac{1}{b} \cdot \frac{dU_{\text{db}}}{da} \quad (2.5)$$

Hierbei entspricht G_{tot} der um die gespeicherte Dehnungsenergie und durch irreversible Zugverformung im Peelarm korrigierten spezifischen (auf eine Flächeneinheit bezogene) Energie, also derjenigen, die an der Peelfront umgesetzt wird. G_d ist die durch irreversible Biegung dissipierte spezifische Energie (Plastic Work in Bending). Die Berechnung der einzelnen Terme wurde von Kinloch et al. (1994) ausführlich beschrieben.

Dieser Berechnung wird ein bilineares Materialmodell für das Verformungsverhalten des Peelarms zugrunde gelegt. Die Streckgrenze σ_y bzw. ε_y und den Work Hardening Parameter α des Peelarms erhält man aus einer bilinearen Annäherung der Spannungs-Dehnungskurve aus einem Zugversuch am Peelarm, s. Abb. 2.5. ε_y ergibt sich als Ordinatenwert des Kreuzungspunktes der angenäherten Geraden, α ist das Verhältnis der Steigungen der Geraden oberhalb und unterhalb der Fließgrenze. Moore und Williams (2010) empfehlen, die Kennwerte aus der Auftragung wahre Spannung über wahre Dehnung zu ermitteln, wenn die Dehnung im Peel Test 10 % übersteigt. Unter der Annahme, dass das Volumen des Prüfkörpers während der Prüfung konstant bleibt (Querkontraktionszahl $\nu = 0,5$), errechnen sich die wahre Spannung σ_t und die wahre Dehnung ε_t aus der Nominalspannung und -dehnung im uniaxialen Spannungszustand aus den Gleichungen (2.6) und (2.7). Da die Querkontraktionszahl der meisten Kunststoffe etwa 0,35 beträgt

und das Volumen unter Zugbeanspruchung damit zunimmt, stellt Gleichung (2.6) nur eine Näherung dar (Bierögl, 2011, Frick und Stern, 2011, Lüpke, 2011).

$$\sigma_t = \sigma (1 + \varepsilon) \quad (2.6)$$

$$\varepsilon_t = \ln (1 + \varepsilon) \quad (2.7)$$

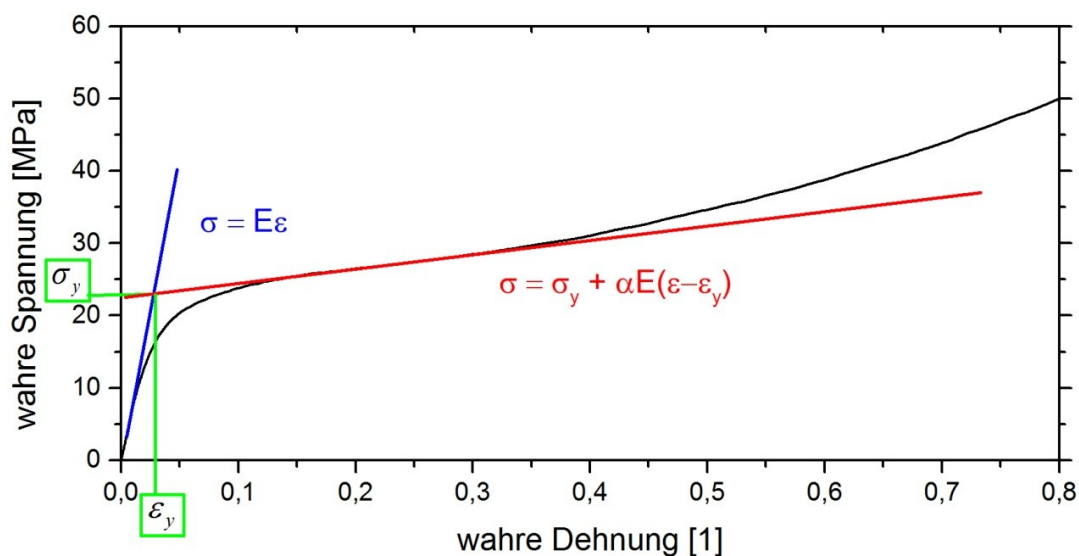


Abb. 2.5: Prinzip der bilinearen Annäherung der Spannungs-Dehnungskurve des Peelarms.

2.3. Lap Shear Test

Das Prinzip des Lap Shear Tests ist in Abb. 2.6 dargestellt. Zwei Platten werden über ihre gesamte Breite b auf einer bestimmten Überlappungslänge (ÜL) aufeinandergeklebt. Die freien Enden der Platten werden in eine Zugprüfmaschine eingespannt und parallel zu den Platten und der Klebefläche mit konstanter Geschwindigkeit unter Messung der Kraft P voneinander getrennt. Dadurch wird die Kontaktfläche primär durch Scherung beansprucht. Aufgrund der Querkontraktion der Fügeteile treten jedoch auch Schälspannungen in der Klebeschicht auf (Habenicht, 2009). Nach ISO 4587:2003 wird die größte auftretende Kraft P bezogen auf die Scherfläche als Lap Shear Strength bezeichnet.

$$\text{Lap Shear Strength} = \frac{P}{\ddot{U}L \cdot b} \quad (2.8)$$

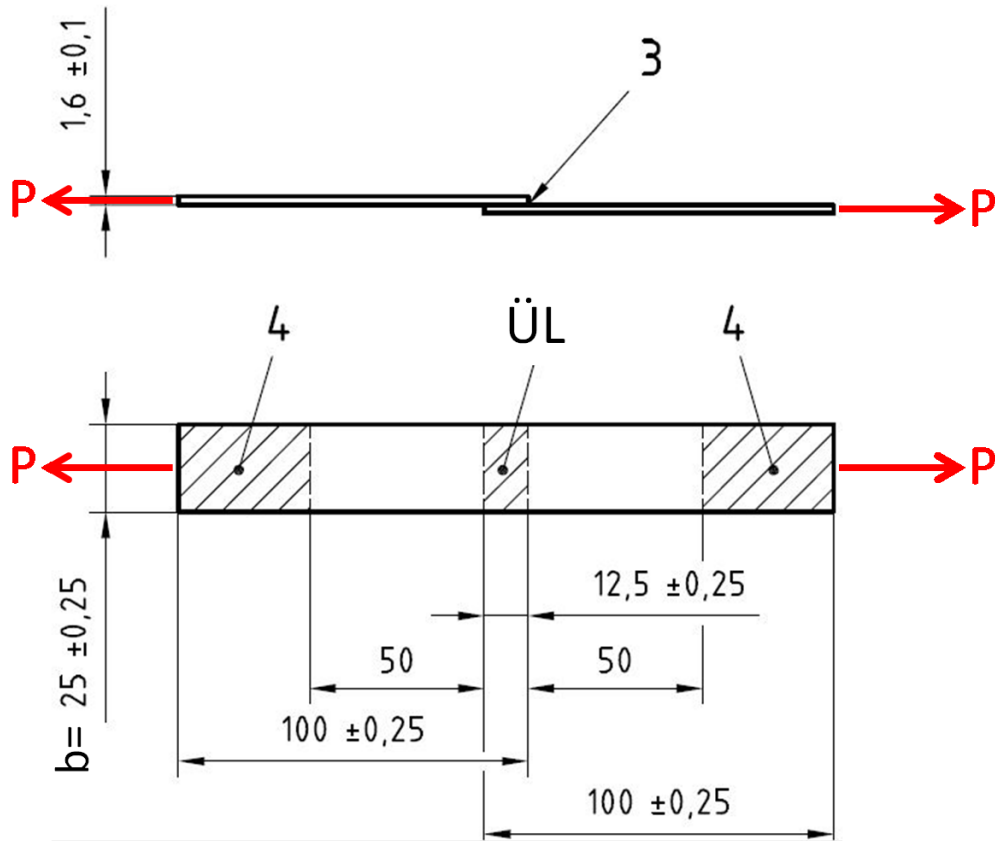


Abb. 2.6: Prinzip des Lap Shear Tests (nach ISO 4587:2003).

3. EXPERIMENTELLES

3.1. Werkstoffe und Prüfbedingungen

Für diese Arbeit wurden drei handelsübliche Rückseitenfolien und fünf verschiedene Einbettungsmaterialien ausgewählt, um das Haftverhalten zwischen Einbettungsmaterialien und Glas sowie zwischen Einbettungsmaterialien und Rückseitenfolien zu untersuchen. Diese sind in Tabelle 3.1 aufgelistet.

Tabelle 3.1: Liste der untersuchten Werkstoffe.

RÜCKSEITENFOLIEN			
Bezeichnung	Material	Hersteller	Handelsname
AAA	Co-Extrudat aus 3 Schichten PA	Isovoltac AG (Lebring, Ö)	Icosolar AAA3554
KPK	Dreischichtlaminat PVDF-PET-PVDF	Krempel GmbH (Vaihingen/Enz, D)	AKASOL PVL KPK 1000V
TPT	Dreischichtlaminat PVF-PET-PVF	Isovoltac AG (Lebring, Ö)	Icosolar 2442
EINBETTUNGSMATERIALIEN			
Bezeichnung	Material	Hersteller	Handelsname
dgc	Ethylen-Acrylat-Copolymer	jura-plast GmbH (Reichenschwand, D)	DG CIS
dow	LLDPE	Dow Chemical Company (Midland, USA)	Enlight
dnp	LLDPE	dnpSolar (Karlsunde, Dänemark)	PV-FS Z68
eva	EVA	Bridgestone (Tokio, JP)	Evasky
tec	TPSE	Wacker Chemie GmbH (München, D)	Tectosil

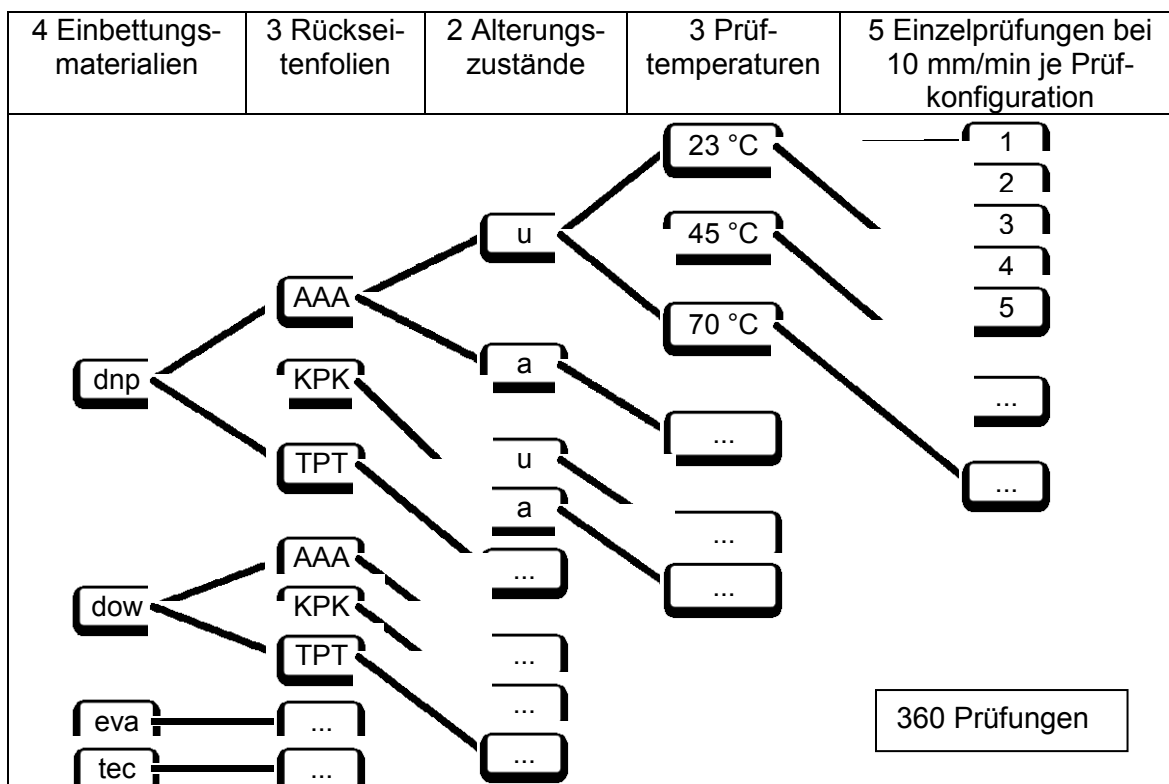
Die Hälfte der Prüfkörper wurde über die Dauer von 1000 Stunden in einem Klimaschrank bei 85 °C und 85 % relativer Luftfeuchtigkeit ausgelagert. Diese Auslagerungsbedingungen sind für Prüfungen in der Photovoltaikindustrie üblich und in der Norm der International Electrotechnical Commission IEC 61215:2005 angeführt. Diese Proben werden im Folgenden kurz als „gealtert“ (a), die restlichen als ungealtert (u) bezeichnet. Die Peel Tests und Lap Shear Tests wurden auf einer

Universalzugprüfmaschine des Typs Z010 der Firma Zwick GmbH & Co. KG (Ulm, D.) mit Temperierkammer durchgeführt. Von jeder Materialkombination, sowohl ungealterter als auch gealterter Prüfkörper, wurden jeweils 5 Prüfungen bei 23°C, 45°C und 70°C durchgeführt. Die Prüfgeschwindigkeit betrug 10 mm/min (Traversengeschwindigkeit der Zugprüfmaschine). Für ausgewählte Prüfkombinationen wurden auch Prüfungen bei anderen Geschwindigkeiten durchgeführt. In Tabelle 3.2 und Tabelle 3.3 sind alle Prüfkombinationen angeführt.

Tabelle 3.2: Prüfkombinationen für den 180° Peel Test.

5 Einbettungs- materialien	2 Rücksei- tenfolien	2 Alterungs- zustände	3 Prüf- temperaturen	5 Einzelprüfungen bei 10 mm/min je Prüf- kombination	
dgc	AAA	u	23 °C	1	
			45 °C	2	
	TPT	a	70 °C	3	
			...	4	
	AAA	5	
			
	dnp	TPT	
			
	dow
	eva
tec	
				300 Prüfungen	

Die Prüfkörper wurden bis zur Prüfung abgedunkelt bei Raumtemperatur gelagert. Die verwendeten Rückseiten- und Einbettungsmaterialien wurden vor der Prüfkörperherstellung im selben Raum unterschiedlich lang gelagert. Das Einbettungsmaterial dgc lagerte vor der Prüfkörperherstellung bereits über ein Jahr, was bei der Beurteilung der Ergebnisse berücksichtigt werden muss.

Tabelle 3.3: Prüfkonfigurationen für den T Peel Test.

3.2. Prüfkörperherstellung

Das Ziel des 180° Peel Tests war die Bestimmung der Haftungseigenschaften der Einbettungsmaterialien zu Glas. Dazu wurden Prüfkörper wie in Abb. 3.1 ersichtlich hergestellt. Geprüft wurden die in Tabelle 3.4 aufgelisteten Einbettungsmaterialien jeweils in Kombination mit den Rückseitenfolien AAA und TPT. Diese unterschiedlich steifen Rückseitenfolien als Peelarm sollten den Einfluss des Peelarms auf die Peel Strength belegen. Als Träger dienten Platten aus Floatglas mit den Abmessungen Länge (L) · Breite (b) · Dicke (h) = 150 mm · 25 mm · 6 mm. Diese wurden zuerst in einer Spülmaschine mit einem hochalkalischen Flüssigreiniger gereinigt. Aus den Einbettungsmaterialien wurden Streifen mit den Abmessungen L · b = 100 mm · 25 mm geschnitten. Die Rückseitenfolien wurden zu Streifen von L · b = 300 mm · 25 mm zugeschnitten, wobei die Längsrichtung der Extrusionsrichtung der Folien entsprach. Auf die dem im Herstellungsprozess durchlaufenen Zinnbad abgewandte Seite der Glasplatte wurden jeweils 2 Schichten Einbettungsmaterial und darauf eine Rückseitenfolie gelegt. Um beim Laminieren ein

Abfließen des Einbettungsmaterials auf den für die Einspannung vorgesehenen Bereich der Glasplatte zu verhindern, wurde angrenzend an das Einbettungsmaterial eine Trennfolie eingelegt. Jedes Laminat wurde an 2 Stellen zur Fixierung mit Klebeband umwickelt, wodurch ein Verrutschen der Lagen beim Laminieren weitgehend verhindert wurde.

Die Lamine wurden in die von einer Membran luftdicht abgeschlossene Hauptkammer eines Laminators gelegt. Die Hauptkammer und die Umgebung außerhalb der Membran wurden für 4 Minuten evakuiert. Daraufhin wurde die Kammer außerhalb der Membran belüftet, was zum Druckaufbau über die Membran auf die Lamine führte. Nach weiteren 10 Minuten wurde mit der Belüftung der Hauptkammer der Laminationsprozess beendet, s. Tabelle 3.5. Die Temperatur während des Laminierens wurde je nach Einbettungsmaterial nach den empfohlenen Herstellerangaben eingestellt, s. Tabelle 3.4.

Tabelle 3.4: Laminationstemperatur je nach Einbettungsmaterial bei der Herstellung von Prüfkörpern für Peel Tests und Lap Shear Test.

Einbettungsmaterial	Laminationstemperatur [°C]
dgc	160
dow	160
dnp	140
eva	165
tec	155

Tabelle 3.5: Zeitlicher Druckverlauf des Laminationsprozesses zur Herstellung von Prüfkörpern für Peel Tests und Lap Shear Test.

	Membran	Hauptkammer
Dauer [s]	Druck [mbar]	Druck [mbar]
10	950	950
120	20	20
120	20	20
180	950	20
420	950	20
10	950	950

Nach dem Laminieren wurde festgestellt, dass die Rückseitenfolie bei vielen Prüfkörpern über die Kante der Glaskante geknickt worden war. Im Verlauf der Peel

Tests versagten einige Prüfkörper durch Abriss der Rückseitenfolie an der geknickten Stelle. Das Knicken der Folie ließe sich einfach dadurch verhindern, dass alle Prüfkörper mit der Folie nach unten in den Laminator gelegt werden und die Folie somit plan aufliegt. Die Rückseitenfolie AAA wurde besonders bei der höchsten eingesetzten Laminationstemperatur von 165 °C plastisch verformt.

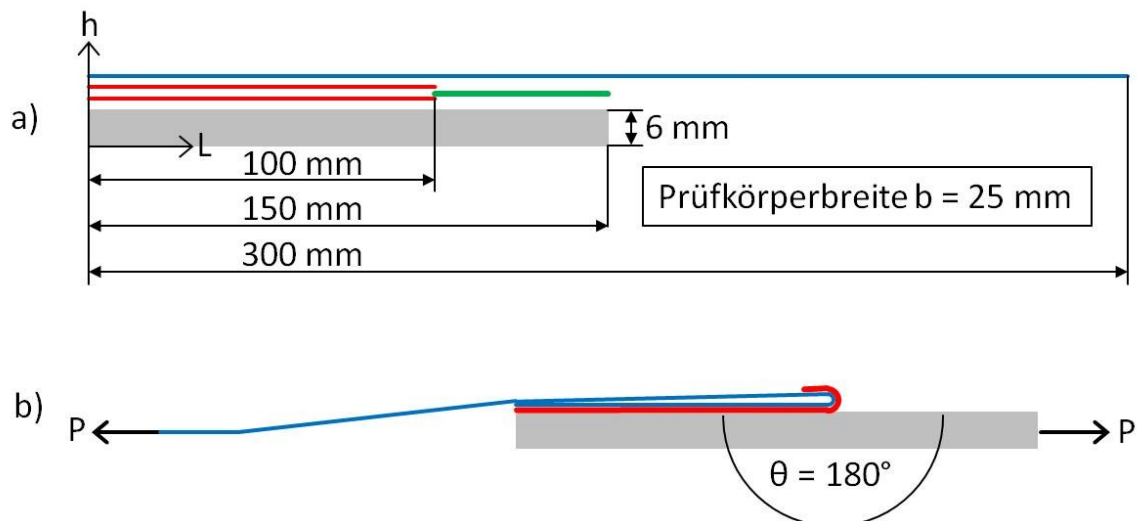


Abb. 3.1: Schematische Darstellung eines Prüfkörpers für den 180° Peel Test. a) die einzelnen Schichten bei der Herstellung mit den Richtungsangaben L für Längsrichtung (= Abzugsrichtung) und h für die Dickenrichtung, b) im Peel Test unter Last P. grau: Glasplatte, rot: Einbettungsmaterial, blau: Rückseitenfolie, grün: Trennfolie.

Der T Peel Test wurde zum Zweck der Bestimmung der Haftungseigenschaften von Einbettungsmaterialien zu Rückseitenfolien durchgeführt. Dazu wurden Prüfkörper wie in Abb. 3.2 skizziert hergestellt. Zuerst wurden die Rückseitenfolien auf $L \cdot B = 200 \text{ mm} \cdot 300 \text{ mm}$ und die Einbettungsmaterialien auf $100 \text{ mm} \cdot 300 \text{ mm}$ zugeschnitten. Die Abfolge der Lagen entsprach der in Prüfkörpern für den 180° Peel Test mit dem Unterschied, dass anstatt der Glasplatte als erste Lage eine Rückseitenfolie zum Einsatz kam. Der Laminationsvorgang war ebenfalls der gleiche, wie bei der Herstellung der Prüfkörper für den 180° Peel Test (s. Tabelle 3.4 und Tabelle 3.5). Aus den laminierten Platten wurden mit einem Schlagmesser die Prüfkörper der Breite $b = 25 \text{ mm}$ ausgeschnitten. An jeder Seite der Platte wurde ein Streifen mit 12,5 mm Breite verworfen. Geprüft wurden die in Tabelle 3.3 angeführten Materialkombinationen.

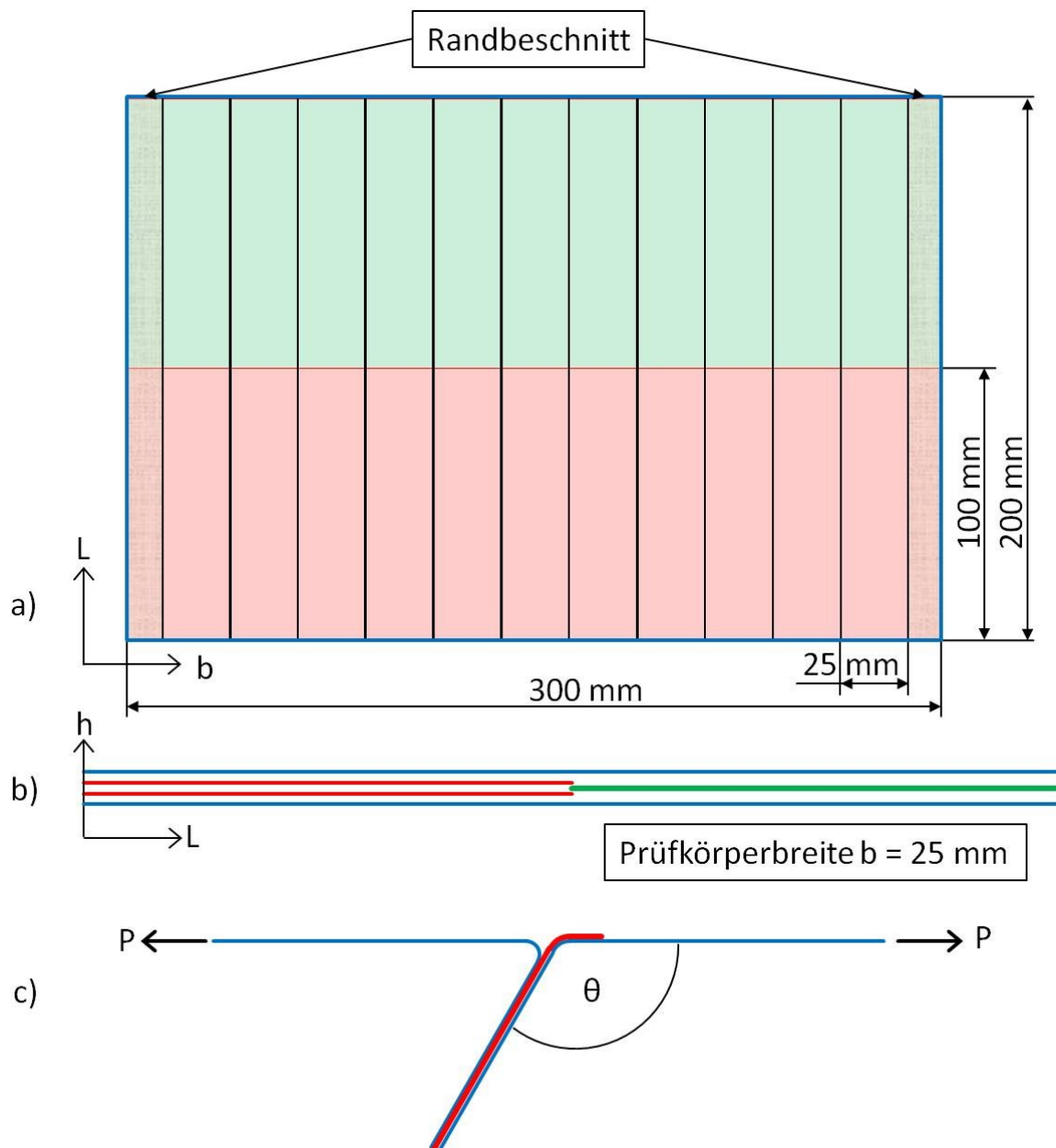


Abb. 3.2: Prüfkörper für den T Peel Test.

- a) laminierte Platten aus denen die Prüfkörper zugeschnitten wurden, b) die einzelnen Schichten bei der Herstellung, c) im Peel Test unter Last P . rot: Einbettungsmaterial, blau: Rückseitenfolie, grün: Trennfolie.

Lap Shear Tests wurden durchgeführt, um Vergleichswerte zum Peel Test für die Haftung zwischen Glas und Einbettungsmaterialien zu erhalten. Daher wurden die gleichen 5 Einbettungsmaterialien wie im 180° Peel Test untersucht. Die Prüfkörper wurden wie in Abb. 3.3 angefertigt. Zwischen zwei Glasplatten mit den Ab-

messungen $L \cdot b = 150 \text{ mm} \cdot 25 \text{ mm}$ wurden auf einer Überlappungslänge von 25 mm bzw. 50 mm jeweils zwei Einbettungsmaterialien mit den Abmessungen $L \cdot b = 25 \text{ bzw. } 50 \text{ mm} \cdot 25 \text{ mm}$ übereinander gelegt. Die Laminat wurde mit Klebeband fixiert. Die auskragenden Enden der oberen Glasplatte wurden beim Laminieren mit losen Glasplatten unterlegt. Der Laminationsvorgang war der gleiche wie bei der Herstellung der Prüfkörper für den 180° Peel Test (s. Tabelle 3.4 und Tabelle 3.5).

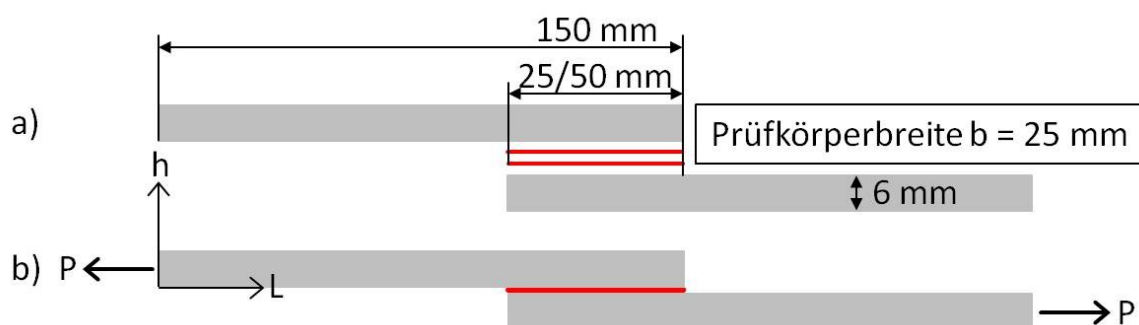


Abb. 3.3: Skizze eines Prüfkörpers für den Lap Shear Test

a) die einzelnen Schichten bei der Herstellung, b) in der Prüfung unter der Belastung P. grau: Glasplatten, rot: Einbettungsmaterial.

3.3. Versuchsdurchführung und Bestimmung der Peel Strength

Vor der Prüfung wurden das beim Laminieren seitlich ausgetretene Einbettungsmaterial, das Klebeband und die Trennfolie entfernt. Zwischen Glas und Einbettungsmaterial (180° Peel Test) bzw. zwischen Einbettungsmaterial und Rückseitenfolie (T Peel Test) wurde mit einer scharfen Klinge ein Initialriss erzeugt. Bei Materialkombinationen, von denen bereits bekannt war, dass sie im 180° Peel Test zu Adhäsionsbruch zwischen Einbettungsmaterial und Rückseitenfolie statt zwischen Glas und Einbettungsmaterial tendieren, wurde das Einbettungsmaterial zusätzlich durch Umwickeln mit einem Klebeband an der Rückseitenfolie fixiert. Der Prüfkörper wurde wie in Abb. 3.4 in die Zugprüfmaschine eingespannt. Am Glas und bei den Rückseitenfolien AAA und KPK wurden etwa 1 mm dicke Gummipfättchen zwischen Prüfkörper und Einspannbacken gelegt, um ein Durchrutschen

schen des Prüfkörpers zu vermeiden. Nach vollständiger Temperierung des Prüfkörpers auf Prüftemperatur wurde der Peel Test mit einer konstanten Traversengeschwindigkeit (10 mm/min, wenn nicht anders angegeben) durchgeführt.

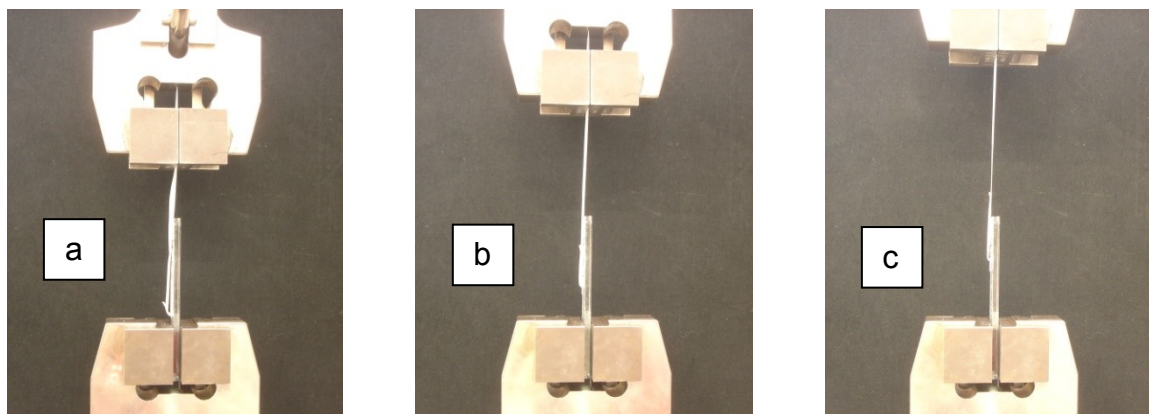


Abb. 3.4: 180° Peel Test a) Prüfbeginn, b) 50 mm Peelweg, c) 100 mm Peelweg.

Bei jeder Prüfung wurde über die gesamte Peelstrecke hindurch dokumentiert, welche Bruchart vorlag. Dabei wurden 4 verschiedene Brucharten (bzw. 3 im T Peel Test) unterschieden:

- 1.) Adhäsionsbruch zwischen Glas und Einbettungsmaterial (nur im 180° Peel Test)
- 2.) Adhäsionsbruch zwischen Einbettungsmaterial und Rückseitenfolie
- 3.) Kohäsionsbruch innerhalb des Einbettungsmaterials
- 4.) Delamination in der Rückseitenfolie (zur besseren Übersicht werden auch Brüche zwischen den Coextrusionslagen der Rückseitenfolie AAA als Delamination bezeichnet; die Frage, ob es sich in diesem speziellen Fall um adhäsives oder kohäsives Versagen handelt, war nicht Teil dieser Arbeit).

Abb. 3.5 zeigt eine Peelkurve, in deren Verlauf zwei unterschiedliche Brucharten beobachtet wurden. Bis 38 mm lag Adhäsionsbruch zwischen Glas und Einbettungsmaterial vor, dann riss das Einbettungsmaterial seitlich ein und der Bruch verlagerte sich teilweise auf die Grenzschicht zwischen Einbettungsmaterial und Rückseitenfolie. Ab 53 mm verlief der Bruch vollständig in dieser Ebene. Zur Auswertung wurden nur diejenigen Abschnitte der Peelkurve herangezogen, in denen

der Bruch vollständig in einer Schicht verlief (im Folgenden als reiner Bruch bezeichnet). In diesem Beispiel wurden die Bereiche von 12-37 mm und von 60-110 mm ausgewertet. Von jeder Materialkombination wurden bei jeder Prüftemperatur und -geschwindigkeit 5 Prüfkörper geprüft.

Beim Einspannen der Prüfkörper tritt bereits eine Belastung (Einspannkraft) auf. Um diese bei der Auswertung zu berücksichtigen, wurden die Prüfkörper am Ende der Prüfung, noch vor Stoppen der Prüfmaschine, ausgespannt.

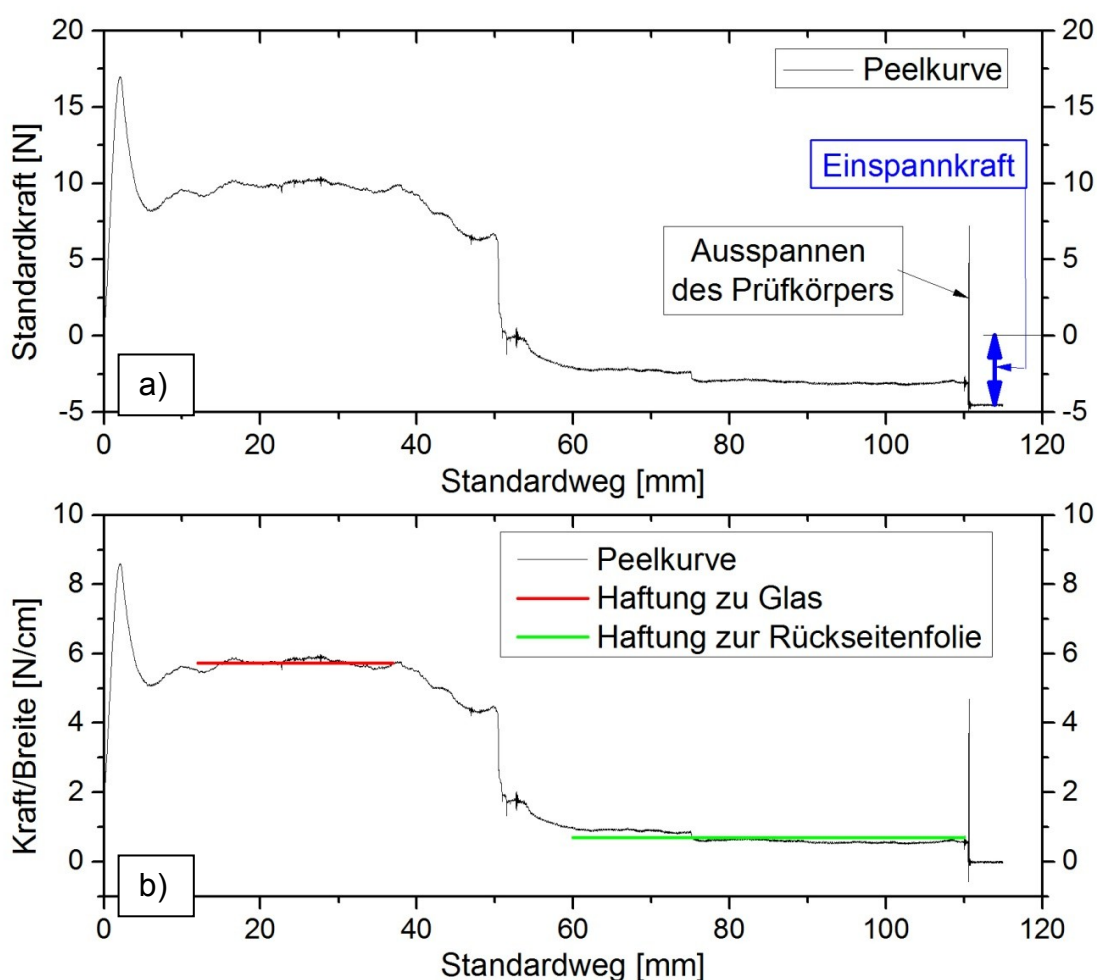


Abb. 3.5: Peelkurven beim 180° Peel Test.

a) Rohdaten der Prüfung, b) Kraft auf die Probenbreite bezogen und um die Einspannkraft korrigiert mit Auswertung der Peel Strength in zwei Bereichen. Bis 38 mm fand Adhäsionsbruch zwischen Glas und Einbettungsmaterial, zwischen 60 und 110 mm Adhäsionsbruch zwischen Einbettungs- und Rückseitenfolie statt.

Zur Bestimmung der Peel Strength wurde die Peel Force durch die Probenbreite dividiert und dieser Wert über dem Traversenweg aufgetragen. Die Peelkurve wurde um die Einspannkraft korrigiert. Über Bereiche reinen Bruchs wurde die Kraft/Breite arithmetisch gemittelt (s. Abb. 3.5). Auch Prüfungen, in denen ein reiner Bruch nur über sehr kurze Peelwege (wenige mm) auftrat, wurden ausgewertet. In vielen Prüfungen schwankte die Kraft auch bei bleibend reinem Bruch im Verlauf der Prüfung stark. Auch bei solchen Messungen wurde einfach arithmetisch gemittelt. Die Peel Strength wurde als arithmetisches Mittel aller Einzelmessungen (unabhängig vom jeweiligen Peelweg) berechnet. Nicht bei jeder Prüfung traten reine Adhäsionsbrüche zwischen Glas und Einbettungsmaterial auf, so dass nicht immer statistische Aussagen getroffen werden konnten.

Beim Lap Shear Test wurden vor der Prüfung das Klebeband und über den Überlappungsbereich hinaus ausgetretenes Einbettungsmaterial entfernt. Die Prüfkörper wurden in die Zugprüfmaschine eingespannt, wobei darauf geachtet wurde, dass die Glasplatten nicht durch die Einspannung auf Biegung belastet werden. Wie bei Peel Tests wurde versucht, ein Durchrutschen der Glasplatten durch Einlegen von Gummiplättchen zu verhindern.

3.4. Bestimmung der Adhesive Fracture Energy

Die Adhesive Fracture Energy G_c wurde zu allen 180° Peel Tests an ungealterten Prüfkörpern bei Raumtemperatur berechnet. Auf eine Berechnung von G_c bei T Peel Tests wurde aufgrund des zusätzlichen Aufwands (kontinuierliche Messung des Peelwinkels) verzichtet.

Zur Bestimmung der Energiedissipation im Peelarm mussten die Materialparameter ϵ_y und α der Rückseitenfolien bestimmt werden. Dazu wurden Zugversuche an den Rückseitenfolien AAA und TPT durchgeführt. Diese liefen bei einer Temperatur von etwa 23°C mit konstanter Traversengeschwindigkeit von 10 mm/min (entspricht der bei den Peel Tests) auf derselben Zugprüfmaschine wie die Peel Tests ab. Geprüft wurden von jedem Material 3 Folienstreifen mit einer Breite von $b=25$ mm und einer Dicke von etwa $h=0,38$ mm (AAA) bzw. $h=0,34$ mm (TPT) bei

einer Einspannlänge von 50 mm. Die Zugrichtung entsprach wie bei den Peel Tests der Extrusionsrichtung der Folien. Wahre Spannung σ_t und wahre Dehnung ε_t wurden nach den Gleichungen (2.6) und (2.7) berechnet. Die σ_t - ε_t -Kurve der Folien wurde wie in 2.2.1 beschrieben durch ein bilineares Modell angenähert. Da bei den Peel Tests lokale Dehnungen von maximal ca. 50 % bei AAA und ca. 30 % bei TPT auftraten, wurde bei der Modellierung nur der Teil bis zu den entsprechenden Dehnungswerten berücksichtigt und die bei höheren Dehnungen zunehmende Dehnungsverfestigung außer Acht gelassen. Dementsprechend wird dieses Materialmodell für große Belastungen im Peelarm (über etwa 30 MPa bei AAA und etwa 100 MPa bei TPT) ungenau. Abb. 3.6 zeigt je ein Beispiel der bilinearen Annäherung für AAA und TPT.

Zur Berechnung der Adhesive Fracture Energy (G_c) wurde das Auswerteprogramm ICPeel (Kawashita und Moore, 2006) basierend auf der Theorie von Kinloch, Lau und Williams (Kinloch et al., 1994, s. 2.2.1) verwendet. Dazu sind die folgenden Eingaben erforderlich:

- 1.) Eigenschaften des Peelarms: E , σ_y oder ε_y , α , h , b
- 2.) Eigenschaften des Einbettungsmaterials: E_a , h_a
- 3.) Testparameter: mittlere Kraft P , θ

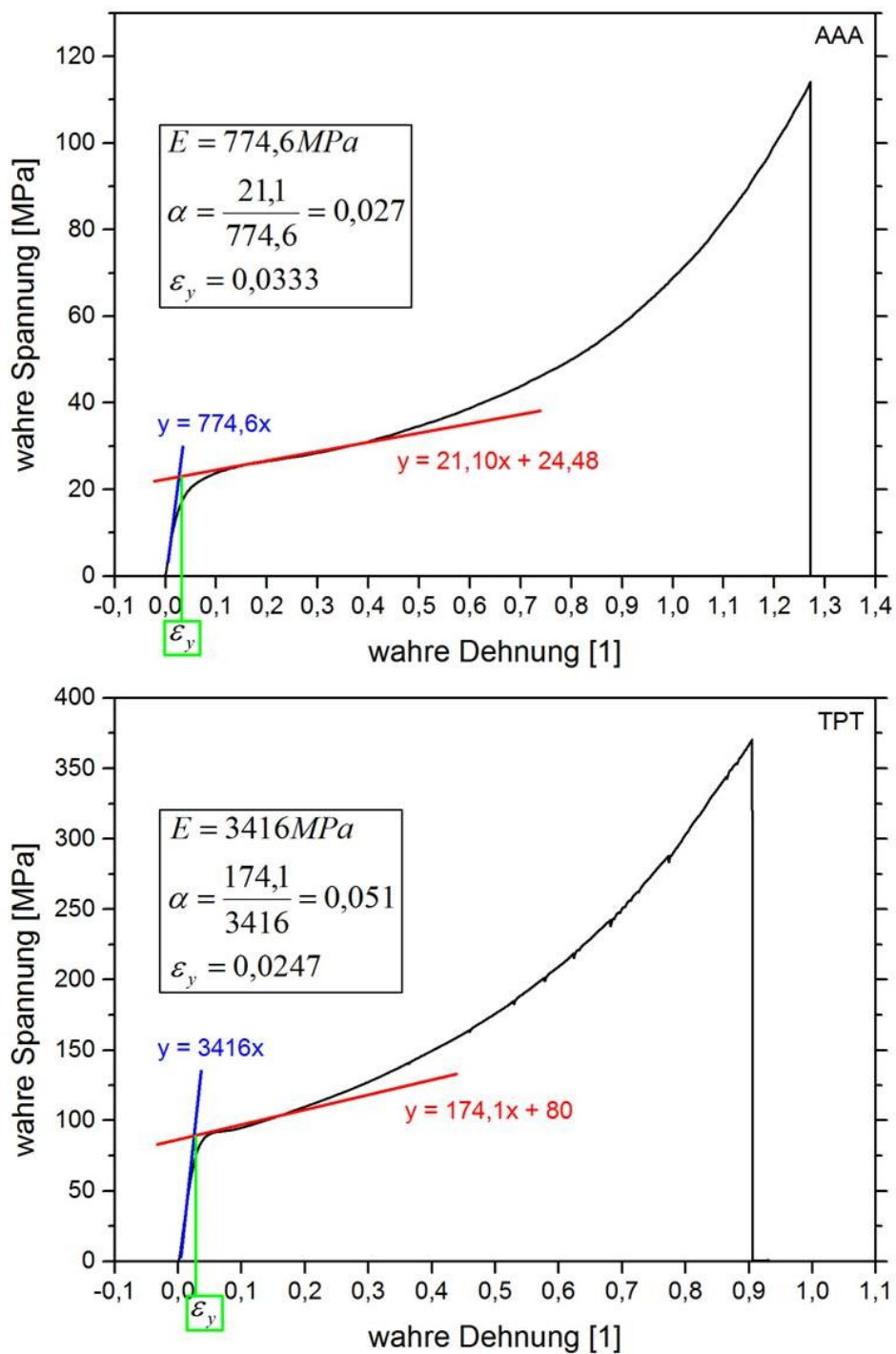


Abb. 3.6: Bilineare Annäherung an die berechneten wahren Spannungs-Dehnungs-Kurven aus Zugprüfungen von AAA und TPT.

4. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Die Interpretation der Messergebnisse der Peel Tests gestaltete sich aus mehreren Gründen schwierig. In sehr vielen Prüfungen trat der Bruch nicht an der gewünschten Stelle ein. Häufig lagen Mischbrüche in mehreren Ebenen vor und die betreffenden Prüfungen lieferten damit keine vergleichbaren quantitativen Ergebnisse. Außerdem unterlagen die Peelkräfte bei den meisten Materialkombinationen starken Schwankungen. In diesem Abschnitt wird zuerst qualitativ auf das individuelle Bruchverhalten jedes geprüften Werkstoffes eingegangen und spezielle Phänomene in Peel Tests werden beschrieben. Darauf folgt ein quantitativer Vergleich der Werkstoffpaarungen. Zum Abschluss werden die Einflüsse der Prüfkörperherstellung und -form, des Peelarms, der Prüftemperatur, der Geschwindigkeit und des Alterungszustandes der Prüfkörper auf die Ergebnisse von Peel Tests erläutert.

4.1. Qualitatives Bruchverhalten der Werkstoffe im Peel Test

Das Ziel der 180° Peel Tests war die Messung der Haftung zwischen Glas und Einbettungsmaterialien. Um den Bruch in diese Grenzschicht zu leiten, wurde mit einer scharfen Klinge ein Initialriss erzeugt. Analog dazu wurde bei T Peel Tests zwischen Einbettungsmaterial und Rückseitenfolie angeritzt. Dennoch verlief der Bruch nicht immer in der gewünschten Grenzschicht. Bei den durchgeführten Peel Tests wurde zwischen folgenden Versagensarten unterschieden:

1. Adhäsionsbruch zwischen Glas und Einbettungsmaterial
2. Adhäsionsbruch zwischen Einbettungsmaterial und Rückseitenfolie
3. Kohäsionsbruch innerhalb des Einbettungsmaterials
4. Delamination in der Rückseitenfolie
5. Versagen des Peelarms unter Zugbelastung

In vielen Prüfungen traten mehrere Versagensarten gleichzeitig oder hintereinander auf. Zur quantitativen Auswertung wurden nur Brüche, die in einer einzigen Schicht verliefen, herangezogen. Je nach Materialkombination und Prüfungsan-

ordnung waren bestimmte Versagensmuster vorherrschend, auf die im Folgenden näher eingegangen wird.

4.1.1. Einbettungsmaterialien

Das stark dominierende Versagensbild bei 180° Peel Tests an Prüfkörpern mit dem Einbettungsmaterial **dgc** war sowohl im ungealterten als auch im gealterten Zustand und bei allen Prüftemperaturen Adhäsionsbruch zwischen Glas und dgc. Nur in 7 von insgesamt 60 Prüfungen wurden auch Anteile eines Kohäsionsbruchs im dgc beobachtet, zumeist bei höheren Temperaturen und an Prüfkörpern mit AAA-Rückseitenfolie. Nach beschleunigter Alterung zeigte sich keine wesentliche Änderung des Versagensbildes.

Prüfkörper mit dem Einbettungsmaterial **dnp** versagten im ungealterten Zustand im 180° Peel Test hauptsächlich durch Adhäsionsbruch zwischen Glas und dnp. Die Haftkräfte waren dabei jedoch so groß, dass bei Prüfkörpern mit der relativ weichen Rückseitenfolie AAA als Peelarm dieser gleichzeitig stark gedehnt wurde bzw. es in der Hälfte der Prüfungen ausschließlich zur Dehnung im Peelarm kam. Nach beschleunigter Alterung blieb der bevorzugte Versagensmechanismus bei Prüfkörpern mit TPT-Rückseitenfolie Adhäsionsbruch zwischen Glas und dnp, während er sich bei Prüfkörpern mit AAA-Rückseitenfolie zu Adhäsionsbruch zwischen dnp und AAA änderte. Durch zusätzliche Fixierung des dnp am AAA gelang es aber in vielen Fällen zumindest über einen kürzeren Peelweg Adhäsionsbruch zwischen Glas und dnp herbeizuführen. Sowohl in ungealterten als auch in gealterten Prüfkörpern, vor allem solchen mit der Rückseitenfolie TPT, fand auch Delamination in der Rückseitenfolie statt, durch Kraftübertragung über die mit dnp laminierte Einzelschicht der Rückseitenfolie gleichzeitig auch Adhäsionsbruch zwischen Glas und dnp.

Im T Peel Test an Prüfkörpern mit AAA-Rückseitenfolie versagte im ungealterten Zustand zumeist die Rückseitenfolie durch Delamination oder Dehnung, nur in 4 von 12 Prüfungen (alle bei 23°C) fand auch Adhäsionsbruch statt. Nach beschleunigter Alterung wurde ausschließlich Adhäsionsbruch zwischen dnp und AAA beobachtet. Ungealterte Prüfkörper mit KPK-Rückseitenfolie versagten bevorzugt durch Adhäsionsbruch, manchmal gleichzeitig oder gefolgt von Delamina-

tion im KPK (trotz der geringen auftretenden Kräfte). Nach beschleunigter Alterung versagte immer die Rückseitenfolie KPK durch Delamination. Prüfkörper mit TPT-Rückseitenfolie versagten sowohl im ungealterten als auch im gealterten Zustand fast ausschließlich durch Delamination im TPT. Bei gealterten Prüfkörpern fand zum Teil auch Adhäsionsbruch statt. Die relativ hohe Neigung zur Delamination der Rückseitenfolien ist vermutlich auf die hohe Steifigkeit des Einbettungsmaterials dnp zurückzuführen, da damit ein kleiner Peelradius und somit eine lokal hohe Belastung in der Rückseitenfolie einhergeht (vgl. dazu die Modellrechnung in Tabelle 4.1).

Tabelle 4.1: Modellrechnung zum Einfluss der Steifigkeit des Einbettungsmaterials auf Peelradius R_0 , maximale lokale Spannung $\sigma_{\max(0)}$ und maximale lokale Dehnung ε_{\max} mit ICPeel 2006 (Kawashita und Moore, 2006).

Einbettungsmaterial	E [MPa]	R_0 [mm]	$\sigma_{\max(0)}$ [MPa]	ε_{\max} [%]
dnp	66	0,417	29,7	45,7
dgc	59	0,424	28,3	45,0
eva	21	0,500	17,7	38,1
dow	19	0,509	16,9	37,4
tec	11	0,559	13,1	34,1

Das Einbettungsmaterial **dow** zeigte eine starke Abnahme der Kohäsionsfestigkeit mit zunehmender Prüftemperatur. Klar erkennbar war dies im 180° Peel Test an ungealterten Prüfkörpern. Während bei 23°C nur Adhäsionsbrüche beobachtet wurden (bei AAA-Rückseitenfolie zwischen Glas und dow unter gleichzeitiger Dehnung des Peelarms aus AAA, bei TPT-Rückseitenfolie verlagerte sich der Bruch in 4 von 7 Prüfungen nach Durchreißen der dow-Folie auf die Grenzschicht zwischen dow und TPT), trat bei 45°C über größere Abschnitte Kohäsionsbruch im dow ein, der bei 70°C fast der alleinige Versagensmechanismus war. Nach beschleunigter Alterung war der vorherrschende Versagensmechanismus wegen starker Verschlechterung der Haftung sowohl zu Glas als auch zu Rückseitenfolien Adhäsionsbruch zur Rückseitenfolie. Um trotzdem die Haftung zu Glas zu messen, wurde wie bei dnp versucht, das Einbettungsmaterial mit Klebeband an der Rückseitenfolie zu fixieren, was jedoch wegen der geringen Steifigkeit und

Kohäsion des Einbettungsmaterials dow nur in wenigen Fällen über einen kurzen Peelweg erfolgreich war. Kohäsionsbruch trat nach beschleunigter Alterung nur in 2 von insgesamt 30 Prüfungen, jeweils bei 70°C, auf.

Im T Peel Test war die gleiche Abhängigkeit ersichtlich. An ungealterten Prüfkörpern trat bei Raumtemperatur (sofern nicht die Rückseitenfolie versagte) Adhäsionsbruch auf, bei 45°C häufiger Kohäsionsbruch und bei 70°C fast ausschließlich Kohäsionsbruch im Einbettungsmaterial. Abb. 4.1 zeigt die typisch poröse Bruchoberfläche nach Kohäsionsbruch. Auch bei Adhäsionsbrüchen bei Raumtemperatur wurde das Einbettungsmaterial dow stark plastisch verformt (s. Abb. 4.2). Nach beschleunigter Alterung trat fast immer Adhäsionsbruch auf (nur in 3 von insgesamt 45 Prüfungen versagte die KPK-Rückseitenfolie durch Delamination).

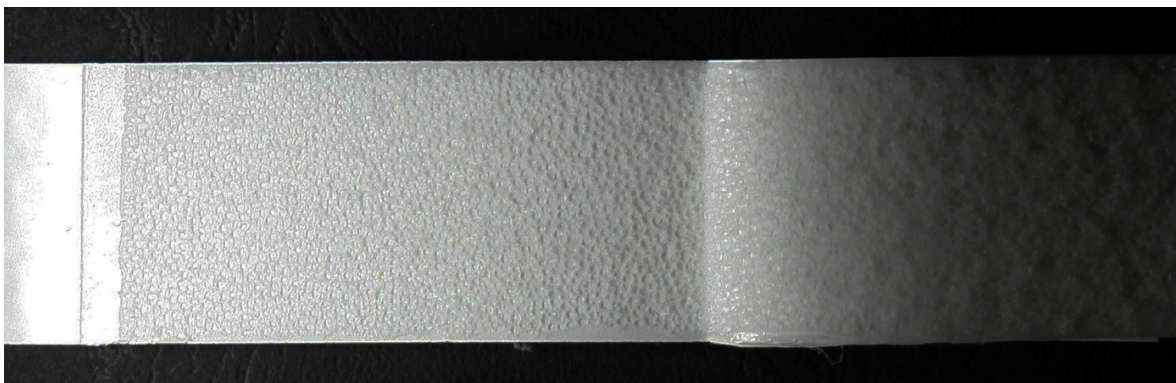


Abb. 4.1: Typische Bruchoberfläche nach Kohäsionsbruch im Einbettungsmaterial dow nach T Peel Test bei 70°C.



Abb. 4.2: Prüfkörper mit AAA-Rückseitenfolie und plastisch verformtem dow als Einbettungsmaterial nach Adhäsionsbruch im T Peel Test bei 23°C.

Beim Einbettungsmaterial **eva** trat im 180° Peel Test an ungealterten Prüfkörpern bei 23°C und 45°C immer Adhäsionsbruch zwischen Glas und eva ein (bei AAA-Rückseitenfolie unter gleichzeitiger Dehnung derselben). Bei 70°C verlagerte sich der Bruch häufig auf die Grenzfläche zwischen eva und Rückseitenfolie. Diese Verschiebung der Bruchebene gestaltete sich derart, dass schon gleichzeitig mit dem Bruch zwischen Glas und eva auch ein Bruch zwischen eva und Rückseitenfolie stattfand. Als der Bruch zwischen Glas und eva zum Stillstand kam, wurde die eva-Folie gedehnt, schnürte sich ein und löste sich schließlich gänzlich von der Rückseitenfolie. Dieser Übergang ohne Reißen des Einbettungsmaterials eva deutet auf die im Vergleich zu anderen Einbettungsmaterialien (bei denen ein solcher Übergang durch Einreißen derselben stattfand) hohe Kohäsion des eva hin. Das ist auch nicht überraschend, wenn man bedenkt, dass eva das einzig chemisch vernetzte unter den untersuchten Einbettungsmaterialien ist. In unvernetzten Kunststoffen können Molekülketten bei Belastung oberhalb der Glasübergangstemperatur aneinander abgleiten, was die Kohäsion schwächt (Retting und Laun, 1991, Habenicht, 2009). Nach beschleunigter Alterung versagten Prüfkörper mit AAA-Rückseitenfolie bei allen Prüftemperaturen durch Adhäsionsbruch zwischen Glas und eva. Gealterte Prüfkörper mit TPT-Rückseitenfolie zeigten ein widersprüchliches Verhalten: Bei 23°C versagten alle durch Kohäsionsbruch im eva nahe der Grenzschicht zu Glas, ein Verhalten wie es vom Einbettungsmaterial tec bekannt ist. Bei 45°C fand ausschließlich Adhäsionsbruch zwischen Glas und eva statt, bei 70°C überwiegend auch, wobei hier zum Teil auch Anteile an Kohäsionsbruch und Adhäsionsbruch zu TPT beobachtet wurden.

Im T Peel Test an ungealterten Prüfkörpern wurde, sofern nicht die Rückseitenfolie durch Delamination oder Dehnung versagte, hauptsächlich Adhäsionsbruch beobachtet. Nur bei 70°C trat auch Kohäsionsbruch im eva auf. Nach beschleunigter Alterung trat in Prüfkörpern mit AAA- bzw. KPK-Rückseitenfolie, sofern diese nicht durch Delamination versagten (was bei AAA bei 23°C und bei KPK fast immer der Fall war), Adhäsionsbruch auf. Nur bei Prüfkörpern mit TPT-Rückseitenfolie wurde bei 45°C und 70°C auch Kohäsionsbruch beobachtet.

Auch das Einbettungsmaterial **tec** zeigte ein temperatur- und alterungsabhängiges Bruchverhalten. Bei Raumtemperatur wurden im 180° Peel Test an ungealterten

Prüfkörpern sowohl Adhäsionsbruch zur Rückseitenfolie als auch Kohäsionsbruch im tec beobachtet (sofern nicht nur die AAA-Rückseitenfolie gedehnt wurde). Bei höheren Temperaturen überwiegte Kohäsionsbruch im tec mit nur geringen Anteilen an Adhäsionsbruch zu Glas oder der jeweiligen Rückseitenfolie. Nach beschleunigter Alterung war das Hauptversagensmuster Kohäsionsbruch im tec nahe der Grenzschicht zu Glas. Nur ein sehr dünner Film blieb am Glas haften. Nur in einer Prüfung (mit TPT-Rückseitenfolie) fand der Kohäsionsriss tiefer im tec statt (hier war die Peel Force um ca. 60 % größer als bei vergleichbaren Messungen). Gleichzeitig mit dem grenznahen Kohäsionsbruch fand in vielen Prüfungen an Prüfkörpern mit AAA-Rückseitenfolie Delamination im AAA statt, über die mit tec laminierte Polyamidschicht fand aber eine Kraftübertragung auf die Peelfront nahe der Grenzschicht zu Glas statt.

Im T Peel Test bei 23°C mit tec als Einbettungsmaterial und AAA als Rückseitenfolie fand bei ungealterten Prüfkörpern über einen kurzen Peelweg Kohäsionsbruch gefolgt von Adhäsionsbruch statt, während gealterte Prüfkörper überwiegend durch Kohäsionsbruch im tec versagten. Bei höheren Temperaturen delaminierte zumeist die AAA-Rückseitenfolie, im gealterten Zustand fand zuvor in manchen Prüfungen Adhäsionsbruch statt. Ungealterte Prüfkörper mit KPK-Rückseitenfolie versagten im T Peel Test durch Kohäsionsbruch im tec, gealterte ausschließlich durch Delamination im KPK. Bei ungealterten Prüfkörpern mit TPT-Rückseitenfolie folgte auf sehr kurzen Kohäsionsbruch Adhäsionsbruch und darauf zumeist Delamination im TPT. Im gealterten Zustand überwiegte Kohäsionsbruch im tec mit unebener Bruchfläche, häufig waren auch adhäsive Bruchanteile zu sehen (vgl. Abb. 4.3).

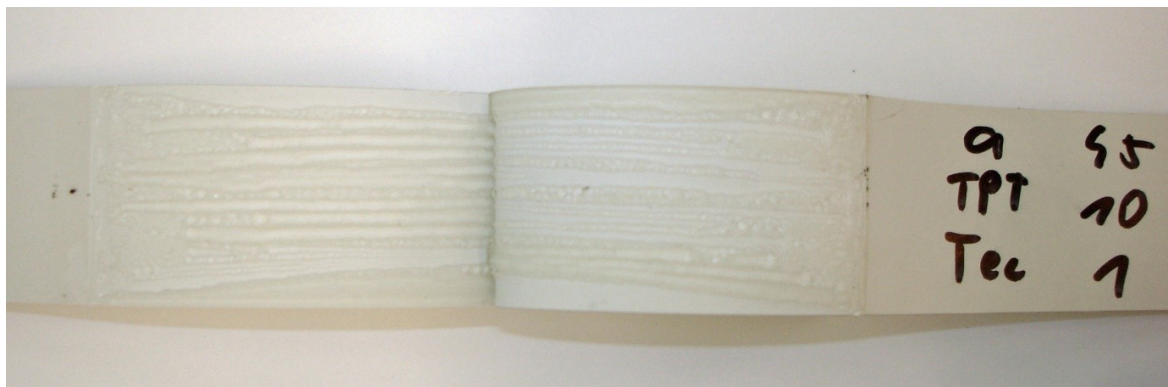


Abb. 4.3: Typische unebene Bruchoberfläche eines gealterten Prüfkörpers mit der Rückseitenfolie TPT und dem Einbettungsmaterial tec nach Kohäsionsbruch im T Peel Test.

4.1.2. Rückseitenfolien

Die **AAA**-Folie ist mit einem E-Modul von etwa 890 MPa und einer Streckspannung von etwa 25,5 MPa die weichste der untersuchten Rückseitenfolien. Aus diesem Grund fand in vielen Peel Tests von Materialkombinationen mit guter Haftung der Schichten zueinander nur Dehnung der AAA-Folie statt. In Kombination mit den Einbettungsmaterialien dnp und tec neigte AAA vor allem im T Peel Test und bei höheren Temperaturen zu Delamination. An dieser Stelle sei noch einmal darauf hingewiesen, dass AAA ein Co-Extrudat aus 3 Lagen PA darstellt, weshalb ein Bruch zwischen diesen Schichten wohl eher als Kohäsionsbruch zu betrachten wäre. Zur einfacheren Darstellung wird in dieser Arbeit jedoch jedwedes laminare Versagen innerhalb von Rückseitenfolien als Delamination bezeichnet. Nach beschleunigter Alterung wurde in Kombination mit eva als Einbettungsmaterial eine verstärkte Anfälligkeit für Delamination festgestellt. Unter den untersuchten Rückseitenfolien wies AAA jedoch die geringste Delaminationsanfälligkeit auf.

Die Rückseitenfolie **KPK** versagte aufgrund ihrer im Vergleich zu AAA höheren Steifigkeit ($E = 2770 \text{ MPa}$, $\sigma_y = 89,1 \text{ MPa}$), welche auf die Polyesterschicht zurückzuführen ist, nie unter reiner Zugbelastung. Der T Peel Test führte in ungealterten Prüfkörpern mit dem Einbettungsmaterial dnp häufig, mit dem Einbettungsmaterial eva manchmal zu Delamination im KPK. Nach beschleunigter Alterung wurde eine sehr starke Anfälligkeit für Delamination in der KPK-Folie festgestellt. Außer in Kombination mit dem Einbettungsmaterial dow versagten gealterte Prüf-

körper immer durch Delamination im KPK. In manchen Prüfungen fand durch Kraftübertragung über die mit dem Einbettungsmaterial laminierte PVDF-Schicht gleichzeitig auch Adhäsionsbruch statt (s. Abb. 4.4).

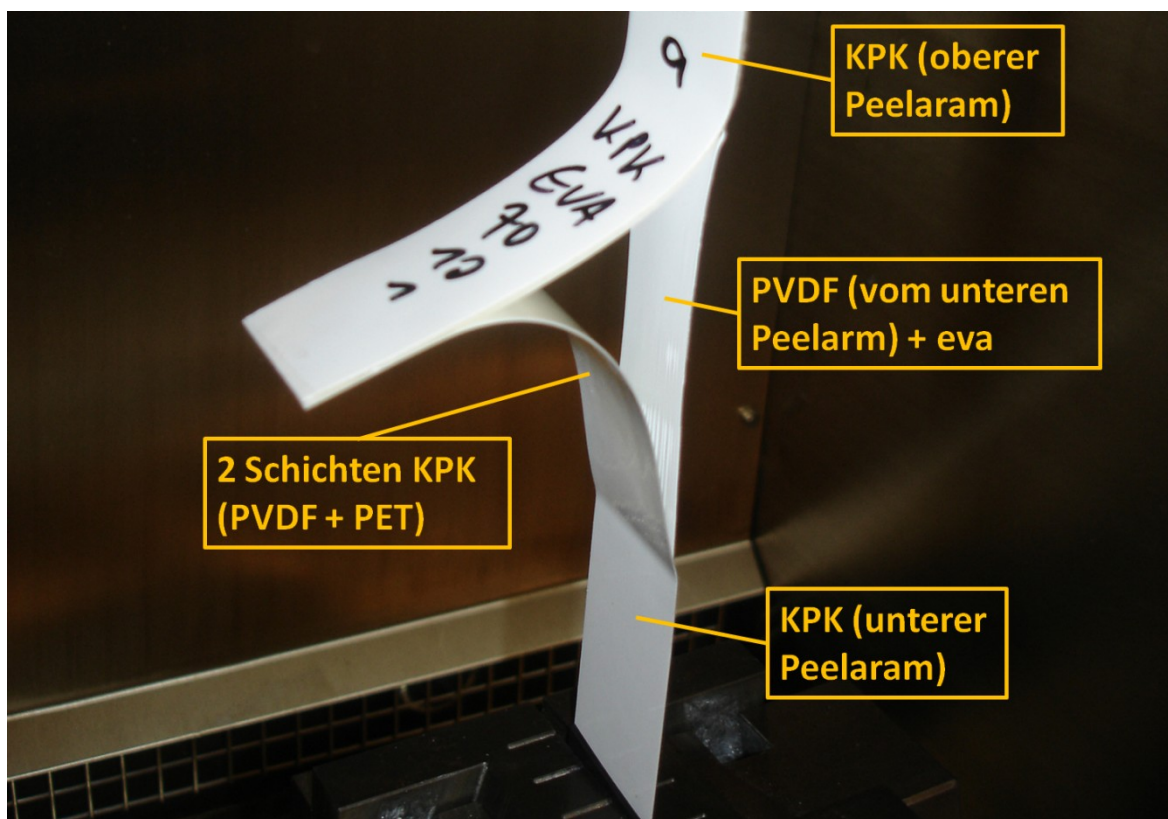


Abb. 4.4: Adhäsionsbruch bei gleichzeitig stattfindender Delamination in der Rückseitenfolie im T Peel Test.

Da **TPT** wie **KPK** über die Polyesterschicht verfügt und daher die Steifigkeit relativ hoch ist ($E = 3310 \text{ MPa}$, $\sigma_y = 85,6 \text{ MPa}$), spielte die Dehnung der TPT-Folie in den Prüfungen keine Rolle. Im T Peel Test mit dem Einbettungsmaterial **dnp** trat in allen Prüfungen Delamination im TPT ein. Auch im 180° Peel Test kam es, vor allem in ungealterten Prüfkörpern, häufig zu Delamination. Gleichzeitig fand hier aber durch Kraftübertragung über die mit **dnp** laminierte PVF-Schicht Adhäsionsbruch zwischen Glas und **dnp** statt. Auch in Materialkombination mit den Einbettungsmaterialien **dow** und **tec** wurde in einigen Prüfungen Delamination im TPT, zumeist auf einen Bruch in einer anderen Schicht folgend, festgestellt.

4.1.3. Spezielle Phänomene im Bruchbild und in der Kraft-Weg-Kurve

Dieser Abschnitt behandelt Beobachtungen bei den Peel Tests, die zur besseren Interpretation der Ergebnisse oder wegen ihrer Ungewöhnlichkeit erwähnenswert erscheinen.

Der erste Teil dieser Beobachtungen betrifft Kraftschwankungen während einer Prüfung bzw. die inhomogene Adhäsion innerhalb ein- und derselben Grenzschicht. Kraftschwankungen während einer Prüfung traten auch wenn der Bruchverlauf immer in derselben Grenzschicht blieb häufig auf. In einigen Fällen sind diese Schwankungen durch abruptes Ablösen von Teilflächen erklärbar. In T Peel Tests mit dem Einbettungsmaterial dow und KPK-Peelarmen beispielsweise wurden periodische Kraftschwankungen beobachtet. Offenbar wurde im Peelarm elastische Verformungsenergie gespeichert, die sich ab einem gewissen Wert in der Trennung der Grenzflächen entlud. Durch teilweise plastische Verformung (begünstigt durch höhere Prüftemperatur) des Einbettungsmaterials dow blieben die Haltelinien des Bruchs in der Bruchoberfläche sichtbar (vgl. Abb. 4.5 a).

Ein spontanes, allerdings unregelmäßiges Ablösen von Teilflächen wurde auch bei Adhäsionsbrüchen zwischen dnp und KPK in T Peel Tests beobachtet. Dieses steifere Einbettungsmaterial wurde dabei (auch bei höheren Prüftemperaturen) nicht – zumindest nicht offensichtlich – plastisch verformt (vgl. Abb. 4.5 b). Beim Ablösen war ein deutlich knisterndes Geräusch hörbar. Ein Hinweis auf einen Beitrag von im Peelarm gespeicherter Energie liegt darin, dass solch spontane Ablösungen vorwiegend in Prüfkörpern mit den steiferen (und daher zu größerer elastischer Energiespeicherung fähigen) Rückseitenfolien KPK und TPT beobachtet wurden. Aufgrund der Größe der spontan abgelösten Teilflächen, erkennbar am Peelweg zwischen zwei Kraftspitzen in der Kraft-Weg-Kurve, und der fehlenden Periodizität kann in diesem Fall jedoch nicht mehr allein mit im Peelarm zwischen gespeicherter Energie argumentiert werden, sondern muss von unterschiedlich guter Haftung zwischen dnp und KPK über die Länge dieses Prüfkörpers ausgegangen werden.

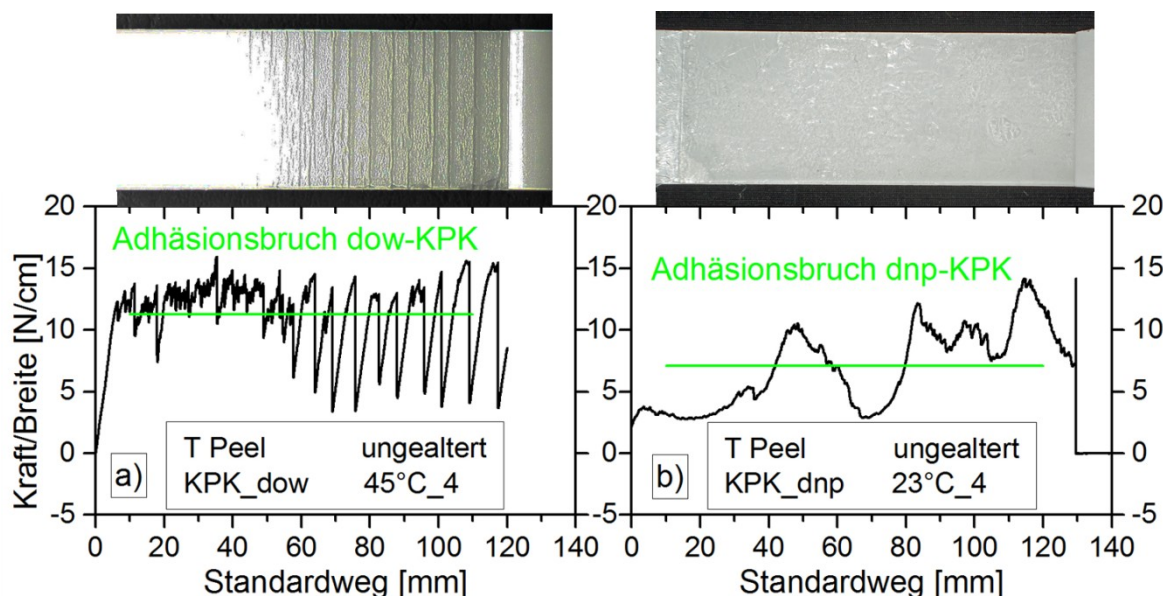


Abb. 4.5: a) Periodische Kraftschwankungen im T Peel Test bei Adhäsionsbruch zwischen dow und KPK und zugehörige Bruchfläche mit sichtbaren Haltelinien, b) Kraftschwankungen im T Peel Test bei Adhäsionsbruch zwischen dnp und KPK durch spontanes Ablösen von Teilflächen und zugehörige Bruchfläche.

Kraftschwankungen im Verlauf einer Prüfung, ohne erkennbare Veränderung des Bruchverhaltens oder der Bruchoberfläche, wurden auch bei anderen Materialkombinationen festgestellt. In einigen Prüfungen wurde auch eine schräg verlaufende Peelfront beobachtet, die dadurch zustande gekommen sein muss, dass die Haftung auf einer Seite des Prüfkörpers größer war, als auf der anderen (vgl. Abb. 4.6 a).

Auch bei Kohäsionsbrüchen gab es interessante Beobachtungen. In vielen T Peel Tests mit dem Einbettungsmaterial dow wurde bei Kohäsionsbruch desselben eine kontinuierlich ansteigende Peel Force gemessen (s. Abb. 4.6 b). Die Breite der Bruchfläche blieb dabei konstant (ungenau verarbeitete Prüfkörper können somit als Grund ausgeschlossen werden). Der Anstieg der Peel Force erinnert an den ansteigenden Verlauf der Spannung in Spannungs-Dehnung-Kurven aus Zugversuchen aufgrund von Dehnungsverfestigung. Von einem dahingehenden Zusammenhang ist jedoch nicht auszugehen, da zum einen ein kontinuierlich fortschreitender Kohäsionsbruch vorlag und zum anderen die höchste auftretende Peel Force (30 N/cm) etwa einer Zugspannung im Peelarm von 8 MPa entspricht und

somit nur etwa ein Drittel der Streckgrenze beträgt. Eine mögliche Erklärung dafür und für schräg verlaufende Peelfronten wird in Abschn. 4.3.1 vorgeschlagen.

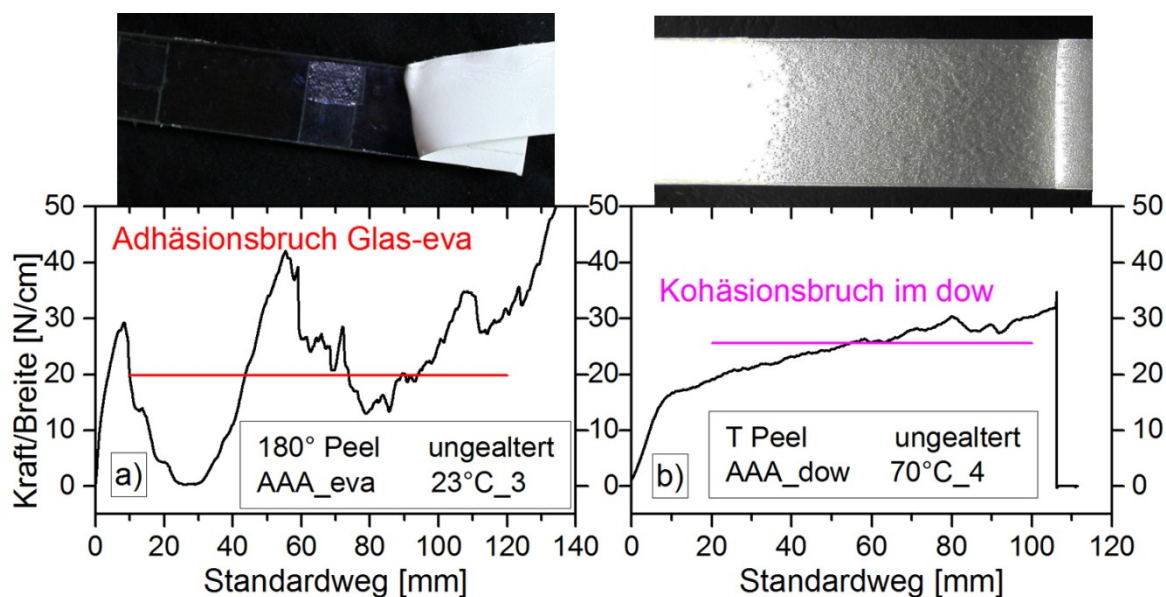


Abb. 4.6: a) Kraft-Weg-Kurve mit Kraftschwankungen und zugehörige Bruchfläche mit schräg verlaufender Peelfront aus einem 180° Peel Test, b) kontinuierlich ansteigende Peel Force bei Kohäsionsbruch im Einbettungsmaterial dow im T Peel Test mit AAA-Peelarmen bei 70°C.

Auffallend in einigen Peel Tests war desweiteren die Änderung des Versagensmechanismus, obwohl danach größere Kräfte gemessen wurden. Dazu seien einige Beispiele genannt: In etlichen Prüfungen mit dem Einbettungsmaterial dow wechselte der Versagensmechanismus von reinem Adhäsionsbruch auf Mischbruch (Adhäsions- + Kohäsionsbruch). Obwohl beim früher eintretenden reinen Adhäsionsbruch kleinere Peel Strength gemessen wurde, war immer wieder kohäsives Versagen mit genau dann ansteigender Peel Force am Bruch beteiligt.

Ähnliches wurde auch in Prüfungen an ungealterten Prüfkörpern mit tec als Einbettungsmaterial beobachtet. Die Peelkurve in Abb. 4.7 a entstammt einer Prüfung eines ungealterten Prüfkörpers mit TPT als Peelarm und tec als Einbettungsmaterial bei 45°C. Hier war der Bruch zuerst gemischt mit Anteilen an Adhäsionsbruch zwischen Glas und tec und Kohäsionsbruch im tec. Die Kraftschwankungen stehen in Verbindung mit dem Anteil an Adhäsionsbruch. Je höher der Anteil an Adhäsionsbruch zwischen Glas und tec war, desto geringer war die gemessene

Kraft. Trotzdem vergrößerte sich der Anteil an Kohäsionsbruch zusehends, bis schließlich reiner Kohäsionsbruch bei nun größerer Peel Strength vorlag.

In 180° Peel Tests an gealterten Prüfkörpern mit dem Einbettungsmaterial tec verlief der Bruch zumeist kohäsiv nahe der Grenzschicht zu Glas. In manchen Prüfungen wechselte die Bruchebene aber tiefer ins Einbettungsmaterial, ebenfalls verbunden mit einem Anstieg der Peel Force. Die Peelkurve einer solchen Prüfung bei 23 °C mit TPT-Peelarm ist in Abb. 4.7 b dargestellt. In diesem Fall wechselte der Bruch von Kohäsionsbruch nahe der Grenzschicht zu Glas zu einem Mischbruch (Kohäsionsbruch tiefer im tec + Adhäsionsbruch tec-TPT). Auch dieser Wechsel war mit einem Anstieg der gemessenen Kraft verbunden.

In gleicher Weise wechselte der Bruch in einigen T Peel Tests mit dem Einbettungsmaterial dnp von Adhäsionsbruch auf Delamination in der Rückseitenfolie, obwohl die dabei gemessene Peel Strength größer war, als die zuvor gemessene für Adhäsionsbruch. Außerdem musste für diesen Übergang zuerst eine Schicht der Rückseitenfolie durchreißen, was zusätzlichen Kraftaufwand und somit eine Barriere darstellen sollte. In Abb. 4.7 c ist die Peelkurve einer solchen Prüfung an einem ungealterten Prüfkörper mit AAA-Peelarmen bei 23 °C dargestellt. Hier wurde zunächst Adhäsionsbruch zwischen dnp und AAA beobachtet. Nach kurzer Zeit begann eine PA-Schicht schräg einzureißen und setzte Delamination im AAA ein, die mehr und mehr Flächenanteile bekam, woraufhin schließlich reine Delamination im AAA vorlag. Auch hier war die Kraft größer als beim zuerst auftretenden Adhäsionsbruch.

Für alle genannten Änderungen des Versagensmechanismus kommen zwei mögliche Ursachen in Frage: Entweder die Haftung änderte sich über die Länge des Prüfkörpers, oder die Spannungsverteilung rund um die Risspitze begünstigt den Rissverlauf in eine bestimmte Richtung, wie von manchen Autoren vorgeschlagen (Kinloch, 1986, Sargent, 1998, Nase et al., 2008).

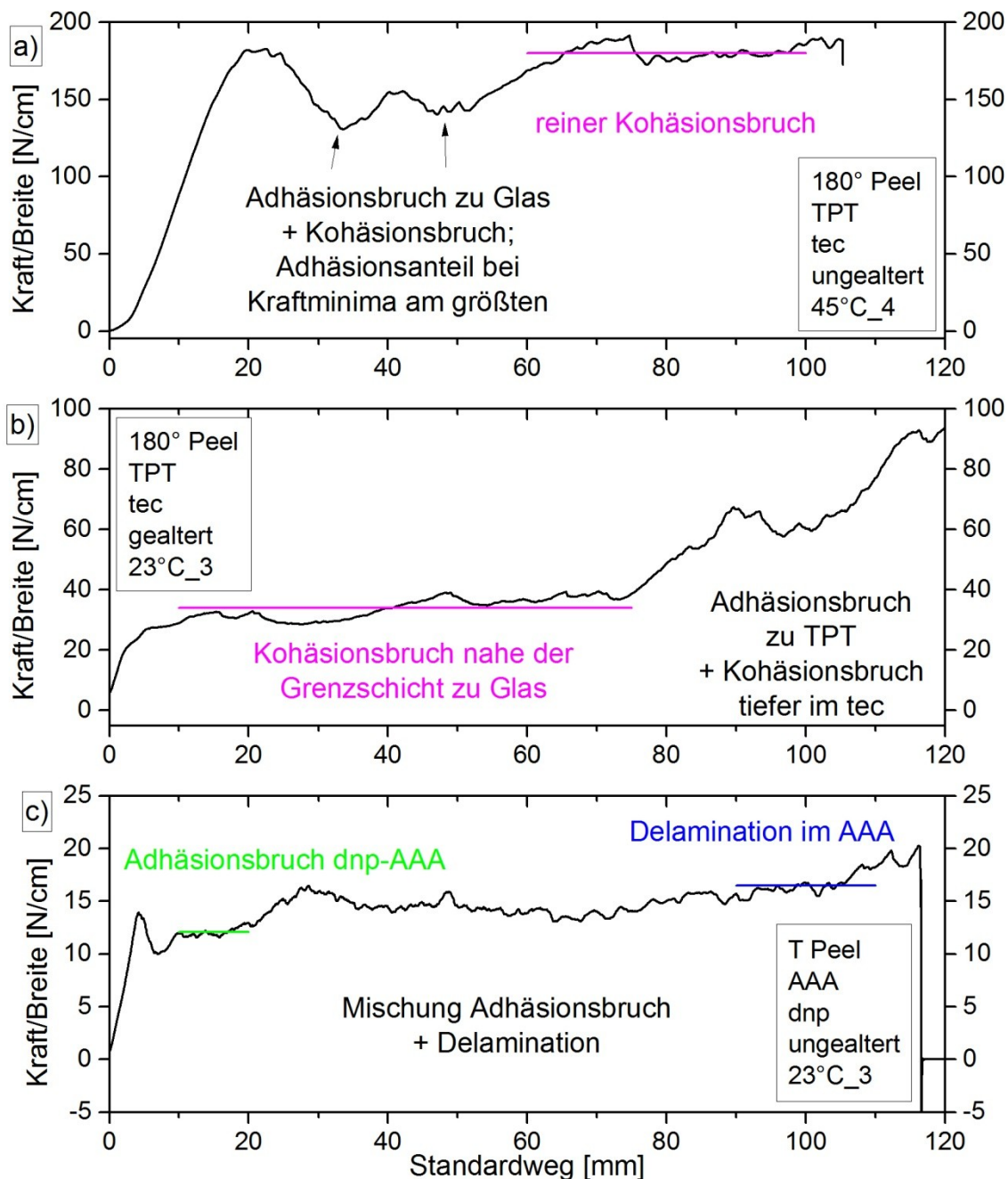


Abb. 4.7: Peelkurven von Peel Tests in denen ein Wechsel des Versagensmechanismus eingetreten ist, obwohl dadurch höhere Kräfte gemessen wurden.

- a) Wechsel von Mischbruch zu Kohäsionsbruch, b) Wechsel von Kohäsionsbruch nahe der Grenzschicht zu Glas zu Mischbruch, c) Wechsel von Adhäsionsbruch zu Delamination in der Rückseitenfolie.

4.2. Quantitative Gegenüberstellung der Einbettungsmaterialien mittels Peel Tests

In diesem Abschnitt werden die aus Peel Tests ermittelten Adhäsions- und Kohäsionskennwerte der untersuchten Einbettungsmaterialien miteinander verglichen. Bevor auf die einzelnen Einbettungsmaterialien im Hinblick auf ihre Haftungseigenschaften zu Glas und Rückseitenfolien näher eingegangen wird, geben Tabelle 4. bis Tabelle 4.5 einen Überblick über die Ergebnisse der Peel Tests.

Adhäsionseigenschaften zwischen Einbettungsmaterialien und Glas wurden in 180° Peel Tests mit zwei verschiedenen Rückseitenfolien als Peelarm bei drei verschiedenen Temperaturen an ungealterten (u; Abb. 4.8) und gealterten (a; Abb. 4.9) Prüfkörpern geprüft.

Sofern nicht auf anderes verwiesen wird, ist bei die Haftung zu Rückseitenfolien betreffenden Aussagen von Werten aus T Peel Tests die Rede. Diese wurden bei drei Prüftemperaturen an ungealterten (Abb. 4.10) und gealterten (Abb. 4.11) Prüfkörpern durchgeführt.

Bei der Betrachtung der Ergebnisse fällt zunächst das Fehlen von Datenpunkten und Fehlerbalken auf. Das liegt daran, dass in manchen Prüfkonfigurationen nie oder nur einmal die jeweils gewünschte Bruchart auftrat (s. Abschn. 4.1). Weiters sticht die weite Streuung der Messergebnisse ins Auge. Diese stellt zusammen mit dem Auftreten unerwünschter Bruchverläufe das Hauptproblem der Peel Tests dar. Ein Versuch, Ursachen für diese Schwankungen zu finden, wird in Abschn. 4.3 unternommen.

Tabelle 4.2: Mittlere Peel Strength und Standardabweichung aus 180° Peel Tests ungealterter Prüfkörper mit zwei unterschiedlichen Peelarmen für Adhäsionsbruch zwischen Glas und Einbettungsmaterial (Adh G), Adhäsionsbruch zwischen Einbettungsmaterial und Rückseitenfolie (Adh R), Kohäsionsbruch im Einbettungsmaterial (Koh) und Delamination in der Rückseitenfolie (Delam).

		Peel Strength [N/cm]					
		Peelarm AAA			Peelarm TPT		
		23°C	45°C	70°C	23°C	45°C	70°C
dgc	Adh G	35 ± 26	7,4 ± 6,5	2,4 ± 1,4	31 ± 5	3,1 ± 1,1	1,0 ± 0,7
	Adh R	-	-	-	-	-	-
	Koh	-	-	17 ± 13	-	-	-
	Delam	-	-	-	-	-	-
dnp	Adh G	57	59 ± 33	39 ± 24	68 ± 24	54 ± 18	45 ± 11
	Adh R	-	-	-	-	-	-
	Koh	-	-	-	-	-	-
	Delam	-	-	6,5 ± 2,5	-	-	-
dow	Adh G	72 ± 17	65	-	71 ± 20	102 ± 17	31
	Adh R	-	-	-	31 ± 3	67 ± 50	-
	Koh	-	78 ± 1,3	23 ± 3	-	113 ± 11	34 ± 7
	Delam	-	-	-	-	-	-
eva	Adh G	35 ± 21	46 ± 18	24 ± 6	91 ± 25	60 ± 26	40 ± 7
	Adh R	-	-	19 ± 7	-	-	28 ± 19
	Koh	-	-	-	-	-	-
	Delam	-	-	-	-	-	-
tec	Adh G	84	-	-	-	-	-
	Adh R	27 ± 1	-	-	39 ± 2	-	-
	Koh	-	-	-	164 ± 36	185 ± 10	144 ± 6
	Delam	-	-	-	11	7,0 ± 2,8	1,1 ± 1,1

Tabelle 4.3: Mittlere Peel Strength und Standardabweichung aus 180° Peel Tests gealterter Prüfkörper mit zwei unterschiedlichen Peelarmen für Adhäsionsbruch zwischen Glas und Einbettungsmaterial (Adh G), Adhäsionsbruch zwischen Einbettungsmaterial und Rückseitenfolie (Adh R), Kohäsionsbruch im Einbettungsmaterial (Koh) und Delamination in der Rückseitenfolie (Delam).

		Peel Strength [N/cm]					
		Peelarm AAA			Peelarm TPT		
		23°C	45°C	70°C	23°C	45°C	70°C
dgc	Adh G	1,2 ± 0,9	8,0 ± 9,7	1,3 ± 1,1	12 ± 7	2,3 ± 1,	0,6 ± 0,4
	Adh R						
	Koh						
	Delam						
dnp	Adh G	69 ± 13	46 ± 13	25 ± 4	27 ± 9	34 ± 7	19 ± 13
	Adh R	3,1 ± 0,3	1,9	0,7	-	-	-
	Koh	-	-	-	-	-	-
	Delam	-	-	-	-	-	-
dow	Adh G	11	5,5 ± 0,5	5,0	28	16	-
	Adh R	0,9 ± 0,1	0,6 ± 0,2	0,5 ± 0,2	3,9 ± 3,3	1,4 ± 0,7	1,2 ± 0,5
	Koh	-	-	-	-	-	20
	Delam	-	-	-	-	-	-
eva	Adh G	44 ± 24	26 ± 12	17 ± 2	-	37 ± 11	30 ± 5
	Adh R	-	-	-	-	-	-
	Koh	-	-	-	79 ± 17*	-	21 ± 2
	Delam	-	-	-	-	-	-
tec	Adh G	-	-	-	-	-	-
	Adh R	27 ± 1	58	-	-	-	-
	Koh	49 ± 15*	48 ± 16*	38 ± 1*	33 ± 4*	34 ± 9*	24 ± 12*
	Delam	-	-	-	-	-	-

* Kohäsionsbruch im Einbettungsmaterial, meist nahe der Grenzschicht zu Glas

Tabelle 4.4: Mittlere Peel Strength und Standardabweichung aus T Peel Tests ungealterter Prüfkörper mit drei unterschiedlichen Peelarmen für Adhäsionsbruch zwischen Einbettungsmaterial und Rückseitenfolie (Adh R), Kohäsionsbruch im Einbettungsmaterial (Koh) und Delamination in der Rückseitenfolie (Delam).

			Peel Strength [N/cm]								
			Peelarme AAA			Peelarme KPK			Peelarme TPT		
			23°C	45°C	70°C	23°C	45°C	70°C	23°C	45°C	70°C
dnp	Adh R	13 ± 6	-	-	-	3,8 ± 2,4	8,5 ± 5,0	14 ± 6	-	-	-
	Koh	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Delam	15 ± 3	4,8	2,5 ± 0,9	-	6,9 ± 5,3	1,8 ± 0,3	5,1 ± 0,6	3,7 ± 0,4	2,6 ± 0,3	
dow	Adh R	34 ± 6	-	-	12 ± 4	14 ± 4	-	15 ± 2	23 ± 5	-	
	Koh	-	77 ± 3	24 ± 4	-	-	20 ± 3	-	74 ± 5	13 ± 2	
	Delam	-	-	-	-	-	-	-	2,4	-	
eva	Adh R	-	-	11 ± 3	128 ± 9	84 ± 15	28 ± 12	74 ± 8	64 ± 4	18 ± 5	
	Koh	-	-	27 ± 11	-	-	32 ± 12	-	53	11 ± 2	
	Delam	4,6	-	-	3,6	-	-	-	-	-	
tec	Adh R	21 ± 1	-	-	-	-	-	38 ± 4	-	-	
	Koh	86 ± 22	-	-	173 ± 7	143 ± 7	117 ± 8	127 ± 5	96 ± 6	71 ± 5	
	Delam	6,3 ± 0,4	7,1 ± 1,7	4,5 ± 2,7	-	-	-	4,1 ± 0,2	3,1	1,7 ± 0,1	

Tabelle 4.5: Mittlere Peel Strength und Standardabweichung in N/cm aus T Peel Tests gealterter Prüfkörper mit drei unterschiedlichen Peelarmen für Adhäsionsbruch zwischen Einbettungsmaterial und Rückseitenfolie (Adh R), Kohäsionsbruch im Einbettungsmaterial (Koh) und Delamination in der Rückseitenfolie (Delam).

			Peel Strength [N/cm]								
			Peelarme AAA			Peelarme KPK			Peelarme TPT		
			23°C	45°C	70°C	23°C	45°C	70°C	23°C	45°C	70°C
dnp	Adh R	0,9 ± 0,1	0,7 ± 0,1	0,8 ± 0,2	-	-	0,6	5,5 ± 3,1	-	7,0	
	Koh	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	Delam	-	-	-	0,2 ± 0,0	0,1 ± 0,0	0,5 ± 0,1	5,9 ± 0,1	5,6 ± 0,8	2,9 ± 1,1	
dow	Adh R	0,2 ± 0,0	0,2 ± 0,0	0,2 ± 0,1	1,6 ± 0,4	0,6 ± 0,0	0,6 ± 0,2	2,5 ± 0,4	0,8 ± 0,3	1,3 ± 0,4	
	Koh	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
	Delam	-	-	-	0,5	0,1	0,3	-	-	-	
eva	Adh R	46 ± 21	21 ± 3	6,3 ± 1,0	-	-	9,7 ± 1,3	72 ± 6	56 ± 7	-	
	Koh	-	-	-	-	-	-	-	54 ± 7	15 ± 1	
	Delam	5,8 ± 2,3	-	3,2	0,3 ± 0,0	0,2 ± 0,0	0,2 ± 0,1	-	-	-	
tec	Adh R	-	18 ± 5	12 ± 1	-	-	-	-	-	23 ± 1	
	Koh	23 ± 7	14	-	-	-	-	55 ± 7	55 ± 5	39 ± 1	
	Delam	-	1,9 ± 0,8	2,5 ± 0,4	0,6 ± 0,1	0,5 ± 0,0	0,4 ± 0,1	-	5,1	2,7	

Das Einbettungsmaterial **dgc** wies im Vergleich zu anderen Einbettungsmaterialien besonders bei höheren Prüftemperaturen auffallend kleine Peel Strength für Adhäsionsbruch zu Glas auf (s. Abb. 4.8). So lag die Peel Strength bei 45°C im Bereich der Verbundhaftung von Rückseitenfolien (welche i.A. zwischen 2 N/cm und 12 N/cm liegt), bei 70°C bereits darunter. Nach beschleunigter Alterung war die Peel Strength in vielen Fällen kaum mehr messbar, da sich das Einbettungsmaterial bereits beim Einspannen der Prüfkörper vom Glas ablöste (s. Abb. 4.9). Dieser Befund ist jedoch sehr wahrscheinlich dem Umstand geschuldet, dass dieses Material im Gegensatz zu den anderen bereits vor der Prüfkörperherstellung in etwa ein Jahr lang gelagert wurde und somit auch die als „ungealtert“ bezeichneten Prüfkörper bereits einer Alterung unterlagen. So ist es wahrscheinlich, dass der Haftvermittler während dieser Zeit bereits teilweise verbraucht worden ist.

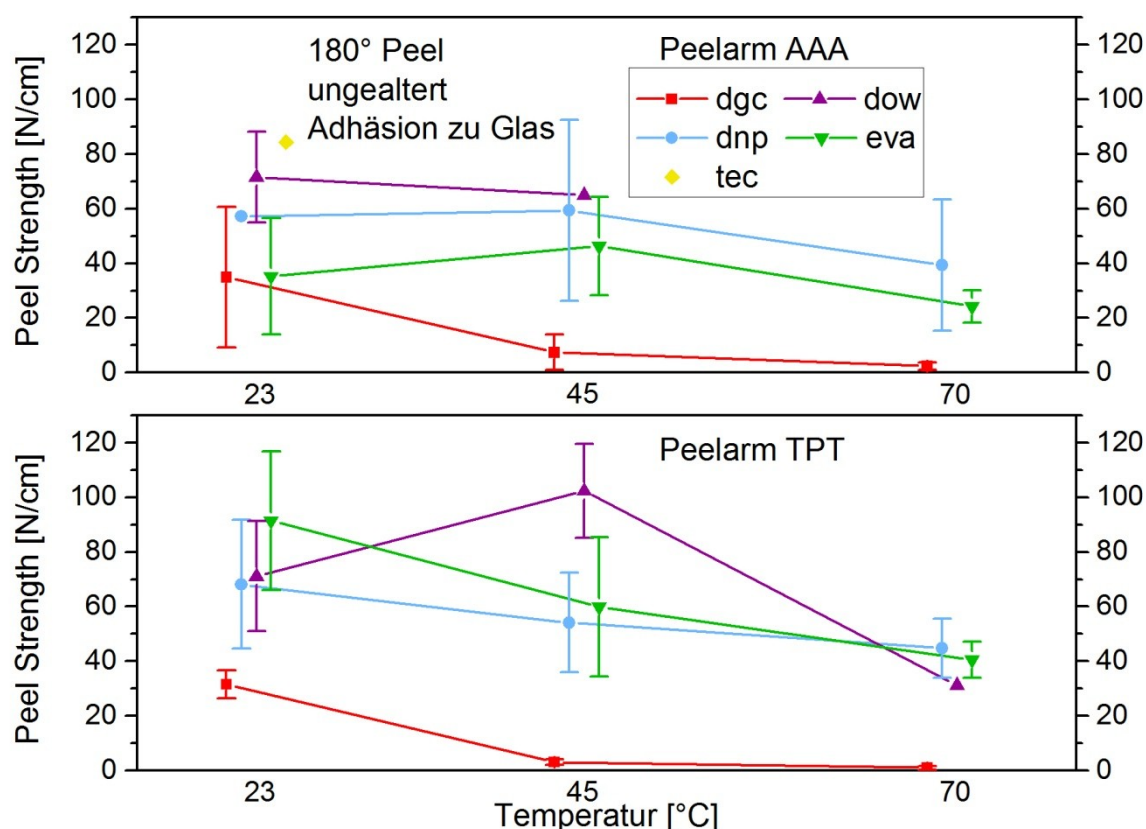


Abb. 4.8: Mittlere Peel Strength und Standardabweichung für Adhäsionsbruch zwischen Glas und Einbettungsmaterialien im 180° Peel Test ungealterter Prüfkörper mit zwei unterschiedlichen Peelarmen.

Die Haftung des dgc zu den Rückseitenfolien AAA und TPT ist vermutlich besser als zu Glas, da in den 180° Peel Tests nur Adhäsionsbrüche zu Glas und niemals zu den Rückseitenfolien auftraten. Quantitative Aussagen zum Vergleich mit anderen Einbettungsmaterialien sind jedoch nicht möglich, da dieses Material nicht im T Peel Test geprüft wurde.

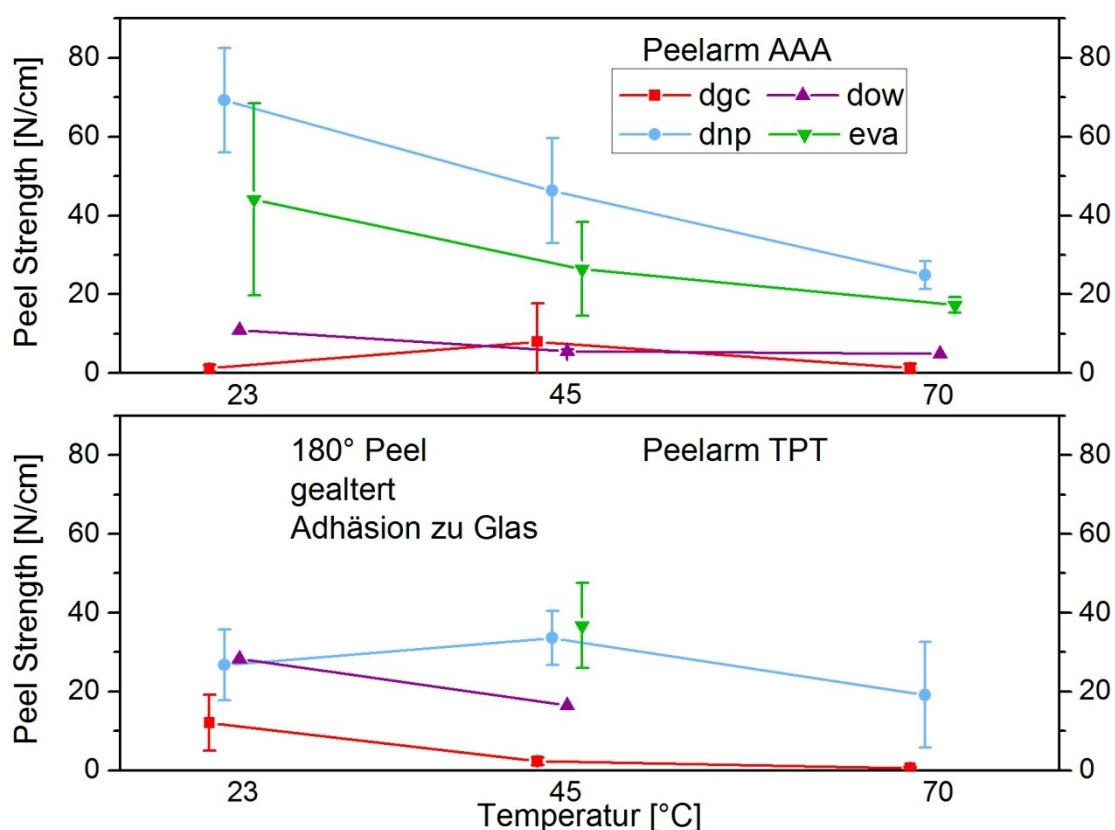


Abb. 4.9: Mittlere Peel Strength und Standardabweichung für Adhäsionsbruch zwischen Glas und Einbettungsmaterialien im 180° Peel Test gealterter Prüfkörper mit zwei unterschiedlichen Peelarmen.

dnp wies durchwegs gute Haftung zu Glas auf. Die an ungealterten Prüfkörpern gemessene mittlere Peel Strength betrug bei allen Temperaturen mindestens 39 N/cm und war in vielen Prüfungen mit AAA als Peelarm so groß, dass nur der Peelarm gedehnt wurde und es zu keiner Ablösung der Schichten voneinander kam. In Prüfkörpern mit TPT als Peelarm fand gleichzeitig mit dem Adhäsionsbruch zwischen Glas und dnp auch Delamination im TPT statt. Über die mit dnp laminierte Einzelschicht der Rückseitenfolie wurde die Kraft aber auf die Grenzschicht Glas-dnp übertragen, weshalb auch solche Prüfungen als Adhäsionsbruch

zwischen Glas und dnp gewertet wurden. Auch nach beschleunigter Alterung lag die Peel Strength bei mindestens 19 N/cm.

Besonders im T Peel Test stellte das im Vergleich zu anderen Einbettungsmaterialien relativ steife dnp messtechnisch eine Herausforderung dar, da viele Prüfkörper (trotz der häufig nicht allzu großen Peel Strength für Adhäsionsbruch) durch Delamination in der Rückseitenfolie versagten (vgl. Abschn. 4.1.1). So fand Adhäsionsbruch an ungealterten Prüfkörpern mit AAA-Peelarmen nur bei 23°C und zumeist nur über einen kurzen Peelweg, gefolgt von Delamination in der AAA-Folie, statt (s. Abb. 4.10). Die gemessene Peel Strength für Delamination war dabei sogar größer, als die für Adhäsionsbruch zwischen dnp und AAA (vgl. Abschn. 4.1.3). Bei höheren Temperaturen und bei ungealterten Prüfkörpern mit TPT-Peelarmen fand ausschließlich Delamination statt. Bei TPT-Prüfkörpern wurden vor der Delamination Kräfte von zumindest 15-20 N/cm gemessen. Auch KPK-Peelarme ungealterter Prüfkörper, in denen zumeist Adhäsionsbruch mit nicht allzu hoher Peel Strength auftrat, delaminierten zum Teil im Laufe der Prüfung. Bei Adhäsionsbruch zwischen dnp und KPK lösten sich häufig größere Teilflächen spontan und hörbar knisternd ab, was erhebliche Kraftschwankungen verursachte (s. Abb. 4.5). Auffallend war außerdem die Zunahme der Peel Strength (für Adhäsionsbruch zwischen dnp und KPK im T Peel Test) mit steigender Prüftemperatur. Nach beschleunigter Alterung zeigte sich eine starke Verschlechterung der Haftungseigenschaften des dnp zu AAA und TPT (s. Abb. 4.11). Über die Veränderung der Haftungseigenschaften zu KPK nach beschleunigter Alterung kann keine Aussage gemacht werden, da gealterte KPK-Folien stets delaminierten.

Auch das Einbettungsmaterial **dow** zeigte im ungealterten Zustand mit Werten für die Peel Strength von über 31 N/cm bei allen Prüftemperaturen gutes Haftungsverhalten zu Glas. Die Messwerte für 45°C und 70°C sind jedoch mit großen Unsicherheiten behaftet, da nur selten und über kurze Peelwege Adhäsionsbruch zu Glas und zumeist Kohäsionsbruch im dow auftrat. Nach beschleunigter Alterung betrug die Peel Strength nur mehr 5 N/cm bis 28 N/cm. Auch hier wurden nur wenige Messwerte erhalten, da sich durch die beschleunigte Alterung die Haftung zu den Rückseitenfolien in stärkerem Maß als die Haftung zu Glas verschlechterte und hauptsächlich Adhäsionsbruch zur Rückseitenfolie auftrat.

Bezüglich der Haftung zu Rückseitenfolien wies dow bei tieferen Temperaturen

etwas größere Peel Strength auf als dnp. Wegen der mit zunehmender Prüftemperatur starken Abnahme der Kohäsion im dow wurden bei höheren Temperaturen keine Adhäsionsbrüche mehr beobachtet.

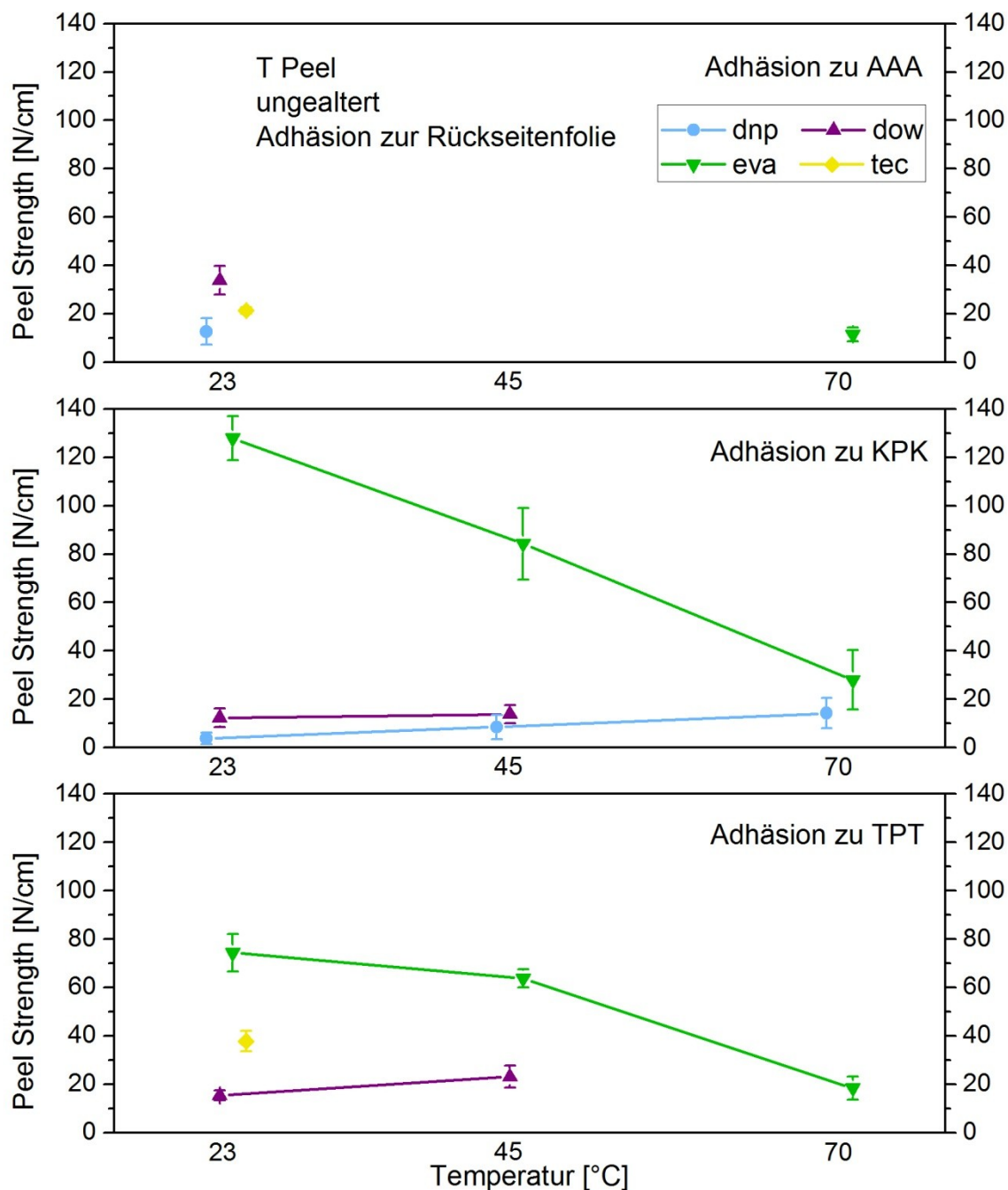


Abb. 4.10: Mittlere Peel Strength und Standardabweichung in N/cm für Adhäsionsbruch zwischen Einbettungsmaterialien und Rückseitenfolien im T Peel Test ungealterter Prüfkörper.

Die hier bei Adhäsionsbrüchen zwischen dow und KPK bzw. TPT andeutungsweise sichtbare Zunahme der Peel Strength mit der Prüftemperatur könnte auch auf

unbemerkt kohäsive Bruchanteile zurückzuführen sein. Kohäsionsbruch trat jedenfalls in einigen Fällen trotz größerer Peel Strength für Kohäsionsbruch als für Adhäsionsbruch auf. Nach beschleunigter Alterung verschlechterte sich die Haftung des Einbettungsmaterials an Rückseitenfolien mit Peel Strengths von höchstens 2,5 N/cm, meist jedoch unter 1 N/cm, stark.

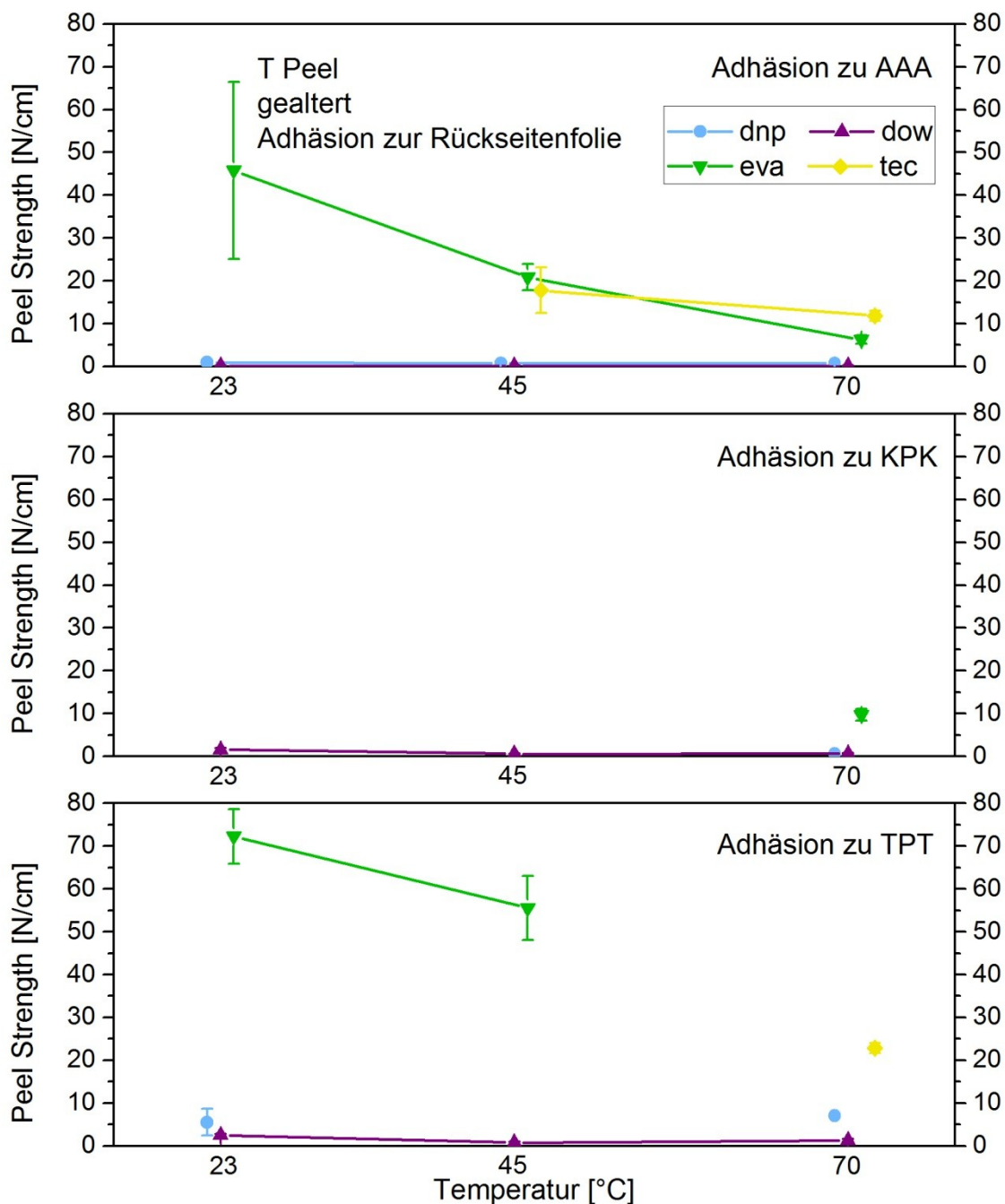


Abb. 4.11: Mittlere Peel Strength und Standardabweichung in N/cm für Adhäsionsbruch zwischen Einbettungsmaterialien und Rückseitenfolien im T Peel Test gealterter Prüfkörper.

Das Einbettungsmaterial **eva** wies sowohl im ungealterten als auch im gealterten Zustand gute Haftung zu Glas mit Werten für die Peel Strength von 17 N/cm bis 91 N/cm auf. Gealterte 180°-Prüfkörper mit TPT als Peelarm versagten bei 23°C durch Kohäsionsbruch im eva nahe der Grenzschicht zu Glas mit durchschnittlich 79 N/cm (± 17 N/cm).

Zu allen Rückseitenfolien war die Haftung von eva mit Peel Strengths von zumindest 74 N/cm bei Raumtemperatur (bei AAA-Prüfkörpern Dehnung des Peelarms bei Kräften von ca. 80 N/cm) und deutlicher Abnahme mit zunehmender Prüftemperatur ebenfalls sehr gut. Auch nach beschleunigter Alterung blieb die Haftung zu allen drei Rückseitenfolien gut.

Obwohl für das Einbettungsmaterial **tec** kaum Messwerte für Adhäsionsbruch zu Glas vorliegen, deuten hohe gemessene Kräfte für andere Versagensmechanismen auf gute Haftung zu Glas hin. Der einzige Messwert von 84 N/cm bei 23°C mit AAA-Rückseitenfolie stammt aus einer Prüfung, bei der nur über einen sehr kurzen Peelweg Adhäsionsbruch zwischen Glas und Einbettungsmaterial aufgetreten ist. Dieser Wert entspricht in etwa der Kraft, bei der die AAA-Folie durch Dehnung unter der Zugbelastung versagt, was in den übrigen Prüfungen dieser Prüfkonfiguration (ohne gleichzeitigen Adhäsionsbruch) auch der Fall war. Er sollte daher auch nicht als repräsentativer Mittelwert, sondern eher als Untergrenze für die Peel Strength für Adhäsionsbruch zwischen Glas und tec angesehen werden. Auch bei höheren Temperaturen versagten Prüfkörper mit AAA-Rückseitenfolie durch Dehnung derselben (bei 45°C bei ca. 75 N/cm, bei 70°C bei ca. 55 N/cm). Prüfungen mit der steiferen Rückseitenfolie TPT als Peelarm zeigen, dass diese Werte selbst als Untergrenze noch zu tief gegriffen sind. Obwohl ein Initialriss zwischen Glas und tec erzeugt worden war, breitete sich der Riss als Kohäsionsriss im Einbettungsmaterial tec bei allen Prüftemperaturen bei über 140 N/cm aus (bei 23°C änderte sich der Versagensmechanismus im Verlauf der Prüfung auf Adhäsionsbruch zwischen tec und TPT bei 39 N/cm). Nach beschleunigter Alterung trat nie Adhäsionsbruch zwischen Glas und tec ein, wengleich der Versagensmechanismus einem solchen sehr ähnelte. Diese Prüfkörper versagten durchwegs durch Kohäsionsbruch im tec, fast immer sehr nahe an der Grenzschicht zu Glas bei einer Peel Strength von mindestens 33 N/cm (23°C), 34 N/cm (45°C), 24 N/cm (70°C) (vgl. Tabelle 4.3). Bei manchen Prüfungen verlief der

Kohäsionsbruch auch tiefer im Einbettungsmaterial, wobei größere Kräfte gemessen wurden. Dies deutet auf die Bildung einer schwachen Grenzschicht (Weak Boundary Layer) während der heiß-feuchten Auslagerung hin.

Bikerman postulierte 1968 die Ausbildung eines Weak Boundary Layer in jeder Klebeverbindung. Diese generelle Annahme wird in Fachkreisen heute mehrfach angezweifelt, auch wenn die Bildung schwacher Grenzschichten in einigen Fällen (Verunreinigung) bewiesen ist. Einige Autoren haben eine andere Erklärung für Rissausbreitung nahe von Grenzschichten. Demnach leitet die Spannungsverteilung rund um die Rissspitze die Bruchausbreitung in den Bereich nahe der Grenzschicht (Kinloch, 1986).

Für die Peel Strength für Adhäsionsbruch zwischen tec und Rückseitenfolie im ungealterten Zustand wurden bei Raumtemperatur für AAA 21 N/cm, für TPT 38 N/cm gemessen. Für KPK kann ein mindestens so großer Wert wie für TPT angenommen werden, da die Peel Strength für Kohäsionsbruch (welcher bei beiden Rückseitenfolien bevorzugt auftrat) bei KPK-Peelarmen größer war, als bei TPT-Peelarmen und der durch Biegung dissipierte Anteil aufgrund ähnlicher Steifigkeit der beiden Rückseitenfolien ähnlich groß ist. Aufgrund des Nichteintretens von Adhäsionsbrüchen bei höheren Temperaturen und der großen Kräfte für die dort auftretenden Kohäsionsbrüche kann davon ausgegangen werden, dass sich die Haftung zwischen tec und Rückseitenfolien mit steigender Temperatur nicht oder nur wenig verringert. Nach beschleunigter Alterung blieb die Haftung zu AAA und TPT relativ gut. Es ist allerdings nicht gesichert, ob die hier als Adhäsionsbrüche gewerteten Prüfungen tatsächlich solche darstellen, oder ob auch hier wie im 180° Peel Test Kohäsionsbrüche nahe der Grenzschicht vorliegen.

4.3. Einfluss ausgewählter Parameter auf die Ergebnisse von Peel Tests

Die Norm zur Durchführung von T Peel Tests (ISO 11339:2003) erlaubt den Vergleich verschiedener Adhäsive (als solche werden in dieser Arbeit die Einbettungsmaterialien betrachtet) nur, wenn Prüfkörperherstellung, Material und Abmessungen der Peelarme sowie die Prüfbedingungen ident sind. Es wird aber auch die Prüfkörperherstellung in der Art vorgegeben, dass die Haftung der untersuchten Materialien zueinander in Übereinstimmung mit den Herstellerempfehlun-

gen optimal ist. Diese beiden Forderungen sind nicht immer gleichzeitig erfüllbar. So wurde in der vorliegenden Arbeit die Laminationstemperatur für jedes Einbettungsmaterial nach den jeweiligen Herstellerangaben zwischen 140°C und 165°C gewählt. Gleiche Herstellung aller Prüfkörper war somit, zumindest was die Laminationstemperatur betrifft, von vornherein ausgeschlossen. Viele weitere Parameter bei der Prüfkörperherstellung und -konditionierung sowie während der Prüfung beeinflussen das Ergebnis von Peel Tests. In den folgenden Abschnitten werden die Auswirkungen einiger ausgewählter Parameter beschrieben und, sofern es möglich erscheint, wird versucht, diese zu quantifizieren.

4.3.1. Einflüsse aus der Prüfkörperherstellung

Die Peel Strengths aus den Prüfungen der je 5 Prüfkörper einer Prüfkombination (gleiche Materialkombination und gleiche Messbedingungen) wiesen bei gleicher Bruchart zum Teil starke Abweichungen voneinander auf. Auch während einzelner Prüfungen schwankte die Kraft oft erheblich (vgl. Abschn. 4.1.3). Die Dicke des Einbettungsmaterials variierte über die Länge laminiertes 180° Peel Prüfkörper (bei gleicher Dicke vor dem Laminieren) zwischen 0,4 mm und 1,25 mm (gemessen in der Mitte bezüglich der Prüfkörperbreite). Die meisten 180°-Prüfkörper wiesen wegen der Dickenverteilung des Einbettungsmaterials eine charakteristische Wölbung in Breitenrichtung auf (s. Abb. 4.12 a). Diese ist vermutlich auf den Abstand zwischen den Prüfkörpern während des Laminierens zurückzuführen. Hier drückte die Membran beim Evakuieren des Laminators an den seitlichen Rändern nach unten. Diese Querwölbung würde wahrscheinlich durch fugenlose Aneinanderreihung der Prüfkörper im Laminator verhindert, was aber vermutlich ein Verkleben der Prüfkörper untereinander zur Folge hätte. In einigen T Peel Prüfkörpern schwankte die Dicke des Einbettungsmaterials über die Länge des Prüfkörpers erheblich. So wurden in einem einzigen Prüfkörper Dicken von 0,5 mm bis 1,9 mm gemessen (vgl. Abb. 4.12 b). Ein eindeutiger Zusammenhang zwischen Dicke des Einbettungsmaterials im Prüfkörper und Peel Force wurde nicht nachgewiesen.

Die starken Abweichungen der Peel Force und der Dicke des Einbettungsmaterials sind vermutlich auf die Prüfkörperherstellung zurückzuführen. Der Laminator wurde bis nahe an den Rand mit Prüfkörpern befüllt, wobei auch die Prüfkörper

am Rand zur Prüfung herangezogen wurden. Eine Kennzeichnung, an welcher Stelle die einzelnen Prüfkörper im Laminator lagen, wurde nicht durchgeführt. Es erscheint wahrscheinlich, dass durch inhomogene Druck- und / oder Temperaturverteilung über die Fläche des Laminators die Qualität der Lamination beeinflusst wurde. Auch einige in 4.1.3 beschriebene Phänomene könnten damit erklärt werden. So könnten Prüfkörper, die eine schräge Peelfront aufweisen, am Rand des Laminators bei besonders ausgeprägtem Druck- oder Temperaturgradienten in Richtung der Prüfkörperbreite gelegen haben. Ansteigende Peel Force während einer Prüfung könnte auf einen solchen Gradienten in Längsrichtung des Prüfkörpers hindeuten (vgl. Abb. 4.13).

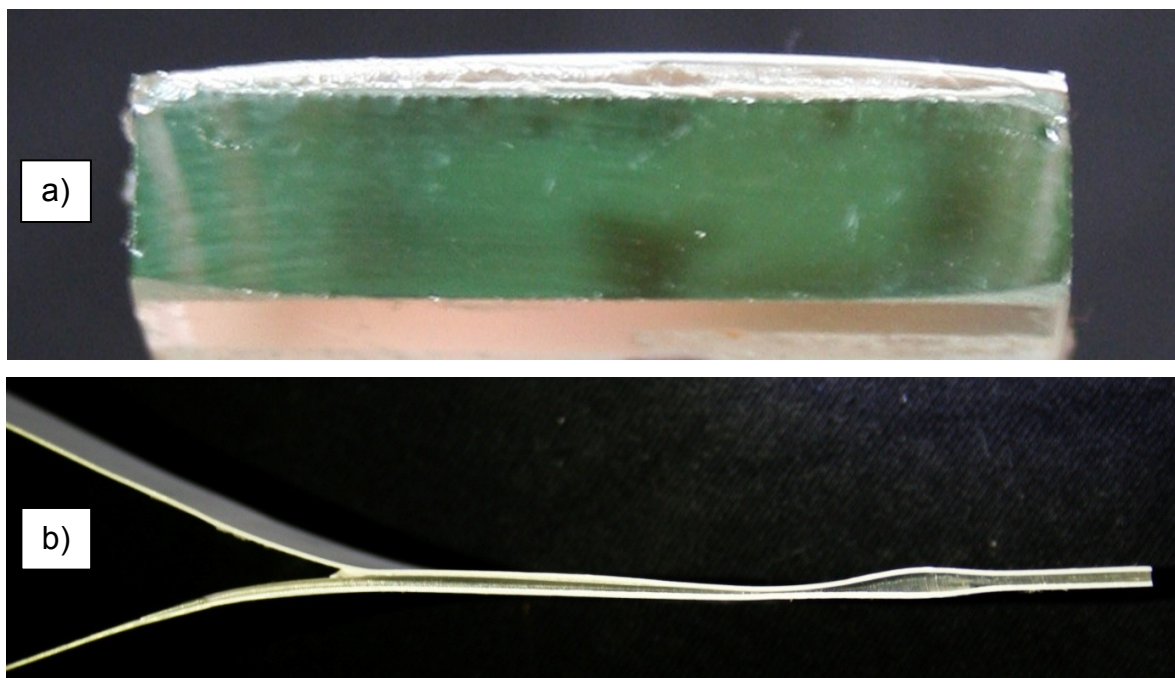


Abb. 4.12: a) Charakteristische Querwölbung eines 180° Peel Prüfkörpers,
b) Dickenverteilung des Einbettungsmaterials über die Länge eines T Peel Prüfkörpers.

Einige Prüfungen waren ohne Aussage, weil die beim Laminieren beschädigte Rückseitenfolie (meist AAA) unter Zugbelastung im Peel Test versagte. Die AAA-Rückseitenfolie wurde beim Laminieren, insbesondere in Kombination mit dem Einbettungsmaterial dnp, für welches die vom Hersteller empfohlene Laminationstemperatur von 165°C eingestellt wurde, in vielen Prüfkörpern plastisch verformt. Die Anwendung dieser Rückseitenfolie in Kombination mit Einbet-

tungsmaterialien, die bei zumindest 165°C verarbeitet werden, scheint deshalb problematisch. Desweiteren wurde die Rückseitenfolie mancher Prüfkörper, welche mit der Glasseite nach unten in den Laminator gelegt worden waren, durch Druck von oben an der Glaskante geknickt, was im 180° Peel Test zum Abreißen der Rückseitenfolie an dieser Stelle führte.

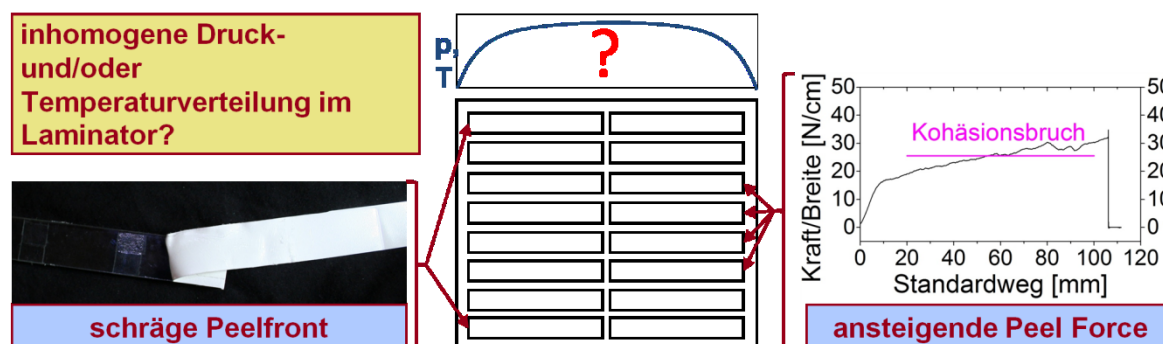


Abb. 4.13: Skizze des mit 180° Peel Prüfkörpern befüllten Laminators in der Draufsicht; inhomogene Druck- und Temperaturverteilung im Laminator als Erklärungsversuch für schiefe Peelfront und ansteigende Peel Force.

Gleichbleibende Bedingungen sind bei diskontinuierlicher Prüfkörperherstellung mit einem kleinen Laborlaminator, der immer wieder neu befüllt und dicht verschlossen werden muss, schwierig zu gewährleisten. Auch eine homogene Druck- und Temperaturverteilung über die gesamte Laminatorfläche sollte nicht als gegeben angenommen werden. Die oben angeführten Vermutungen über die Einflüsse der Lage der Prüfkörper im Laminator könnten durch genaue Lagebestimmung jedes einzelnen Prüfkörpers (Übersichtsfoto) bei ähnlichen Untersuchungen bestätigt oder widerlegt werden. Die großen Schwankungsbreiten und Widersprüche der Messergebnisse sind vermutlich größtenteils ungleichen Bedingungen in der Prüfkörperherstellung oder -lagerung geschuldet. Ebenso sind die in den folgenden Abschnitten aufgestellten Behauptungen anfällig für Fehlinterpretationen aufgrund solcher Schwankungen.

4.3.2. Einfluss des Peelarms

Anhand von Messergebnissen für die Haftung zwischen Glas und Einbettungsmaterialien, gemessen an ungealterten Prüfkörpern mit 2 unterschiedlichen Rück-

seitenfolien (AAA und TPT), wurde untersucht, wie die gemessene Peel Strength mit der Steifigkeit der Rückseitenfolie in Zusammenhang steht. Die Peel Strength für Adhäsionsbruch zwischen Glas und Einbettungsmaterial war bei den Einbettungsmaterialien dgc, dnp und dow für die unterschiedlichen Peelarme ähnlich groß. Nur bei Prüfungen mit dem Einbettungsmaterial eva wurde eine signifikant größere Peel Strength mit TPT als Peelarm gemessen (s. Abb. 4.14).

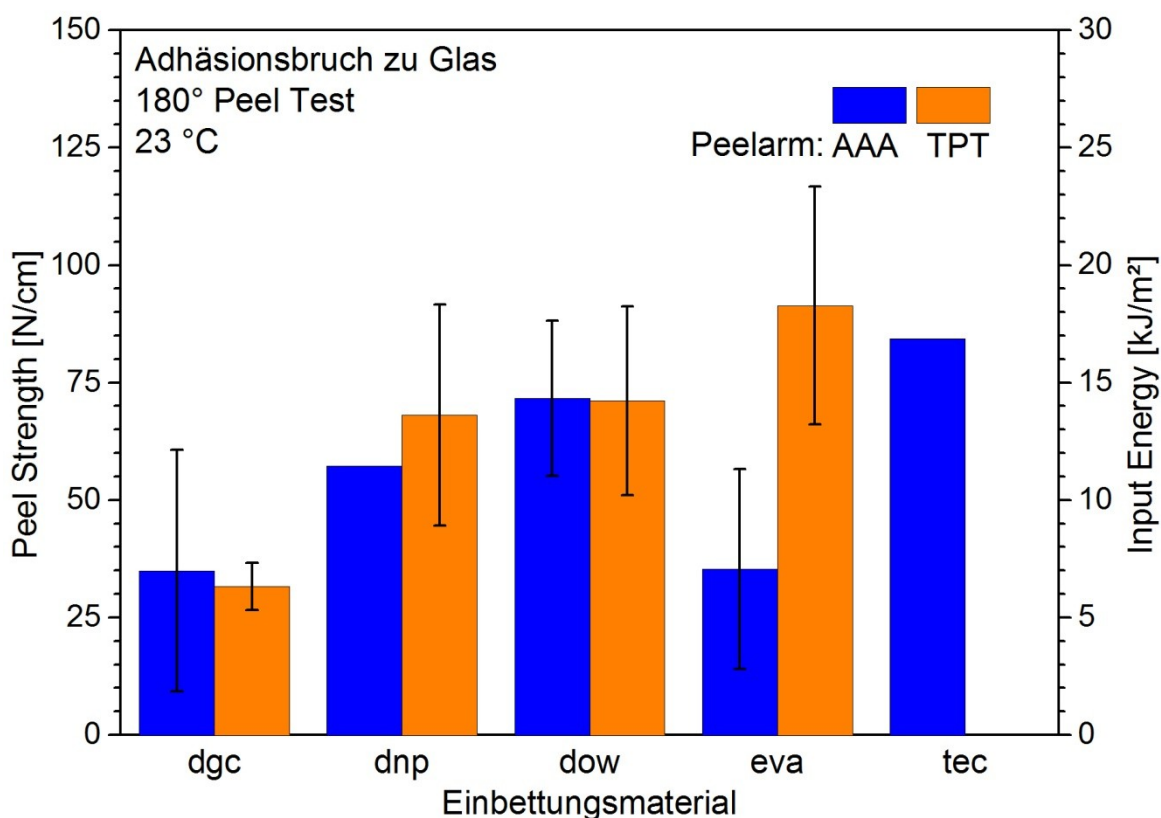


Abb. 4.14: Peel Strength und Total Input Energy bei Adhäsionsbruch zwischen Glas und Einbettungsmaterialien gemessen im 180° Peel Test bei 23 °C an ungealterten Prüfkörpern.

Theoretisch sollte sich dieser Unterschied auf die unterschiedliche Energiedissipation durch irreversible Biegeverformung (G_d) und Dehnungsverformung im Peelarm zurückführen lassen und die spezifische Haftung (Adhesive Fracture Energy G_c) zwischen Glas und den einzelnen Einbettungsmaterialien unabhängig von der verwendeten Rückseitenfolie sein (Kinloch et al, 1994). Mit Hilfe der Software IC-Peel (Kawashita und Moore, 2006) wurden der Dehnungsanteil, G_d und G_c berechnet. Aufgrund der hohen Steifigkeit der Glasplatte wurde davon ausgegangen,

dass die gesamte Energiedissipation im anderen Peelarm bestehend aus Rückseitenfolie und Einbettungsmaterial (bei Adhäsionsbruch zwischen Glas und Einbettungsmaterial) stattfindet. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4.6 angeführt und in Abb. 4.15 dargestellt. Der Dehnungsanteil wurde von ICPeel für die untersuchten Prüfungen als verschwindend klein berechnet und somit entspricht die Summe $G_c + G_d$ praktisch der gesamten von außen eingebrachten Energie.

Tabelle 4.6: Peel Strength (PS), Adhesive Fracture Energy (G_c) und Plastic Work in Bending (G_d) für Adhäsionsbruch zwischen Glas und Einbettungsmaterial im 180° Peel Test bei 23°C.

PS [N/cm]	dgc	dnp	dow	eva	tec
AAA	35 ± 26	57*	72 ± 17	35 ± 21	84*
TPT	32 ± 5	68 ± 24	71 ± 20	91 ± 25	110 – 140**
G_c [kJ/m ²]					
AAA	3,9 ± 3,4	7,2*	10,7 ± 3,1	4,4 ± 3,5	13,8*
TPT	2,9 ± 0,7	6,7 ± 3,3	7,5 ± 3,0	11,9 ± 4,3	16 – 22**
G_d [kJ/m ²]					
AAA	3,1 ± 1,7	4,3*	3,7 ± 0,5	2,6 ± 0,8	3,2*
TPT	4,3 ± 0,6	6,9 ± 1,4	6,7 ± 1,0	6,4 ± 0,8	6,0 – 6,5**

* nur ein Messergebnis

** Schätzwert anhand von Mischbrüchen

Es zeigte sich, dass der Anteil an (durch Biegung) dissipierter Energie bei TPT-Rückseitenfolien größer ist, als bei AAA-Rückseitenfolien. Die größere Energieaufnahme der TPT-Folie steht in direktem Zusammenhang mit deren höheren Steifigkeit (3310 MPa) und Streckgrenze (85,6 MPa) gegenüber AAA ($E = 890$ MPa, $\sigma_y = 25,5$ MPa). G_c ist wie die Peel Strength für Adhäsionsbruch zwischen Glas und den Einbettungsmaterialien dgc, dow und dnp für beide Rückseitenfolien als Peelarm ähnlich groß. Bei den Prüfungen mit dem Einbettungsmaterial eva kam es nicht zur erhofften Annäherung der berechneten G_c bei unterschiedlichen Peelarmen gegenüber der Peel Strength bei unterschiedlichen Peelarmen. Hier ist das Verhältnis $G_{c(AAA)} / G_{c(TPT)}$ sogar weiter von 1 entfernt als das Verhältnis der Peel Strengths für die beiden unterschiedlichen Peelarme. Das ist auf den großen Unterschied in der gemessenen Peel Strength zurückzuführen. Wie eine einfache Modellrechnung mit IC-Peel zeigt, wird der relative Biegungsanteil ab einer bestimmten (kleinen) Kraft mit zunehmender Kraft geringer, vgl. Abb. 4.16.

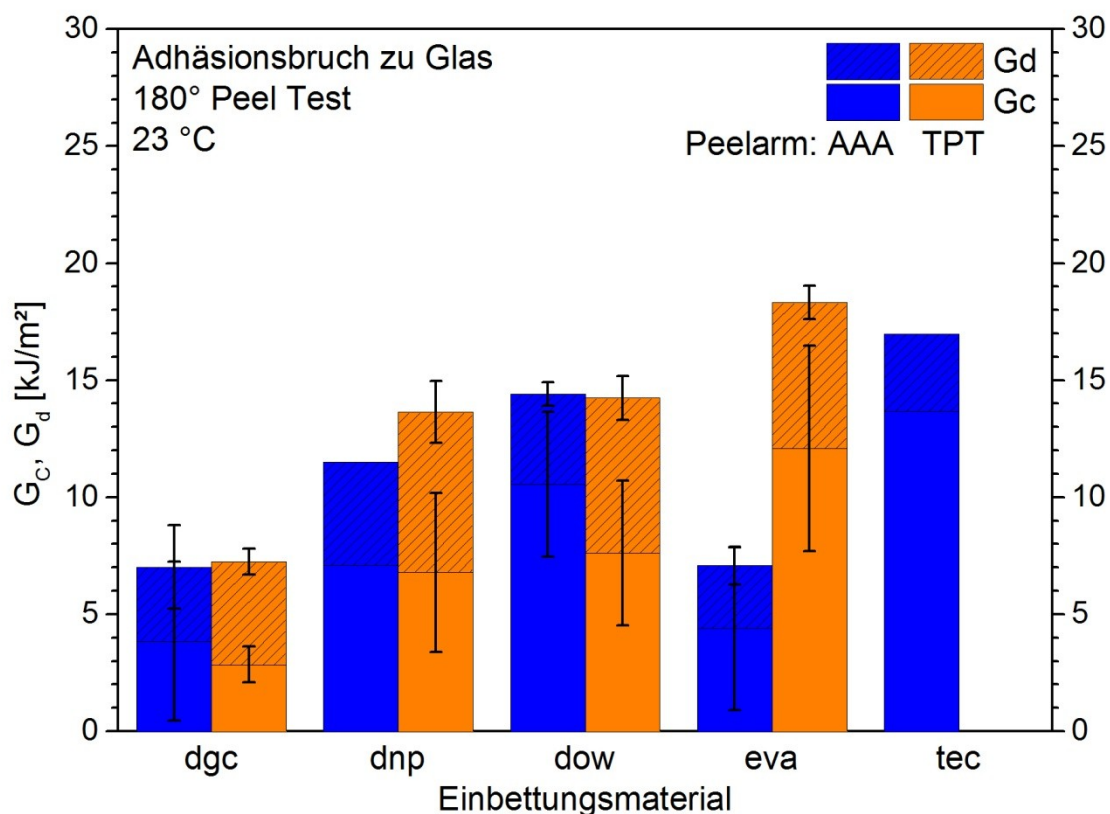


Abb. 4.15: Adhesive Fracture Energy (G_c) und Plastic Work in Bending (G_d) bei Adhäsionsbruch zwischen Glas und Einbettungsmaterialien gemessen im 180° Peel Test bei 23°C an ungealterten Prüfkörpern.

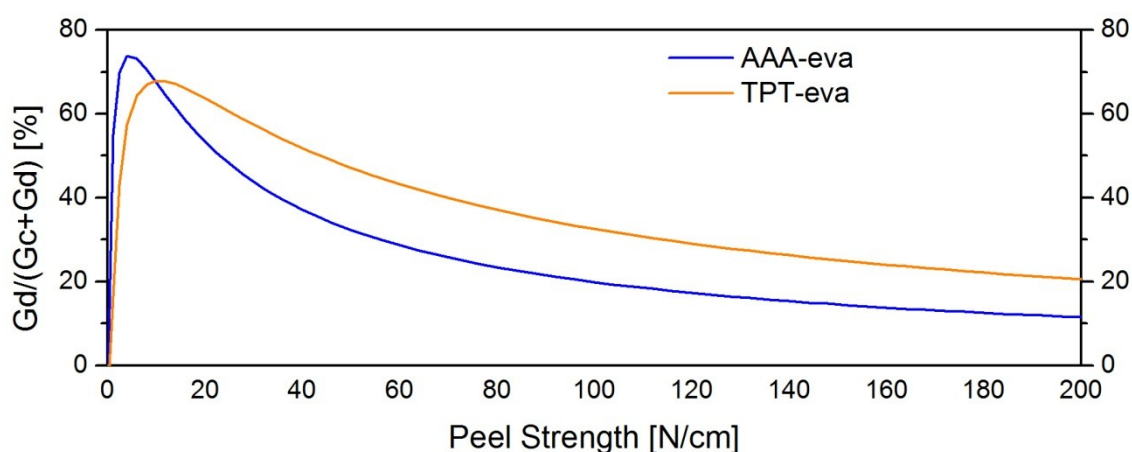


Abb. 4.16: Modellrechnung zur Abhängigkeit des Biegungsanteils von der Peel Strength im 180° Peel Test (Annahmen sind die Materialeigenschaften von AAA bzw. TPT und eva und eine Schichtdicke von eva von 1,1 mm).

Der Unterschied in der Peel Strength für Adhäsionsbruch zwischen Glas und eva bei 23°C kann somit nicht auf Energiedissipation im Peelarm zurückgeführt werden. Es stellt sich nun die Frage, ob die angewandte Theorie für die durchgeführten Tests geeignet ist. Kinloch et al. untersuchten Werkstoffe, deren bilineares Materialmodell in derselben Größenordnung liegt wie das der hier untersuchten ($E = 90\text{-}4000\text{ MPa}$, $\varepsilon_y = 2,5\text{-}8\%$, $\alpha = 0,02\text{-}0,1$). Ihre Ergebnisse für G_c liegen jedoch bei 20-250 J/m², um zwei Größenordnungen unter den in der vorliegenden Arbeit errechneten Werten. Die durch die höheren Kräfte bedingten größeren Materialverformungen im Peelarm könnten ein Problem für das Modell darstellen. Vor allem die in vielen Prüfungen starke Dehnungsverformung der Rückseitenfolie AAA dürfte problematisch sein. Auch in diesen Prüfungen wird der Dehnungsanteil von ICPeel unbedeutend gering berechnet. Schwerwiegender ist jedoch die starke Streuung der Messergebnisse. Die meisten Messergebnisse deuten zwar auf eine Erhöhung der Peel Strength mit zunehmender Steifigkeit des Peelarms hin, was in Einklang mit der Theorie von Kinloch et al. (1994) steht. Einige Prüfkonfigurationen lieferten jedoch konträre Aussagen. Für Kohäsionsbrüche im Einbettungsmaterial dow beispielsweise wurden im T Peel Test bei Verwendung der Rückseitenfolie AAA als Peelarm größere Kräfte gemessen, als mit TPT-Peelarmen (vgl. Tabelle 4.4 und Abb. 4.17). Aufgrund der starken Streuung der Messergebnisse wurde von der Auswertung der Adhesive Fracture Energy für andere Prüfkonfigurationen abgesehen, da dies eine nicht vorhandene Exaktheit vortäuschen würde.

4.3.3. Temperatureinfluss

Wie in Abb. 4.8 bis Abb. 4.11 zu sehen, nimmt die Peel Strength für Adhäsionsbruch zwischen Einbettungsmaterialien und Glas bzw. Rückseitenfolien im getesteten Temperaturbereich mit steigender Temperatur generell ab. Besonders markant ist diese Abnahme bei Adhäsionsbrüchen zwischen eva und Rückseitenfolien im T Peel Test. Nach Habenicht (2009) nimmt die Festigkeit einer Klebung mit zunehmender Temperatur aufgrund von steigender Molekülbeweglichkeit und damit verbundenem Abbau von Spannungsspitzen bis zu einem Maximum zu, um bei weiter steigender Temperatur wegen sinkender Kohäsion im Klebstoff wieder zu sinken. Untersuchungen (Nick et al., 2000) zeigten, dass die Temperatur der maximalen Peel Strength im Glasübergangsbereich des jeweiligen Klebstoffs oder

etwas darüber liegt und unabhängig von den Fügeteilen ist. Da sämtliche Prüftemperaturen der vorliegenden Untersuchung oberhalb der Glasübergangsbereiche der verwendeten Einbettungsmaterialien lagen (vgl. Tabelle 4.7), passt die Beobachtung der mit steigender Temperatur abnehmenden Peel Strength zu den Ergebnissen früherer Untersuchungen.

Tabelle 4.7: Glasübergangstemperaturen von als Einbettungsmaterial infrage kommenden Werkstoffen. PE, und Polyisobutylen stehen stellvertretend für Polyolefine, Polydimethylsiloxan für Silikone.

Material	T_g [°C]	Quelle
EVA	-34 bis -16	Habenicht, 2009, Miller et al., 2010, Moseley et al., 2011
PE	-51 bis -30	Habenicht, 2009, Osswald et al., 2006
Polyisobutylen	-73 bis -70	Habenicht, 2009, Osswald et al., 2006
Polydimethylsiloxan	-127	Habenicht, 2009

Die Erklärung abnehmender Kohäsion in den Einbettungsmaterialien als Ursache dafür scheint jedoch nicht gerechtfertigt. Zwar wurde im T Peel Test auch mit steigender Prüftemperatur abnehmende Peel Strength für Kohäsionsbrüche in dow, eva und tec beobachtet (s. Abb. 4.17). Die Temperaturabhängigkeit der Peel Strength für Adhäsionsbrüche kann jedoch nicht damit erklärt werden, da nur reine Adhäsionsbrüche zur Auswertung herangezogen wurden. Die tendenzielle Abnahme der Peel Strength mit zunehmender Prüftemperatur steht in Zusammenhang mit durch das Erweichen der Peelarme geringerer Energiedissipation durch Biegung. Eine ausreichende Erklärung für einen derart starken Abfall ist aber auch dadurch nicht gegeben.

Entgegen dem generellen Trend wurde ein Anstieg der Peel Strength für Adhäsionsbruch zwischen dnp und KPK mit zunehmender Prüftemperatur gemessen. Das könnte darauf zurückzuführen sein, dass mit der Erweichung des dnp mit steigender Temperatur die Delaminationsneigung der Rückseitenfolie abnimmt und größere Kräfte übertragen werden können.

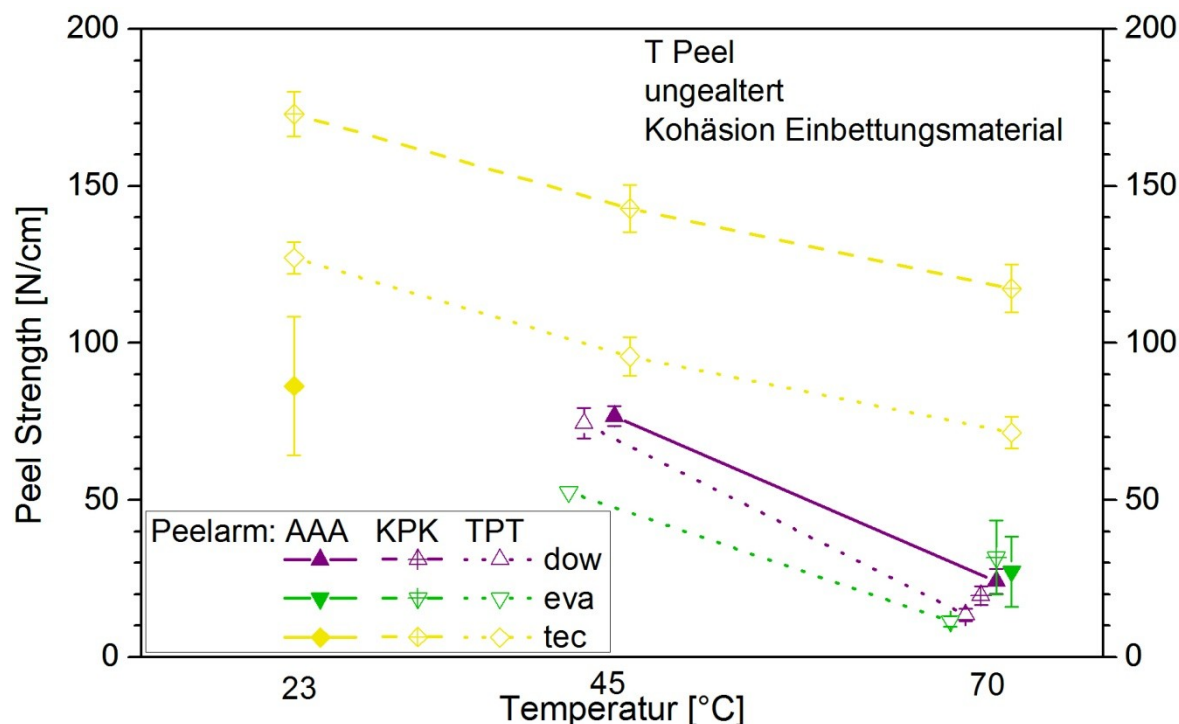


Abb. 4.17: Abhängigkeit der Peel Strength für Kohäsionsbrüche in den Einbettungsmaterialien von der Prüftemperatur.

4.3.4. Geschwindigkeitseinfluss

Wenn vom Einfluss der Prüfgeschwindigkeit die Rede ist, so sollte generell die Rissausbreitungsgeschwindigkeit v_R betrachtet werden (Kinloch et al., 1994). Die se ist abhängig von der Traversengeschwindigkeit der Zugprüfmaschine v_T , dem Peelwinkel θ und der Dehnung im Peelarm ε . Sie wird für den 180° Peel Test nach (4.1) berechnet (Kinloch et al., 1994).

$$v_R = \frac{v_T}{1 - \cos\theta + \varepsilon} \quad (4.1)$$

Der Einfluss der Prüfgeschwindigkeit wurde mit einigen Materialkombinationen im 180° Peel Test und im T Peel Test bei Traversengeschwindigkeiten von 5 mm/min, 10 mm/min, 50 mm/min und 100 mm/min untersucht. Die Ergebnisse sind in Abb. 4.18 dargestellt. Da die Dehnungen im Peelarm bei diesen Prüfungen relativ gering waren (<2 %), wurde auf die Berechnung von v_R verzichtet (weil $v_R \approx \frac{v_T}{2}$ für 180° Peel Test und T Peel Test).

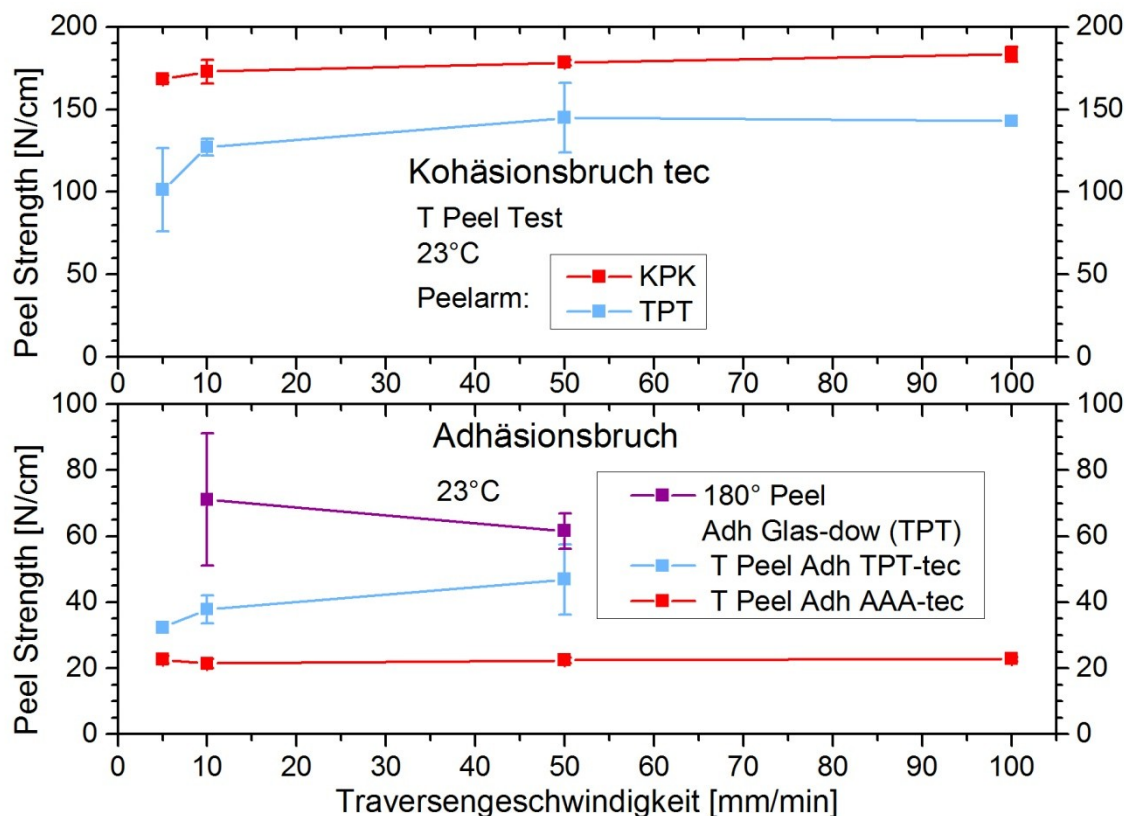


Abb. 4.18: Abhängigkeit der Peel Strength für Adhäsions- und Kohäsionsbrüche von der Prüfgeschwindigkeit.

Für Kohäsionsbrüche im Einbettungsmaterial tec wurde ein leichter Anstieg der Peel Strength mit zunehmender Prüfgeschwindigkeit beobachtet. Dies ist einfach durch das viskoelastische Verhalten der Werkstoffe zu erklären. Hier spielen einerseits die (viskoelastische) Verformung des Einbettungsmaterials im Bereich um die Risspitze, andererseits die ebenfalls viskoelastische Verformung des Peelarms durch Biegung und Rückbiegung eine Rolle. Ein ähnlich geringer Anstieg der Peel Strength mit zunehmender Prüfgeschwindigkeit wurde auch von Cook et al. (1998) für Adhäsionsbruch in Naturkautschuk gemessen. Für diese Studie wurden Klebeverbindungen zwischen Naturkautschuk und Stahl mittels 90° Peel Test untersucht.

Für Adhäsionsbrüche wurde keine eindeutige Abhängigkeit der Peel Strength von der Prüfgeschwindigkeit festgestellt, obwohl auch hier die viskoelastische Materialverformung einen Einfluss haben sollte. Zwar wurde ein Anstieg der Peel Strength mit der Prüfgeschwindigkeit für Adhäsionsbrüche zwischen tec und TPT im T Peel Test beobachtet. Adhäsionsbrüche zwischen AAA und tec zeigten im

T Peel Test jedoch keine Veränderung der Peel Strength mit der Prüfgeschwindigkeit und für Adhäsionsbrüche zwischen Glas und dow im 180° Peel Test war die Peel Strength bei einer Traversengeschwindigkeit von 10 mm/min sogar größer als bei 50 mm/min. Generell ist anzumerken, dass die Variation der Geschwindigkeit um den Faktor 20 vermutlich zu gering ist, um eindeutige Abhängigkeiten zu erkennen.

4.3.5. Alterungseinfluss

Ein Teil der Prüfkörper wurde vor der Prüfung bei 85 °C und 85 % relativer Luftfeuchtigkeit 1000 Stunden lang beschleunigt gealtert. Die Ergebnisse der Peel Tests derart gealterter Prüfkörper werden im Folgenden den Ergebnissen aus Peel Tests ungealterter Prüfkörper gegenübergestellt (Tabelle 4.2 bis Tabelle 4.5, Abb. 4.19 und Abb. 4.20). Jedes Einbettungsmaterial wird gesondert im Hinblick auf Adhäsion zu Glas und Rückseitenfolien sowie Kohäsion betrachtet. Wenn relative Größen der Peel Strength in % aus Prüfungen gealterter Prüfkörper erwähnt werden, so beziehen sich diese auf die bei der ansonsten gleichen Prüfkonfiguration an ungealterten Prüfkörpern gemessene Peel Strength.

Das Einbettungsmaterial **dgc** wies (vermutlich wegen der langen Lagerung) schon vor der beschleunigten Alterung vor allem bei höheren Prüftemperaturen keine große Haftung zu Glas auf. Nach beschleunigter Alterung fiel die Peel Strength bei Prüfungen bei Raumtemperatur auf unter 40 % des Wertes vor der Alterung ab, während sie bei höheren Temperaturen auf niedrigem Niveau annähernd konstant blieb. Das ist mit einiger Wahrscheinlichkeit auf den in 4.3.2 erwähnten Zusammenhang zwischen Peel Strength und relativem Bieungsanteil zurückzuführen. Bei so kleiner Peel Strength werden 60-80 % der gesamten zugeführten Energie durch Biegung im Peelarm dissipiert (vgl. Abb. 4.16) und eine Abnahme der spezifischen Haftung fällt bei gleichbleibendem Verformungsverhalten der Peelarme weniger ins Gewicht.

Die Peel Strength für Adhäsionsbruch zwischen Glas und **dnp** war nach der Auslagerung tendenziell geringer als davor und lag zumeist bei etwa 40-90% der Peel Strength ungealterter Prüfkörper. Vor allem für Messungen mit AAA als Peelarm liegen große Unsicherheiten vor, da in etwa der Hälfte der ungealterten Prüfkörper

nur der Peelarm gedehnt wurde und in gealterten Prüfkörpern oft nur durch zusätzliche Fixierung des dnp am AAA Adhäsionsbruch zu Glas – und das über einen kurzen Peelweg – herbeigeführt wurde. Bevorzugt wäre in gealterten Prüfkörpern Adhäsionsbruch zu AAA eingetreten. Außerdem war die Schwankungsbreite der Ergebnisse groß.

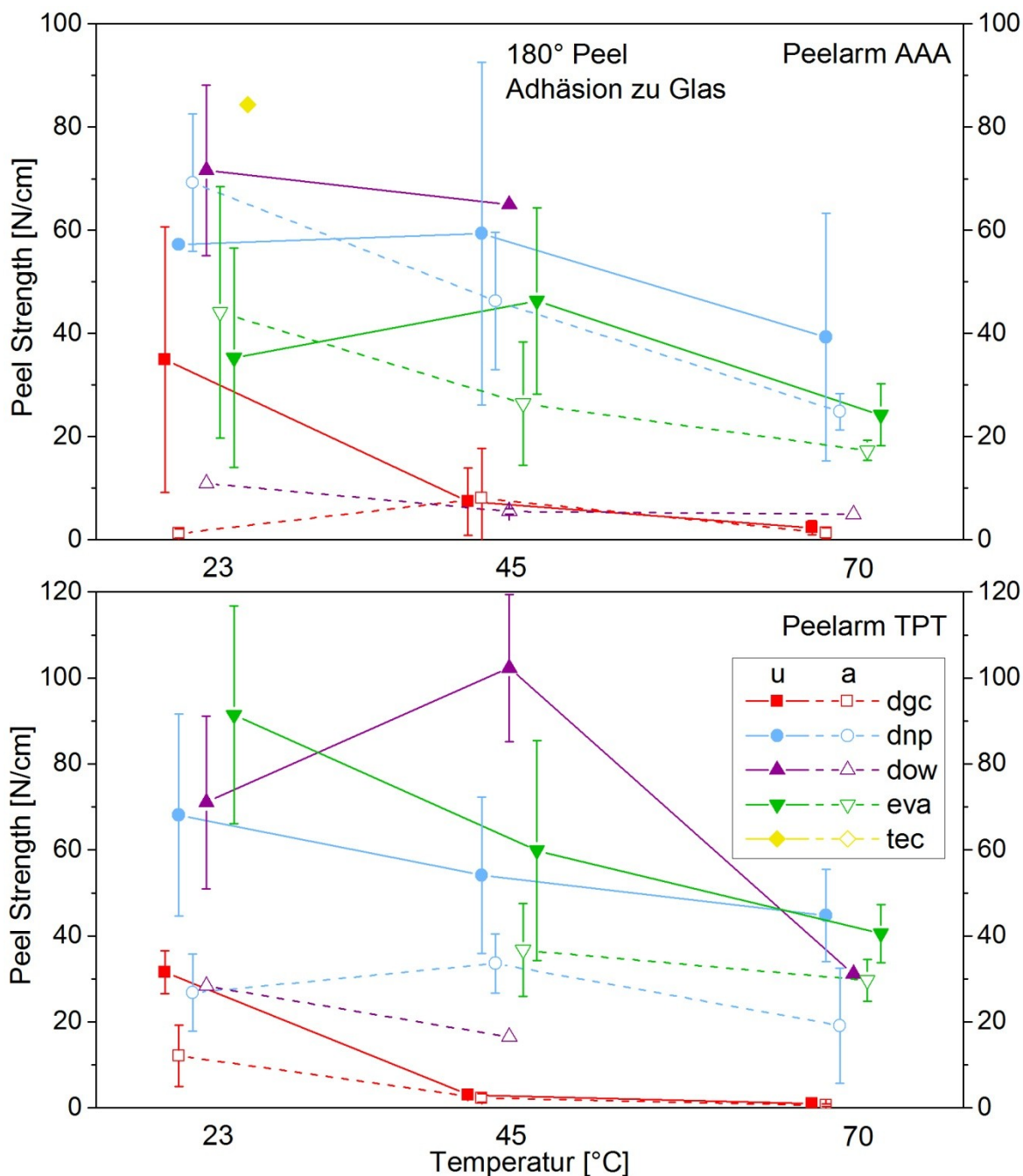


Abb. 4.19: Vergleich der Peel Strength aus 180° Peel Tests ungealterter (u) und gealterter (a) Prüfkörper.

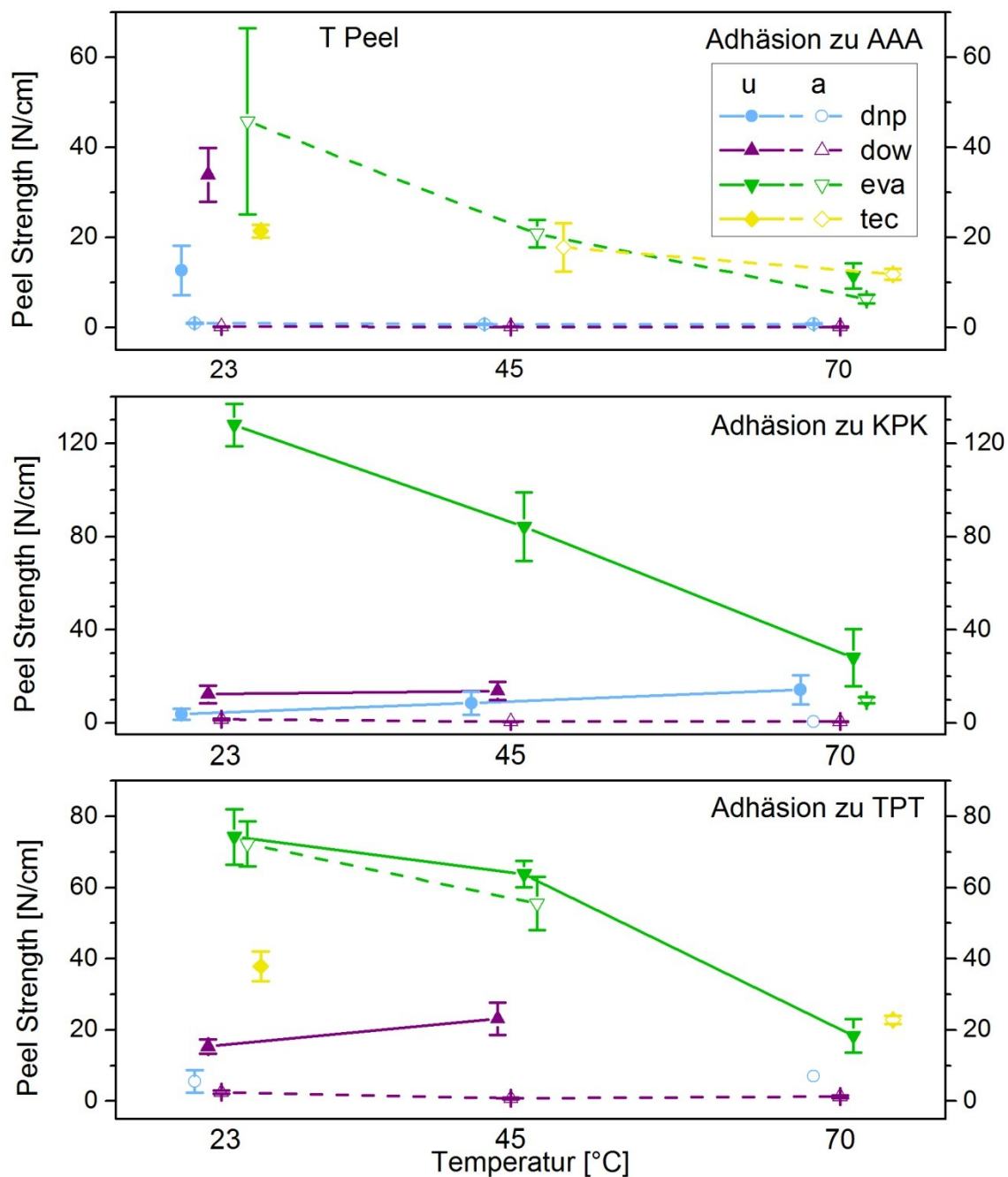


Abb. 4.20: Vergleich der Peel Strength aus T Peel Tests ungealterter (u) und gealterter (a) Prüfkörper.

Im T Peel Test wurde eine starke Abnahme der Peel Strength für Adhäsionsbruch zu AAA nach der Auslagerung festgestellt. Während an ungealterten Prüfkörpern der bevorzugte Versagensmechanismus Delamination im AAA war (wobei bei 45 °C und 70 °C vor der Delamination Kräfte von bis zu 50 N/cm gemessen wurden), versagten gealterte Prüfkörper ausschließlich durch Adhäsionsbruch zwischen dnp und AAA wobei die Peel Strength unter 1 N/cm betrug.

Die Haftung zu KPK war schon vor der Alterung mit Peel Strengths von unter 15 N/cm eher klein. Nach der Auslagerung trat fast immer nur Delamination im KPK ein. Ein einzelner Messwert für Adhäsionsbruch bei 70 °C deutet auf eine weitere Abnahme der Haftung zwischen dnp und KPK hin. Für Adhäsion zu TPT liegen kaum Messwerte vor, da fast immer die TPT-Folie delaminierte. Die vor der Delamination gemessenen Maximalkräfte lagen in ungealterten Prüfkörpern zwischen 50 N/cm und 100 N/cm, in gealterten zwischen 10 N/cm und 20 N/cm. Das deutet auf eine Versprödung der äußeren Schicht (PVF) des TPT hin.

Die wenigen Messungen, in denen Adhäsionsbruch zwischen Glas und **dow** an gealterten Prüfkörpern beobachtet wurde, deuten auf eine sehr starke Abnahme der Haftungseigenschaften dieses Einbettungsmaterials zu Glas durch heiß-feuchte Bedingungen hin. Da in gealterten Prüfkörpern zumeist Adhäsionsbruch zwischen dow und Rückseitenfolie eintrat, können Schwankungsbreiten wegen der geringen Anzahl an Messergebnissen für Adhäsionsbruch zu Glas nicht angegeben werden. Auch in ungealterten Prüfkörpern wechselte der Bruch in einigen Prüfungen mit TPT-Peelarm von der Grenzfläche Glas-dow auf die Grenzfläche dow-TPT. Sowohl in ungealterten als auch in gealterten Prüfkörpern war die Peel Strength für Adhäsion zur Rückseitenfolie kleiner als die für Adhäsion zu Glas. Der Wechsel der Bruchebene von Glas zur Rückseitenfolie geschah in ungealterten Prüfkörpern nur selten, während er in gealterten Prüfkörpern die Regel war. Nachdem dieser Wechsel über einen vorübergehenden Kohäsionsriss im dow stattfand, deutet diese Tatsache auf eine Abnahme der Kohäsion im dow durch heiß-feuchte Auslagerung hin.

Die Verschlechterung der Haftung von dow zu allen 3 Rückseitenfolien wurde im T Peel Test bestätigt. Nach der Auslagerung lag die Peel Strength für Adhäsionsbrüche zu AAA unter 1 N/cm, zu KPK unter 2 N/cm und zu TPT unter 3 N/cm.

Am Einbettungsmaterial **eva** wurde die geringste Veränderung der Haftungseigenschaften nach heiß-feuchter Auslagerung gemessen. Die Peel Strength für Adhäsionsbruch zwischen Glas und eva nahm nach beschleunigter Alterung auf etwa 60-90 % ab. An gealterten 180°-Prüfkörpern wurden im Gegensatz zu ungealterten auch kohäsive Bruchanteile beobachtet, ein vager Hinweis auf Veränderung der Kohäsion im eva durch die Auslagerung. Die Peel Strength für Kohäsionsbrü-

che, wie sie in T Peel Tests bei höheren Temperaturen vor allem mit TPT als Peelarm auftraten, war allerdings für gealterte und ungealterte Prüfkörper annähernd gleich groß. Der Kohäsionsbruch nahe der Grenzschicht zu Glas, der an gealterten Prüfkörpern mit TPT-Peelarm bei 23°C beobachtet wurde, deutet auf die Bildung einer schwachen Grenzschicht hin (ähnlich wie beim Einbettungsmaterial **tec**, s. unten). Bei anderen Temperaturen und an Prüfkörpern mit AAA-Peelarm wurde ein solches Verhalten jedoch nicht beobachtet.

Bezüglich der Haftung zu AAA wurde im T-Peel Test festgestellt, dass in ungealterten Prüfkörpern fast immer nur die AAA-Folie gedehnt wurde (außer bei 70°C), während in gealterten Adhäsionsbruch stattfand. Für die Haftung zu KPK in gealtertem Zustand liegen aufgrund der Versprödung dieser Rückseitenfolie nur für 70°C Ergebnisse vor. Diese deuten auf eine Abnahme der Peel Strength auf etwa 30 % hin. Die Peel Strength für Adhäsionsbruch zwischen **eva** und TPT änderte sich nach beschleunigter Alterung nicht wesentlich.

Das Einbettungsmaterial **tec** veränderte sich durch die Auslagerung stark. Während Prüfkörper im ungealterten Zustand hauptsächlich durch Dehnung der AAA-Folie (etwa 85 N/cm bei 23°C, 75 N/cm bei 45°C, 55 N/cm bei 70°) bzw. bei TPT-Peelarm kohäsiv (>140 N/cm) versagten, trat in gealterten Prüfkörpern immer Kohäsionsbruch nahe der Grenzfläche zu Glas bei viel geringerer Peel Strength auf (24-40 N/cm). Nur ein dünner Film blieb am Glas haften. Lediglich in einer Prüfung (bei 45 °C mit TPT-Rückseitenfolie) fand der Kohäsionsriss tiefer im **tec** statt. Hier war die Peel Strength mit etwa 50 N/cm deutlich größer als bei Versagen nahe der Grenzschicht. Der beobachtete grenznahe Kohäsionsbruch legt die Ausbildung einer kohäsiv schwachen Grenzschicht durch feucht-heiße Auslagerung nahe. Diese könnte durch eine Anreicherung des Silan-Haftvermittlers oder Wasserdampf an der Grenzschicht zustande kommen. Mit Hilfe infrarotspektroskopischer Aufnahmen wurde der am Glas verbleibende dünne Film als **tec** identifiziert (s. Abb. 4.21).

Die Haftung zu AAA ist schwierig zu beurteilen. Der an ungealterten Prüfkörpern bei 23°C gemessene Wert für Adhäsionsbruch zwischen **tec** und AAA ist durch fünf Prüfungen gut abgesichert. Bei höheren Temperaturen trat jedoch fast immer Delamination im AAA ein, wobei die maximale Kraft zuvor bei 40 N/cm bis

70 N/cm lag. Gealterte Prüfkörper versagten bei 23 °C kohäsiv bei 23 N/cm, bei höheren Temperaturen zum Teil auch adhäsiv. Die hierbei gemessenen Peel Strengths lassen auf ähnliche Haftungseigenschaften zwischen tec und AAA vor und nach der Auslagerung schließen. Für die Haftung zu KPK liegen keine direkten Messwerte vor. Die hohe Peel Strength für Kohäsionsbrüche lassen jedoch auf sehr gute Haftung in ungealtertem Zustand schließen. Auch an gealterten Prüfkörpern wurden, bevor Delamination in der KPK-Folie einsetzte, hohe Maximalkräfte (etwa 100 N/cm bei 23°C, 70 N/cm bei 45°C und 10 N/cm bei 70°C) gemessen. Die wenigen Messwerte für Adhäsionsbruch zwischen tec und TPT deuten auf ähnliche Haftungseigenschaften vor und nach der Auslagerung hin. Die Messwerte für Kohäsionsbruch im tec mit TPT-Peelarm deuten auf eine Abnahme der Peel Strength für Kohäsion im tec auf 40-60 % hin.

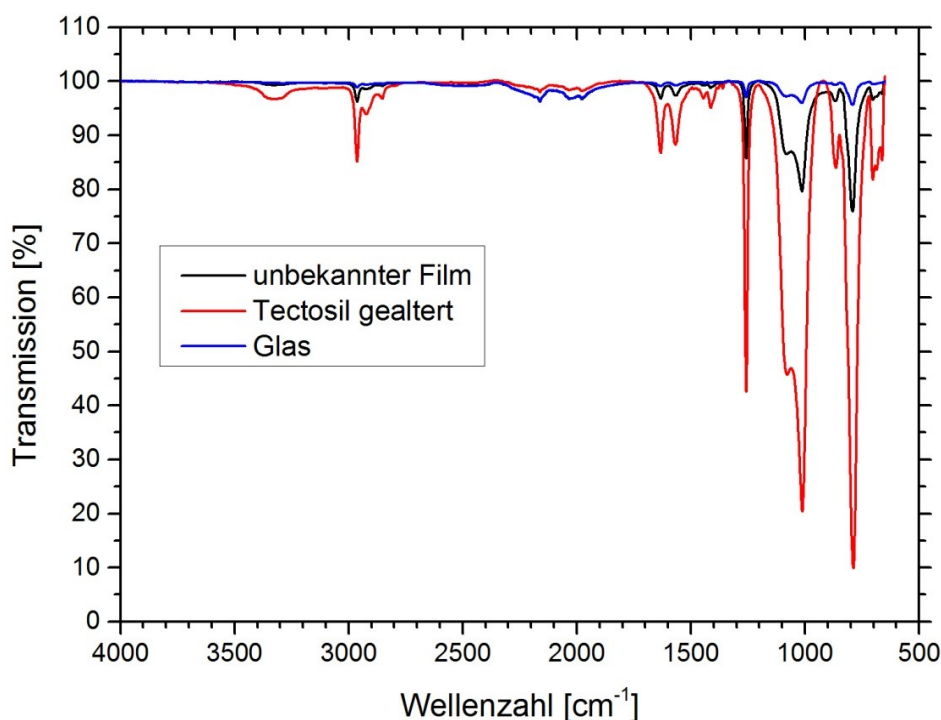


Abb. 4.21: Infrarotspektrum des dünnen, an gealterten Prüfkörpern im 180° Peel Test am Glas verbleibenden Films im Vergleich mit den Infrarotspektren von Glas und dem Einbettungsmaterial tec am gealterten Prüfkörper.

4.4. Lap Shear Test

Der Lap Shear Test konnte mit den in dieser Arbeit verwendeten Prüfkörpern nicht erfolgreich durchgeführt werden, da die Glasplatten entweder aus der Einspannvorrichtung herausrutschten oder, meist nahe der Einspannung oder des Beginns der Verklebung, durch die Biegebelastung zu Bruch gingen (s. Abb. 4.22 und Abb. 4.23). Zwar wurde darauf geachtet, dass die Prüfkörper nicht durch die Einspannung auf Biegung belastet werden. Während der Prüfung trat aber sehr wohl ein Biegemoment in den Glasplatten auf, weil die Krafrichtungen bei oberer und unterer Einspannung nicht in einer Achse lagen. Einlagen, die einen axialen Kraftangriff gewährleisten hätten, konnten aufgrund zu großer Dicke für die Einspannvorrichtung nicht verwendet werden.

Bevor die Prüfkörper aus der Einspannung herausrutschten bzw. brachen, wurden bei einer Überlappungslänge von 50 mm für die Einbettungsmaterialien dgc, dnp, dow und tec Kräfte von 1200 N bis 1500 N gemessen, was einer Lap Shear Strength von 0,96 N/mm² bis 1,2 N/mm² entspräche. Bei einer Überlappungslänge von 25 mm wurden für das Einbettungsmaterial tec vor dem Herausrutschen bzw. Bruch der Glasplatten ähnlich große Kräfte gemessen, woraus sich die doppelte Lap Shear Strength ergäbe. Da jedoch nie das Einbettungsmaterial unter Scherbelastung versagte, wird daraus geschlossen, dass die Lap Shear Strength für alle geprüften Einbettungsmaterialien deutlich darüber liegt.

Für eine erfolgreiche Durchführung von Lap Shear Tests mit den untersuchten Werkstoffen muss erstens die Überlappungslänge kleiner gewählt werden und zweitens für eine axiale Krafteinwirkung gesorgt werden, um Biegebelastung der Glasplatten zu vermeiden.

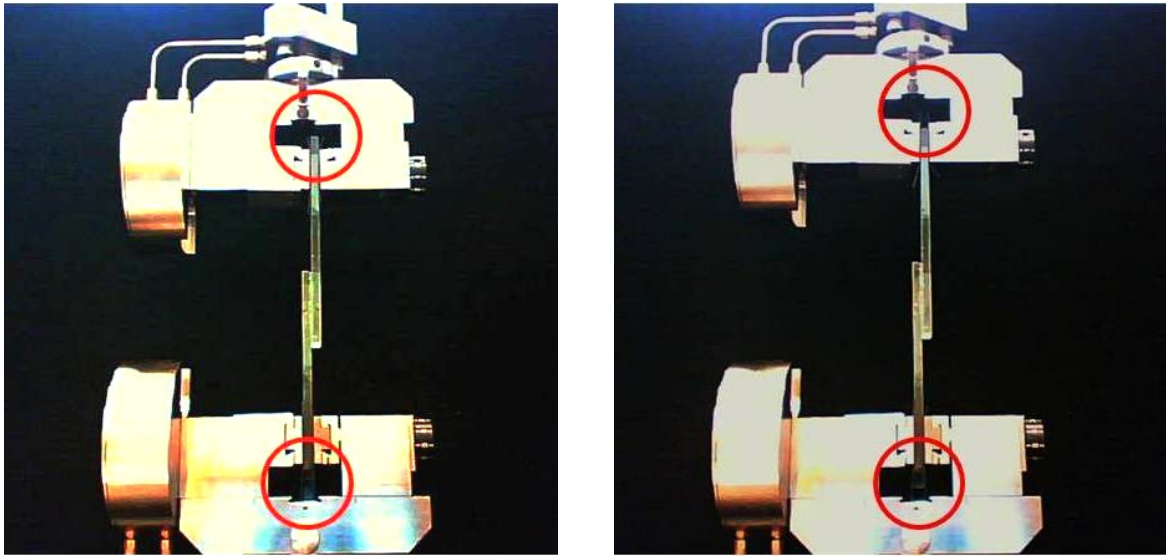


Abb. 4.22: Herausrutschen der Glasplatten aus der Einspannvorrichtung beim Lap Shear Test dgc2; links Prüfbeginn, rechts einige Zeit später; rot eingekreist die Enden der Glasplatten.

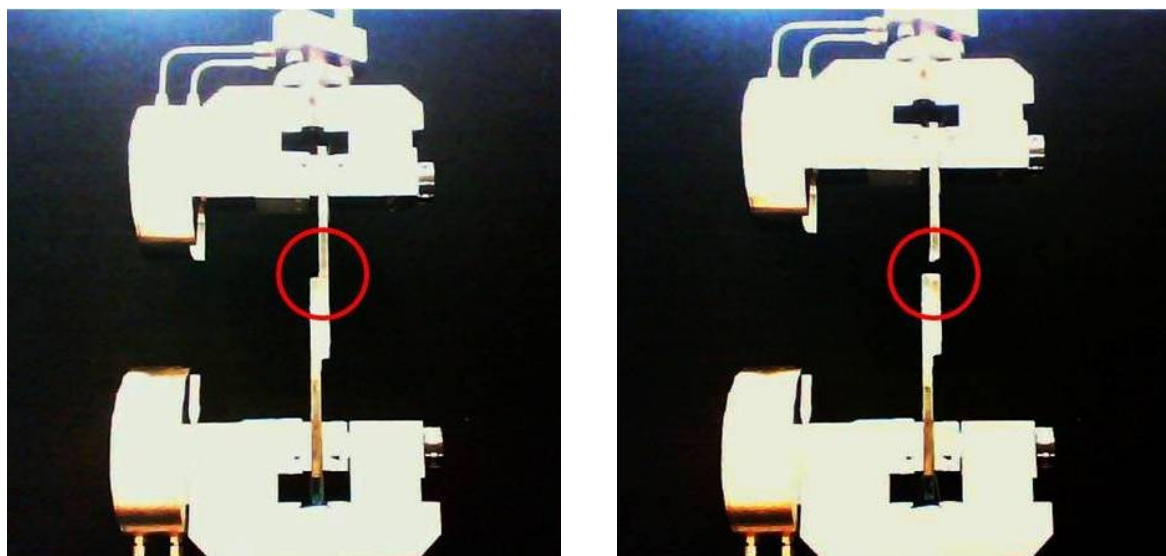


Abb. 4.23: Bruch einer Glasplatte nahe des Beginns der Verklebung beim Lap Shear Test dnp1; links Prüfbeginn, rechts einige Zeit später; rot eingekreist die Bruchstelle.

5. ZUSAMMENFASSUNG UND SCHLUSSFOLGERUNGEN

Für die vorliegende Arbeit wurden 180° Peel Tests, T Peel Tests und Lap Shear Tests durchgeführt, um die Haftungseigenschaften von Einbettungsmaterialien für PV-Module zu Glas und Rückseitenfolien zu charakterisieren. Es wurden fünf verschiedene Einbettungsmaterialien (dgc, dnp, dow, eva, tec) und drei Rückseitenfolien (AAA, KPK, TPT) geprüft. Die Auswirkungen einiger Einflussfaktoren auf die Ergebnisse von Peel Tests, nämlich der Prüftemperatur und -geschwindigkeit, der mechanischen Eigenschaften des Peelarms und heiß-feuchter Auslagerung, auf die Peel Strength wurden gezielt untersucht. Außerdem ergaben sich aufgrund der Messergebnisse unerwartete Zusammenhänge zwischen Materialeigenschaften der Einbettungsmaterialien und der Art des Bruches und wurden Rückschlüsse auf bei der Prüfkörperherstellung und -konditionierung zu beachtende Details gezogen.

Die Lap Shear Tests, die Vergleichswerte zu Ergebnissen der Peel Tests liefern hätten sollen, blieben aufgrund von Problemen bei der Einspannung und zu groß gewählter Überlappungslänge ergebnislos.

Für die Bewertung von Peel Tests erwiesen sich zwei Phänomene als problematisch: Zum einen verlief der Bruch häufig nicht in der gewünschten Grenzfläche und zum anderen wies die ermittelte Peel Strength zum Teil sehr große Streubreiten auf. Ersteres bringt die Notwendigkeit einer genauen Dokumentation über die Art des Bruches mit sich, denn nur bei gleichartigem Bruch ist ein Vergleich der Peel Strength für unterschiedliche Materialkombinationen sinnvoll. Wie einige in Abschn. 4.1.3 besprochene Beispiele, in denen ein Wechsel der Versagensart auftrat, obwohl danach höhere Kräfte gemessen wurden, zeigen, darf auch nicht immer davon ausgegangen werden, dass Prüfkörper im Peel Test immer an der schwächsten Grenzschicht brechen. Wenn bei einer bestimmten Materialkombination, wie beispielsweise in 180° Peel-Prüfkörpern mit dem Einbettungsmaterial tec und TPT-Peelarm, zumeist Kohäsionsbruch im Einbettungsmaterial auftrat, so ist das zwar ein Hinweis darauf, dass die Haftung des Einbettungsmaterials zu Glas und Rückseitenfolie größer sein könnte, als die Kohäsion. Zwingend ist dieser Zu-

sammenhang aber keineswegs, wie eine genauere Betrachtung der Ergebnisse dieser Materialkombination nahelegt. Bei Raumtemperatur brachen Prüfkörper zu Beginn zumeist über einen kurzen Peelweg kohäsiv im Einbettungsmaterial tec. Im Verlauf der Prüfung verlagerte sich der Bruch auf die Grenzfläche zwischen Einbettungsmaterial und Rückseitenfolie unter Absinken der Kraft auf etwa ein Viertel der bei Kohäsionsbruch gemessenen. Bei höheren Temperaturen trat dieser Wechsel nicht ein, die Prüfkörper brachen durchwegs durch Kohäsionsbruch im Einbettungsmaterial bei annähernd gleichen Kräften wie bei Raumtemperatur (vgl. Tabelle 4.2). Es erscheint unwahrscheinlich, dass die Peel Strength für Adhäsionsbruch zwischen Einbettungsmaterial und Rückseitenfolie bei 45°C und 70°C den vierfachen Wert gegenüber dem bei Raumtemperatur hat, zumal im Allgemeinen mit zunehmender Prüftemperatur sinkende Peel Strength gemessen wurde. Plausibler scheint die Erklärung, dass die Spannungsverteilung um die Risspitze den Bruch in eine bestimmte Richtung führt.

Die Tatsache der weit streuenden Messergebnisse lässt statistisch abgesicherte Aussagen nur über eine große Anzahl an Prüfungen zu und verdeutlicht die Wichtigkeit exakt gleicher Bedingungen in der Prüfkörperherstellung, während der Lagerung und der Prüfung. In Abschn. 4.3.1 wurde auf mögliche Einflussfaktoren bei der Prüfkörperherstellung hingewiesen. Was in den durchgeführten Prüfungen nicht beachtet wurde, ist die mögliche Einflussnahme schwankender Luftfeuchtigkeit unmittelbar vor und während der Prüfungen und der Materialalterung bei Lagerung bei Raumtemperatur. Die Prüfungen „ungealterter“ Prüfkörper erstreckten sich über einen Zeitraum von etwa zwei Monaten, jene „gealterter“ über etwa drei Monate. Es ist durchaus wahrscheinlich, dass Prüfungen an trockenen Tagen andere Ergebnisse liefern als an feuchten, zumal der durch Diffusion gesteuerte Wassergehalt in der Klebung sich sehr wahrscheinlich nicht so schnell an die Laborbedingungen angleicht wie die Temperatur der Prüfkörper. Desweiteren unterliegen Kunststoffe ständigen Veränderungen, die sich, auch wenn sie bei moderatem Lagerungsklima langsam ablaufen, im Lauf von zwei bis drei Monaten durchaus bemerkbar machen können. Sinnvoll wäre bei Prüfaufgaben mit so großem Umfang, die sich über derart lange Zeiträume erstrecken, sicherlich eine auf den

Prüfzeitpunkt abgestimmte Prüfkörperherstellung, so dass zwischen Herstellung und Prüfung immer ähnliche Zeiträume liegen.

180° Peel Tests wurden mit zwei unterschiedlichen Rückseitenfolien als Peelarm durchgeführt. Die E-Moduln und Streckspannungen dieser beiden Folien unterschieden sich um etwa den Faktor 3,5, die Dicken waren ähnlich. Aufgrund großer Streubreiten der errechneten Peel Strength können auf Basis der vorliegenden Untersuchungen keine eindeutigen Aussagen über die Abhängigkeit der Peel Strength von der Steifigkeit des Peelarms gemacht werden. Theoretisch müsste diese bei Prüfungen mit dem steiferen Peelarm größer sein, da dort mehr Energie durch Biegung dissipiert wird, wie mit Hilfe der Software ICPeel berechnet wurde. Die ebenfalls mit ICPeel berechnete Adhesive Fracture Energy, die theoretisch unabhängig von den Eigenschaften des Peelarms sein sollte, wies jedoch genauso große Streubreiten auf, wie die Peel Strength. Die Ursachen dafür dürften zum einen in den großen Verformungen des Peelarms und zum anderen in den nicht beachteten Einflussfaktoren (s. oben) liegen.

Ein Zusammenhang zwischen Dicke des Einbettungsmaterials und der Peel Strength wurde nicht nachgewiesen. Was sich aber bemerkbar machte, war ein Einfluss der Steifigkeit des Einbettungsmaterials auf die Art des Bruches. Bei Prüfungen mit dem steifsten Einbettungsmaterial, dessen Elastizitätsmodul um den Faktor 3-6 größer war, als der anderer Einbettungsmaterialien mit vergleichbar guter Haftung, trat besonders häufig Delamination in der Rückseitenfolie auf. Ein steiferes Einbettungsmaterial führt zu kleinerem Peelradius und damit zu lokal größerer Belastung des Peelarms.

Jede Materialkombination wurde bei 23°C, 45°C und 70°C geprüft. Im Allgemeinen zeigte sich eine Abnahme der Peel Strength für Adhäsionsbrüche zwischen Glas und Einbettungsmaterial sowie zwischen Einbettungsmaterial und Rückseitenfolien mit zunehmender Prüftemperatur. Diese Abnahme war nicht bei allen Materialkombinationen gleich stark und nur in wenigen Fällen signifikant. Besonders deutlich war die Abnahme der Peel Strength mit zunehmender Prüftemperatur für Adhäsionsbrüche zwischen dem Einbettungsmaterial eva und den Rückseitenfolien KPK und TPT. Auch für Kohäsionsbrüche in verschiedenen Einbet-

tungsmaterialien wurde eine eindeutige Abnahme der Peel Strength mit zunehmender Prüftemperatur festgestellt. Diese Abhängigkeit der Peel Strength ist zumindest teilweise auf die Erweichung der Peelarme und damit verbundene geringere Energiedissipation durch Biegung zurückzuführen. Für Kohäsionsbrüche liegt ein weiterer Grund in der mit steigender Temperatur zunehmenden Molekülbeweglichkeit, die ein Abgleiten der Molekülketten aneinander erleichtert.

Nach dem Zeit-Temperatur-Äquivalenzprinzip sollte sich eine Senkung der Prüfgeschwindigkeit wie eine Temperaturerhöhung bemerkbar machen. Einige Prüfungen wurden bei 5 mm/min, 10 mm/min, 50 mm/min und 100 mm/min durchgeführt, um die praktische Einflussnahme der Prüfgeschwindigkeit auf die Peel Strength zu bestimmen. Für Kohäsionsbrüche im Einbettungsmaterial tec wurde ein leichter Anstieg der Peel Strength mit zunehmender Prüfgeschwindigkeit beobachtet. Für Adhäsionsbrüche zwischen verschiedenen Materialien wurde kein eindeutiger Zusammenhang zwischen Prüfgeschwindigkeit und Peel Strength festgestellt.

Nach 1000-stündiger Auslagerung bei 85°C und 85 % relativer Luftfeuchtigkeit verschlechterte sich die Haftung aller Einbettungsmaterialien zu Glas und Rückseitenfolien. Am wenigsten ausgeprägt war der Alterungseinfluss bei eva, sehr stark bei dow. Die Verschlechterung der Haftung zu Glas dürfte auf den Verbrauch der Haftvermittler durch Sättigung mit Wasserdampf zurückzuführen sein. Beim Einbettungsmaterial tec wurde eine Änderung der Versagensart festgestellt. Nach der Auslagerung brachen 180° Peel Prüfkörper immer kohäsiv im Einbettungsmaterial tec nahe der Grenzschicht zu Glas. Nur selten verlief der Bruch tiefer im Einbettungsmaterial (wie es bei ungealterten Prüfkörpern die Regel war). Dabei wurden größere Kräfte gemessen, was auf die Bildung einer schwachen Grenzschicht in diesem Einbettungsmaterial durch heiß-feuchte Auslagerung hindeutet. Auch die untersuchten Rückseitenfolien waren von den heiß-feuchten Auslagerungsbedingungen betroffen. Die Rückseitenfolie KPK neigte nach der Auslagerung besonders stark zur Delamination, was die Messung der Haftung zwischen dieser Rückseitenfolie und Einbettungsmaterialien zum Teil unmöglich machte.

Zusammengefasst verdeutlichen die Ergebnisse dieser Arbeit die Vielzahl an Faktoren, die Einfluss auf Peel Tests nehmen und die Notwendigkeit der Dokumentation des Bruchverlaufs. Die weit streuenden Messergebnisse erfordern zur statistischen Auswertung eine Vielzahl an Prüfungen, was eine zeitliche Abstimmung zwischen Prüfkörperherstellung und Prüfung erzwingt, um Alterungseffekte auszuschließen. Die Aussagekraft einer aufwändigeren bruchmechanischen Auswertung ist sicherlich höher, als die einfache Betrachtung der Peel Strength, wobei die Anwendungsgrenzen durch das zugrunde liegende Materialmodell gegeben sind. Generell stellt sich jedoch die Frage nach der Praxisrelevanz von Peel Tests für PV-Einkapselungsmaterialien, da der untersuchte Belastungsfall im realen Einsatz kaum eintritt.

6. LITERATUR

Aravas, N., Kim, K.-S., Loukis, M. J. (1989). *Materials Science and Engineering* **A107**, 159.

Bartsch, H. J. (2011). „Taschenbuch mathematischer Formeln für Ingenieure und Wissenschaftler“, Hanser, München.

Bierögl, C. (2011). In „Kunststoffprüfung“, (Grellmann, W., Seidler, S., Hrsg.), 2. Auflage, pp. 115-134, Hanser, München.

Breslauer, E., Troczynski, T. (2001). *Material Science and Engineering* **A302**, 168.

Brown, S. W. (2004). „Time- and Temperature-Dependence of Fracture Energies Attributed to Copper/Epoxy Bonds“, Master Thesis, Department of Engineering Science and Mechanics, Virginia Polytechnic Institute and State University, USA.

Chamberlin, C. E., Rocheleau, M. A., Marshall, M. W., Reis, A. M., Coleman, N. T., Lehman, P. A. (2011). In Proc. „37th IEEE PV Specialists Conference“, (IEEE, Hrsg.), pp. 101 – 105, IEEE, Seattle, WA, USA.

Chapuis, V., Pelisset, S., Trachsel, V., Ræis-Barneoud, M., Ballif, C., Perret-Aebi, L.-E. (2011). In Proc. „26th EU-PVSC Conference“, (WIP, Hrsg.), pp. 2597-2599, WIP, München, Deutschland.

<http://infoscience.epfl.ch/record/170342?ln=en>

Cook, J. W., Edge, S., Packham, D. E. (1998). *International Journal of Adhesion and Adhesives* **17**, 333.

Czanderna, A. W., Pern, F. J. (1996). *Solar Energy Materials and Solar Cells* **43**, 101.

DeGraaff, D., Lacerda, R., Campeau, Z. (2011). „Degradation Mechanisms in Si Module Technologies Observed in the Field; Their Analysis and Statistics“, In Proc. „Photovoltaic Module Reliability Workshop 2011“, (NREL, Hrsg.), NREL, Gol-

den, Colorado, USA.

http://www1.eere.energy.gov/solar/sunshot/pvmrw_2011.html

Frick, A., Stern, C. (2011). „Praktische Kunststoffprüfung“, Hanser, München.

Georgiou, I., Hadavina, H., Ivancovic, A., Kinloch, A. J., Tropsa, V., Williams, J. G. (2003). *The Journal of Adhesion*, **79**, 239.

Habenicht, G. (2009). „Kleben“, 6. Auflage, Springer, Berlin.

ISO 4587:2003. Adhesives – Tensile lap shear strength of rigid to rigid bonded assemblies.

ISO 11339:2003. Adhesives – T-Peel Test for flexible-to-flexible bonded assemblies.

Jorgensen, G., Terwilliger, K., Barber, G., Kennedy, C., McMahon, T. (2001). „Measurements of Backsheet Moisture Permeation and Encapsulant-Substrate Adhesion“, In Proc. „NCPV Program Review Meeting“, NREL, Golden, Colorado, USA.

www.nrel.gov/publications

Kawashita, L. F., Moore, D.R., Williams, J. G. (2005). *Journal of Materials Science* **40**, 4541.

Kawashita, L. F., Moore, D.R. (2006). „ICPeel (2006)“, Computerprogramm, Imperial College London, Großbritannien.

<http://www3.imperial.ac.uk/meadhesion/testprotocols/peel>

Kempe, M., Reese, M., Dameron, A., Moricone, T. (2010). „Types of Encapsulation Materials and Physical Differences Between Them“, In Proc. „Photovoltaic Module Reliability Workshop 2010“, (NREL, Hrsg.), NREL, Golden, Colorado, USA.

http://www1.eere.energy.gov/solar/sunshot/pvmrw_2010.html

Kim, K.-S., Aravas, N. (1988). *International Journal of Fracture* **24/4**, 417.

King, D. L., Quintana, M. A., Kratochvil, J. A., Ellibee, D. E., Hansen, B. R. (1999). In Proc. „AIP Conference 462“, (AIP Publishing LLC, Hrsg.), pp. 565-571, AIP Publishing LLC, Denver, Colorado, USA.

<http://www.solarweb.be/Documentation/Publications/Photovoltaic%20Module%20Performance%20and%20Durability%20Following%20Long-Term%20Field%20Exposure.pdf>

Kinloch, A. J. (1986). In „Encyclopedia of Science and Engineering“, (Bever, M. B., Editor in Chief), 1. Auflage, pp. 65-70, Pergamon Press, Oxford.

Kinloch, A. J., Lau, C. C., Williams, J. G. (1994). International Journal of Fracture **66**, 45.

Klemchuk, P., Ezrin, M., Lavigne, G., Holley, W., Galicia, J., Agro, S. (1997). Polymer Degredation and Stability **55**, 347.

Lüpke, T. (2011). In „Kunststoffprüfung“, (Grellmann, W., Seidler, S., Hrsg.), 2. Auflage, pp. 75-93, Hanser, München.

Miller, D. C., Kempe, M. D., Glick, S. H., Kurtz, S. R. (2010). In Proc. „35th IEEE PV Specialists Conference“, (IEEE, Hrsg.), pp. 262-268, IEEE, Piscataway, NJ, USA.

www.nrel.gov/publications

Miller, D. C., Muller, M., Kempe, M. D., Araki, K., Kennedy, C. E., Kurtz, S. R. (2012). „The Durability of Polymeric Encapsulation Materials for Concentrating Photovoltaic Systems“, In Proc. „Photovoltaic Module Reliability Workshop 2012“, (NREL, Hrsg.), Golden, Colorado, USA.

http://www1.eere.energy.gov/solar/sunshot/pvmrw_2012.html

Moore, D. R., Williams, J. G. (2010). An ESIS Protocol, Revised November 2010. <http://www3.imperial.ac.uk/meadhesis/testprotocols/peel>

Moseley, J. M., Miller, D. C., Kempe, M. D., Kurtz, S. R., Shah, Q.-U.-A. S. J., Tamizhmani, G., Sakurai, K. (2011). „Use of Melt Flow Rate Test in Reliability Study

of Thermoplastic Encapsulation Materials in Photovoltaic Modules“, NREL, Golden, Colorado, USA.

www.nrel.gov/publications

Nase, M., Langer, B., Grellmann, W. (2008). *Polymer Testing* **27**, 1017.

Nick, A., Nick, B., Wortmann, F.-J. (2000). In „Fracture of Polymers, Composites and Adhesives – ESIS Publication 27“, (Williams, J. G., Pava, A., Editors), pp. 261-270, Elsevier, Oxford.

Oreški, G. (2004). „Untersuchung des Delaminationsverhaltens von Folienverbunden für die Einkapselung von PV-Modulen“, Diplomarbeit, Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, Montanuniversität Leoben, Österreich.

Oreški, G., Pinter, G. (2011). In Proc. „26th EU-PVSC Conference“, (WIP, Hrsg.), pp. 3305-3309, WIP, München, Deutschland.

<http://www.eupvsec-proceedings.com/>

Osswald, T. A., Bauer, E., Brinkmann, S., Oberbach, K., Schmachtenberg, E. (2006). „International Plastics Handbook“, 4. Auflage, Hanser, München.

Pern, F. J., Glick, S. H. (2003). „Adhesion Strength Study of EVA Encapsulants on Glass Substrates“, In Proc. „NCPV Program Review Meeting“, (NREL, Hrsg.), NREL, Golden, Colorado, USA.

www.nrel.gov/publications

Price, A. J., Sargent, J. P. (1997). *International Journal of Adhesion and Adhesives* **17**, 27.

Retting, W., Laun, H. M. (1991). „Kunststoff-Physik“, 1. Auflage, Hanser, München.

Sargent, J. P. (1998). *International Journal of Adhesion and Adhesives* **18**, 215.

Shioda, T., Zenkoh, H. (2012). In Proc. „Photovoltaic Module Reliability Workshop 2012“, (NREL, Hrsg.), NREL, Golden, Colorado, USA.

http://www1.eere.energy.gov/solar/sunshot/pvmrw_2012.html

Shioda, T. (2013). In Proc. „Photovoltaic Module Reliability Workshop 2013“, (NREL, Hrsg.), NREL, Golden, Colorado, USA.

http://www1.eere.energy.gov/solar/sunshot/pvmrw_2013.html

Tucker, R. (2008). „Development of New Low-Cost, High-Performance, PV Module Encapsulant/Packaging Materials“, NREL, Golden Colorado, USA.

www.nrel.gov/publications

Williams, J. A., Kauzlarich, J. J. (2005). *Tribology International* **38**, 951.