

Titelblad

Titel: Limning af Aluminium – Epoxy og Polyurethan

Tema: Afgangsprøje

Projektgruppe: Helmar Träger og Mette Nipgaard Sørensen

Projektperiode: Efteråret 2010

Sted: Aalborg Universitet Esbjerg

Hoved- og bivejleder: Birgit Kjærside Storm og Leif Wagner Jørgensen

Synopsis

Denne rapport belyser limning af anodiseret aluminium med epoxy og polyurethan, der kombineres på 4 forskellige måder. Det undersøges hvilken påvirkning sealing og limkombinationerne har på brudstyrken og tøjningen over tid. Der er anvendt statistisk forsøgsplanlægning til behandling af målingerne, som er fremkommet ved træktest.

Den statistiske undersøgelse viser, at en kombination af lim med epoxy som primer og polyurethan som bindemiddel, giver de højeste brudstyrker. Hvis polyurethan benyttes som primer, opnås en lavere men mere stabil, brudstyrke. Endvidere er der ikke umiddelbart forskel i tøjningen, for de 4 kombinationer, efter endt ældningstid. I begge tilfælde viser det sig, at der opnås højere værdier for brudstyrke og tøjning, hvis det undlades at seale.

Abstract

This report describes adhesives bonding of anodized aluminum using 4 different combinations of epoxy and polyurethane. The effect on force and strain caused by sealing and type of bonding combination is studied. Statistical Design of Experiments has been used in dealing with the results from the shear test.

The statistical study shows that a combination of adhesives using epoxy as primer and polyurethane as binder, results in the highest forces. If polyurethane acts as primer a lower, yet more stable, force is achieved. Furthermore, no difference in strain for the 4 combinations after 4 weeks is found. In both cases, it is shown, that leaving out the sealing process, results in higher force- and strain values.

Forord

Dette projekt er udarbejdet på 7. semester ved diplomingeniørstudiet på Aalborg Universitet Esbjerg. Projektet udgør afslutningen på diplomingeniøruddannelsen i kemi og bioteknologi med speciale i kemiteknik.

Hensigten med rapporten er, at undersøge en limsamplings styrke mellem to emner anodiseret aluminium og hvorledes denne påvirkes af limtype, om der seales eller ej og om tiden efter hærdning har nogen indflydelse på trækstyrken.

Projektet henvender sig til aluminium- og limindustrien samt andre, der måtte have interesse inden for disse områder. Derudover er målgruppen vejleder, bi-vejleder og censor der er tilknyttet projektet.

Figurer og tabeller betegnes "Figur x" og "Tabel x". Hvor intet andet er angivet, er figurer og tabeller eget materiale.

Ord som findes i nomenklaturlisten vil være markeret med * første gang ordet optræder i teksten. Nomenklaturlisten er i alfabetisk orden og vil være at finde bagerst i rapporten.

Litteraturhenvisninger i teksten er markeret med [tal]. Litteraturlisten findes umiddelbart efter nomenklaturlisten.

Indholdsfortegnelsen for appendiks og bilag findes på en blå side og kommer særskilt efter litteraturlisten.

De statistiske beregninger er udført i STATGRAPHICS Plus version 4,0. På vedlagte CD-ROM findes datafiler til de statistiske analyser samt rådata fra træktesten.

Der rettes en tak til Milosz Adam Gwisdalski (Laboratorieingeniør) for inspiration og hjælp i forbindelse med projektarbejdet. Derudover ønsker projektgruppen at takke Force Technology for lån af Eddy Current apparat, samt relevant materiale.

Esbjerg d. 22. december 2010

Helmar Träger

Mette Sørensen

Indholdsfortegnelse

1	INDLEDNING	7
2	ALUMINIUM	8
2.1	FREMSTILLING.....	8
2.2	FORDELE VED ALUMINIUM.....	9
2.2.1	Bearbejdning	9
2.2.2	Vægt.....	10
2.2.3	Korrosion	10
2.2.4	Fødevarekontakt	12
2.2.5	Ledningsevne.....	12
2.2.6	Legeringer	13
2.3	SAMMENFØJNINGSMETODER	15
2.4	OPSUMMERING.....	17
3	LIM	18
3.1	FORDELE OG ULEMPER VED LIMNING	18
3.2	LIMTYPER.....	19
3.3	EPOXY OG POLYURETHAN	20
3.3.1	Epoxy.....	20
3.3.1.1	Anvendelse	22
3.3.2	Polyurethan.....	22
3.3.2.1	Anvendelse	24
3.4	OPSUMMERING.....	24
4	OVERFLADEBEHANDLING AF ALUMINIUM	25
4.1	ANODISERING	25
4.1.1	Anodiseringsproces	26
4.1.2	Oxidlag	28
4.2	OPSUMMERING.....	29
5	TRÆKTEST	30
5.1	OPSUMMERING.....	31
6	PROJEKTAFGRÆNSNING	32
7	PRAKTISK LABORATORIEARBEJDE	33
7.1	FORSØGSPLAN	33
7.1.1	Ko-faktorer	33
7.2	FORBEHANDLING	34
7.2.1	Anodisering og sealing	34
	Neutralisering	36
	Skyl.....	36
	Anodisering.....	36
	Skyl.....	36
	Sealing.....	36
7.2.2	Fejlkilder	37

7.3	BESTEMMELSE AF OXIDLAG	37
7.4	LIMNING	38
7.4.1	Forsøg	38
7.4.2	Fejlkilder	39
7.5	ÆLDNING	40
7.5.1	Temperaturundersøgelse af varmeskab	40
7.6	TRÆKTEST	41
7.6.1	Inden forsøg	41
7.6.2	Forsøg	41
7.6.3	Fejlkilder	41
7.7	OPSUMMERING	42
8	STATISTISK FORSØGSPLANLÆGNING	43
8.1	INTRODUKTION	43
8.1.1	Faktorer	43
8.2	TEORI OM STATISTISK ANALYSE	44
8.2.1.1	Ensidet variansanalyse	44
8.2.1.2	Forudsætninger	45
8.2.2	Flersidet variansanalyse	46
8.2.2.1	Regressionsanalyse	47
9	RESULTATBEHANDLING	48
9.1	DATABEHANDLING – BRUDSTYRKE	48
9.1.1	Ensidet variansanalyse	48
9.1.1.1	Varianshomogenitet	52
9.1.2	Varianshomogenitet	53
9.1.3	Opsummering	54
9.2	FLERSIDET VARIANSANALYSE	54
9.2.1	Opsummering - brudstyrke	58
9.3	REGRESSIONSANALYSE	58
9.4	TØJNING	61
9.5	ENSIDET VARIANSANALYSE – TØJNING	61
9.5.1	Varianshomogenitet	63
9.5.2	Statistisk uafhængighed	63
9.6	FLERSIDET VARIANSANALYSE	64
9.6.1	Opsummering - tøjning	68
9.6.2	Regressionsanalyse	68
9.7	OPSUMMERING	69
10	DISKUSSION	71
11	KONKLUSION	72
12	PERSPEKTIVERING	73
13	NOMENKLATURLISTE	75
14	LITTERATURLISTE	76

1 Indledning

Siden det lykkedes fysikeren Hans Christian Ørsted at isolere og fremstille metallisk aluminium i 1825, har produktionen og anvendelsen heraf været støt stigende. De første aluminiumstykker blev fremvist for offentligheden ved verdensudstillingen i Paris i 1855. Men først da Werner von Siemens i 1866 opfandt den elektriske generator, opstod forudsætningerne for en elektrolytisk fremstilling af aluminium. Herved blev en økonomisk rentabel fremstilling mulig, og siden er aluminium blevet et udbredt alternativ til bl.a. stål ved fremstilling af produkter og konstruktioner.

Traditionelt bliver aluminiumsprofiler typisk samlet ved svejsning eller nitning, men en samlingsmetode som især siden 1950'erne bliver mere og mere udbredt, er limning. På dette tidspunkt får flyindustrien større og større behov for at fremstille så lette konstruktioner som muligt.

Lektor ved Aalborg Universitet Esbjerg, Birgit Kjærside Storm, har tidligere haft projekter, der undersøgte sammenføjesningen af aluminiumsprofiler med lim. I den forbindelse ønskes en række parametre yderligere undersøgt gennem dette projekt. Derfor undersøges parametrene

- Kombinering af to limtyper.
- Sealingens indflydelse på resultatet.
- Ældningstidens påvirkning af resultatet.

Dette leder frem til følgende initierende problem, som rapporten tager udgangspunkt i:

“Hvorledes påvirkes limsamlingen i anodiseret aluminium af limtype, hvorvidt der seales eller ej og tid efter limning?”

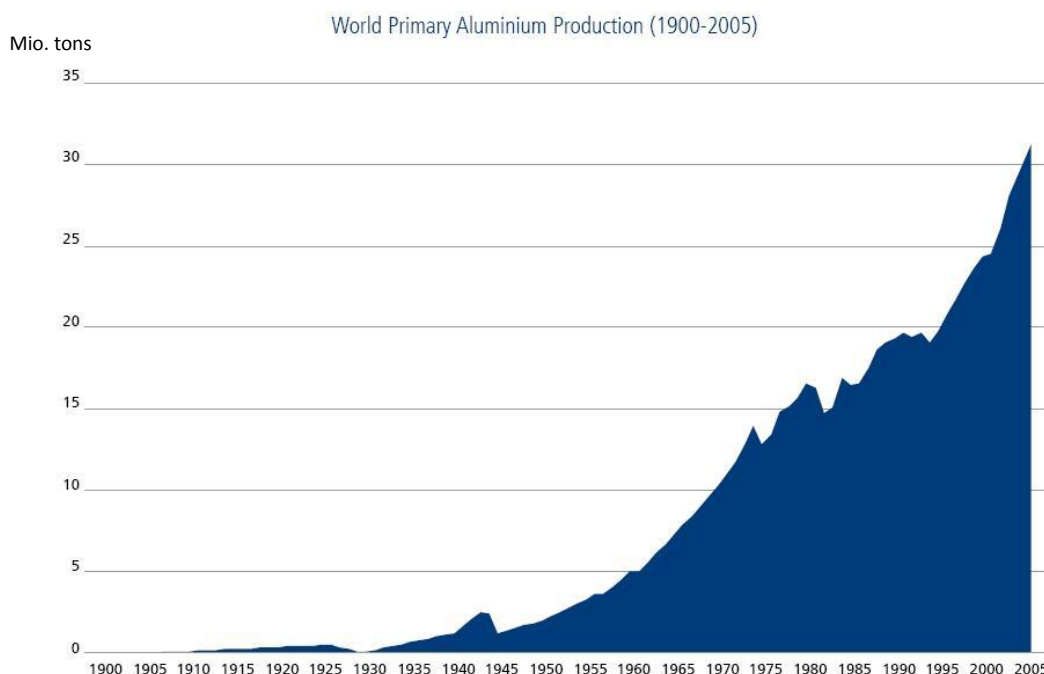
2 Aluminium

Ca. 8 % af jordens skorpe består af aluminiumforbindelser i forskellige former, og det er dermed det tredje mest udbredte grundstof, efter oxygen og silicium. Til sammenligning udgør jern ca. 5 % af jordskorpen. Aluminium er det 13 grundstof i det periodiske system, med en vægt på 26,98 g/mol. En del af aluminiums fysiske egenskaber vil blive gennemgået i det følgende, og en fuldstændig oversigt over de fysiske egenskaber, kan ses i Appendiks 1.

2.1 Fremstilling

Primært anvendes mineralet bauxit, med et aluminiumsindhold på 20-30 %, som råstof til aluminiumfremstillingen. Bauxit dannes ved forvitring* af aluminiumholdige bjergarter, og indeholder oxider af bl.a. aluminium, jern og titanium. Aluminium optræder som mono-, eller trialuminiumhydroxid ($\text{AlO}(\text{OH})$ eller $\text{AlO}(\text{OH})_3$). Bauxitten forædles efter udvinding til aluminiumoxid (Al_2O_3), hvorefter aluminium typisk fremstilles ved elektrolyse ud fra Al_2O_3 , ved at opløse det i smeltet kryolit (Na_3AlF_6) ved 1000 °C.

Sammenlignet med jern, er aluminium blevet det næst mest anvendte metal i industrien. Dette skyldes, at aluminiums egenskaber på nogle områder kan konkurrere med ståls, på trods af aluminiums højere produktionsomkostninger. Udviklingen af verdensproduktionen af aluminium kan ses på Figur 1.



Figur 1 – Verdensproduktionens udvikling. [1]

Til fremstilling af nyt aluminium bruges ca. 20-50 MJ/kg for at omdanne bauxit til Al_2O_3 og ca. 50 MJ/kg for at reducere dette til Al, foruden en del energi til efterbehandling af affaldsstoffer. Genanvendelse af aluminium kan med fordel udnyttes, for at få bragt aluminiumsprisen ned. Ved normal genanvendelse af aluminium bruges ca. 2,5 MJ/kg, og ca. 10 MJ/kg hvis det raffineres elektrolytisk.

2.2 Fordele ved aluminium

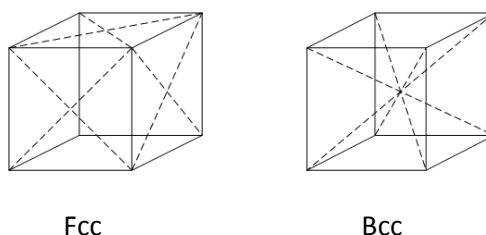
En række af de fordele der er forbundet ved brug af aluminium, bliver gennemgået i dette afsnit. Disse er:

- Let at bearbejde.
- Lav vægt.
- Korrosionsbestandig mod vejr, alm. atmosfæriske gasser og en lang række væsker.
- Kan benyttes i kontakt med en lang række fødevareprodukter.
- Høj ledningsevne.

2.2.1 Bearbejdning

Aluminiums smeltepunkt ligger på ca. 659 °C (omkring halvdelen af ståls smeltepunkt, der er ca. 1540 °C), hvilket giver fordele ved ekstrudering eller støbning af emner. F.eks. kan en kompliceret form, som en tube (f.eks. til tandpasta) fremstilles i én operation, endvidere kan aluminium let vales til tynde folier. Aluminium har et elasticitetsmodul på omkring 70.000 MPa, hvilket betyder, at aluminium er ca. 1/3 så stift et materiale som stål (ca. 220.000 MPa). Dette betyder, at aluminiumskonstruktioner er bedre til at optage stød og vibrationer, end stålskonstruktioner. Aluminiums gitterstruktur er kubisk fladecentreret (fcc), hvilket gør, at flydespændingen er relativ høj. Endvidere holder fcc-strukturer deres sejhed ned til lave temperaturer og bliver ikke sprøde som ståltyper med kubisk rumcentreret struktur (bcc). Se

Figur 2 for gitterstrukturer.



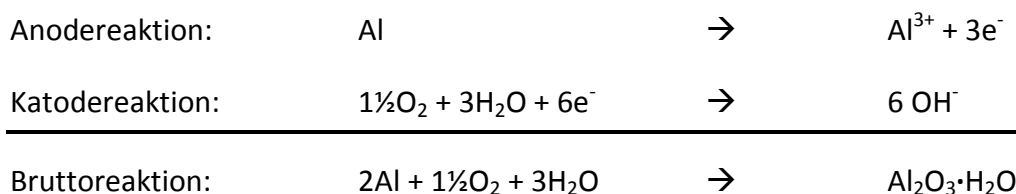
Figur 2 - Fcc og bcc gitterstruktur.

2.2.2 Vægt

Aluminiums vægtfylde er ca. $2,7 \text{ g/cm}^3$. Dette svarer ca. til en tredjedel af vægtfylden for stål (ca. $7,8 \text{ g/cm}^3$). Det er ofte pga. den lavere vægt, at aluminium bliver valgt til en konstruktion frem for stål. Dette betyder dog ikke, at konstruktionen nødvendigvis kommer til at veje $1/3$ af en tilsvarende konstruktion udført i stål, da der skal kompenseres for aluminiums lavere styrke og stivhed. I praksis kommer en tilsvarende konstruktion i aluminium til at veje ca. 50 % af konstruktionen i normalt stål, og $2/3$ set i forhold til højstyrke stål (HTS – High Tensile Steel). Se nærmere under afsnittet om legeringer.

2.2.3 Korrosion

Korrosion er normalt en uønsket nedbrydning af et materiale. I forbindelse med aluminium, er denne korrosion dog i et vidst omfang ønskværdig, da der bliver dannet en oxidhinde på overfladen af metallet, der stopper den videre oxidering og dermed beskytter overfladen i stedet. Nedbrydning af aluminium kan beskrives gennem en oxidationsproces og en reduktionsproces, disse benævnes også som henholdsvis en anode- og katodeproces. En sådan proces for iltbetinget korrosion kan ses herunder.



Det dannede oxidlag er stabilt i væsker i med pH 5-8 og skulle det blive beskadiget, vil dette regenerere sig selv, så beskyttelsen opretholdes.

De mest almindelige former for korrosion i aluminium er følgende:

- Galvanisk korrosion
- Pitting
- Spaltekorrosion
- Spændingskorrosion

Galvanisk korrosion: Ved kobling mellem et metal og et, elektrokemisk set, mere ædelt metal, og samtidig berøring med vand eller en anden elektrolyt, vil et galvanisk korrosionsangreb sætte ind. Det mindst ædle metal (anoden) vil blive angrebet og efterlade det ædlere metal (katoden) intakt. Ved anvendelse af flere typer metaller i en konstruktion er det nødvendigt, at tage højde for deres indbyrdes placering i den galvaniske spændingsrække. Spændingsrækken ses i

Tabel 1.

Tabel 1 - Galvanisk spændingsrække i rent strømmende havvand ved 20 °C. [2]

Ædle	Potentiale (V SCE*)
Grafit	+0,30 <-> +0,20
Platin	+0,25 <-> +0,18
Titan	+0,05 <-> -0,05
Rustfrit stål (passivt)	-0,00 <-> -0,10
Nikkel	-0,10 <-> -0,20
Nikkelaluminiumbronz	-0,15 <-> -0,22
Kobbernikkel 70/30	-0,18 <-> -0,24
Kobbernikkel 90/10	-0,21 <-> -0,28
Rødgods	-0,24 <-> -0,32
Al-messing	-0,27 <-> -0,35
Kobber	-0,30 <-> -0,37
Messing	-0,30 <-> -0,40
Rustfritstål (aktivt)	-0,35 <-> -0,55
Ni-resist	-0,44 <-> -0,55
Stål, støbejern	-0,60 <-> -0,72
Aluminium	-0,77 <-> -1,00
Zink	-0,98 <-> -1,05
Magnesium	-1,60 <-> -1,63
Uædle	

Ligeledes har deres indbyrdes arealforhold indflydelse på, hvor stor korrosionshastigheden er, idet et lille anodisk areal (det mest uædle metal) i forhold til den samlede overflade, øger korrosionshastigheden. Anodearealet bør derfor være så stort som muligt.

Galvanisk korrosion kan hindres ved at isolere anode/katode metaller, eller ved katodisk beskyttelse hvor et mere uædelt metal forbindes, og korrodere i stedet (offer anode).

Pitting: Pitting, grubetæring eller punkttæring, er en almindelig forekommende korrosionsform på aluminium. Korrosionsangrebet starter som et nålestikagtigt angreb og kan udvikle sig videre til store gruber under overfladen. Temperatur og kloridkoncentration er vigtige miljøfaktorer for initieringen af pittingangreb.

Spaltekorrosion: Korrosionsangreb kan f.eks. opstå i spalten mellem to aluminiumemner, der sidder tæt sammen, hvor fugtighed kan trænge ned i spalten. Angrebet initieres af forskellen i iltkoncentrationen i overfladerne og i fugtigheden i spalten.

Spændingskorrosion: Ved samtidig påvirkning af mekaniske trækspændinger og korrosion kan der opstå spændingskorrosion. For at denne korrosionstype kan opstå, skal emnet befinde sig i et miljø, hvor der kan opstå aktive områder på aluminiummet. Disse aktive områder vil fungere som anodeområder, og en revnedannelse vil sætte ind. Brud kan opstå hurtigere end ved spændinger og korrosion hver for sig.

2.2.4 Fødevarerkontakt

Aluminium regnes for ugiftigt og kan dermed benyttes i forbindelse med fødevarer, f.eks. til lagertanke, emballage i form af dåser eller flasker og også som gryder. Endvidere kan de fleste legeringer overfladebehandles, så de let kan holdes sterile.

Aluminium kan også være tilsat mad. I dette tilfælde benyttes det oftest i forbindelse med dekoration af kager hvor aluminium har E-nummer E173. Også som et antiklumpningsmiddel benyttes aluminium i form af natriumaluminiumphosphat (E541).

I alle tilfælde, er den tolerable grænse for indtagelse af aluminium fastsat til 1 mg/kg kropsvægt. Dette gælder naturligt forekommende aluminium, afsmitning fra gryder og tilsætningsstoffer.

2.2.5 Ledningsevne

Varmeledningsevnen for renaluminium ligger på ca. 220 W/m °C hvilket gør aluminium til et udmærket materialevalg i forbindelse med design af køleribber i en lang række produkter. Dette medfører endvidere, at der skal tilføres ret store mængder varme i forbindelse med svejsning, da en stor mængde varme forsvinder ud i det omkringliggende materiale.

Aluminiums elektriske ledningsevne, sammenholdt med dets vægtfylde, betyder, at det er et udmærket materiale til at producere ledninger og især luftledninger af. Den elektriske ledningsevne ligger på 38,5 m/Ohm mm².

2.2.6 Legeringer

Renaluminium har en relativ lille styrke, hvorfor det ofte vil være nødvendig at tillegere andre elementer og/eller foretage styrkeøgende mekanismer, såsom kolddeformation eller modningshærdning.

Aluminiumlegeringer kan inddeles i to hovedgrupper:

- Valselegeringer
- Støbelegeringer

I begge grupper findes legeringer, der udmærker sig ved at have særlig god styrke, korrosionsbestandighed, svejselighed og bearbejdningsevne. Endvidere findes der også legeringer der er hærdbare og ikke-hærdbare i både valse- og støbelegeringer.

I de to hovedgrupper klassificeres legeringerne i ni serier i forhold til hvilke elementer, der er tilleget. Tabel 2 viser inddelingen af de to hovedgrupper, og hvad disse oftest benyttes til.

Tabel 2 - Oversigt over valse- og støbelegeringer. [3]

Serie	Legeringselementer (Valselegeringer)	Anvendelses-områder	Legeringselementer (Støbelegeringer)	Anvendelses-områder
1xxx	<1% (teknisk ren)	El- og varmeledere, cladding	<1% (teknisk ren)	El-ledere, lette konstruktioner
2xxx	Kobber	Højstyrke applikationer, flydele	Kobber	Højtemperaturstyrke, Trykbelastede motordele
3xxx	Mangan	Dækplader, lette konstruktioner	Silicium, kobber	Motorer
4xxx	Silicium	Dækplader, el-ledere	Silicium	Fødevareproduktion
5xxx	Magnesium	Konstruktioner, Dækplader, el-ledere	Magnesium	Marine miljøer
6xxx	Magnesium, silicium	Konstruktioner, Dækplader, el-ledere	Ubrugt serie	
7xxx	Zink	Højstyrke applikationer, flydele	Zink	Høj styrke uden forudgående varmebehandling
8xxx	Andre elementer		Tin	Lejer
9xxx	Ubrugt serie		Andre elementer	

Smeltepunktet for renaluminium ligger på ca. 659 °C, men ved tillegering ændres dette. For de fleste elementers vedkommende giver disse tillegeringer en sænkning af smeltepunktet på helt ned til ca. 570 °C. Oversigt over hvad de enkelte legeringselementer giver af forbedringer til aluminium, kan ses i Appendiks 2.

Aluminiumlegeringer opdeles traditionelt i hærdbare og ikke-hærdbare legeringer. Med hærdbar menes legeringer, der kan modningshærdes. Kun legeringer i 2000-, 6000- og 7000-serien kan modningshærdes, hvorfor betegnelsen "hærdbare" egentlig er lidt misvisende, idet 1000-, 3000- og 5000-serien kan deformationshærdes. Ved modningshærdning øges styrken betragteligt ved en to-trinsproces.

Første trin er en opløsningsglødning, hvor materialet varmes op til en opløsningstemperatur over hver enkelt af de forskellige partikler i legeringen, hvorefter der sker en bratkøling. Derved opnås et homogent materiale med ensartet korrosionsmæssige og mekaniske egenskaber.

Trin to er modningen. Her udskilles styrkeøgende partikler som hærdeelementer i materialet. Modning kan ske ved lagring i omgivelses-temperaturerne, hvilket kaldes naturlig modning, kold modning eller naturlig ældning. Modningen kan også foregå ved forhøjede temperaturer, hvilket kaldes kunstig modning eller varmmodning. Dette giver de højeste styrker for aluminiumlegeringerne. Foruden modningshærdning kan aluminiumslegeringerne også deformationshærdes, enten før eller efter opløsningsglødningen.

For at holde overblik over de forskellige modningshærdningsprocedurer en legering har gennemgået, kan en modningsskala benyttes. Denne skala går fra T1 til T10, og kan ses i Appendiks 3.

Forskellen i styrke og flydespænding for forskellige leveringstilstande, sammenlignet med stål, kan ses i Tabel 3.

Tabel 3 - Sammenligning af flydespænding og brudstyrke for forskellige legeringer. [3]

	Normalstyrkestål	Al 6082 T4	Al 6082 T6
Flydespænding	235	110	260
Brudstyrke	400-520	205	310
	Medium/Højstyrke stål	Højstyrke stål	Al 7075 T651
Flydespænding	235	110	260
Brudstyrke	400-520	205	310

2.3 Sammenføjningsmetoder

I dette afsnit beskrives kort en række typiske sammenføjningsmetoder der bliver benyttet i industrien.

- Skruer, bolte, møtrikker
- Nitning
- Lodning
- Svejsning
- Design
- Lim (Gennemgås i afsnit 3)

Skruer, bolte, møtrikker: Dette er en sammenføjningsmetode, som ofte benyttes til emner, der er nødvendige at demontere. Ofte er det nødvendigt at udbore huller, inden skruer eller bolte kan benyttes. Ved hjælp gevind indføres skruer og bolte i hullet, herefter kan de fastholdes med en møtrik på modsatte side af materialet, eller de kan selv holde sig stramme på grund af gevindet.

Nitning: Nitning kan enten foregå med en solid nitte eller en rørformet nitte. Hvis nitten er solid indføres den i et hul, og efterfølgende deformeres dens tynde ende, så materialerne på den måde bliver klemte sammen mellem nittens to ender. Hvis nitten er rørformet opnås sammenklemningen ved at udvide enden af nitten.

Lodning: Lodning kan foregå ved en høj eller en lav temperatur. Loddetemperaturen afhænger af hvilket loddemateriale, der er blevet valgt, hvor den laveste temperatur også giver den laveste styrke. Et loddemateriale placeres mellem grundmaterialerne af det emne, som skal sammenføjes, hvorefter loddematerialet varmes op til sit smeltepunkt. Ved hjælp af kapillær virkning* udfyldes området imellem de to emner, som skal sættes sammen, og loddematerialet afkøles herefter.

Ved højtemperatur-lodning har loddematerialet typisk et smeltepunkt på over 450 °C, men dog stadig lavere smeltepunkt end grundmaterialerne der skal sammenføjes. Loddematerialet, som ofte bliver benyttet til samling af aluminiumslegeringer, er en aluminium-silicium legering. Lavtemperatur-lodning foregår ved lavere varme, hvor loddematerialet ofte er en zink eller bly legering. Zink smelter ved ca 232 °C og bly smelter ved ca. 327 °C. Ved sammenføjning af aluminiumsemner benyttes ofte tin-zink eller zink-aluminium legeringer som loddemateriale.

Svejsning: Aluminium kan svejdes ved hjælp af en lang række metoder, men i praksis anvendes først og fremmest metoderne MIG (Metal Inert Gas) og TIG (Tungsten Inert Gas).

Ved MIG svejsning etableres en lysbue mellem en kontinuerlig fremført svejsetråd og arbejdsområdet. Svejsetråden tilsluttes plus polen i en jævnstrømskreds. Lysbuen smelter kanterne af grundmetallet ved svejsefugen og spidsen af svejsetråden.

Ved TIG svejsning dannes lysbuen mellem en ikke-afsmeltende wolframelektrode og arbejdsområdet. Elektroden skal være tilsluttet minus polen i en jævnstrømskreds og svejsetråden bliver oftest fremført manuelt.

Til forskel fra lodning, der foregår ved en væsentlig lavere temperatur end svejsning, vil der ske en opblanding og sammensmeltning af grundmateriale og svejsetråd, hvilket resulterer i en stærkere sammenføjning end ved lodning. MIG-metoden anvendes typisk ved godstykker på min. 1 mm, hvor TIG metoden benyttes ved godstykker på under 10 mm og især under 1 mm. Opbygningen af svejseapparatets hovede kan ses i Appendiks 4 for henholdsvis MIG- og MAG-svejsning

Grundet den høje temperatur, er det derfor også nødvendigt at tage en række forholdsregler. F.eks. er det nødvendigt at blæse en ædelgas henover svejseområdet for at aluminium ikke skal reagere med atmosfærisk ilt og danne oxider. Ved MIG og MAG metoderne anvendes argon og helium som den inerte gas. Det kan også være nødvendigt at efterbehandle svejsningen ved at styre afkølingsprocessen for at mindske stress i materialet.

Sammenføjning med svejsning, kan give lettere konstruktioner end ved brug af skruer, bolte eller nitter.

Design: En konstruktion kan designes således at materialet selv benyttes til at holde sammen på konstruktionens enkeltdele. Det kan være nødvendigt at være mere kreativ ved samling af en konstruktions enkeltdele ved at tænke dette ind i designfasen frem for at benytte en af de førnævnte samlemetoder. Der er adskillige måder dette kan foregå på. F.eks. kan det gøres ved at designe et klikssystem, hvor modhager griber fat om hinanden. På denne måde kan der fremstilles samlinger, som er meget stærke, og som kan skilles ad igen. Der kan også fremstilles samlinger som griber fat om hinanden på en sådan måde, at enkeltdelene kan bevæge sig individuelt. Sammen med et klikssystem kan dette let benyttes til design af f.eks. låger.

Endvidere kan en konstruktion samles ved at deformere to aluminiumdele ind i hinanden således, at de bliver bukket helt sammen.

2.4 Opsummering

Aluminium er et meget alsidigt materiale, der kan anvendes bredt i industrien, hvilket afspejles af den store udvikling i verdensproduktionen. Aluminium er et relativt blødt materiale, kan let bearbejdes til komponenter eller som emballage i en produktion. Endvidere er legeringer af aluminium stærkt nok til brug ved bærende konstruktioner. I forbindelse med dette er det værd at bemærke, at aluminium vejer ca. 1/3 mindre end stål. Desuden kan oxidlaget på overfladen af aluminium beskytte mod korrosion i forskellige miljøer.

Der er adskillige muligheder for at sammenføje aluminiumsprofiler alt efter applikation. Der er mulighed for stærke samlinger med svejsning, der dermed giver mange muligheder for at fremstille konstruktioner, hvor det ikke er muligt at benytte skruer, bolte eller nitter.

Hvis udformningen af aluminiumsprofiler bliver overvejet tidligt i designfasen, kan disse udformes på en sådan måde, at materialet i sig selv er nok til holde sammen på konstruktionen.

Et alternativ til de sammenføjningsmetoder der er beskrevet i dette afsnit, er sammenføjning med lim. Dette ses der nærmere på i afsnit 3.

[1][2][3][4][5][6][7][8][16]

3 Lim

I dette afsnit vil der blive set nærmere på de fordele og ulemper der gør sig gældende ved at sammenføje to emner ved hjælp af lim. Hvilke typer lim der vælges til hvilke opgaver må antages at være forskellige, hvorfor det vil være interessant at se nærmere på hvilke limtyper, der findes på markedet.

3.1 Fordele og ulemper ved limning

Herunder beskrives nogle af de fordele og ulemper, der kan være ved brug af limning som sammenføjningsmetode.

Fordele:

- Samling af forskellige materialer
- Samling af tyndvæggede emner
- Samling uden varmetilførsel
- Samling er vibrationsdæpende
- Designfordele

Ved samling af emner hvor der indgår forskellige typer materialer, kan det være en fordel at benytte limning som samlingsmetode. Dette kan f.eks. være glas eller plast mod stål. Ved samling af f.eks. aluminium med kobber kan limen benyttes som isolator mellem materialerne, så der ikke opstår galvanisk korrosion.

Ved emner hvor der er store forskelle i dimensioner på forskellige dele, der skal samles, kan det være en fordel at benytte lim. Især hvis det er sammenføjning af emner med meget lille godstykkelse kan limning være at foretrække, da dette kan ske ved relativ minimal vægtforøgelse.

Sammenføjningen kan ske uden varmetilførsel, så der kan ikke ske deformationer eller en styrkeforringelse, endvidere kan sammenføjningen ske ved rumtemperatur. Limning kan give god stivhed i konstruktionen og kan virke vibrationsdæpende. Endelig er det ikke nødvendigt at bore huller til skruer eller nitter, hvilket kan give styrkemæssige fordele og fordele i udformning af design.

Ulemper:

- Samling er temperaturfølsom
- Ydre miljø kan influere på holdbarhed
- Kompliceret limningsproces
- Høje krav til renhed i produktion
- Svær at kontrollere kvaliteten af samling
- Svært at demontere emner

Limning er meget følsom overfor høje temperaturer, hvilket gør, at det kun kan anvendes indenfor et begrænset temperaturinterval, da limsamlingens organiske dele nedbrydes let ved høje temperaturer. Særligt ved langtidspåvirkning af høje temperaturer skal der holdes øje med konstruktionen. Forskellige påvirkninger fra det miljø konstruktionen befinder sig i, kan med tiden nedsætte kvaliteten af limningen, f.eks. ved nedbrydning af limen pga. temperatur, oxidation, opløsning eller UV stråling. Dette kan gøre det svært at forudsige langtidsegenskaberne og pålideligheden af limningen.

I limningsprocessen indgår der adskillige forbehandlingstrin inden selve limen påføres og emner kan sættes sammen. Dette gør, at limning er mere kompliceret end andre samle metoder. Endvidere sættes der store krav til at processerne sker i rene miljøer. Når først emnet er sammenføjet, kan det være problematisk at undersøge kvaliteten af samlingen uden brug af destruktive metoder. Endvidere kan det være svært at demontere allerede limede emner. Dette kan være særlig problematisk ved f.eks. serviceeftersyn, hvor gamle komponenter skal fjernes og nye skal indsættes.

3.2 Limtyper

Når aluminium skal sammenføjes ved brug af lim, er der adskillige typer at vælge i mellem, hver med deres fordele og ulemper i forhold til den foreliggende limningsopgave. I dette afsnit beskrives kort de mest udbredte lime i industrien for at få et overordnet overblik over de forskellige typer. Der fokuseres på de lime, som går under navnet "structural adhesives/engineering adhesives".

- Epoxy
- Urethan
- Akrylat
- Cyanoakrylat

Epoxylim: Epoxylime findes både som en- og to-komponent lim. Fælles for dem er, at dette er en ko-polymerlim, der bliver dannet ud fra en resin (epoxid) og en hærder (polyamin). Epoxylime har god vedhæftningsevne til mange metaller (herunder aluminium), træ, glas, sten og en del plastmaterialer, hvilket giver epoxylime et bredt anvendelsesfelt. Epoxylime har god styrke, høj stivhed og høj udmattelsesstyrke. Endvidere er der god resistens overfor kemiske påvirkninger, ingen fugtoptagning ved hærdningsprocessen og generelt er langtidsegenskaberne gode.

Urethanlim: Urethanlime findes både som en- og to-komponent lim, som hærder, når det udsættes for fugtighed fra luften. Fugten reagerer med et isocyanatkompleks, hvorved en polymerisation vil påbegyndes og limen hærder. Da det er en reaktion med fugtigheden i luften, sætter det en begrænsning for hvor tykt et lag, der kan anvendes for, at der sker en fuld ophærdning. Dette er i praksis ca. 10 mm. Urethanlimene kan give meget stærke og fleksible samlinger, der er gode til at optage vibrationer.

Akrylatlim: Akrylatlime er to-komponent lime, der hærder ved kontakt med hærderen (aktivator). Dette kan gøre akrylatlim let at arbejde med, idet limen kan påføres det ene emne, og hærderen påføres det andet emne. Dette giver mulighed for lang arbejdstid, da limen ikke vil begynde hærkning, før der er kommet kontakt med hærderen.

Cyanoakrylatlim: Cyanoakrylatlime hærder hurtigt når den lukkes inde mellem to overflader, hvor fugtighed fra luften er kondenseret på. Cyanoakrylatlim anvendes især hvis limningen skal foregå meget hurtigt. Cyanoakrylatlim bør ikke anvendes på glas.

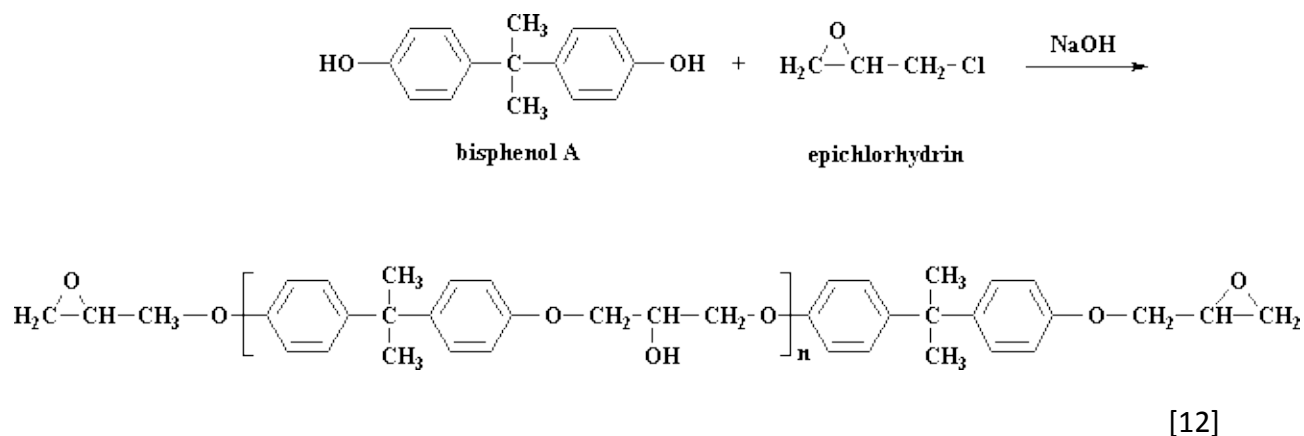
3.3 Epoxy og polyurethan

I projektet arbejdes der med epoxy og polyurethan, og derfor ses der nærmere på disse limtyper i dette afsnit.

3.3.1 Epoxy

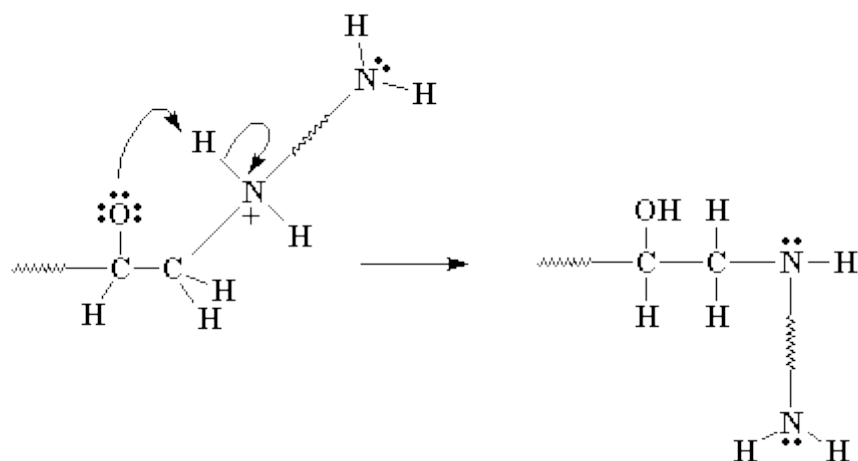
Alle molekyler indeholdende en epoxy-gruppe, også kaldet en epoxid eller en cyklisk ether, kaldes en epoxy. Epoxy er en ko-polymer, der dannes af to stoffer. Dannelsen af en epoxy

sker i to trin. Først fremstilles en diepoxy ved trinvis polymerisation, som derefter kædes sammen med en diamin. Reaktionen kan ses herunder.



De mest almindelige epoxylime fremkommer af reaktionen mellem bisphenol A og epichlorhydrin, hvorfor eksemplet også er vist med disse to.

Når disse diepoxy prepolymere er fremstillet, kædes de sammen ved hjælp af en diamin. Denne proces kaldes "*curing*" (hærdning). Reaktionen for sammenkædningen ses herunder.



[12]

Amingruppen reagerer med epoxidgrupperne i hver ende af prepolymeren og danner en kovalent binding. Hver NH-gruppe kan reagerer med en epoxidgruppe, hvilket resulterer i en stærk sammenkædet polymer. Denne polymerisationsproces kan kontrolleres af temperatur og valg af både prepolymer og amin.

3.3.1.1 Anvendelse

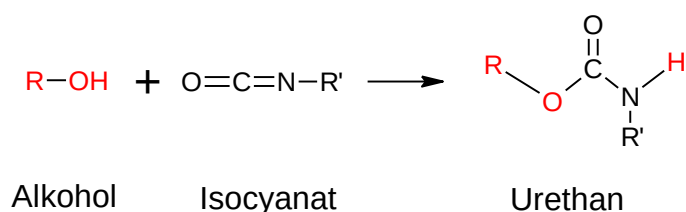
Limen findes i mange udforminger, f.eks. som opløsning, pasta, pulver, perler og limfilm. Den to-komponente udgave er den mest anvendte. Ud over de rene epoxylime, findes der flere forskellige modificerede typer. Disse er fremstillede for at forbedre en eller flere af epoxylimens egenskaber. Bl.a. findes der epoxy-polamid, epoxy-polysulfid og epoxy-polyurethan.

Epoxy er en af de type lime, som tilgodeser de fleste konstruktionskrav med hensyn til alsidighed og opnåelse af størst mulig styrke.

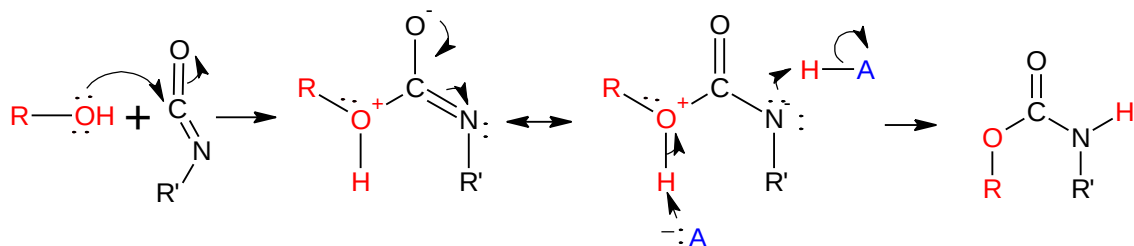
3.3.2 Polyurethan

Polyuretan er en polymer bestående af en kæde af organiske enheder sammensat af urethanbindinger. Polymeren dannes ved trinvis polymerisation ved at lade én monomer indeholdende mindst to isocyanater som funktionelle grupper reagerer med en anden monomer indeholdende mindst tre hydroxylgrupper.

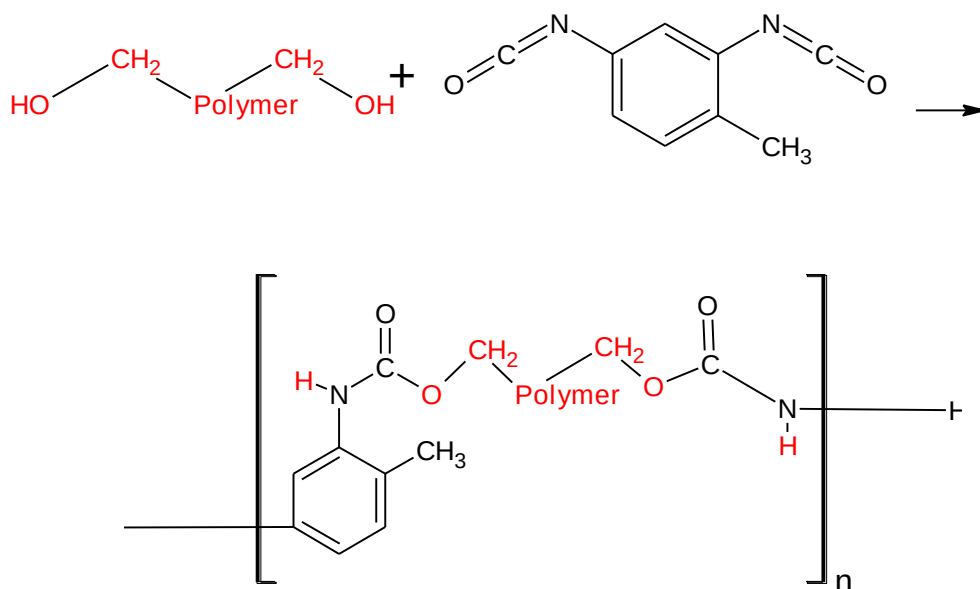
Herunder ses den trinvis polymerisation af polyurethan.



Først dannes urethan, som er produktet af reaktionen mellem en alkohol og en isocyanat. Raktionen forløber på følgende måde:



Polyurethan bliver ofte fremstillet ved at lade en diol reagere med en diisocyanat. Diolen er typisk en polyester med en $-CH_2OH$ -gruppe i enderne. Diisocyanaten er typisk toluen 2,4-diisocyanat.



Polyurethan

Polyurethan findes både som termoplastisk* og termohærdende* lim. Hærdningen sker ved at opløsningsmidlet fordamper, og hærdprocessen kan fremskyndes ved at tilsætte en katalysator. Hærderen indeholder bl.a. isocyanater. Materialeegenskaberne bestemmer valget af isocyanat og polyolen eller diolen. Polyurethan fremstilles både som ester- og ethertype. Polyurethan findes både som en- og to-komponent lime. Hærdningen, polymerisationen, kan forløbe både ved stuetemperatur og ved højere temperaturer. Højere temperaturer fremskynder blot hærdprocessen.

3.3.2.1 Anvendelse

Polyurethanerne er meget forskellige i deres opbygning hvilket gør dem svære at generalisere i forhold til anvendelse. Polyurethan anvendes til alt lige fra støddæmpere i produktions- og transportudstyr til belægninger på regntøj og fyld i møbler i form af skumgummi. Det anvendes som maling, og vigtigst af alt – i forhold til dette projekt – også som lim.

Polyurethanlim er anvendelig hvis der stilles krav til fleksibilitet, slidstyrke og stødabsorberingsevne. Limen er også kendetegnet ved at være resistent mod diverse kemikalier og store temperaturudsving, hvor den bevarer sine elastiske egenskaber.

3.4 Opsummering

Sammenføjning med lim giver visse fordele og ulemper, der skal tages i betragtning, hvis emner vælges at samles på denne måde. En af fordelene er, at lim virker isolerende, således at der ikke er direkte kontakt mellem f.eks. to metaller, og herved undgås galvanisk korrosion. Derudover er der designfordele at hente, idet det ikke er nødvendigt med skruer og bolte.

Anvendes lim, skal der dog tages højde for en mere kompliceret samlingsproces, da en grundig forbehandling kræves for optimalt resultat. Derudover er der fare for at limen nedbrydes over tid, hvis den udsættes for f.eks. UV-stråling eller høje temperaturer.

Limtypen skal derfor udvælges nøje til det specifikke anvendelsesområde, og ydre miljøpåvirkninger er en vigtig faktor i denne udvælgelse. Ved anvendelse af lim som samlingsmetode skal aluminium overfladebehandles, hvilket undersøges nærmere i afsnit 4.

[4][6][7][9][10][11][12][13][14][15]

4 Overfladebehandling af aluminium

Der findes mange måder at overfladebehandle metaller på for at opnå ønskede slid- og korrosionsegenskaber. Et metal kan belægges med et andet metal, det kan få en organisk belægning som f.eks. en plastbelægning, eller det kan få en uorganisk belægning, f.eks. et oxidlag.

Aluminium danner et naturligt beskyttende oxidlag med luftens ilt, dette lag er ca. 0,02 μm . Dette kan dog gennem en overfladebehandlingsproces, kaldet anodisering, øges op til ca. 200 μm .

4.1 Anodisering

Anodisering er en elektrokemisk proces, som kun anvendes til aluminium. Behandlingen kaldes også anodisk oxidation, eloxering eller aluksering, men kun navnet anodisering vil blive anvendt i dette projekt. Der findes i dag fire forskellige former for anodisering. Svovlsyreanodisering er den mest udbredte og er også den type anodisering, der er anvendt i projektet. Fosforsyre- og chromsyreanodisering er lidt mere avancerede metoder, og stiller højere krav til producenten i form af miljøgodkendelser. Oxalsyreanodisering anvendes typisk, hvor der stilles store krav om slidstyrke. I denne proces kan der opnås en lagtykkelse op til ca. 200 μm . Ved svovlsyreanodisering kan det maksimale lag blive 25-30 μm .

En rå og ubehandlet aluminiumoverflade er i sig selv meget blød og modtagelig overfor slid og korrosion fra ilten i luften og vil derfor blive grå og glansløs med tiden. En anodiseret overflade bevarer derimod udseendet i mange år, stort set uden vedligeholdelse.

Anodiseringen kan derfor tjene flere formål:

- Forbedring af korrosionsegenskaber.
- Forbedring af slidegenskaber.
- Skaber en elektrisk isolerende overflade.
- Kosmetiske forbedringer.
- Forbedring af vedhæftende egenskaber af fx maling, lim og lak.

4.1.1 Anodiseringsproces

Selve anodiseringsprocessen foregår i flere trin, idet afrensningen af aluminiumoverfladerne er meget vigtig for at sikre et rent udgangspunkt. Overfladerne skal være fri for fedt, snavs, støv, korrosionsprodukter osv. inden selve anodiseringen finder sted.

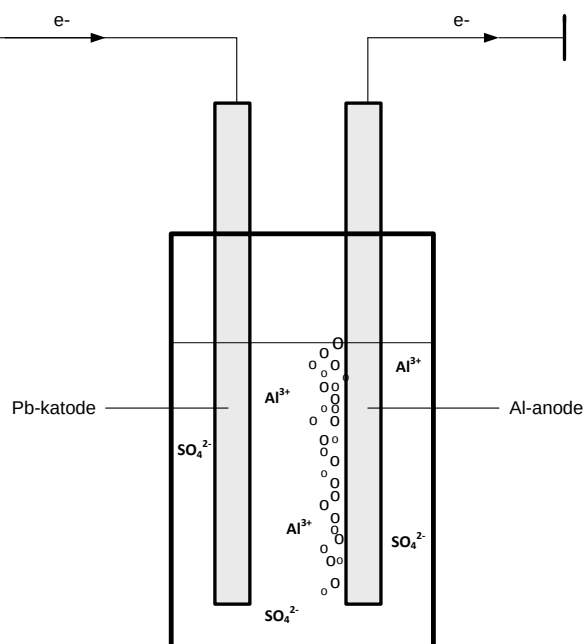
Trinene er som følger:

- Affedtning
- Skyl
- Neutralisering
- Skyl
- Anodisering
- Skyl
- Sealing

Først skal emnet affedtes, dette kan gøres ved neddykning i et alkalisk affedtningsmiddel, f.eks. NaOH. Ved at gøre dette sikres det at emnet bliver fuldstændig rengjort og det naturlige oxidlag fjernes. Ved denne proces sker der også en opløsning af aluminiumemnet og dets legeringselementer sætter sig som en sodhinde på overfladen, da de ikke opløses. Ved herefter at neddykke emnet i en syre, f.eks. HNO_3 neutraliseres den NaOH, der er anvendt ved affedtningen og sodhinden fjernes. For at mindske overslæb fra et trin til det næste, skylles der indimellem med demineraliseret H_2O .

Emnet er nu rengjort, det naturlige oxidlag er fjernet og det er nu klar til anodiseringen. Eksemplet gives med svovlsyreanodisering, da dette er den anvendte metode i projektet.

Emnet neddyppes i en svovlsyreelektrolyt, hvor aluminiumemnet tjener som anode og bly som katode. Reaktionen er exoterm, og derfor skal der være køling på i form af f.eks. isbad. Katoden er forbundet med strømforsyningens negative pol, og anoden er forbundet til den positive pol. På Figur 3 ses en tegningen af elektrolysebadet.



Figur 3 - Svovlsyreanodisering.

Strømforsyningen virker som en slags elektronpumpe, det pumper elektroner ind ved katoden og ud ved anode. Der sker en reduktion ved katoden og en oxidation ved anoden. Følgende reaktioner finder sted:

Dissociation:	$3 \text{ H}_2\text{SO}_4$	$\rightarrow$	$3 \text{ SO}_4^{2-} + 6 \text{ H}^+$
Anodisk reaktion:	$3 \text{ SO}_4^{2-} - 6 \text{ e}$	$\rightarrow$	$3/2 \text{ O}_2 + 3 \text{ SO}_3$
	$3 \text{ Al} + 3/2 \text{ O}_2$	$\rightarrow$	Al_2O_3
Syreformation:	$3 \text{ SO}_3 + 3 \text{ H}_2\text{O}$	$\rightarrow$	$3 \text{ H}_2\text{SO}_4$
Katodisk reaction:	$6 \text{ H}^+ + 6 \text{ e}$	$\rightarrow$	3 H_2
Total reaction:	$3 \text{ Al} + 3 \text{ H}_2\text{O}$	$\rightarrow$	$3 \text{ H}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$

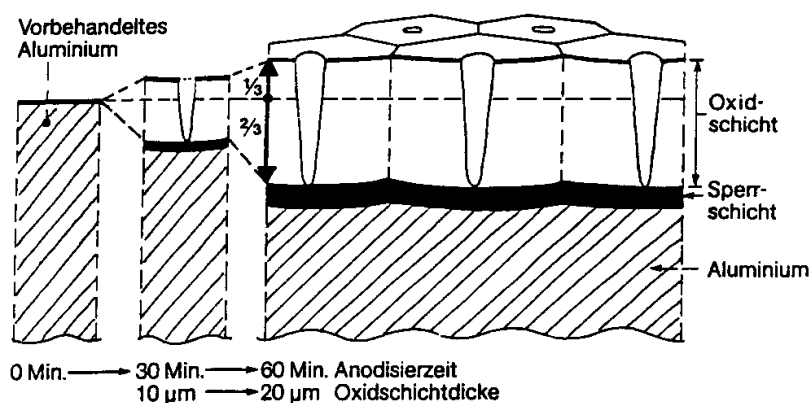
Aluminium går i opløsning og ved hjælp af oxygen i elektrolytten vil der ske en samtidig dannelse af aluminiumoxid.

Efter anodiseringen er porerne åbne, og de vil let kunne absorbere andre stoffer, som ville kunne gøre laget sårbart. Disse porer kan lukkes eller *seales*, ved at neddykke emnet i kogende rent vand, eller ved at holde emnet over damp. Herved omdannes aluminiumoxiden til bøhmit*, hvorved voluminet øges og porerne lukkes. En bedre korrosionsbestandighed opnås ved denne behandling.

Sealing af porerne ønskes f.eks. også ved indfarvning af emner. De åbne porer udnyttes, idet der kan fyldes farvekorner i porerne inden sealing for derefter at lukke dem i kogende vand eller over damp.

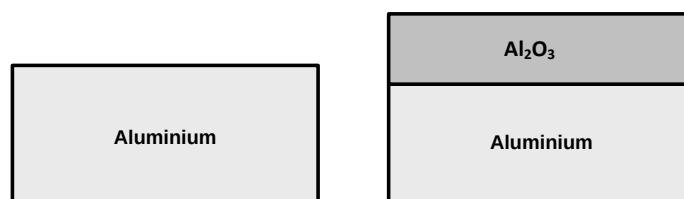
4.1.2 Oxidlag

Som en integreret del af metallets overflade dannes der ved anodisering et porøst oxidlag med mere eller mindre dybe porer. En model af oxidlaget dannet ved anodisering ses på Figur 4



Figur 4 -Dannelse af oxidlag. [18]

Oxidlaget fylder ca. 30 % mere end det aluminium, det er dannet af. Det vil sige, at emnets dimensioner vokser med ca. 1/3 af den specificerede lagtykkelse, se Figur 5



Figur 5 - Oxidlaget bevirker at emnet vokser med ca. 30 %.

Det kunstigt fremstillede oxidlag er dog ikke uforgængeligt, det angribes også, ligesom det naturligt dannede oxidlag, af stærke syrer eller baser og under atmosfæriske forhold udsættes anodiseret aluminium også for grubetæring. Der går dog væsentlig længere tid før grubetæringen når igennem det kunstigt opbyggede oxidlag, da det er noget tykkere. Beskyttelsesevnen stiger med stigende lagtykkelse. I Tabel 4 ses en oversigt over vejledende oxidlagtykkelse afhængig af anvendelsesområde.

Tabel 4 - Valg af lagtykkelse ved anodisering. [19]

3-5 μm	Beskyttelsesanodisering inden bearbejdning.
5 μm	Indendørs, ingen belastning.
10 μm	Normal indendørs belastning.
15 μm	Hård mekanisk belastning indendørs samt udendørs i tør og ren atmosfære.
20 μm	Hård eller normal udendørs belastning (f. eks. transport- og byggeindustri). Hård belastning gennem kemisk påvirkning indendørs, f.eks. i levnedsmiddel industrien.
25 μm	Overfladen er udsat for store belastninger i form af korrosion eller slitage.

4.2 Opsummering

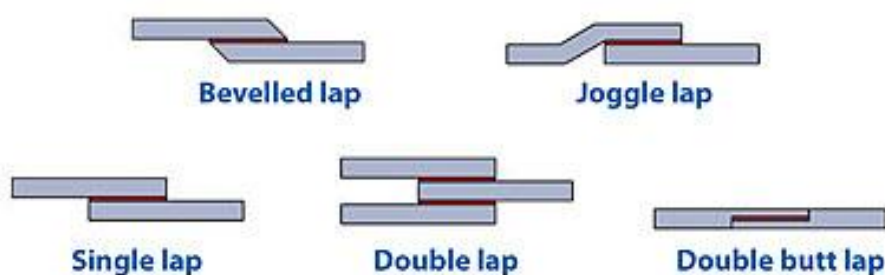
Overfladebehandling af aluminium kan ske ved en anodiseringsproces, hvor det naturlige oxidlag fjernes og et nyt og mere beskyttende lag opbygges. Denne ønskede korrosion giver aluminium en langt bedre overflade på flere punkter. Dels bliver overfladen mere modstandsdygtig overfor slid og korrosion, samtidig med at den bevarer et pænt udseende. Oxidlaget kan opbygges i forskellige lagtykkelser, alt efter ønsket anvendelse, idet styrken af overfladen stiger med oxidlagtykkelsen. De åbne porer i oxidlaget kan lukkes ved en sealingsproces, hvilket gør overfladen mindre sårbar overfor absorption af urenheder. Vedhæftning af bl.a. lim forbedres ved overfladebehandling af aluminium.

[4][5][17][18][19][20][21][22]

5 Træktest

Ved en træktest undersøges et materiales evne til at modstå trækpåvirkning. Dette sker ved en statisk belastning i én retning, indtil der opstår et brud. Herefter kan den kraft, der var nødvendig for at opnå brud aflæses. Den måde hvorpå bruddet er opstået på, kan fortælle om hvor god kvalitet sammenføjjningen er. Brud mellem lim og materiale (kohesivt* brud) tyder på, at limningen har været stabil under ældningspåvirkningen. Endvidere kan et brud i limen, eller mellem limtyperne (adhesivt* brud) betyde fejl ved sammenføjjningsprocessen.

I forbindelse med undersøgelse af trækstyrken for samling med lim, benyttes en "shear test*". Stresspåvirkningerne ved trækning, fordeles jævnt over hele det limede areal. Figur 6 viser forskellige metoder på hvorledes en sammenføjjning kan udføres.



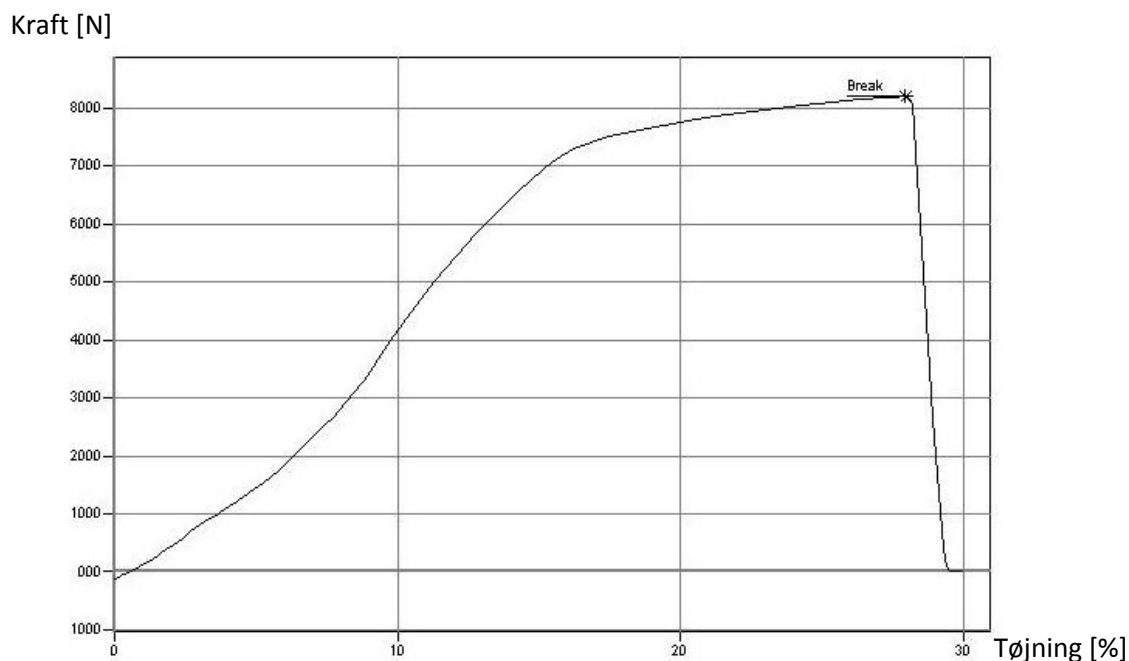
Figur 6 – Forskellige typer af sammenføjjning.

I følge standarden ASTM D3163 (Bilag 3), der omhandler træktest af klæbemidler, der benyttes til at samling af metaller, benyttes "Single lap"-samling til at udføre træktesten.

Test procedure:

- Mål limningsarealet.
- Indsæt emnets to ender i trækmaskinens kæber.
- Påfør kraft ved kontrolleret hastighed indtil brud, hvorefter maksimum brudstyrke aflæses.

Et eksempel på den graf der fremkommer ved træktesten kan ses på Figur 7.



Figur 7 - Eksempel på træktestkurve.

Ved små testemner kan kraftpåvirkningen ved træktesten blive så stor, at aluminiumemnerne deformerer, hvilket vil give mindre trækstyrke end der reelt er. Dette skyldes, at måden træktesten udføres på, vil gå fra at være ren "shearing", hvor stresspåvirkningerne vil blive fordelt over hele limningsarealet, til også at have "peeling"-påvirkninger, hvor stresspåvirkningerne vil blive øget i nogle områder.

5.1 Opsummering

Ved undersøgelse af brudstyrken for limninger benyttes der, i følge ASTM D3163, "Single lap"-samling. For at modvirke stresspåvirkning fra "peeling", kan det forsøges at gøre kæberne i trækmaskinen "løse", så de kan bevæge sig lidt i forhold til hinanden.

[23][24][25]

6 Projektafgrænsning

Gennem arbejde i laboratoriet ønskes det undersøgt, hvorledes limsamlingen mellem to anodiserede aluminiumsemner bliver influeret af limens sammensætning, sealing og tiden efter limningen.

Der fokuseres på limtyperne Epoxy DP460 og Polyurethan DP610, som varieres på fire forskellige måder. Blot halvdelen af aluminiumemnerne seales, for at undersøge denne proces' indflydelse. Slutteligt undersøges ældningstiden for hhv. 0, 2 og 4 uger. Resultaterne for de nævnte undersøgelser fremkommer ved en træktest.

Statistisk forsøgsplanlægning anvendes som værktøj i behandlingen af resultaterne fra træktesten, og der ses nærmere på to variable – brudstyrke og tøjning. Eventuelle kovariabler behandles ikke i dette projekt.

7 Praktisk laboratoriearbejde

I dette kapitel beskrives projektgruppens arbejde i laboratoriet, herunder opstilling af forsøgsplan, anodisering, limning og træktest. På Bilag 1 ses sikkerhedsdatablade for relevante kemikalier samt limtyper anvendt i laboratoriet. Endvidere kan rådata for anodiseringsarbejdet ses i Appendiks 5.

7.1 Forsøgsplan

Ud fra det initierende problem: *“Hvordan påvirkes limsamlingen i anodiseret aluminium af limtype, hvorvidt der seales eller ej og tid efter limning?”*, vil der blive set nærmere på følgende faktorer og deres indflydelse på resultaterne af den efterfølgende træktest:

- Sealingstid
 - 0 min
 - 15 min
- Sammensætning af lim (Epoxy/Polyurethan)
 - 1x1
 - 1x2
 - 2x1
 - 2x2
- Ældningstid
 - 0 uger (sæt A)
 - 2 uger (sæt B)
 - 4 uger (sæt C)

Sammensætningen af lim er beskrevet med talkoder, hvor 1 er epoxy og 2 er polyurethan. Førstnævnte tal bestemmer hvilken primer der er brugt, dvs. den type lim der påført begge emner. Sidstnævnte tal står for limtype i midten.

Faktorerne og de valgte niveauer benyttes herefter til opstilling af en forsøgsplan, der senere ligger til grund for det statistiske arbejde. Denne forsøgsplan ses i Appendiks 6.

7.1.1 Ko-faktorer

Derudover kan der være en række faktorer, der kan have indflydelse på resultaterne fra træktesten, og som ikke umiddelbart lader sig styre fuldstændigt. Dette kan være temperatursvingninger ved anodiseringsprocessen, lagtykkelsen af oxidlaget på aluminiumemnerne, hvilket gruppemedlem der har udført processen, rumtemperatur osv.

7.2 Forbehandling

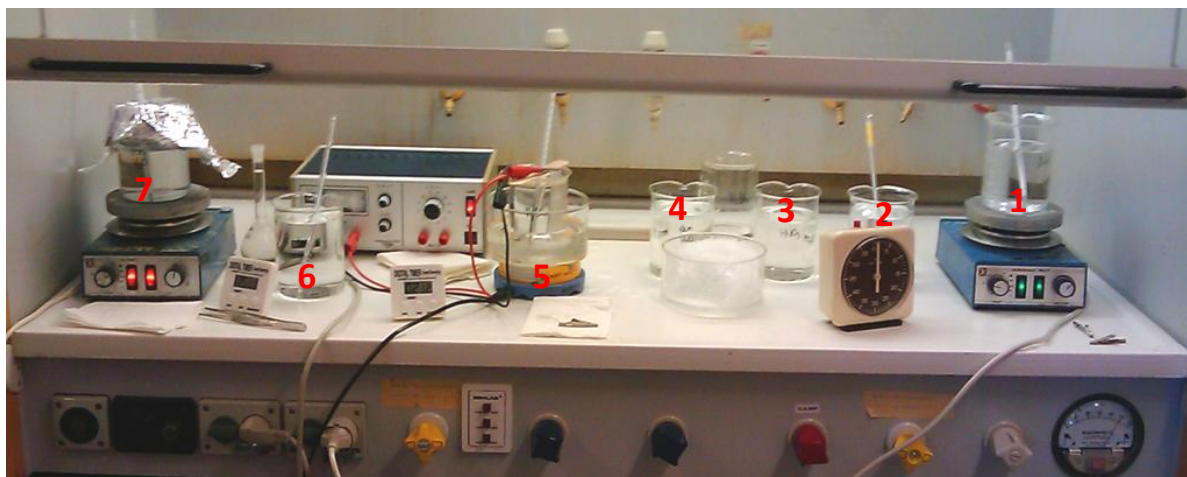
Aluminiumemnerne bliver i første omgang stemplet ud af en fire meter lang liste. Ved denne proces bliver emnerne bøjet en lille smule i enderne, hvilket gør, at det ikke er tilfældigt hvorledes de vender i forhold til hinanden, når de senere bliver limet sammen. Emnerne har en længde på 100 mm og en bredde på 20 mm. Tykkelsen på emnet er ca. 2 mm.

For at finde ud af hvilket aluminiumemne der skal have hvilket nummer, bliver alle emnerne blandet i en bunke, skiftevis af projektgruppens medlemmer, for at sikre at emnerne er blevet blandet ordentligt (randomiseret). Den blandede bunke bliver delt i to bunker, en A- og en B-bunke, da emnerne skal limes sammen parvis A og B. Efterfølgende bliver et emne fra A- henholdsvis B-bunken taget ud til mærkning. Projektgruppens medlemmer skiftes ved hvert 30. emne til at udtrække og mærke emner. På denne måde sker der en tilfældig udvælgelse af emnerne. Denne randomisering er vigtigt forhold til den senere databehandling.

Herefter blandes alle emner igen i en bunke. Hvert gruppemedlem trækker 6 emner, hvorefter de pakkes ind i aluminiumsfolie med 12 styk i hver pakke. For at finde anodiseringsrækkefølgen trækkes der en tilfældig pakke hver dag, emnerne bliver lagt tilfældigt op, og anodiseringsprocessen kan starte. Grunden til at der er valgt at pakke 12 emner sammen er fordi, at det statistisk er set bedst at producere lige mange emner pr dag, og 12 emner er hvad projektgruppen skønner, er muligt at anodisere på en normal arbejdsdag, idet det tager ca. 30 minutter pr. emne, samt tid for opstart og oprydning. Det ville naturligvis være at foretrække, hvis alle emner kunne forbehandles på én gang. Rækkefølgen for anodiseringen kan ses i Appendiks 5.

7.2.1 Anodisering og sealing

Inden den endelige anodiseringsproces går i gang, foretages en prøveanodisering for at finde ud af, hvorledes denne procedure skal forløbe, og for at projektgruppen får erfaring med proceduren. Der tages udgangspunkt i en fremgangsmåde for svovlsyreanodisering, som kan ses i Bilag 2. Forsøgsopstillingen kan ses på Figur 8.



Figur 8 – Opstilling af anodiseringsprocessen.

1. **Bejdsning** i NaOH
2. **Skyl** i dem. H₂O
3. **Neutralisering** i HNO₃
4. **Skyl** i dem. H₂O
5. **Anodisering** i H₂SO₄
6. **Skyl** i dem. H₂O
7. **Sealing** i kogende dem. H₂O

Projektgruppens medlemmer skiftes til at foretage anodiseringen, jvf. Appendiks 5.

Herunder er punkterne for anodiseringsprocessen gennemgået nærmere.

Bejdsning

Her sikres det at emnet bliver fuldstændig rengjort for bl.a. fedt, olier og metalspåner inden anodiseringen. Emnet neddyppes i et alkalisk affedtningsmiddel, i dette tilfælde 4% NaOH, i ca. 60 sekunder ved en temperatur på 40 °C. Ved denne proces fjernes også det naturligt forekommende oxidlag.

Skyl

Emnet skyldes i dem. H₂O ved stuetemperatur i ca. 10 sekunder. Dette gøres for at mindske overslæb af NaOH til næste trin. Vandet udskiftes ved hvert tredje emne.

Neutralisering

Ved at neddyppe emnet ca. 20 sekunder i 30 % HNO_3 , neutraliseres den NaOH der er anvendt ved bejdningen. Ved bejdningssprocessen opløses en del af aluminium i væsken og legeringselementerne vil sætte sig som en sodhinde på overfladen idet de ikke opløses. Denne hinde fjernes i dette trin.

Skyl

Emnet skyldes i dem. H_2O ved stuetemperatur i ca. 10 sekunder. Dette gøres for at mindske overslæb af HNO_3 til næste trin. Vandet udskiftes ved hvert tredje emne.

Anodisering

Emnet neddyppes i en svovlsyre-elektrolyt, hvor aluminiumemnet fungerer som anode og bly som katode. Emnet er neddyppet i 20 minutter, og da reaktionen er exoterm, er der køling på i form af isbad. Temperaturen holdes så vidt muligt mellem 15-20 °C. Værdier for anodiseringsanlægget er som følger:

- Strømtæthed: 1,5-2 A/dm²
- Spænding: 14 Volt jævnspænding

Katoden, blyet, er forbundet med strømforsyningens negative pol og aluminiumemnet er forbundet til den positive pol. Både anoden og katoden er tilsluttet kredsløbet vha. et krokodillenæb.

Skyl

Emnet skyldes i dem. H_2O ved stuetemperatur i ca. 10 sekunder. Dette gøres for at mindske overslæb af H_2SO_4 til næste trin. Vandet udskiftes ved hvert tredje emne.

Sealing

Emnet dyppes ned i kogende dem. H_2O i 15 minutter. Her sker en forsegling af de dannede åbne porer. Dette gøres for at opnå en bedre tæthed og dermed forbedre slid- og korrosionsbestandigheden yderligere. I dette trin omdannes aluminiumoxiden hvorved voluminet øges og porerne lukkes.

Halvdelen af emnerne i forsøget har gennemgået sealingsprocessen.

Efter endt behandling pakkes hvert emne ind i aluminumfolie og lægges derefter på frost for at hindre yderligere dannelse af oxidlag. Emnerne ligger på frost indtil limningsprocessen påbegyndes. De fordeles i tre forskellige bakker, A, B og C, henvisende til ældningstid.

7.2.2 Fejlkilder

Igennem anodiseringsprocessen er der opstået nogle situationer, der kan give anledning fejl eller kan påvirke resultaterne for brudstyrken i en negativ retning. En af situationerne kan være problemer med at holde temperaturen i anodiseringsbadet stabil mellem 15 og 20 °C. Isen er blevet tilsat løbende, i forhold til hvorledes gruppemedlemmerne har skønnet, der har været behov for dette. Dette har givet anledning til situationer, hvor det har været svært at regulere temperaturen, og i nogle tilfælde har temperaturen derfor været under 15 °C.

Der har været problemer ved opstart af forsøgsopstillingen, hvor blyet ikke er "vågnet" ordentlig inden forsøgende er påbegyndt. Blyet, der fungerer som anode, danner iltbobler når processen er i gang, og det har taget lidt tid indimellem ved opstart. Dette har muligvis resulteret i en for lav strømstyrke og dermed en mulig tvivlsom oxiddannelse. Det er undervejs i forsøget konstateret, at en for lav strømstyrke har hængt sammen med et korroderende krokodillenæb, hvorefter det blev nødvendigt at skifte det regelmæssigt.

I forbindelse med sealingsprocessen blev der i første omgang taget fejl af, hvilke emner der skulle seales, og hvilke der ikke skulle. Dette resulterede i, at alle emner blev sealet. I et forsøg på at minimere arbejdsbyrden besluttede projektgruppen kun at lave halvdelen af emnerne om og beholde den halvdel, som var sealet korrekt. På baggrund af dette blev det også nødvendigt at opstille en ny forsøgsplan, jvf. Appendiks 6. I samme forbindelse blev det besluttet at foretage trippelbestemmelse i stedet for dobbeltbestemmelse. Den oprindelige forsøgsplan kan ses i Appendiks 7.

7.3 Bestemmelse af oxidlag

Efter anodiseringsprocessen undersøges tykkelsen af det dannede oxidlag. Dette gøres for at sikre at anodiseringen er forløbet planmæssigt, endvidere for at kende lagtykkelsen så det senere i det statistiske analysearbejde er muligt at undersøge, om der er en sammenhæng mellem lagtykkelsen og den opnåede brudstyrke.

Lagtykkelsen kan bestemmes ved at gennemskære et emne, slibe overfladen til et mikroslib og benytte et mikroskop til at bestemme tykkelsen af oxidlaget. Dette er dog en destruktiv test, som ikke er mulig at foretage på emnerne inden limning og træktest. En anden metode er at benytte et hvirvelstrømsapparat (Eddy Current), der måler hvorledes et elektromagnetisk felt bliver påvirket af et materiale. Apparatet måler elektrisk ledningsevne og magnetisk permeabilitet og kan omsætte dette til en lagtykkelse af oxidlaget på aluminiumemnerne.

Apparatet undersøges for, om det evt. er nødvendigt at kalibrere det, inden arbejdet med måling af lagtykkelsen på emnerne går i gang. Dette gøres ved at undersøge et mikroslib af

aluminium fundet på laboratoriet, hvor lagtykkelsen bliver bestemt til 30 μm gennem mikroskop. Dette kommer hvirvelstrømsapparatet også frem til, hvorved yderligere kalibrering af apparatet ikke foretages.

Der foretages tre målinger af lagtykkelsen på hvert emne, og et gennemsnit beregnes. De tre målinger foretages i det område hvor limen senere skal påføres. Resultatet for målingen kan ses i Appendiks 8, hvor der også kan ses et billede af det benyttede apparat.

7.4 Limning

Inden limningsprocessen påbegyndes, har projektgruppen gennemprøvet proceduren, for at finde ud af, om der kan opstå eventuelle problemstillinger, der på forhånd kan tages højde for. Da projektgruppen på dette tidspunkt ikke har modtaget de korrekte limtyper endnu, vil denne forsøgslimning blive gennemført med en substitut lim. En brugt polyurethanlim benyttes, og fremgangsmåden kan ses her under.

1. Emnerne afsprittes og tørres.
2. Emnerne ligges op ved siden af hinanden med den rette side opad.
3. Lim påføres i et lille kryds i området, hvor emnerne skal limes sammen.
4. Lim fordeles med et objektglas, så der kommer et jævnt og tyndt lag.
5. Det første emne lægges i limformen, og det andet skubbes på plads ovenpå det første.
6. En klemme fasttrykkes omkring de sammenlimerede emner, som nu kan fjernes fra formen.
7. Når emnerne har lagt nogen tid, kan klemmen fjernes, og emnerne lægges i varmeskab.

Efter modtagelse af de limtyper der benyttes i dette projekt, er de undersøgt ved IR Spektrofotometri for at verificere at indholdet er som forventet. IR spektrene for de to lime kan ses i Appendiks 11.

7.4.1 Forsøg

Emnerne bliver limet i en tilfældig rækkefølge. Fra bakken med emnerne til sæt C udtrækkes emner skiftevis af projektgruppens medlemmer. Efterfølgende sorteres emnerne så A og B ligger ved siden af hinanden. Det først udtrukne emne (A eller B) med et givent nummer, dikterer limningsrækkefølgen. På denne måde er der sikret statistisk uafhængighed. Dette er gentaget med de øvrige to bakker, så disse også er klar til selve limningsprocessen. Emnerne

tages op af fryseren ca. en time inden limningen påbegyndes for at akklimatisere emnerne. Hvert emne renses med ethanol inden limning.

Projektgruppens medlemmer skiftes til at lime emner sammen. Limningsrækkefølge samt hvilket medlem af gruppen, der har limet hvilket emne, kan ses i Appendiks 9. Aluminiumoverfladen på begge emner påføres lim i et kryds, hvorefter den forsigtigt fordeles til en tynd tæt film vha. et objektglas. Hvis der kun skal limes med én type lim, sættes emnerne direkte sammen ved hjælp af limningsformen. Herefter påsættes en klemme til limen er hærdet nok, til at kunne holde sammen af sig selv. Emnet lægges i varmeskab til yderligere hærdning og ældning. Hvis der skal påføres to typer lim, er det nødvendigt at vente, til den først påførte lim er hærdet tilstrækkelig, så lim nummer to kan påføres uden, at de to lime blot bliver blandet sammen, og der dermed ikke er to separate limningsfaser.

Hvornår første lim er tilstrækkelig hærdet, til at lim nummer to kan påføres, vurderes individuelt fra emne til emne, ved forsigtigt at mærke på limen med en finger (med handske!) og vurdere hvor flydende denne er. På denne måde tages der højde for, at arbejdstiden med limen kan svinge betragteligt, idet lagtykkelsen af limen ikke kan styres præcist ved denne metode.

Sikkerhedsdatablade for de anvendte lime ses på Bilag 3.

7.4.2 Fejlkilder

Projektgruppen havde i starten en limpistol til rådighed, som efterfølgende har vist sig at være defekt. Limen ville ikke ud af tuben uden, at der blev trykket kraftigt til. I første omgang blev dette problem tilskrevet limtuben indeholdende epoxy. Denne havde ikke påtrykt dato og kunne være for gammel. Efter en uges ventetid på nyt lim blev limningsprocessen igen forsøgt. Denne gang opstod samme problem, hvor det gik op for projektgruppen at stemplerne i limpistolen ikke passede præcis med limtubens huller.

Dette blev forsøgt kompenseret ved at benytte et mindre stempel, der let kunne gå i hullerne på limtuben og limningsprocessen for emnerne til sæt C blev sat i gang. Ved afslutningen af limningsprocessen blev det konstateret, at en del lim kom ud af tubens bagende, hvor stemplet fra limpistolen trykkede og ikke ud af blandingsdysen.

Til de øvrige to sæt blev benyttet en nyindkøbt limpistol, hvor stemplerne passede til tubens huller.

7.5 Ældning

Hærdnings- og ældningsprocessen foregår begge i varmeskab ved 40 °C. Temperaturen er fastsat ud fra tommelfingerreglen om, at kemiske reaktioner forløber dobbelt så hurtig, for hver ti grader temperaturen bliver forøget. Således kan en længere ældningstid, end det er tidsmæssigt muligt i projektet at teste, blive undersøgt.

Samtidig må temperaturen ikke blive så høj, at der kan opstå problemer med hærdningsprocessen. Dette kan forekomme hvis f.eks. de yderste dele af limen hærdner hurtigere end det øvrige materiale og derved forstyrre hærdeprocessen længere inde i materialet.

Ved at foretage ældningen i et varmeskab med en temperatur på 40 °C fastholdes endvidere et stabilt miljø, hvor temperaturen ikke fluktuerer nævneværdigt i forhold til temperatursvingninger i normal atmosfære.

For at sikre at limen har opnået fuld hærdning, regnes ældningstiden først fra en uge efter limningsprocessen er afsluttet. Denne uge regnes altså ikke med i ældningsperioden, hvilket betyder at opholds tiden i varmeskabet, for emnerne, er en uge længere, end der er nævnt i forsøgsplanen.

7.5.1 Temperaturundersøgelse af varmeskab

Varmeskabet er helt nyt og fabrikstestet 12. januar 2009, men for at få et overblik over varmfordelingen og temperaturfølsomheden inde i skabet, foretages en undersøgelse inden skabet tages i brug. Dette gøres ved at lægge seks termometre ind i skabet og aflæse disse over fem dage, for at se hvor stabilt målingerne ligger, og hvor tæt skabets temperatur er på 40 °C.

Det fremgik af temperaturmålingerne, at der var voldsomme temperaturforskelle mellem forskellige områder af varmeskabet. Efter yderligere undersøgelser stod det klart, at det var termometrene, som var misvisende. Dette blev underbygget ved at foretage et simpelt forsøg i laboratoriet, hvor termometrene blev nedsænket i kogende vand og der var store afvigelser fra en måling på 100 °C. Kviksløvstermometrene var de mest retvisende, da de målte temperaturer omkring 99 °C, og der blev udvalgt seks termometre, der målte indenfor $\pm 0,2$ °C af hinanden.

En ny undersøgelse af temperaturen i varmeskabet blev foretaget, hvor det viste sig, at temperaturen lå på 39-40 °C. På baggrund af undersøgelsen af termometrene kan det ikke bekræftes om det er termometrene der måler den rigtige temperatur, eller om det er

varmeskabets interne temperaturføler der er mest korrekt, og dermed kan det ikke afvises, at temperaturen i varmeskabet er 40 °C.

7.6 Træktest

7.6.1 Inden forsøg

Inden træktesten påbegyndes, trækkes et antal testemner. Disse emner indgår ikke i forsøgsplanen og lever ikke op til samme krav til fremstilling, som forsøgsemnerne og skal blot benyttes til at få et nærmere kendskab til apparat og procedure. På denne måde bestemmes det bl.a., at træk hastigheden fastsættes til 50 mm/min.

7.6.2 Forsøg

Forsøgsemnerne tages ud af varmeskab ca. et døgn inden træktesten foretages. Inden trækning måles hvert emne med en skydelære, for at bestemme limens godstykkelser. Disse data er at finde i Appendiks 9 og kan være interessante i senere undersøgelser af kovariabler. Trækningsrækkefølgen er den samme som den rækkefølge som emnerne er blevet limet i. Der sker ingen skift mellem hvilket gruppemedlem der indsætter emnerne i trækmaskinen, da proceduren ikke umiddelbart ændrer sig fra emne til emne. Proceduren kan ses herunder:

1. Indsæt emne i øverste sæt kæber og fastspænd.
2. Fastspænd nederste sæt kæber indtil ca. 140 N.
3. Udfør træk indtil brud.
4. Fjern emner og kørs apparat tilbage til nulpunkt.

Det tager ca. 40 minutter at foretage træktest af alle emner i et sæt.

7.6.3 Fejlkilder

Da sæt C blev taget ud af varmeskabet for at blive akklimatiseret inden trækning, kunne det konstateres, at en del emner sad skævt sammen, eller at limen slet ikke var hærdet på trods af, at de havde opholdt sig fem uger i varmeskabet. Ved nærmere gennemgang af emnerne, viste det sig, at alle på nær ét emne kom lige efter hinanden, i forhold til den rækkefølge de er blevet limet i. Projektgruppen er af den overbevisning, at epoxylimen ikke er blevet blandet i korrekt forhold med hærderen, da den blev trykket ud gennem limpistolens blandingsdyse.

Dette skyldes det forkert anvendte stempel i limpistolen, der har gjort det muligt for hærder at slippe ud af limtubens bagende frem for igennem dysen.

Seks emner må i første omgang kasseres på baggrund af dette, da det er umuligt at foretage træktest på dem. Om yderligere emner skal kasseres, må vise sig ved nærmere gennemgang af resultaterne af træktesten, idet det på nuværende tidspunkt ikke kan afvise, at hele sættet er berørt af forkert blandingsforhold mellem epoxy og hærder.

Der burde være foretaget en randomisering mellem limningsprocessen og træktesten. Dette blev ikke foretaget da projektgruppen indledningsvis gik ud fra den oprindelige forsøgsplan. Dette blev dog opdaget inden selve trækningen, men randomiseringen udeblev dog. Træktesten blev udført på ca. 40 minutter pr. sæt, hvorved projektgruppen skønner at det er begrænset hvor meget evt. temperatursvingninger i lokalet har kunnet haft indflydelse på resultaterne. Endvidere burde projektgruppens medlemmer have skriftes til at indsætte emner i apparatet.

7.7 Opsummering

Inden laboratoriearbejdet påbegyndes, er det nødvendigt at opstille en forsøgsplan, der angiver hvilken rækkefølge behandlingerne skal udføres i. Behandlingsniveauerne fastsættes således, at det undersøges, hvilken effekt det har på limsamlingen, om de anodiserede aluminiumemner har gennemgået en sealing, eller dette er blevet udeladt. Idet der arbejdes med 2 limtyper, giver dette 4 kombinationsmuligheder, således at begge limtyper optræder både som primer og som lim. Til slut ældes limsamlingerne i 0, 2 og 4 uger inden træktest.

Ved anodiseringsprocessen er projektgruppen løbet ind i en række problemer. Dette har bl.a. bevirket, at den originale forsøgsplan blev forkastet til fordel for en ny, og der blev indført trippelbestemmelse frem for dobbeltbestemmelse.

Limningsprocessen gav ligeledes anledning til problemer. Her blev der i første omgang benyttet en defekt limpistol, hvorved der ikke blev doseret hærder i den rette mængde ved alle emner. Dette blev først opdaget lige inden træktesten skulle udføres og resulterede i, at en del emner ikke kunne trækkes, da de ikke var ophærdede.

Ældningsprocessen foregik i varmeskab, for at simulere en længere ældningsperiode end der reelt er foretaget.

Til sidst blev emnerne trukket på et træktestapparat, hvorved styrke og tøjning for de enkelte emner fremkom.

8 Statistisk forsøgsplanlægning

8.1 Introduktion

I industrien optimeres produktioner ofte vha. empiriske metoder, dvs. ved at prøve sig frem og trække på specifikke erfaringer. I et system hvor forsøgsvariablen $y = f(x)$ påvirkes af faktorerne A, B og C vil den typiske systematiske metode foregå ved at $y = f(A)$ undersøges mens B og C fastholdes i bestemte værdier. Når den optimale faktorværdi A er fundet, fortsættes med $y = f(B)$ og til sidst $y = f(C)$. Denne empiriske modellering kan for så vidt være god nok til specifikke problemer, hvor der ikke er vekselvirkninger mellem de indgående faktorer, men ekstrapolation skal altid udføres med varsomhed.

Derudover varieres størrelserne A, B og C enkeltvis og ikke samtidigt, hvorved der ikke tages højde for og dermed hensyn til eventuelle vekselvirkninger. Endelig kan det ikke undgås, at der ved den empiriske metode opstår systematik i forsøgsarbejdet, og dermed kan resultaterne afhænge af ydre omstændigheder såsom rumtemperatur og lignende.

Anvendes i stedet statistisk forsøgsplanlægning (SFP), hvor alle faktorer varieres og undersøges samtidigt findes det sande optimum for systemet, da vekselvirkningerne medregnes. Derudover arbejdes der med bevidst randomisering i modsætning til førortalte model hvilket bevirker, at resultaterne bliver meget mere uafhængige af forsøgs-omstændighederne.

8.1.1 Faktorer

Som beskrevet tidligere er det limsamlingens styrke og tøjning, der undersøges. Dvs. brudstyrken eller tøjningen optræder som forsøgsvariablen y . 3 forskellige faktorer spiller ind, A, B og C.

A er sealing eller ingen sealing, dvs. 2 niveauer.

B er forskellige kombinationer af de to lime. Her er der altså tale om, at faktor B har 4 niveauer.

C er ældningstid; 0, 2 eller 4 uger, hvilket medfører 3 niveauer.

Ud fra antallet af faktorniveauer $a=2$, $b=4$, $c=3$ ses det, at der arbejdes med 12 forskellige behandlinger, idet de tre faktorer kan kombineres på $a*b*c = 2*4*3 = 12$ forskellige måder. $2*4*3$ kaldes behandlingsstrukturen.

Faktorerne deles op i kvantitative og kvalitative, hvor førstnævnte kan antage alle værdier inden for de valgte niveauer, mens niveauerne for sidstnævnte faktorer er uden kontinuert sammenhæng.

Kun faktor C er en kvantitativ faktor. A og B er begge kvalitative faktorer, idet der ikke findes værdier indenfor niveauerne.

8.2 Teori om statistisk analyse

De statistiske analyser der anvendes til databehandlingen, er ensidet og flersidet variansanalyse samt regressionsanalyse. I nedenstående afsnit gennemgås den tilhørende teori.

8.2.1.1 Ensidede variansanalyse

For at en variansanalyse kan udføres, er det nødvendigt, at faktorniveauerne ved forsøget testes mere end én gang, dvs. $n > 1$, da det er en forudsætning, at der er residualer. Residualer fremkommer naturligt ved $n > 1$. Forsøgsvariablen for den ensidede variansanalyse kan opskrives som:

$$f_v = \mu = \mu_0 + \text{BEHL} + \text{rest}$$

Forsøgsvariablen (f_v) afhænger dermed af summen af μ_0 , som er middelværdien af alle delforsøgenes forsøgsvariabler, plus faktorvirkningen af den enkelte behandling (BEHL). Derudover er der en rest, som er bidraget forårsaget af tilfældigheder.

En ensidet variansanalyse tester, hvorvidt følgende hypotesesæt er gældende:

$$H_0 : \text{BEHL}_1 = \text{BEHL}_2 = \text{BEHL}_3 = \dots = \text{BEHL}_k = 0$$

$$H_1 : \text{Mindst én BEHL afviger fra de resterende}$$

Af nulhypotesen antages det, at faktorvirkningen fra behandlingerne for alle niveauer er lig nul. Det ses, at der er k niveauer i behandlingen, og k antager hele tal i intervallet $[1; \infty]$. Punktvariationen (SAK) i dataene ligger til grund for test af nulhypotesen. For punktvariationen gælder:

$$\text{SAK}_{\text{total}} = \text{SAK}_{\text{BEHL}} + \text{SAK}_0$$

Punktvariationen indgår i beregningen af P-value, der er grundlaget for, om nulhypotesen accepteres eller afvises. P-value angiver sandsynligheden for, at H_0 er sand. Accept af H_0 sker ved p-value større end signifikansniveauet på 5 %.

En forklaringsgrad (R^2) kan beregnes på baggrund af SAK-værdierne, og forklarer hvor meget af SAK_{total} , som behandlingerne har forårsaget. R^2 udregnes på følgende måde:

$$R^2 = \frac{SAK_{BEHL}}{SAK_{total}} \cdot 100 \%$$

Jo større R^2 -værdi, des bedre har forsøgsplanen været, og jo mere præcist har forsøgsarbejdet været.

Ved brug af variansen for den naturlige punktvariation kan spredningen ligeledes beregnes som:

$$s = \sqrt{Mean\ Square}$$

Dette angiver den naturlige spredning for responset.

Mængden af frihedsgrader kan beregnes som summen af alle niveauerne for behandlingerne. Frihedsgrader er et udtryk for hvor meget information, der er tilgængelig. Grundformen for frihedsgraderne i variansanalysen kan opstilles som følgende:

$$f_{total} = f_{BEHL} + f_0$$

8.2.1.2 Forudsætninger

For at kunne foretage en variansanalyse kræves tre forudsætninger opfyldte. Forudsætningerne er:

- Residualerne skal være normalfordelte.
- Der skal være varianshomogenitet for de enkelte behandlinger.
- Delforsøgene skal være statistisk uafhængige af hinanden.

Normalfordelte residualer

Hvorvidt residualerne er normalfordelte undersøges ved at plote residualerne i et normalfordelingsplot. Ud fra plottet vurderes det, hvor godt punkterne ligger på en ret linje, og om 2/3 af punkterne ligger inden for $\pm$ spredningen. Endvidere undersøges plottet for eventuelle outliers. En outlier vil vise sig som et punkt, der er forskudt i forhold til linjen. En positiv outlier vil være forskudt til højre for linjen, og en negativ outlier vil være forskudt til

venstre for linjen. Er der tale om en outlier, ekskluderes denne fra datasættet, da den ikke følger den samme normalfordeling som resten af residualerne.

Varianshomogenitet

Varianshomogenitet testes vha. Bartlett's test, hvor der arbejdes ud fra følgende hypoteser:

$$H_0 : \sigma_1^2 = \sigma_2^2 = \dots = \sigma_k^2$$

$$H_1 : \sigma_i^2 \neq \sigma_j^2$$

Nulhypotesen udtrykker, at varianserne for k niveauer af behandlingerne alle er ens, mens modhypotesen siger, at mindst to af varianserne er forskellige. Ved en P-value > 0,05 accepteres nulhypotesen, og det kan ikke afvises, at der er varianshomogenitet.

Statistisk uafhængighed

Denne forudsætning undersøges ved at plotte residualerne som funktion af rækkefølgen af delforsøgene. Hvis der ikke ses nogen tendenser i punkternes placering i forhold til hinanden, anses delforsøgene for statistisk uafhængige. Statistisk uafhængighed opnås sjældent, og det er nødvendigt at del-forsøgene foretages i randomiseret rækkefølge. På denne måde mindskes betydningen af de ydre påvirkninger.

8.2.2 Flersidet variansanalyse

Flersidet variansanalyse benyttes, når der er mindst to faktorer i forsøget, for at finde hvilke faktorer og evt. deres vekselvirkninger, som har betydning for resultatet.

Forsøgsvariablen for den flersidede variansanalyse kan opskrives:

$$f_v = \mu = \mu_0 + A + B + AB + \text{rest}$$

I dette tilfælde er forsøgsvariablen opstillet for et datasæt med to faktorer A og B, som er modellens hovedvirkninger, og AB er vekselvirkningen i mellem faktorerne.

For hver af hovedvirkningerne og vekselvirkningerne opstilles nulhypoteser på samme måde som i den ensidede variansanalyse, hvilket angiver, at virkningerne er ens for alle niveauer af faktorerne. Først undersøges nulhypotesen for vekselvirkningerne, inden hovedvirkningernes nulhypotese undersøges. I de tilfælde hvor nulhypotesen forkastes, kan en ny variansanalyse opstilles til videre bearbejdning.

I forbindelse med den flersidede variansanalyse kan formlerne for punktvariationen af frihedsgraderne også udvides til:

$$SAK_{\text{total}} = SAK_{\text{BEHL}} + SAK_0 = SAK_A + SAK_B + SAK_{AB} + SAK_0$$

$$f_{\text{total}} = f_{\text{BEHL}} + f_0 = f_A + f_B + f_{AB} + f_0$$

Frihedsgraderne for tofaktor-vekselvirkningen findes ved at multiplicere frihedsgraderne for hovedfaktorerne.

8.2.2.1 Regressionsanalyse

Den flersidede regressionssanalyse udføres for datasæt med mere en kvantitativ faktor. For datasæt med to faktorer, A og B med hhv. tre og to niveauer, kan følgende model opstilles:

$$f_v = b_0 + b_1 \cdot A + b_2 \cdot A^2 + b_3 \cdot B + b_4 \cdot AB + b_5 \cdot A^2B \pm \sigma$$

Jo flere niveauer faktorerne optræder i, jo flere led vil virkningen blive splittet op i. For at tjekke hvilke led der har indvirkning, fokuseres først på tofaktorleddene og herefter enkeltfaktorleddene. Fjernes nogle vekselvirkninger, udregnes en ny varianstabel. Der ses til sidst på hovedvirkningerne. For hver gang der er virkninger, som fjernes, udregnes en ny forklaringsgrad, R^2 . På denne måde ses det, hvor mange %-point der er "tabt" i forbindelse med simplificeringen af de signifikante modeller.

Dette kan også udtrykkes relativt ved hjælp af determinationskoefficienten, DK:

$$DK = \frac{R_{\text{model}}^2}{R_{\text{max}}^2} \cdot 100 \%$$

Ud fra determinationskoefficienten er det muligt at sige, hvor stor en del af den faktorbetingsede punktvariation, der er tilbage i den signifikante model.

Ud fra den signifikante model kan den optimale kombination af faktorerne bestemmes. Dette gøres ved brug af meansplot og interaktionsplot, hvor modellen visualiseres.

Et meansplot anvendes for de hovedvirkninger i modellen, som ikke indgår i en vekselvirkning. Plottet viser den midlede forsøgsvariabel for de enkelte niveauer af hovedvirkningen, idet der er midlet hen over de resterende faktorer/vekselvirkninger. Et interaktionsplot optegnes for de faktorer, der vekselvirker. Et sådant plot viser den midlede forsøgsvariabel optegnet for niveauerne i den ene hovedvirkning i forhold til hvert af niveauerne i den anden hovedvirkning, idet der er midlet hen over de resterende faktorer/vekselvirkninger.

9 Resultatbehandling

I dette afsnit behandles de data, der er fremkommet gennem laboratoriearbejdet. Dette vil blive gjort vha. statistiske metoder. Der fokuseres på:

- Brudstyrke
- Tøjning

Brudstyrken er den totale kraft ($F_{\max}$), der skal til, for at der opstår brud på emnerne. Denne belastning af emnerne måles i Newton (N). Måleresultaterne for brudstyrken kan ses i Appendiks 6. Brudstyrken er omregnet til kN i den statistiske behandling. Der skelnes ikke mellem kohesivt og adhesivt brud.

Tøjning (ε) er et udtryk for, hvor meget længdedeformation der sker, inden der opstår brud. Denne længdedeformation beregnes som:

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \cdot 100 \%$$

Værdier fundet for tøjningen kan ses i Appendiks 6.

9.1 Databehandling – Brudstyrke

For måleresultaterne af brudstyrken udarbejdes en ensidet variansanalyse, for at undersøge datamaterialet for varianshomogenitet, om behandlingerne er udført, så der er statistisk uafhængighed og om datamaterialet er normalfordelt. Endvidere kan eventuelle outliers bestemmes og fjernes fra datamaterialet. Her efter udføres en flersidet variansanalyse for at finde den signifikante model og eventuelle vekselvirkninger mellem sealing, lim og ældning. Den signifikante model undersøges til slut nærmere i en regressionsanalyse.

9.1.1 Ensidet variansanalyse

Der foretages en ensidet variansanalyse for at undersøge, om brudstyrken er afhængig af behandlingerne. Se Tabel 5. I den ensidede variansanalyse arbejdes der ud fra følgende model:

$$\text{Brudstyrke} = \mu + \text{BEHL} \pm \text{rest}$$

Tabel 5 – Ensided variansanalyse.

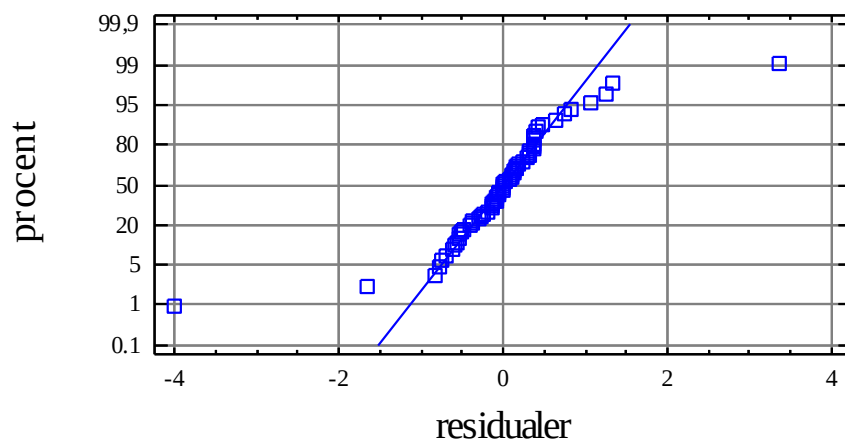
Analysis of Variance

Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
Between groups	200,152	23	8,70228	8,02	0,0000
Within groups	43,4187	40	1,08547		
Total (Corr.)	243,571	63			

$$R^2 = \frac{200,152}{243,571} \cdot 100 \% = 82,17\%$$

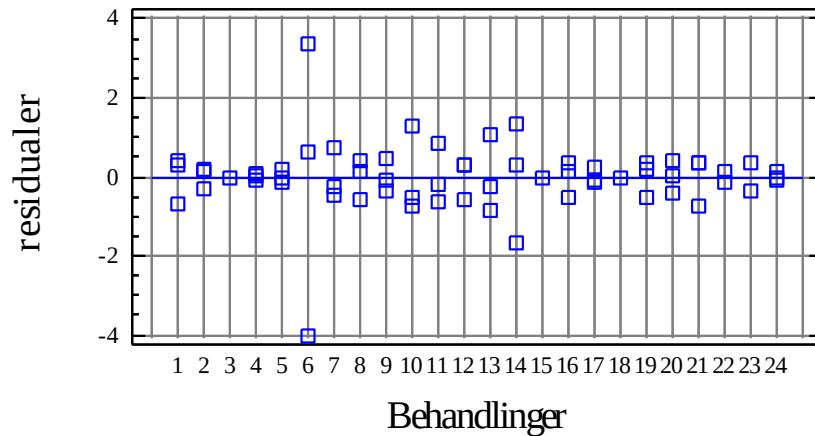
$$s = \sqrt{1,08547} = 1,042 \text{ kN}$$

For at undersøge om der er eventuelle outliers, afbildes residualerne i et normalfordelingsplot, se Figur 9.



Figur 9 – Normalfordelingsplot for residualerne [kN].

Af normalfordelingsplottet fremgår det, at de fleste punkter ligger omkring linjen i området omkring 0. Der forekommer dog også punkter, som afviger fra normalfordelingslinjen. Punktet ved -4 kan være en outlier. For at undersøge dette nærmere afbildes residualerne mod behandlingerne, se Figur 10.



Figur 10 – Plot for residualer vs. Behandlinger

Den lave residualværdi på -4 kN vurderes som værende en outlier. Værdien for denne måling fjernes, og en ny ensidet variansanalyse udarbejdes. Denne kan ses i Tabel 6.

Tabel 6 - Ensidede variansanalyse.

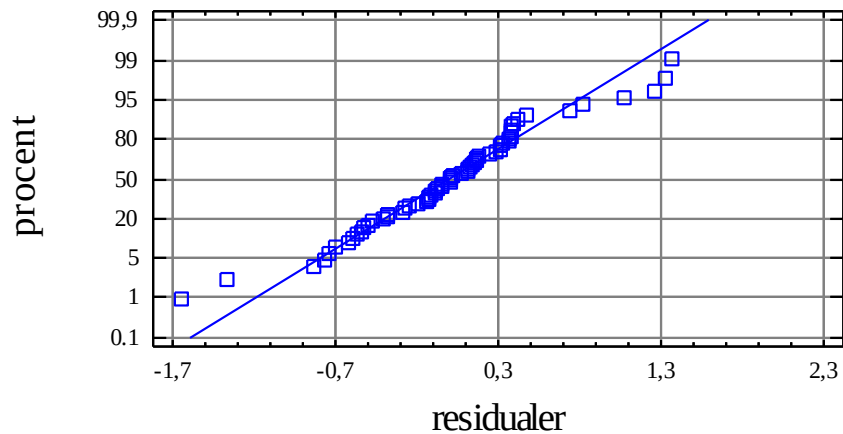
Analysis of Variance

Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
Between groups	199,708	23	8,68297	17,42	0,0000
Within groups	19,4408	39	0,498483		
Total (Corr.)	219,149	62			

$$R^2 = \frac{199,708}{219,149} \cdot 100 \% = 91,13\%$$

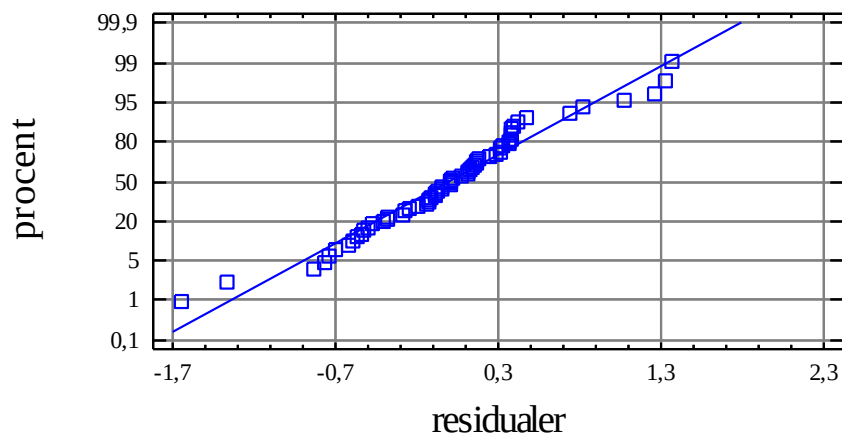
$$s = \sqrt{0,498483} = 0,71 \text{ kN}$$

Forklaringsgraden er steget betragteligt (82,17 % - 91,13 %) og spredningen er faldet betragteligt (1,042 kN - 0,71 kN), og det må antages, at der var tale om en outlier, og det dermed var korrekt at fjerne denne i datamaterialet. Et nyt normalfordelingsplot udarbejdes for at se, om datamaterialet nu følger en normalfordeling, se Figur 11.



Figur 11 – Normalfordelingsplot for residualerne [kN].

Det ses, at en række punkter ikke ligger på linjen. Det forsøges at "tvinge" disse punkter ind på en ret linje ved at benytte "least squares", hvor den bedste rette linje bliver lægges ind, se Figur 12.



Figur 12 – Normalfordelingsplot for residualerne [kN] med bedste rette linje.

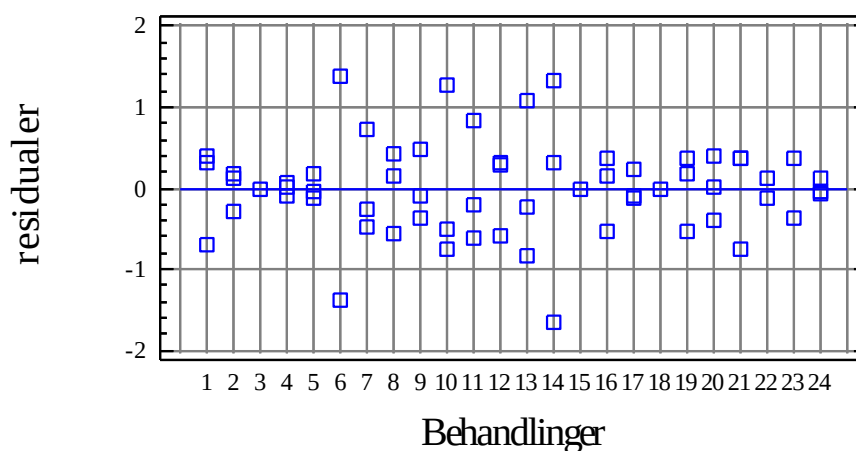
Ved at lægge den bedste rette linje ind i plottet, følger punkterne nu linjen. 2/3 af punkterne ligger indenfor $\pm$ spredningen (0,71 kN), hvorfor det må antages, at datamaterialet følger en normalfordeling. Herefter undersøges der for varianshomogenitet.

9.1.1.1 Varianshomogenitet

For at teste om der er varianshomogenitet, foretages en Bartlett's test. Testen giver følgende:

Bartlett's test: 2,64 P-Value = 0,049

Det fremgår af Bartlett's test at P-value er lige under 5 %. Det kan tyde på, at endnu et punkt er en outlier. Hvilket punkt det drejer sig om, kan undersøges nærmere ved at afbilde residualerne mod behandlingerne, som det er gjort på Figur 13.



Figur 13 - Plot for residualer vs. Behandlinger.

Det fremgår af plottet, at det nederste punkt for behandling 14, kan være en outlier. Det undersøges nærmere, hvorvidt der er tale om en reel outlier ved at foretage en ny ensidet variansanalyse. Punktet fjernes fra datamaterialet for at se, om bl.a. forklaringsgraden og P-value for varianshomogeniteten stiger. De nye resultater af variansanalysen ses i Tabel 7.

Tabel 7 - Ensidet variansanalyse.

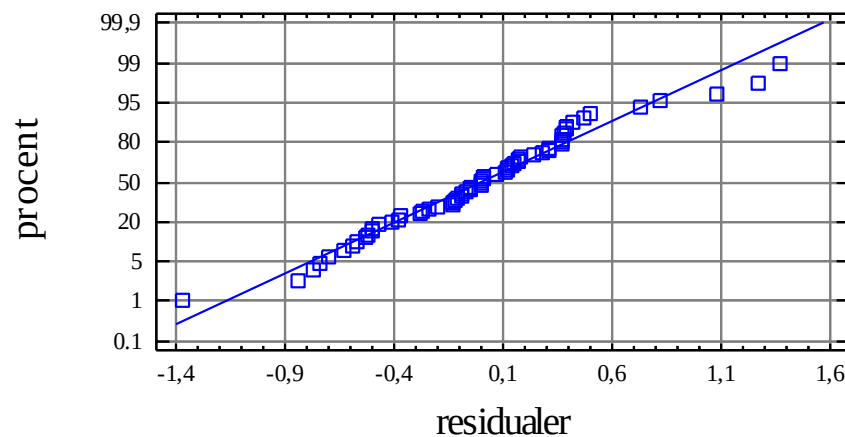
Analysis of Variance

Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
Between groups	203,798	23	8,86078	21,94	0,0000
Within groups	15,3443	38	0,403798		
Total (Corr.)	219,142	61			

$$R^2 = \frac{203,798}{219,142} \cdot 100 \% = 93,00 \%$$

$$s = \sqrt{0,403798} = 0,64 \text{ kN}$$

Forklaringsgraden er steget en anelse (91,13 % – 93 %) ved at udelade punktet. Det er relativt begrænset, hvor meget forklaringsgraden kan forventes at stige, når den allerede er over 90 %. Et nyt normalfordelingsplot udarbejdes, se Figur 14.



Figur 14 – Normalfordelingsplot for residualerne [kN].

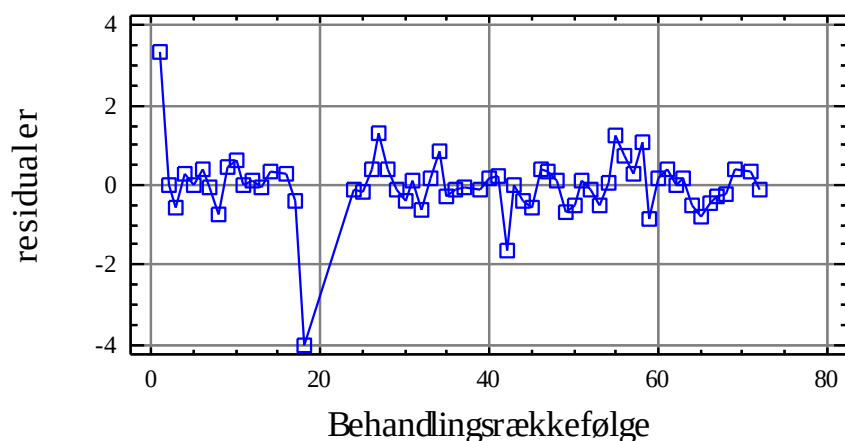
Punkterne følger en normalfordeling. Det ses at 2/3 af punkterne ligger indenfor $\pm$ spredningen (0,64 kN), og der testes nu for varianshomogenitet.

9.1.2 Varianshomogenitet

Bartlett's test giver følgende:

Bartlett's test: 2,37335 P-Value = 0,129985

P-value for varianshomogeniteten er steget fra 4,87 % til 13 %, hvorved det ikke kan afvises, at der er varianshomogenitet. Dette bekræfter, at det undersøgte punkt sandsynligvis var en outlier. Herefter undersøges der for statistisk uafhængighed for at se, om behandlingerne er udført i randomiseret rækkefølge. Dette gøres ved at afbilde de oprindelige residualer, som funktion af den rækkefølge delforsøgene er udført i, se Figur 15.



Figur 15 - Statistisk uafhængighed.

Det vurderes ud fra plottet, at der er statistisk uafhængighed, idet der ikke ses tydelige tendenser.

9.1.3 Opsummering

Gennem den ensidede variansanalyse er der blevet undersøgt, hvorvidt behandlingerne har haft indflydelse på brudstyrken. Efter fjernelse af outliers i datamaterialet er forklaringsgraden steget til 93 % og Bartlett's test viser, at der er varianshomogenitet. Punkterne følger en normalfordeling, og behandlingerne er udført, så der er statistisk uafhængighed. Her efter kan den flersidede variansanalyse udarbejdes på baggrund af det tilbageværende datamateriale.

9.2 Flersidet variansanalyse

Igennem den flersidede variansanalyse splittes behandlingsfaktoren, i modellen fra den ensidede variansanalyse, op i de 3 hovedfaktorer virkninger. I denne nye model er det også nødvendigt at undersøge, om hovedfaktorerne eventuelt har indflydelse på hinanden. Det undersøges derfor, om hovedfaktorerne har tofaktor- og trefaktorvekselvirkning.

Indledningsvis kan modellen der arbejdes ud fra opstilles:

$$\text{Brudstyrke} = \mu + A + B + C + AB + AC + BC + ABC \pm \text{rest}$$

A: Sealing

B: Lim

C: Ældning

Den flersidede variansanalyse opstilles, se Tabel 8, og det undersøges om P-value for trefaktor-vekselvirkningen har signifikant betydning. Hvis dette ikke er tilfældet, fjernes den fra modellen.

Tabel 8 – Flersidet variansanalyse.

Analysis of Variance for Brudstyrke - Type III Sums of Squares					
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
MAIN EFFECTS					
A:Seal	10.2056	1	10.2056	25.27	0.0000
B:Lim	130.177	3	43.3923	107.46	0.0000
C:Age	10.9356	2	5.46781	13.54	0.0000
INTERACTIONS					
AB	1.0737	3	0.357901	0.89	0.4569
AC	1.78166	2	0.89083	2.21	0.1240
BC	12.5937	6	2.09896	5.20	0.0005
ABC	4.25849	6	0.709748	1.76	0.1343
RESIDUAL	15.3443	38	0.403798		
TOTAL (CORRECTED)	219.142	61			

I den flersidede variansanalyse er forklaringsgraden og spredningen den samme som for den ensidede variansanalyse, se Tabel 7.

Trefaktorvekselvirkningen, ABC, har en P-value over 5 %, hvorfor det vurderes, at der ikke sker en vekselvirkning mellem alle 3 faktorer. Denne vekselvirkning fjernes derfor fra modellen. En ny flersidet variansanalyse udarbejdes, hvor tofaktorvekselvirkningerne undersøges, se Tabel 9.

Tabel 9 - Flersidet variansanalyse.

Analysis of Variance for Brudstyrke - Type III Sums of Squares					
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
MAIN EFFECTS					
A:Seal	13.0897	1	13.0897	29.38	0.0000
B:Lim	129.976	3	43.3253	97.25	0.0000
C:Age	11.4218	2	5.71092	12.82	0.0000
INTERACTIONS					
AB	0.832348	3	0.277449	0.62	0.6041
AC	1.34536	2	0.672678	1.51	0.2322
BC	12.2419	6	2.04031	4.58	0.0011
RESIDUAL	19.6028	44	0.445518		
TOTAL (CORRECTED)	219.142	61			

$$R^2 = \frac{219,142 - 19,6028}{219,142} \cdot 100 \% = 91,05 \%$$

$$s = \sqrt{0,445518} = 0,67 \text{ kN}$$

Forklaringsgraden falder fra 93 % til 91,05 %, når trefaktorvekselvirkningen fjernes fra modellen. Det store fald i forklaringsgraden skyldes, at vekselvirkningen er relativ tæt på at være signifikant, og det ses, at SAK-værdien faktisk er større end værdierne for tofaktorvekselvirkningerne AB og AC.

Det ses, at der ikke er nogen vekselvirkning mellem sealing og lim (AB) eller sealing og ældningstiden (AC), da P-value for begges vedkommende er over 5 %. Disse fjernes, så kun tofaktorvekselvirkningen mellem lim og ældningstid (BC) står tilbage i modellen. En ny flersidet variansanalyse foretages, se Tabel 10, hvor hovedvirkningen sealing undersøges for, om den er signifikant for modellen.

Tabel 10 - Flersidet variansanalyse.

Analysis of Variance for Brudstyrke - Type III Sums of Squares					
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
MAIN EFFECTS					
A:Seal	14.8275	1	14.8275	33.66	0.0000
B:Lim	128.633	3	42.8777	97.33	0.0000
C:Age	12.5448	2	6.2724	14.24	0.0000
INTERACTIONS					
BC	12.2636	6	2.04394	4.64	0.0008
RESIDUAL	21.5855	49	0.440521		
TOTAL (CORRECTED)	219.142	61			

$$R^2 = \frac{197,557}{219,142} \cdot 100 \% = 90,15 \%$$

$$s = \sqrt{0,440521} = 0,66 \text{ kN}$$

Alle de tilbageværende virkninger i variansanalysen er signifikante. Der sker et svagt fald i forklaringsgraden (91,05 % - 90,15 %), hvilket bekræfter, at tofaktorvekselvirkningerne AB og AC ikke var signifikante i forhold til modellen.

Den endelige model for brudstyrken bliver hermed:

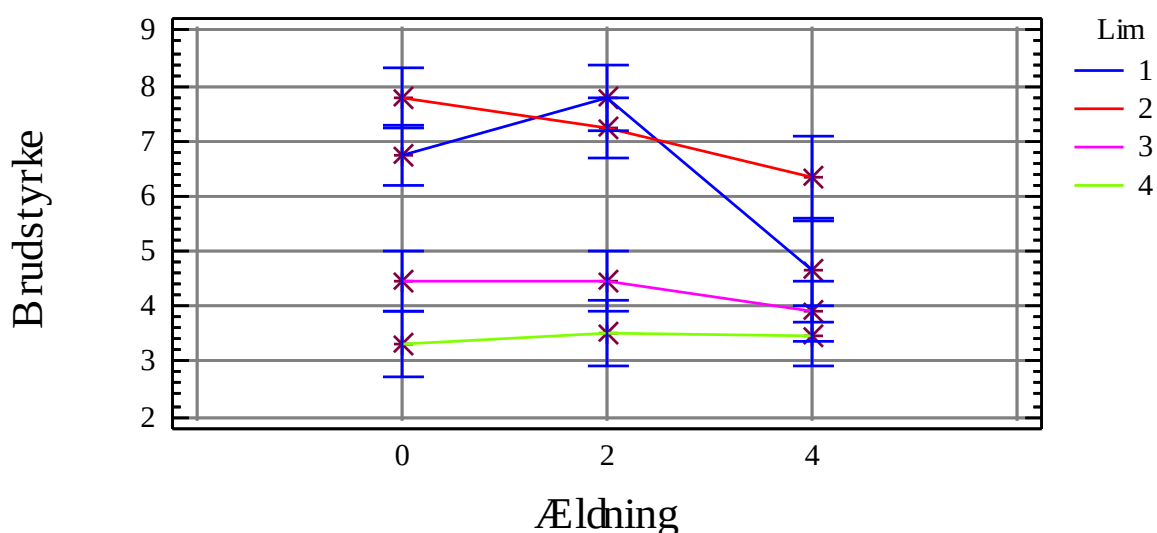
$$\text{Brudstyrke} = \mu + A + B + C + BC \pm \text{rest}$$

DK-værdien for den signifikante model kan nu beregnes.

$$DK = \frac{90,02}{93,00} \cdot 100 \% = 96,8 \%$$

Dette betyder, at der kun er mistet 3,2 % af forklaringsgraden, ved at udelade de ikke-signifikante led i modellen.

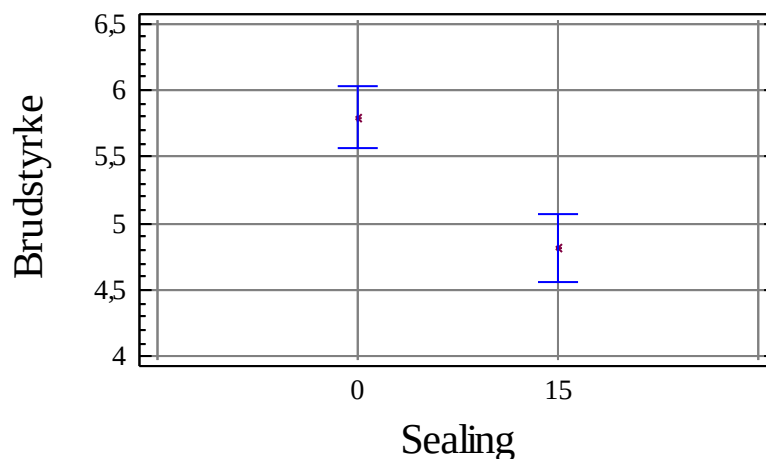
Modellen kan visualiseres ved at opstille et interaktionsplot, hvor brudstyrken over tid for de enkelte lime kan aflæses, se Figur 16. Endvidere opstilles et meansplot, se Figur 17, der viser sealingens indflydelse på brudstyrken.



Figur 16 - Interaktionsplot med konfidensinterval for brudstyrke [kN] vs. ældningstid [uger] og de 4 lime. Resultatet er midlet hen over de 2 sealingniveauer.

På interaktionsplottet ses det, at brudstyrken for limene ved start fordeler sig således, at lim 2 har den højeste brudstyrke efterfulgt af lim 1, og begge ligger væsentlig højere end lim 3 og 4. Ved ældningsperiodens slutning viser det sig, at lim 1 er faldet betragtelig i forhold til sit udgangspunkt på trods af en stigning halvvejs gennem perioden. Brudstyrken for lim 1 ender med at ligge så lavt, at konfidensintervallet overlapper konfidensintervallerne for lim 3 og 4.

Lim 2 viser sig at have den højeste brudstyrke efter 4 uger, selvom der sker et fald hen over perioden. Der sker ikke nogen nævneværdig ændring af brudstyrken for lim 3 og 4 i løbet af ældningsperioden.



Figur 17 - Meansplot af brudstyrke [kN] vs. sealing [uger], hvor der er midlet hen over lim og ældningstid.

Figur 17 viser et tydeligt billede af, at hvis sealing af emnerne undlades i anodiseringsprocessen, opnås højere brudstyrker.

9.2.1 Opsummering - brudstyrke

Igennem den flersidede variansanalyse er de vekselvirkninger, som ikke har haft, eller kun har haft en ringe signifikans, blevet fjernet, for at gøre modellen så simpel som muligt. Det viser sig, at brudstyrken kun afhænger af hovedvirkningerne og en vekselvirkning mellem lim og ældning. Brudstyrken for lim 2 er den højeste ved periodens afslutning, og det konstateres, at der opnås den bedste vedhæftning af lim, hvis sealing af emnerne undlades i forbehandlingen. For yderligere at undersøge den kvantitative faktor, ældning, foretages en regressionsanalyse.

9.3 Regressionsanalyse

Igennem regressionsanalysen opdeles det kvantitative led, ældning. Derved bliver den model der arbejdes ud fra som følgende:

$$\text{Brudstyrke} = b_0 + A + B + b_1C + b_2C^2 + b_3BC + b_4BC^2 \pm \sigma$$

Første del af analysen er identisk med den ensidede variansanalyse, mens den anden del viser en opsplitning af de led, som indgår i regressionsanalysen, se Tabel 11. Virkningerne og leddene i analysen vurderes herefter på baggrund af deres P-value.

Tabel 11 - Regressionsanalyse

Analysis of Variance for Brudstyrke

Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
Model	197,557	12	16,4631	37,37	0,0000
Residual	21,5855	49	0,440521		
Total (Corr.)	219,142	61			

Type I Sums of Squares

Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
Seal	14,6855	1	14,6855	33,34	0,0000
Lim	163,136	3	54,3788	123,44	0,0000
Age	3,97955	1	3,97955	9,03	0,0042
Age*Age	3,49167	1	3,49167	7,93	0,0070
Lim*Age	4,42976	3	1,47659	3,35	0,0263
Lim*Age*Age	7,83387	3	2,61129	5,93	0,0016
Residual	21,5855	49	0,440521		

Total (corrected)

219,142

61

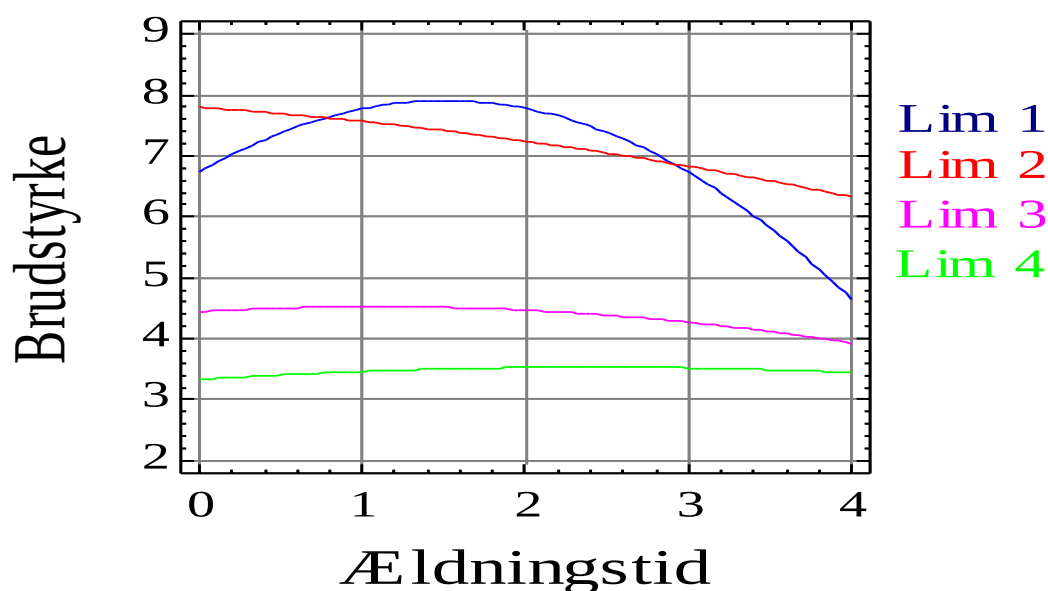
All F-ratios are based on the residual mean square error.

R-Squared = 90,15 percent

R-Squared (adjusted for d.f.) = 87,7377 percent

Standard Error of Est. = 0,663718

Det ses, at modellen ikke kan reduceres yderligere ved en regressionsanalyse. På grundlag af regressionsanalysen kan brudstyrke mod ældningstid for de 4 forskellige lime afbildes, se Figur 18. Det har i dette tilfælde været nødvendigt af tekniske årsager, at omskrive modellen således, at lim indgår i modellen som en kvantitativ faktor, for at få analyseprogrammet til at optegne de ønskede grafer.



Figur 18 – Interaktionsplot for brudstyrke [kN] vs. ældningstid [uger] og de 4 lime. Resultatet er midlet hen over de 2 sealingsniveauer.

Dette plot viser det samme billede af brudstyrken, som interaktionsplottet i den flersidede variansanalyse. Her er det dog muligt at se brudstyrkens udvikling mellem niveauerne for ældningstiden og ikke blot ved måletidspunkterne 0, 2 og 4 uger.

Ved iagttagelse af kurverne, er det vigtigt at huske på hvor stor en spredning modellen udviser. Spredningen for denne model er fundet til 0,66 kN, og linjerne kan derfor reelt ligge højere eller lavere end de gør på plottet.

9.4 Tøjning

Datamaterialet undersøges gennem en ensidet variansanalyse for at fjerne eventuelle outliers og for at konstatere, om materialet følger en normalfordelingskurve. Derefter undersøges det, om der er varianshomogenitet og om behandlingerne er udført, så der er statistisk uafhængighed.

9.5 Ensidede variansanalyse - Tøjning

Den foretages en ensidet variansanalyse for at undersøge, om tøjningen er afhængig af behandlingerne, se Tabel 12. I den ensidede variansanalyse arbejdes der ud fra følgende model:

$$\text{Tøjning} = \mu + \text{BEHL} \pm \text{rest}$$

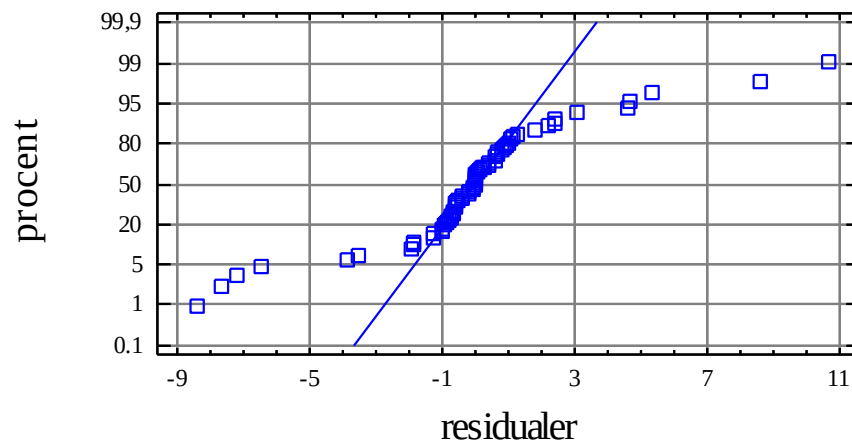
Tabel 12 - Ensidede variansanalyse.

Analysis of Variance					
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
Between groups	1644,78	23	71,5122	5,03	0,0000
Within groups	568,62	40	14,2155		
Total (Corr.)	2213,4	63			

$$R^2 = \frac{1644,78}{2213,4} \cdot 100 \% = 74,31 \%$$

$$s = \sqrt{14,2155} = 3,77$$

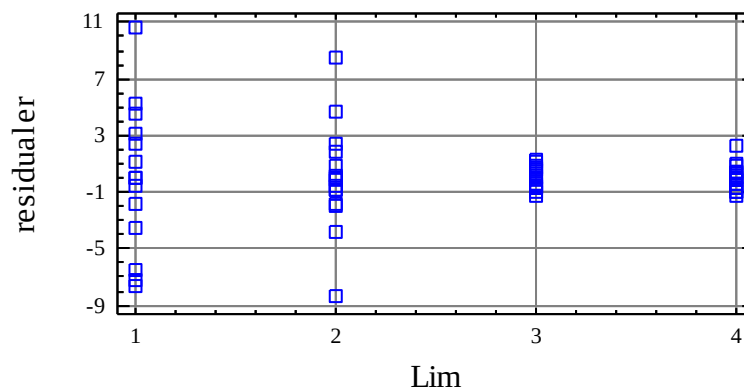
Forklaringsgraden på 74,31 % kan tyde på, at der findes outliers i datamaterialet. For at undersøge dette nærmere afbildes residualerne i et normalfordelingsplot. Se Figur 19.



Figur 19 – Normalfordelingsplot for residualerne [kN].

Umiddelbart ser det ud til, at der er en lang række outliers. Dette kan dog også skyldes, at punkterne følger to forskellige normalfordelinger. Det ser umiddelbart ud til, at hældningen for de punkter der ligger længst til højre, har den samme hældning, som en del af punkterne til venstre, hvorved de antages at punkterne følger to forskellige normalfordelinger. Grunden til at dette kan være, at der arbejdes med netop to forskellige limtyper (epoxy og polyurethan), og disse kan have forskellige kvaliteter, der gør at punkterne varierer.

Spredningen undersøges nærmere ved at plote residualerne mod lim, hvilket kan ses på Figur 20.



Figur 20 - Plot af residualer vs. lim.

Figur 20 underbygger mistanken om to normalfordelinger, idet spredningerne for lim 1 og 2 er langt højere end for lim 3 og 4. Både system 1 og 2 har epoxy som primer. Dette kan

yderligere bekræftes ved at se på Bartlett's test, idet der ikke forventes at være nogen varianshomogenitet.

9.5.1 Varianshomogenitet

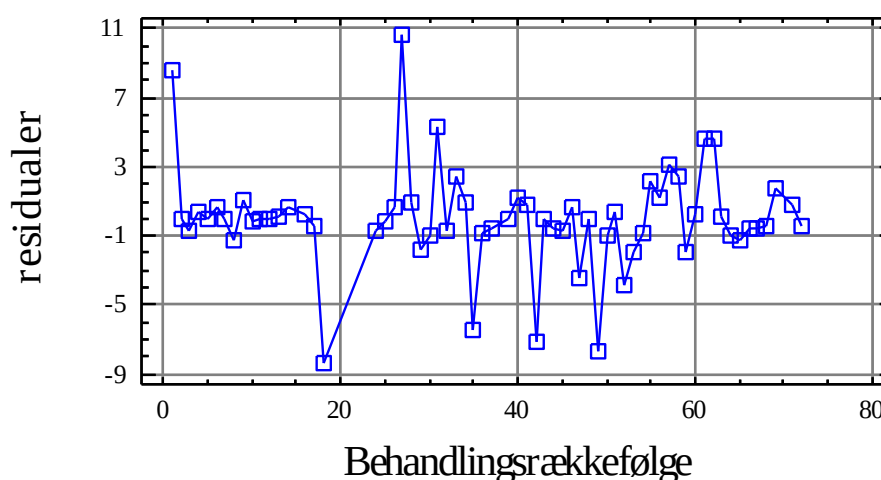
Bartlett's testen giver følgende.

Bartlett's test: 6,35916 P-Value = 0,00000333377

Det ses ud fra P-value, at der ikke er varianshomogenitet, hvilket er forventeligt, da punkterne følger to forskellige normalfordelinger. Denne manglende varianshomogenitet gør dog, at der er en del usikkerhed forbundet med P-value.

9.5.2 Statistisk uafhængighed

Der undersøges for statistisk uafhængighed for at se, om behandlingerne er udført i randomiseret rækkefølge. Dette gøres, ved at afbilde residualerne som funktion af den rækkefølge delforsøgene er udført i, se Figur 21.



Figur 21 - Statistisk uafhængighed.

Det vurderes ud fra plottet, at der er statistisk uafhængighed, idet der ikke ses tydelige tendenser.

9.6 Flersidet variansanalyse

Gennem den flersidede variansanalyse splittes behandlingsfaktoren, i modellen fra den ensidede variansanalyse, op i de 3 faktoreres virkninger. I denne nye model er det også vigtigt, at undersøge om faktorerne eventuelt har indflydelse på hinanden. Der undersøges om faktorerne har tofaktor- og trefaktorvekselvirkning.

Der arbejdes ud fra følgende model:

$$\text{Tøjning} = \mu + A + B + C + AB + AC + BC + ABC + \text{rest}$$

Den flersidede variansanalyse opstilles, se Tabel 13, og det undersøges, om P-value for trefaktor-vekselvirkningen har signifikans. Hvis dette ikke er tilfældet fjernes den fra modellen.

Tabel 13 - Flersidet variansanalyse.

Analysis of Variance for Tojning - Type III Sums of Squares					
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
MAIN EFFECTS					
A:Seal	133,281	1	133,281	9,38	0,0039
B:Lim	716,452	3	238,817	16,80	0,0000
C:Age	84,5351	2	42,2675	2,97	0,0625
INTERACTIONS					
AB	17,873	3	5,95768	0,42	0,7403
AC	88,8837	2	44,4418	3,13	0,0548
BC	187,75	6	31,2916	2,20	0,0629
ABC	76,6082	6	12,768	0,90	0,5057
RESIDUAL	568,62	40	14,2155		
TOTAL (CORRECTED)	2213,4	63			

I den flersidede variansanalyse, er forklaringsgraden og spredningen den samme, som for den ensidede variansanalyse, se Tabel 12.

Trefaktor-vekselvirkningen har en P-value på ca. 50 %, hvorfor det vurderes, at der ikke sker nogen vekselvirkning mellem alle 3 faktorer. Denne trefaktorvekselvirkning fjernes derfor fra modellen. En ny flersidet variansanalyse udarbejdes og tofaktorvekselvirkningerne undersøges, se Tabel 14.

Tabel 14 - Flersidet variansanalyse.

Analysis of Variance for Tojning - Type III Sums of Squares					
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
MAIN EFFECTS					
A:Seal	189,168	1	189,168	13,49	0,0006
B:Lim	694,445	3	231,482	16,50	0,0000
C:Age	105,947	2	52,9733	3,78	0,0303
INTERACTIONS					
AB	34,4444	3	11,4815	0,82	0,4903
AC	65,7067	2	32,8534	2,34	0,1075
BC	215,537	6	35,9228	2,56	0,0318
RESIDUAL	645,228	46	14,0267		
TOTAL (CORRECTED)	2213,4	63			

$$R^2 = \frac{2213,4}{645,228} \cdot 100 \% = 70,85 \%$$

$$s = \sqrt{14,0267} = 3,75$$

Forklaringsgraden falder fra 74,31 % til 70,85 % ved at fjerne trefaktor-vekselvirkningen fra modellen.

Det ses, at der i følge P-value ikke sker nogen vekselvirkning mellem sealing og lim (AB) eller sealing og ældningstiden (AC), da P-value for begge vedkommende er over 5 %. Disse fjernes, så kun tofaktor-vekselvirkningen mellem lim og ældningstid (BC) står tilbage i modellen. En ny flersidet variansanalyse foretages, se Tabel 15, hvor hovedvirkningen sealing (A) undersøges for, om den er signifikant for modellen.

Tabel 15 - Flersidet variansanalyse.

Analysis of Variance for Tojning - Type III Sums of Squares					
Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
MAIN EFFECTS					
A:Seal	210,245	1	210,245	13,99	0,0005
B:Lim	686,727	3	228,909	15,23	0,0000
C:Age	119,238	2	59,619	3,97	0,0250
INTERACTIONS					
BC	231,418	6	38,5696	2,57	0,0300
RESIDUAL	766,422	51	15,0279		
TOTAL (CORRECTED)	2213,4	63			

$$R^2 = \frac{2213,4 - 766,422}{2213,4} \cdot 100 \% = 65,37 \%$$

$$s = \sqrt{15,0279} = 3,88$$

Alle de tilbageværende led i variansanalysen er signifikante. Der er sket yderligere et fald i forklaringsgraden (70,85 % – 65,37 %), Dette fald kan skyldes at tofaktorvekselvirkningen AC er på ca. 10 %, og dermed er tæt på at være signifikant.

Den endelige model for tøjningen bliver hermed:

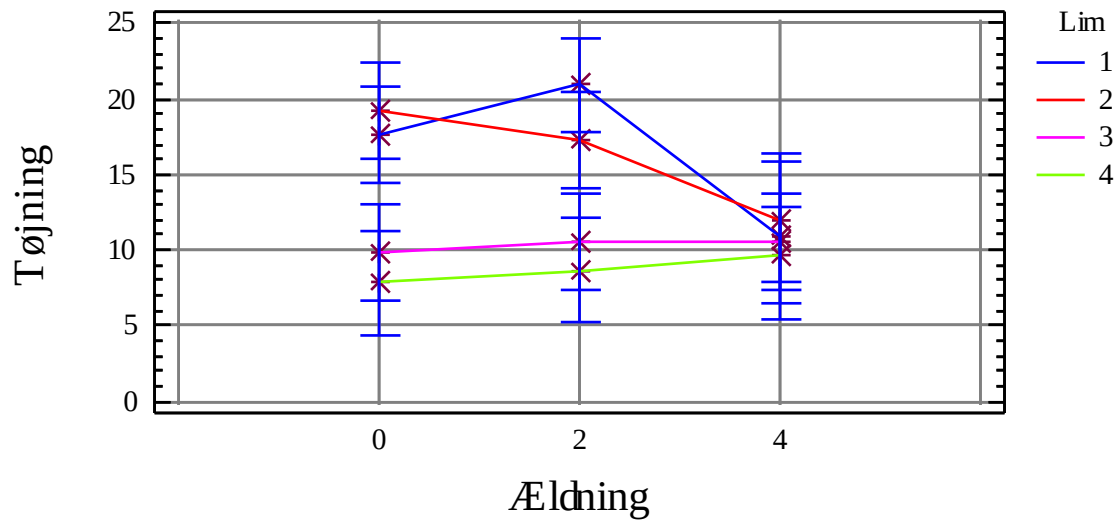
$$\text{Tøjning} = \mu + A + B + C + BC \pm \text{rest}$$

DK-værdien for den signifikante model kan beregnes.

$$DK = \frac{65,37}{74,31} \cdot 100 \% = 88 \%$$

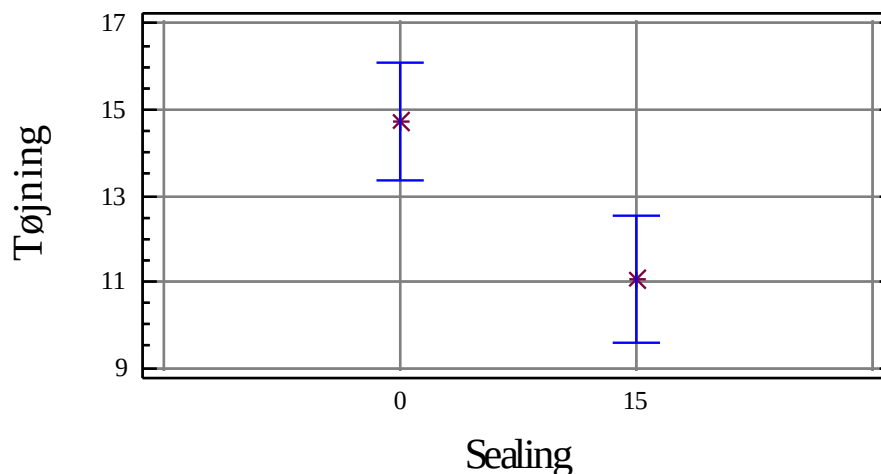
Det betyder, at der er mistet 12 % af forklaringsgraden, ved at udelade de ikke-signifikante led i modellen.

Modellen kan visualiseres ved at opstille et interaktionsplot, som Figur 22, hvor tøjningen over tid for de enkelte lime kan aflæses. Endvidere opstilles et meansplot, se Figur 23, der viser sealingens indflydelse på tøjningen.



Figur 22 – Interaktionsplot med konfidensinterval for tøjning, sealing [uger] og lim. Resultatet er midlet hen over de 2 sealingniveauer

På interaktionsplottet ses det, at tøjningen for lim 1 og 2 er højere ved starten af ældningsperiode end lim 3 og 4. Herefter sker der en udvikling, så der ved endt ældningsperiode, ikke umiddelbart kan skelnes mellem de fire lime idet konfidensintervallerne overlapper hinanden. Dermed er det ikke muligt til slut at vurdere hvilken lim, der har den højeste eller laveste tøjning.



Figur 23 - Meansplot for tøjning vs. sealing [uger].

Ud fra figuren kan det konstateres, at hvis sealing undlades i anodiseringsprocessen opnås højere værdier for tøjningen.

9.6.1 Opsummering - tøjning

Gennem den flersidede variansanalyse er de flerfaktorvekselvirkninger, som ikke har haft, eller kun har haft en ringe signifikans, blevet fjernet for at gøre modellen så simpel som muligt. Det viser sig, at tøjningen kun afhænger af hovedfaktorerne og en vekselvirkning mellem lim og ældning. For yderligere at undersøge den kvantitative faktor, ældning, foretages en regressionsanalyse.

9.6.2 Regressionsanalyse

Igennem regressionsanalysen opdeles det kvantitative led, ældning. Derved bliver den model der arbejdes ud fra som følger:

$$\text{Brudstyrke} = b_0 + A + B + b_1C + b_2C^2 + b_3BC + b_4BC^2 \pm s_0$$

Første del af analysen er identisk med den ensidede variansanalyse, mens den anden del viser en opsplitning af de led, som indgår i regressionsanalysen, se Tabel 16. Virkningerne og leddene i analysen vurderes herefter på baggrund af deres P-value.

Tabel 16 - Regressionsanalyse

Analysis of Variance for Tojning

Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
Model	1446,98	12	120,582	8,02	0,0000
Residual	766,422	51	15,0279		
Total (Corr.)	2213,4	63			

Type I Sums of Squares

Source	Sum of Squares	Df	Mean Square	F-Ratio	P-Value
Seal	170,626	1	170,626	11,35	0,0014
Lim	984,932	3	328,311	21,85	0,0000
Age	23,677	1	23,677	1,58	0,2151
Age*Age	36,3265	1	36,3265	2,42	0,1262
Lim*Age	140,477	3	46,8258	3,12	0,0341
Lim*Age*Age	90,9406	3	30,3135	2,02	0,1232
Residual	766,422	51	15,0279		

Total (corrected) 2213,4 63

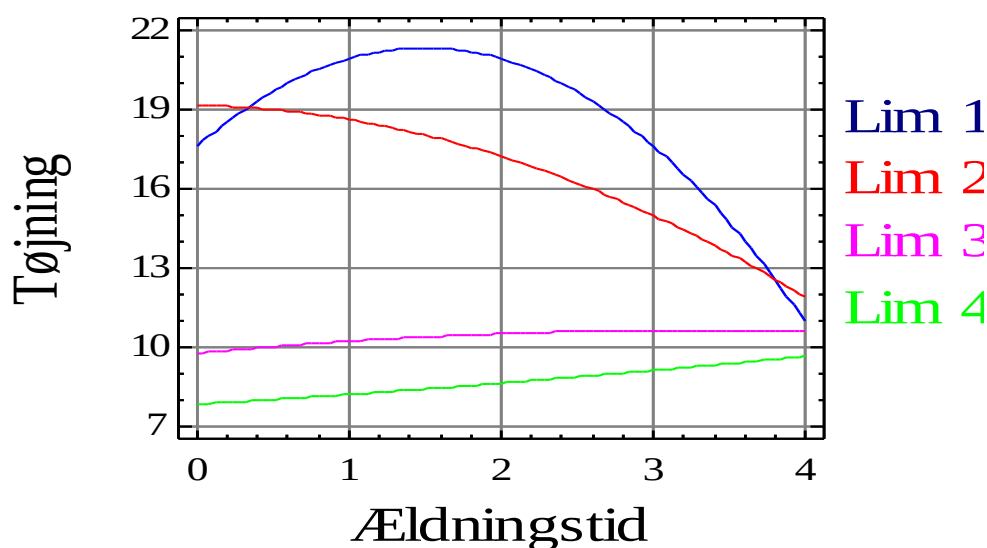
All F-ratios are based on the residual mean square error.

R-Squared = 65,3736 percent

R-Squared (adjusted for d.f.) = 57,2262 percent

Standard Error of Est. = 3,87658

Det ses, at modellen ikke kan reduceres yderligere ved en regressionsanalyse. På grundlag af regressionsanalysen kan tøjning mod ældningstid for de 4 forskellige lime afbildes, se Figur 24. Det har været nødvendigt af tekniske årsager at omskrive modellen således, at lim indgår i modellen som en kvantitativ faktor, for at få analyseprogrammet til at optegne de ønskede grafer.



Figur 24 - tøjning vs. ældningstid [uger] for de 4 lime.

Dette plot viser det samme billede af tøjningen over tid, som interaktionsplottet i den flersidede variansanalyse. Her er det dog muligt at se udviklingen i mellem niveauerne og ikke blot for 0, 2 og 4 uger.

Ved iagttagelse af kurverne, er det vigtigt at huske på, hvor stor spredning modellen udviser. Spredningen er fundet til 3,88, hvorved linjerne reelt kan ligge højere eller lavere end de gør på plottet.

9.7 Opsummering

Målingerne fra træktesten er behandlet statistisk, hvor brudstyrken og tøjningen er blevet undersøgt. En ensidet variansanalyse blev opstillet for at undersøge, om de udførte behandlinger har haft indflydelse på resultaterne af træktesten. Endvidere blev ensidede variansanalyse benyttet til at fjerne outliers og til at undersøge for, om de tre forudsætninger blev opfyldte. Ved undersøgelse af resultaterne for tøjningen viste det sig, at

residualerne følger 2 forskellige normalfordelinger, hvorved den ene forudsætning, varianshomogenitet, ikke blev opfyldt.

De signifikante modeller for både brudstyrke og tøjning blev begge fundet til:

$$\text{Brudstyrke} = \text{Tøjning} = \mu + A + B + C + BC \pm \text{rest}$$

For begges vedkommende ses det, at der sker en vekselvirkning mellem lim og ældning. Det kunne konstateres, at lim 2 har den højeste brudstyrke efter 4 uger, og at der ikke umiddelbart er forskel i brudstyrken for lim 1, 3 og 4. Lim 1 udviser et fald fra start til slut af ældningsperioden, hvor lim 3 og 4 er mere stabile. Tøjningen udvikler sig således, at der ikke umiddelbart kan skelnes mellem limenes tøjningsværdi efter endt ældningsperiode.

Et klart billede viser sig for sealingen. Den bedste vedhæftning af lim, og dermed højere måleværdier for træktesten, opnås på de ikke-sealede emner.

[26][27]

10 Diskussion

Det viste sig, at dataene for tøjningen følger to normalfordelinger. Dette kan give problemer, idet der ikke er varianshomogenitet i resultaterne, og P-value bliver derfor upålidelig. Nogle vekselvirkninger er sorteret fra på baggrund af denne P-value, selvom de var tæt på at være signifikante, og det har muligvis resulteret i en for simpel model for tøjningen. Det kan diskuteres, om dataene skulle have været delt op i to separate analyser. Dette havde givet mere reelle resultater, og måske bevirket, at de 4 limes konfidensintervaller ikke overlapper hinanden ved ældningstidens sluttidspunkt. Dette kan dog ikke antages uden yderligere undersøgelser.

På trods af visse problemer undervejs i det praktiske arbejde, viste det sig, at være en god beslutning at indføre trippelbestemmelse i stedet for dobbeltbestemmelse, som i første omgang var planen. Det gav naturligvis færre behandlinger, men idet der blev mistet en del emner bl.a. på grund af en defekt limpistol, har der alligevel været mindst et resultat for alle behandlingerne, også efter fjernelse af outliers.

Kurven for lim 1 stiger fra uge 0 til uge 2, hvorefter den falder betydeligt. Dette gælder for både brudstyrken og tøjningen. Det havde været hensigtsmæssigt at indføre en længere ældningsperiode, så udviklingen kunne undersøges nærmere. Det er ikke muligt at vurdere, om lim 1 fortsat vil falde kraftigt i styrke og tøjning, eller om kurven flader ud efter 4 uger. Også lim 2 falder stødt, og det kunne være interessant at se om denne tendens fortsætter efter 4. uge. Lim 3 og 4 opfører sig mere stabilt gennem perioden, så det formodes ikke, at de stiger eller falder voldsomt over en længere periode. Men ekstrapolering skal altid foretages med varsomhed, så der kan ikke siges noget med sikkerhed.

Da der i projektet ikke fokuseres på et specielt produktkrav eller eventuelle ydre omstændigheder, er det vanskeligt at vurdere, hvilken lim der bør vælges. Dette afhænger af krav til styrke, fleksibilitet, korrosion mm. Det er tydeligt, at den bedste vedhæftning af lim opnås, når der ikke seales, hvilket også er forventeligt, da de åbne porer bidrager til et større overfladeareal, og dermed en større overflade for limen at hæfte på. Det er dog ikke hensigtsmæssigt at undlade at seale, hvis produktet er udsat for korrosive stoffer, selvom det giver den højeste styrke og tøjning. Lim 2 er den, der viser sig som værende den bedste i forhold til styrken, men den består af to forskellige lime. Epoxy er anvendt som primer, og polyurethan er påført i midten. Det kræver mere, at skulle anvende to forskellige lime, idet primeren skal hærde op og blive "tacky", inden den næste lim påføres. Dette kan i nogle tilfælde vise sig at være for omstændig, og her vil en anden lim måske passe bedre på trods af en lavere styrke. Et kompromis må eventuelt indgås, så flest mulige - og ikke mindst de vigtigste - krav opfyldes. Derfor er det vigtigt at kende de præcise krav, inden valg af lim træffes.

11 Konklusion

Det er undersøgt hvorledes en limsamling i anodiseret aluminium, bliver påvirket af limvalg og forbehandling af aluminiumemnerne, samt en ældningsperiode på 4 uger ved 40 °C.

Ens signifikante modeller er fundet for både brudstyrke og tøjning. Det viser sig at der ikke er nogen vekselvirkning mellem alle 3 faktorer. Ligeledes er der ikke vekselvirkning mellem sealing og de øvrige faktorer. Der sker dog en vekselvirkning mellem lim og ældning.

Undersøgelsen viste, at brudstyrken for den limkombination der har epoxy som primer og polyurethan i midten, opnår den højeste brudstyrke i forhold til de 3 andre limkombinationer, der er undersøgt. For denne lim er der opnået brudstyrker på ca. 7,8 kN ved starten af ældningsperioden, det falder dog til ca. 6,5 kN efter 4 uger.

Ved limsamlinger hvor der udelukkende benyttes epoxy, er de næsthøjeste værdier for brudstyrken fundet. I dette tilfælde er der opnået brudstyrker på ca. 6,7 kN ved begyndelsen af ældningstiden, og ca. 4,7 kN ved sluttidspunktet.

Limsamlingerne hvor polyurethan optræder som primer, viser sig at holde en stabil brudstyrke hen over ældningsperioden. En kombination med epoxy, giver en højere brudstyrke ved start, end samlinger udelukkende med polyurethan. Henholdsvis 4,5 kN og 3,3 kN.

Tøjningen for de 4 limkombinationer er ligeledes blevet undersøgt. Her kan der ikke ses nogen nævneværdig forskel mellem limene, efter 4 uger.

Resultaterne for de to sealingniveauer taler sit tydelige sprog, og det kan konkluderes, at hvis aluminiumemnerne ikke seales i anodiseringsprocessen, opnås der højere brudstyrker.

12 Perspektivering

De statistiske undersøgelser for tøjningen viser, at residualerne for de limkombinationer, hvor epoxy fungerer som primer, følger to forskellige normalfordelinger. Hermed opnås der ikke varianshomogenitet, og der er derfor en del usikkerhed forbundet med at træffe beslutninger på baggrund af P-value. En mulighed kunne være at dele datasættet op i to, så dataene følger den samme normalfordeling, og bearbejde dem statistisk hver for sig. På den måde ville eventuelle outliers fremstå tydeligere, og en mindre spredning vil give bedre forklaringsgrad.

Der findes flere kovariabler som kunne være interessante at se på. Blandt andet kan det undersøges, om tykkelsen af det dannede oxidlag på overfladen af aluminiumemnerne, har indflydelse på vedhæftningen af lim.

Limfugens tykkelse vil variere, da en menneskelig faktor spiller ind, idet medlemmerne af projektgruppen ikke kan udfører processerne helt ens. Denne variation kan vise sig at påvirker resultaterne i positiv eller negativ retning, og denne bør derfor undersøges.

Bruddet efter træktesten kan enten være adhesivt eller kohesivt. Dette fortæller noget om vedhæftningen på emnerne og bindingerne i limen, og kan undersøges ved at betragte emnerne efter brud.

Endelig kunne ældningen udvides til også at omfatte forskellige miljøpåvirkninger af limfugen, for at undersøge mere praktiske forhold. Herudover bør påvirkninger fra en længere ældningsperiode undersøges.

13 Nomenklaturliste

Adhesiv: Samling mellem to materialer. Ved et adhesivt brud, går samlingen i stykker mellem lim og grundmateriale.

Bøhmit: Farveløst eller mælkehvidt lag af aluminiumoxidhydroxid på overfladen af aluminium.

Forvitring: Nedbrydning af fast fjeld eller sedimenter, forårsaget af de ydre geologiske kræfter. Der skelnes mellem fysisk forvitring, hvorved der foregår en mekanisk sønderdeling eller knusning, og kemisk forvitring hvor en langsom nedbrydning og omdannelse af bjergarternes mineraler finder sted.

Kapillærvirkning: Ved kontakt med smalle åbninger, spalter eller hulrum, vil en væske blive suget ind i disse.

Kohesiv: Interne kræfter i et klæbemiddel. Ved et kohesivt brud, går samlingen i stykker i limen.

Peeling: Skrælning. Emnerne skrælles fra hinanden.

SCE: Saturated Calomel Electrode, benyttes som reference til at måle det elektriske potentiale for galvaniske celler. Denne består af en kviksølv-elektrode i kontakt med Hg_2Cl_2 .

Shear test: Træktest hvor emnerne parallelforskydes.

Termohærdende: Materiale som hærder ved forhøjede temperaturer.

Termoplastisk: Et materiale som kan formes, når det opvarmes til en vis temperatur.

14 Litteraturliste

- [1] www.aluminium.org
- [2] Handouts fra kurser ved Force Technology
- [3] Aluminiumshåndbogen fra www.sasak.dk
- [4] Aluminium SIS handbok 12:2001. Juni 2001. SIS förlag AB. ISBN 91-7162-476-7.
- [5] Metallurgi for ingeniører 9. udgave 1. oplag. Poyteknisk Forlag 2001. Conrad Vogel, Celia Juhl, Ernst Maahn. ISBN: 87-502-0930-2.
- [6] Manufacturing Engineering And Technology 5th ed. 2006 Pearson Prentice Hall. Serope Kalpakjian, Steven R. Schmid. ISBN 0-13-148965-8.
- [7] Håndbogen om aluminiumsprofiler. SAPAs markedsafdeling, SAPA Danmark A/S. 1997.
- [8] Aluminium Technology, Applications, and Environment A profile of a modern metal 6th ed. 1998 The Aluminium Association, Dietrich G. Altenpohl. Inc. ISBN: 0-87339-406-2
- [9] Organic Chemistry 8th ed. 2004 John Wiley & Sons, Inc. T. W. Graham Solomons, Craig B. Fryhle. ISBN: 0-471-44890-7.
- [10] Limkompendium. Studiegruppen for limningsteknologi under Dansk forening for apparatteknik. Teknologisk Institut. Esbjerg Tekniske Bibliotek: 413106966.
- [11] Adhesives in civil engineering. Cambridge University Press 1992. G. C. Mays, A.R. Hutchison. ISBN: 0-521-01815-3.
- [12] <http://pslc.ws/mactest/eposyn.htm>
- [13] Handbook of composites. 1982 Van Nostrand Reinhold Company Inc. George Lubin. ISBN: 0-442-24897-0.
- [14] Handbook of adhesives and sealants. 2000 McGraw-Hill Companies. Edward M. Petrie. ISBN: 0-07-049888-1.
- [15] <http://www.hom-holm.dk/pur.htm>
- [16] E-nummer bogen 7. revideret udgave 1 oplag. 2008 Forlaget Libris. ISBN: 978-87-7853-040-0.
-

[17] Overfladebehandling af metaller –elektrolyse-. Kemi forlaget. Kirsten Frandsen. ISBN: 87-89782-00-3.

[18] Handouts fra workshop: Aluminium – det intelligente materialevalg til offshore/marine applikationer. 10. november 2010. ATV-SEMAPP.

[19] www.alucluster.com

[20] Overfladebehandling aluminium A3. 1. udgave, 1. oplag. 1993 Dansk Teknologisk Institut Forlaget. ISBN: 87-7756-313-1.

[21] Miljøprojekter Overfladebehandling I. Maj 1981 Teknologisk Institut. Tom Hansen. ISBN: 87-503-3729-7.

[22] <http://www.aluscan.dk/aluksering-eloxering.htm>

[23] <http://info.admet.com>

[24] <http://www.adhesives.org>

[25] Engineering Materials 1. 3'Ed. 2005 Elsevier Butterworth-Heinemann. ISBN 0-7506-6380-4. Michael F. Ashby, David R. H. Jones.

[26] Handouts fra minikursus i Statistisks Forsøgsplanlægning. 2010 Leif W. Jørgensen.

[27] Statistisk forsøgsplanlægning – Miniprojekt februar 2010. Helmar Träger et. al.

15 Indholdsfortegnelse

APPENDIKS 1 – ALUMINIUMS FYSISKE EGENSKABER	81
APPENDIKS 2 – LEGERINGSELEMENTER	82
APPENDIKS 3 – MODNINGSSKALA	83
APPENDIKS 4 – SVEJSEAPPARATERS OPBYGNING.....	84
APPENDIKS 5 – RÅDATA FOR ANODISERING	85
APPENDIKS 6 – FORSØGSPLAN	94
APPENDIKS 7 – OPRINDELIG FORSØGSPLAN.....	96
APPENDIKS 8 – MÅLING AF OXIDLAGTYKKELSE	98
APPENDIKS 9 – LIMNINGSRÆKKEFØLGE	102
APPENDIKS 10 – GODSTYKKELSE AF LIMFUGE	105
APPENDIKS 11 – IR SPEKTRE	108
BILAG 1 – SIKKERHEDSDATABLADE	110
BILAG 2 – SVOVLSYREANODISERING	134
BILAG 3 – STANDARD D1002-10	135

Appendiks 1 – Aluminiums fysiske egenskaber

Aluminiums fysiske egenskaber ses i tabellen herunder. [5]

Atomnummer	13
Atomvægt	26,98 g/mol
Krystalgitter	Kubiskfladecentreret fcc
Smeltepunkt	660,2 °C
Kogepunkt	2450 °C
Smeltevarme	389 J/g
Forbrændingsvarme til Al₂O₃	29000 J/g
Varmefylde ved 20 °C	0,88 J/g °C
Varmedningsevne ved 20 °C	220 W/m °C
Elektrisk ledningsevne	38,5 m/Ohm mm²
Størkningssvind	6,3 %
Støbesvind (modellemne)	1,7-1,8 %
Elasticitetsmodul	65000 MPa
Poissons forhold	0,33

Appendiks 2 – Legeringselementer

[3]

Kobber (Cu) giver meget høj styrke, der er sammenlignelig med konstruktionsstål. Duktiliteten og specielt svejsbarheden, reduceres betydeligt. Korrosionstendensen øges generelt. Sænker smeltepunktet.

Mangan (Mn) øger styrken gennem opløsningshærdning. Sænker smeltepunktet. Mangan gavner styrken og modstandsdygtigheden overfor korrosion, men er ikke så effektivt som magnesium.

Silicium (Si) giver noget øget styrke, men normalt forringet duktilitet. I kombination med magnesium opstår muligheden for modningshærdning gennem udskillelse af Mg-Si-partikler i strukturen. Silicium sænker også smeltepunktet uden at give anledning til sprødhedsfænomener, og benyttes i støbelegeringer og i svejsetråd. Kombinationen Si og Mg fremmer modningshærdningseffekten og giver en lettere formbar legering i varm tilstand.

Magnesium (Mg) forekommer i mange typer af aluminiumslegeringer. Magnesium giver en meget effektiv opløsningshærdning, men indgår også i flere modningshærdede systemer, og øger styrken ved deformationshærdning. Øger korrosionsmodstanden. Magnesium tilsættes i mængder op til ca. 7 %. Styrken øges med stigende indhold af Mg. Ved Mg mængder over 3 % bliver legeringen følsomt overfor spændingskorrosion ved drifttemperaturer på over 65°C i marine miljøer. Dette kan eksempelvis være et problem tæt på udstødninger på skibe.

Zink (Zn) giver i kombination med magnesium mulighed for opnåelse af meget stor styrke gennem modningshærdning. Zink kan ikke siges at være gavnlige for svejsbarheden generelt, men zinklegeret aluminium er i forhold til sin høje styrke rimelig godt svejsbart, ligesom det ofte genvinder styrken efter svejsning alene ved lagring ved stuetemperatur (> ca. 30 dage). Korrosionstendensen øges i almindelighed (f.eks. spændings- og lagdelingskorrosion (exfoliationskorrosion)). Sænker smeltepunktet.

Nikkel (Ni) tilsættes for at øge styrken specielt ved forhøjede temperaturer.

Titanium (Ti) er en finkorns danner, for dermed forbedrede mekaniske egenskaber og/eller korrosionsmodstandsdygtigheden. Hæver som det eneste legeringselement smeltepunktet ganske betragteligt.

Litium (Li) er et relativt nyt legeringselement, der reducerer massefylden og øger elasticitetsmodulet.

Scandium (Sc) er som legeringselement også nyt. Bruges hovedsageligt som styrkeforøger.

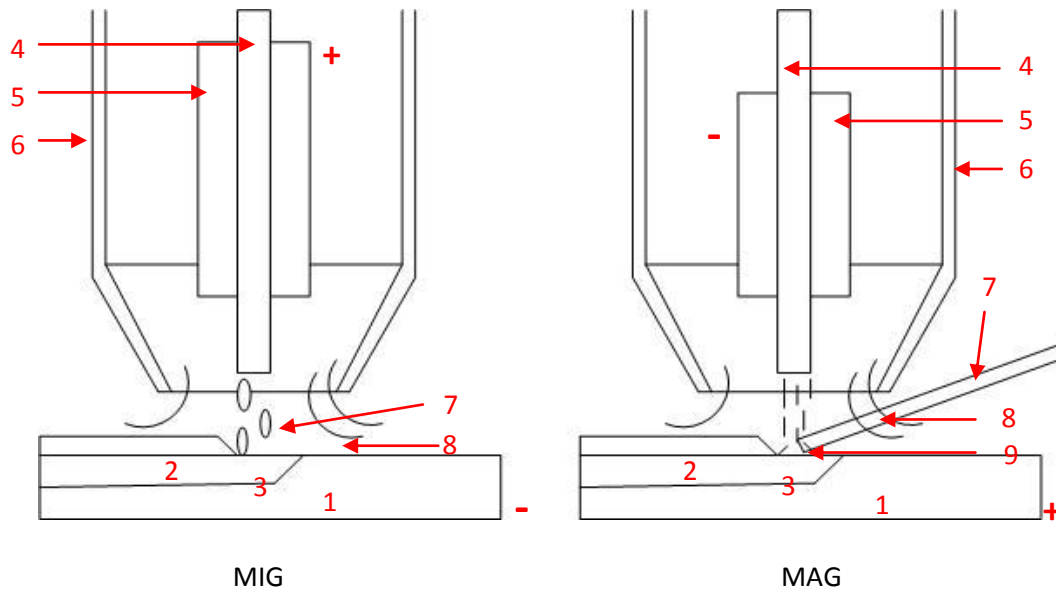
Appendiks 3 – Modningsskala

Herunder ses en tabel over forskellige modningsprocedurer.

T1	Materialet er kølet fra en formningsproces med forhøjet temperatur og naturligt modnet til en stabil tilstand.
T2	Materialet er kølet fra en formningsproces med forhøjet temperatur, kolddeformeret og naturligt modnet til en stabil tilstand.
T3	Materialet er opløsningsglødet, kolddeformeret og naturligt modnet til en stabil tilstand.
T4	Materialet er opløsningsglødet ved opløsningstemperatur og derefter naturligt modnet til en stabil tilstand.
T5	Materialet er opløsningsglødet ved bearbejdningstemperatur (for eksempel ekstruderingsstemperatur) og derefter kunstigt modnet. Bearbejdningstemperaturen behøver ikke svare til fuld opløsningstemperatur.
T6	Materialet er blevet opløsningsglødet ved opløsningstemperatur (450 – 530 °C) og derefter kunstigt modnet. (Ekstruderede produkter i 6000-serien får gerne betegnelsen T6 selvom ekstruderingsstemperaturen kan ligge noget under ideel opløsningstemperatur.)
T7	Materialet er opløsningsglødet, overmodnet og stabiliseret.
T8	Materialet er opløsningsglødet, kolddeformeret og kunstigt modnet.
T9	Materialet er opløsningsglødet, kunstigt modnet og kolddeformeret.
T10	Materialet er kølet fra en formningsproces med forhøjet temperatur, kolddeformeret og kunstigt modnet.

Appendiks 4 – Svejseapparaters opbygning

[2]



1 Arbejdsemne

2 Svejsemetal

3 Smeltebad

4 Svejsetråd

5 Kontaktdyse

6 Gaskop

7 Lysbue

8 Gaszone

1 Arbejdsemne

2 Svejsemetal

3 Smeltebad

4 Wolframelektrode

5 Kontaktdyse

6 Gaskop

7 Svejsetråd

8 Gaszone

9 Lysbue

Appendiks 5 – Rådata for anodisering

I følgende tabeller ses notater taget under anodiseringen i laboratoriet. De dobbelte streger indikerer skift af skyllevand.

Dato: 10.05.10

Vask af emner: Mette

Rumtemp. Start: 21,5 °C / Slut: 22,0 °C

Emnenr.	Helmer	Mette	Temp. NaOH	H2SO4 temp. start/slut	dem.vand temp °C		Ampere start/slut	Usikkerhed/andet	Ældning, # uger		
					1	3			0	2	4
28 B	x		39	20/15	20,5	21,8	0,8/0,8				x
51 A		x	41	14/20	20,5	22	0,7/0,9			x	
46 A	x		40	17/17	20	22	0,9/1,0		x		
8 B		x	38	16/19	22	23	0,9/1,0				x
50 B	x		40	17/18	22	23	1,0/0,9				x
71 B		x	41	16,5/17,5	22	23	1,0/0,9		x		
7 A	x		41	16/18	22	23	0,9/1,0			x	
59 B		x	42	17/19	21,5	22	1,0/1,0				x
9 B	x		42	17/19	21	22	0,9/0,9	sealing temp. 80 °C	x		
61 A		x	43	18/17	21,5	22	0,1/0,8	sealing temp. 86 °C	x		
21 B	x		39	16/16	21,5	22	0,1/0,9		x		
57 A		x	40	16/18	21	22	0,9/0,9		x		

Dato: 11.05.10

Vask af emner: Helmar

Rumtemp. Start: 22,0 °C / Slut: 22,0 °C

Emnenr.	Helmer	Mette	Temp. NaOH	H2SO4 temp. start/slut	dem.vand temp °C		Ampere start/slut	Usikkerhed/andet	Ældning, # uger		
					1	3			0	2	4
29 B		x	39	19/18	20,5	21,5	1,0/0,8				x
72 B	x		41	16/18	20,5	21	1,0/1,0		x		
53 A		x	41	17/17	20,5	21,5	0,9/1,0			x	
12 A	x		41	17/17,5	21,5	21,5	1,0/0,9			x	
24 B		x	40	16/16	21	22	0,8/0,8			x	
11 B	x		40	16/16	21	22,5	1,0/0,8		x		
64 B		x	40	15,5/18	20,5	21,5	0,9/1,0				x
59 A	x		39,5	17/17	20,5	21,5	1,0/0,9				x
13 A		x	40	17/18	20,5	21,5	1,0/0,8				x
50 A	x		40	17/17	22	22	1,0/0,9				x
22 A		x	40	16/17	21,5	22	1,0/0,9			x	
20 B	x		40	17/18	21	22	1,0/0,9				x

Dato: 12.05.10

Vask af emner: Mette

Rumtemp. Start: 21,5 °C / Slut: 22,0 °C

					dem.vand temp °C		Ældning, # uger				
Emnenr.	Helmer	Mette	Temp. NaOH	H2SO4 temp. start/slut	1	3	Ampere start/slut	Usikkerhed/andet	0	2	4
	x		38,5	17/16	20,5	22	0,9/0,8			x	
		x	39,5	16/17,5	20,5	22	0,9/0,8			x	
	x		39,5	16/16	20,5	22	0,7/0,8	Skiftede næb			x
		x	40	16,5/19	21	22	0,9/1,0			x	
	x		40	18,5/15	21	22	1,0/0,7				x
		x	40	15/16	21	22	0,8/0,8				x
	x		40	16/16,5	22	22	0,9/0,7				x
		x	40,5	16/16	21,5	22,5	0,8/0,8				x
	x		40,5	16/16	21,5	22	0,8/0,8			x	
		x	40,5	15,5/17	22	22	0,8/0,8				x
	x		40,5	16,5/19,5	21,5	22	1,0/0,9		x		
		x	40	18/16	21	22	1,0/0,7		x		

Dato: 13.05.10

Vask af emner: Helmar

Rumtemp. Start: 21,0 °C / Slut: 21,5 °C

					dem.vand temp °C		Ældning, # uger				
Emnenr.	Helmer	Mette	Temp. NaOH	H2SO4 temp. start/slut	1	3	Ampere start/slut	Usikkerhed/andet	0	2	4
		x	39	16/16,5	22	22	0,1/0,8		x		
	x		40,5	16/16	21,5	22	0,8/0,8		x		
		x	41	16/16	21	22	0,8/0,8		x		
	x		41,5	16/17	21	22	0,7/0,8				x
		x	40	17/17	21	21,5	0,9/0,8			x	
	x		39,5	16/15	21	22	0,8/0,7			x	
		x	39	15/17	22	22	0,8/0,8			x	
	x		40	16/15	21,5	22	0,9/0,7			x	
		x	40,5	15/16	21	22	0,8/0,7			x	
	x		41	15/16	22	22	0,8/0,7			x	
		x	41	16/18	21,5	22	0,8/0,8			x	
	x		4105	18/17	21	22	0,8/0,8			x	

Dato: 14.05.10

Vask af emner: Helmar

Rumtemp. Start: 21,0 °C / Slut: 21,5 °C

Emnenr.	Helmer	Mette	Temp. NaOH	H2SO4 temp. start/slut	dem.vand temp °C		Ampere start/slut	Usikkerhed/andet	Ældning, # uger		
					1	3			0	2	4
1 B		x		14/16,5	21	22	0,8/0,8		x		
19 A	x			15/17	21,5	22	0,8/0,8		x		
56 A	x			16/17	20	21,5	1,0/0,9		x		
70 B		x		16,5/18	20	22	1,0/1,0			x	
13 B		x		17/16	21	22	0,8/0,8				x
57 B	x			16/16	21	22	0,9/0,8		x		
46 B		x		15/14,5	21	22	0,7/0,7		x		
52 B	x			14,5/18	21	22	0,8/0,9				x
29 A		x		18/15	21	22	1,0/0,8				x
60 A	x			15/17	22	22	0,8/0,9		x		
44 B		x		16/17	21	22	0,9/0,8			x	
41 B	x			15/16	21	22	0,8/0,8			x	

Dato: 15.05.10

Vask af emner: Helmar

Rumtemp. Start: 21,0 °C / Slut: 21,0 °C

Emnenr.	Helmer	Mette	Temp. NaOH	H2SO4 temp. start/slut	dem.vand temp °C		Ampere start/slut	Usikkerhed/andet	Ældning, # uger		
					1	3			0	2	4
48 A		x	39	15/1405	22	22	0,3/0,8	Bly ikke vågnet!		x	
48 B	x		38	15/18	22	22	0,9/1,0			x	
71 A		x	39	16/16,5	21	22	0,9/0,8		x		
45 A	x		39	15/17	21	22	0,9/0,9			x	
6 B		x	40	17/16,5	21	22	1,0/0,9				x
47 B	x		40	16/16,5	21	22	0,9/0,8			x	
20 A		x	40,5	16,5/17	22	22	1,0/0,8				x
35 A	x		40,5	15/15	22	22	0,9/0,8				x
40 B		x	40,5	14,5/17	21	22	0,8/0,9		x		
72 A	x		40,5	16/18	21	22	1,0/1,0		x		
7 B		x	40	19/17,5	21	22	1,0/0,9			x	
54 A	x		41	17/15	21	22	1,0/0,8		x		

Dato: 18.05.10

Vask af emner: Mette

Rumtemp. Start: 20,5 °C / Slut: 21,0 °C

Emnenr.	Helmer	Mette	Temp. NaOH	H2SO4 temp. start/slut	dem.vand temp °C		Ampere start/slut	Usikkerhed/andet	Ældning, # uger		
					1	3			0	2	4
68 B	x		41	18/16	22	23	1,0/0,8		x		
58 A		x	40	15,5/15	21	22	0,9/0,7			x	
64 A	x		38	15/17	21	22	0,8/0,8				x
17 B		x	39	16/15	21	21,5	0,9/0,6		x		
17 A	x		39	14/18	21	21,5	0,7/0,9		x		
25 B		x	40	18/18	21	21,5	0,9/0,9				x
44 A		x	40	16/15	21	22	1,0/0,7			x	
33 B	x		39	15/16	21,5	22	0,8/0,8			x	
27 B	x		39	16/16,5	21	22	0,9/0,7				x
51 B		x	40	16/15	22	22	0,7/0,6			x	
63 B	x		39	14/16	21	22	0,8/0,7				x
19 B		x	40	16/16	21,5	22	0,7/0,8		x		

Dato: 19.05.10

Vask af emner: Mette

Rumtemp. Start: 21 °C / Slut: 21,5 °C

Emnenr.	Helmer	Mette	Temp. NaOH	H2SO4 temp. start/slut	dem.vand temp °C		Ampere start/slut	Usikkerhed/andet	Ældning, # uger		
					1	3			0	2	4
9_A		x	39,5	14/19	21	21	0,8/1,0		x		
40 A	x		39,5	18/16	21	21,5	1,0/0,9		x		
43 B		x	39	15/14	21	21,5	0,8/0,6				x
31 A		x	40	13/16	21	21,5	0,8/0,8		x		
2_A	x		40,5	16/16	21,5	21,5	0,9/0,8		x		
37 A	x		39	15/16	21	21,5	0,9/0,9				x
3 B		x	39,5	16/17	22	22	0,9/0,8			x	
37 B	x		39	16/15	21,5	22	0,8/0,7				x
14 A		x	40	15/15	21,5	22	0,8/0,8			x	
25 A	x		39,5	16/15,5	22	21,5	0,9/0,8				x
67 B		x	40	15,5/16,5	21,5	22	0,8/0,8				x
58 B	x		39,5	16/15	21	22	1,0/0,7			x	

Dato: 21.05.10

Vask af emner: Helmar

Rumtemp. Start: 21,5 °C / Slut: 23,5 °C

Emnenr.	Helmer	Mette	Temp. NaOH	H2SO4 temp. start/slut	dem.vand temp °C		Ampere start/slut	Usikkerhed/andet	Ældning, # uger		
					1	3			0	2	4
60 B		x	38	15/16	21,5	22,5	0,9/0,8		x		
39 B	x		44	16/16	21	22,5	0,8/0,8		x		
36 B		x	41,5	15/16	21,5	22,5	0,9/0,9			x	
47 A	x		39	16/17	22	22,5	1,0/1,0			x	
30 A		x	39	17/16	21,5	22,5	1,0/0,8		x		
35 B	x		39	16/16	21	22,5	0,8/0,8				x
38 A		x	39	16/15,5	21,5	23	1,0/0,8			x	
65 A	x		40,5	15/14	22	23	0,9/0,7				x
67 A		x	41	14/16	22	23	0,7/0,8				x
55 A	x		42	15/16	23	23	1,0/0,8		x		
56 B		x	40	16/14	22	23	0,9/0,6		x		
33 A	x		38,5	13/17	22	23	0,7/0,8			x	

Dato: 31.05.10

Vask af emner: Mette

Rumtemp. Start: 21,5 °C / Slut: 21,5 °C

Emnenr.	Helmer	Mette	Temp. NaOH	H2SO4 temp. start/slut	dem.vand temp °C		Ampere start/slut	Usikkerhed/andet	Ældning, # uger		
					1	3			0	2	4
2 B	x		43	16/17	20,5	21	0,9/0,9		x		
14 B		x	41	17/15	20,5	21	0,9/0,6			x	
66 B	x		39	15/20	20,5	21,5	0,9/1,0			x	
52 A		x	43	18,5/15	21	21,5	1,0/0,6				x
65 B	x		42	14/17	21	21,5	0,7/0,8				x
63 A		x	40,5	17/15	20,5	22	0,8/0,7				x
27 A		x	41	15,5/16	22	22	0,9/0,7				x
24 A	x		40	15/13	21	22	0,7/0,6			x	
16 B	x		40,5	13/17	21	22	0,6/0,9	Skiftede næb			x
54 B		x	41	16/14	21	22	0,9/0,6		x		
49 B	x		40	14/17	21	22	0,6/0,8				x
12 B		x	40	17/14	21	22	0,9/0,6			x	

Dato: 01.06.10

Vask af emner: Helmar

Rumtemp. Start: 21,0 °C / Slut: 23,0 °C

Emnenr.	Helmer	Mette	Temp. NaOH	H2SO4 temp. start/slut	dem.vand temp °C		Ampere start/slut	Usikkerhed/andet	Ældning, # uger		
					1	3			0	2	4
62 B		x	38	16,5/18	21	21	1,0/0,9				x
32 B	x		39,5	17/15	21	21	1,0/0,7				x
42 A		x	39	15/16	21	21	0,9/0,8			x	
68 A	x		41	16/15	20	21	0,9/0,7		x		
26 A		x	41	14/16	21	21	0,7/0,8				x
39 A		x	39,5	16,5/15	21	21	1,0/0,8		x		
69 A		x	39	15/16	22	22,5	0,8/0,8			x	
36 A	x		40	17/16	22	23	1,0/0,7			x	
5 B	x		40	15,5/19	22	23	0,8/1,0				x
11_A	x		40	18,5/15,5	22	23	1,0/0,7		x		
16 A		x	40	15/13	22	23	0,8/0,6				x
15 B	x		40,5	12,5/18	22	22	0,8/1,0			x	

Dato: 02.06.10

Vask af emner: Mette

Rumtemp. Start: 21,5 °C / Slut: 23,0 °C

Emnenr.	Helmer	Mette	Temp. NaOH	H2SO4 temp. start/slut	dem.vand temp °C		Ampere start/slut	Usikkerhed/andet	Ældning, # uger		
					1	3			0	2	4
18 A		x	38	13,5/17	21	22	0,6/0,8		x		
28 A	x		39	16,5/14	21	22	0,7/0,6				x
26 B		x	39,5	14/17,5	21	21,5	0,6/0,9				x
31 B	x		39,5	17/16	22	23	1,0/0,8		x		
53 B		x	40	16/17	22	23	0,9/0,9			x	
15 A	x		39,5	17/16	21,5	23	0,9/0,7			x	
55 B		x	40	16/17	22	22	0,8/0,8		x		
23 A	x		40,5	17/17,5	21,5	22,5	0,9/0,8		x		
18 B		x	41	17,5/17	21,5	23	0,8/0,8		x		
10 B	x		41,5	17/17,5	22,5	22,5	0,9/0,8		x		
42 B		x	42	15,5/19	22	23	0,7/0,9			x	
1_A	x		41	18/17	22	23	1,0/0,8		x		

Følgende emner er anodiseret på ny.

Dato: 21.09.10

Rumtemp. Start: 21,5 °C / Slut: 22 °C

Emnenr.	Helmer	Mette	Temp. NaOH	H2SO4 temp. start/slut	dem.vand temp °C		Ampere start/slut	Usikkerhed/andet	Ældning, # uger		
					1	3			0	2	4
71 B	x		43	13/20	20	20	0,6/1,0		x		
1 B		x	40,5	18/16	21	20	1,0/0,7		x		
67 B	x		40	15/16	21	20	0,8/0,7		x		
15 B		x	40	16/19	21	21	0,9/1,0		x		
52 B	x		39	18/16	21	21	1,0/0,7		x		
20 B		x	40	18/20	21	21	0,9/0,9		x		
70 A	x		40	19/16	22	21	0,9/0,7		x		
49 B		x	40	15,5/17	22	21	0,7/0,7		x		
70 B	x		40	17/15	22	21	0,8/0,6		x		
33 B		x	40	15/17	21	21	0,7/0,7		x		
67 B	x		40	16/17	21	21	0,7/0,7		x		
15 A		x	40	16/18	21	21	0,8/0,8		x		

Dato: 23.09.10

Rumtemp. Start: 23 °C / Slut: 23 °C

Emnenr.	Helmer	Mette	Temp. NaOH	H2SO4 temp. start/slut	dem.vand temp °C		Ampere start/slut	Usikkerhed/andet	Ældning, # uger		
					1	3			0	2	4
69 B		x	39	14/14	21	20,5	0,8/0,6		x		
71 A	x		41	16/18	21	21	0,7/0,8		x		
49 A		x	43	19/16	21	21,5	1,0/0,7		x		
69 A	x		41	16/16	21	22	0,7/0,6		x		
23A		x	39	16,5/16	22	21,5	0,8/0,7		x		
1_A	x		39	16/15	22	21	0,7/0,6		x		
52 A		x	41	15/15	22	21	0,7/0,6		x		
30 A	x		40	15/17	23	23	0,7/0,7		x		
33 A		x	41	17/17	22	22	0,8/0,8		x		
65 B	x		41	16/17	22	21	0,7/0,7		x		
23 B		x	39	17/17	22	22	0,8/0,8		x		
65 A	x		39	17/17	22	21	0,7/0,7		x		

Dato: 08.09.10

Rumtemp. Start: 22 °C / Slut: 23 °C

dem.vand temp °C								Ældning, # uger			
Emnenr.	Helmer	Mette	Temp. NaOH	H2SO4 temp. start/slut	1	3	Ampere start/slut	Usikkerhed/andet	0	2	4
39 B	x		39	14/18	22	21	0,6/0,8			x	
37 A		x	42	18/17	22	20	1,0/0,8			x	
63 B	x		40	16/14	22	20	0,8/0,6			x	
9 B		x	39	14/16	22	21	0,6/0,7			x	
51 A	x		42	16/18	22	21	0,8/0,8			x	
9_A		x	39	17/15	22	21	0,9/0,8			x	
56 B	x		39	14/14	22	22	0,7/0,6			x	
19 B		x	40	14/16	22	22	0,6/0,7			x	
16 B	x		41	15/16	22	22	0,6/0,7			x	
39 A		x	40	18/20	22	22	1,0/1,0			x	
28 B	x		41	18/15	22	22	1,0/0,6			x	
38 A		x	40	14/15	21	22	0,6/0,7			x	

Dato: 09.09.10

Rumtemp. Start: 22 °C / Slut: 22,5 °C

dem.vand temp °C								Ældning, # uger			
Emnenr.	Helmer	Mette	Temp. NaOH	H2SO4 temp. start/slut	1	3	Ampere start/slut	Usikkerhed/andet	0	2	4
19 A		x	38	17/19	22	21	0,7/1,0			x	
28 A	x		40	19/16	22	21	1,0/0,8			x	
37 B		x	40	16/14	22	21	0,8/0,6			x	
8_A	x		41	14/16	22	22	0,6/0,7			x	
8 B		x	41	16/16	22	22	0,8/0,8			x	
56 A	x		39	17/18	22	22	1,0/0,8			x	
38 B		x	40	16/16	22	22	1,0/0,8			x	
16 A	x		40	16/17	22	22	0,8/0,8			x	
51 B		x	41	17/17	22	2	1,0/0,8			x	
36 A	x		41	17/15	23	22	0,9/0,7			x	
58 B		x	41	14,5/18	22,5	22	0,7/0,8			x	
58 A	x		40	18/16	22	22	1,0/0,7			x	

Dato: 17.08.10

Rumtemp. Start: 23 °C / Slut: 23 °C

Emnenr.	Helmer	Mette	Temp. NaOH	H2SO4 temp. start/slut	dem.vand temp °C		Ampere start/slut	Usikkerhed/andet	Ældning, # uger		
					1	3			0	2	4
26 A		x	39	15/19	23	22	0,8/0,8				x
35 A	x		39	18/17	22,5	23	0,8/0,7				x
22 B		x	38	15,5/18	22,5	22	0,8/0,8				x
59 A	x		39	15/16	23	23	0,8/0,7				x
14 B		x	41	15/18	23	23	0,7/0,9				x
44 A	x		40	16,5/14	23	22	0,9/0,7				x
40 B		x	39	16/17	23	23	0,8/0,9				x
31 B	x		39	17/17	23	23	0,9/0,8				x
35 B		x	39,5	16/15	22	23	0,8/0,7				x
53 A	x		339	14/16,5	23	23	0,7/0,7				x
57 B		x	40	15,5/16	22	23	0,8/0,8				x
46 B	x		40,5	17/17	23	23	0,8/0,8				x

Dato: 18.08.10

Rumtemp. Start: 22 °C / Slut: 22 °C

Emnenr.	Helmer	Mette	Temp. NaOH	H2SO4 temp. start/slut	dem.vand temp °C		Ampere start/slut	Usikkerhed/andet	Ældning, # uger		
					1	3			0	2	4
53 B	x		43	17/15	22	22	0,7/0,6				x
20 A		x	42	15/17	22	22	0,7/0,7				x
14 A	x		37	17/19	22	22	0,8/0,9				x
57 A		x	40	18,5/14	23	22,5	1,0/0,6				x
40 B	x		41	15/17	23	22	0,7/0,7				x
22 A		x	42	16/17	22,5	22	0,8/0,8				x
44 B		x	40	16/17	22	22,5	0,9/0,8				x
46 A	x		37	15/16	22,5	22	0,8/0,8				x
20 B	x		40	17/16	22	22	0,8/0,8				x
31 A		x	41	16/20	22	22	0,8/1,0				x
26 B		x	41	20/16	22	22	1,0/0,8				x
59 A	x		41	16/18	22	22	0,8/0,8				x

Appendiks 6 – Forsøgsplan

I tabellen herunder ses forsøgsplanen der er arbejdet ud fra. Værdier for brudstyrke og tøjning fundet ved træktest er også inkluderet.

Emne	Rk	nr_BEHL	nr_træk	BEHL	seal	lim	ældning	Brudstyrke [kN]	Tøjning [%]
23	1	57	1	1	0	1	0	8,123882198	26,39074616
1	2	61	2	1	0	1	0	8,197819857	27,94127326
33	3	49	3	1	0	1	0	7,116278315	15,65165189
15	10	54	4	4	0	2	0	8,127056664	21,61322435
65	11	52	5	4	0	2	0	7,965847021	18,55316274
49	12	62	6	4	0	2	0	8,065897643	27,03532406
71	19	67	7	7	0	3	0	4,820132813	10,52096153
30	20	66	8	7	0	3	0	4,619861328	10,54466928
70	21	56	9	7	0	3	0	5,821024604	12,39313009
69	28	65	10	10	0	4	0	3,14803504	8,101196289
52	29	55	11	10	0	4	0	5,180001615	11,5585434
67	30	50	12	10	0	4	0	3,413062165	8,400419073
68	37	68	13	13	15	1	0	5,399530708	11,40238656
72	38	59	14	13	15	1	0	4,802966797	10,02120407
48	39	58	15	13	15	1	0	6,717945313	14,28401627
45	46	53	16	16	15	2	0	7,026935547	13,99325086
43	47	69	17	16	15	2	0	7,923330835	17,71734027
29	48	63	18	16	15	2	0	7,695984522	16,07699886
10	55	71	19	19	15	3	0	4,168616364	9,216213015
11	56	64	20	19	15	3	0	3,266151063	7,382547802
34	57	60	21	19	15	3	0	3,965690009	8,576660156
24	64	72	22	22	15	4	0	2,576993779	6,132858678
25	65	51	23	22	15	4	0	2,817416992	6,890869141
6	66	70	24	22	15	4	0		
38	4	35	25	2	0	1	2	7,686648567	16,58280066
8	5	31	26	2	0	1	2	8,07950375	28,34665107
28	6	40	27	2	0	1	2	8,136266348	24,1796661
9	13	37	28	5	0	2	2	7,888769048	20,0456917
39	14	29	29	5	0	2	2	7,800660277	18,72330511
36	15	33	30	5	0	2	2	8,115968554	23,00833705
51	22	46	31	8	0	3	2	5,142361328	11,72234013
16	23	48	32	8	0	3	2	4,859661317	11,0402648
37	24	45	33	8	0	3	2	4,152447266	10,38234528
19	31	32	34	11	0	4	2	3,663623994	9,777561374
56	32	25	35	11	0	4	2	4,092903554	10,35055567
58	33	34	36	11	0	4	2	5,11184375	11,42666394
41	40	47	37	14	15	1	2	7,240454186	15,29815466
64	41	27	38	14	15	1	2	8,249943577	29,49262111
62	42	42	39	14	15	1	2	5,266338867	11,62553968
18	49	36	40	17	15	2	2	6,420285156	13,01509338

55	50	41	41	17	15	2	2	6,793859409	14,71961897
7	51	39	42	17	15	2	2	6,443649422	13,8439601
47	58	44	43	20	15	3	2	3,809124512	9,384838687
50	59	26	44	20	15	3	2	4,608250321	10,61603508
5	60	43	45	20	15	3	2	4,230648438	9,950132089
60	67	38	46	23	15	4	2		
21	68	28	47	23	15	4	2	3,002315918	7,736605762
12	69	30	48	23	15	4	2	2,252728027	5,749605603
57	7	19	49	3	0	1	4		
46	8	11	50	3	0	1	4	4,635308119	10,48882332
44	9	22	51	3	0	1	4		
22	16	18	52	6	0	2	4	0,3682100307	3,521829026
59	17	1	53	6	0	2	4	7,7375789	20,46984493
26	18	10	54	6	0	2	4	4,993312827	11,69317586
40	25	9	55	9	0	3	4	4,85884932	12,32886569
31	26	17	56	9	0	3	4	4,012401255	10,85775648
53	27	24	57	9	0	3	4	4,30241381	10,5269963
14	34	4	58	12	0	4	4	4,224170898	10,61890291
35	35	3	59	12	0	4	4	3,328514939	9,562532891
20	36	16	60	12	0	4	4	4,199375	10,4574018
2	43	20	61	15	15	1	4		
61	44	15	62	15	15	1	4		
3	45	2	63	15	15	1	4	4,643787109	11,45019531
66	52	21	64	18	15	2	4		
13	53	23	65	18	15	2	4		
63	54	5	66	18	15	2	4	6,745685547	15,51934029
54	61	8	67	21	15	3	4	2,723087402	8,643449864
17	62	14	68	21	15	3	4	3,830611651	10,62416264
42	63	6	69	21	15	3	4	3,841432433	10,54400869
4	70	12	70	24	15	4	4	3,088951638	9,140129907
32	71	7	71	24	15	4	4	2,922922499	9,026162906
27	72	13	72	24	15	4	4	2,898675126	9,192676875

Appendiks 7 – Oprindelig forsøgsplan

I dette appendiks ses den forsøgsplan, der oprindeligt blev opstillet i forbindelse med laboratoriearbejdet.

Rk	nr	BEHL	seal	lim	age
1	23	1	0	1	0
2	1	1	0	1	0
3	33	2	0	1	3
4	38	2	0	1	3
5	8	3	0	1	6
6	28	3	0	1	6
7	57	4	0	2	0
8	46	4	0	2	0
9	44	5	0	2	3
10	15	5	0	2	3
11	65	6	0	2	6
12	49	6	0	2	6
13	9	7	0	3	0
14	39	7	0	3	0
15	36	8	0	3	3
16	22	8	0	3	3
17	59	9	0	3	6
18	26	9	0	3	6
19	71	10	0	4	0
20	30	10	0	4	0
21	70	11	0	4	3
22	51	11	0	4	3
23	16	12	0	4	6
24	37	12	0	4	6
25	40	13	2	1	0
26	31	13	2	1	0
27	53	14	2	1	3
28	69	14	2	1	3
29	52	15	2	1	6
30	67	15	2	1	6
31	19	16	2	2	0
32	56	16	2	2	0
33	58	17	2	2	3
34	14	17	2	2	3
35	35	18	2	2	6
36	20	18	2	2	6
37	68	19	2	3	0
38	72	19	2	3	0
39	48	20	2	3	3
40	41	20	2	3	3

41	64	21	2	3	6
42	62	21	2	3	6
43	2	22	2	4	0
44	61	22	2	4	0
45	3	23	2	4	3
46	45	23	2	4	3
47	43	24	2	4	6
48	29	24	2	4	6
49	18	25	4	1	0
50	55	25	4	1	0
51	7	26	4	1	3
52	66	26	4	1	3
53	13	27	4	1	6
54	63	27	4	1	6
55	10	28	4	2	0
56	11	28	4	2	0
57	34	29	4	2	3
58	47	29	4	2	3
59	50	30	4	2	6
60	5	30	4	2	6
61	54	31	4	3	0
62	17	31	4	3	0
63	42	32	4	3	3
64	24	32	4	3	3
65	25	33	4	3	6
66	6	33	4	3	6
67	60	34	4	4	0
68	21	34	4	4	0
69	12	35	4	4	3
70	4	35	4	4	3
71	32	36	4	4	6
72	27	36	4	4	6

Appendiks 8 – Måling af oxidlagtykkelse

I dette appendiks ses tabeller over måling af oxidlagtykkelse. Eddi Current apparat er brugt som værktøj, og der er foretaget tre målinger på hvert emne indenfor limningsarealet. Ud fra de tre målinger er et gennemsnit beregnet.

0 uger

Emnenr. A+B	1 [μm]	2 [μm]	3 [μm]	Gennemsnit [μm]
67	9.5	9.5	9.2	9
	12	12	12	12
43	9.8	11	11	11
	13	13	13	13
24	8.7	8.7	9.3	9
	14	14	13	14
71	13	11	13	12
	14	15	15	15
69	11	11	12	11
	11	10	11	11
10	14	14	14	14
	14	13	14	14
48	5.4	4.7	5	5
	13	15	15	14
23	12	11	11	11
	13	12	13	13
65	12	12	12	12
	12	11	12	12
49	13	14	14	14
	13	12	12	12
6	13	13	13	13
	13	13	14	13
68	15	14	13	14
	13	14	14	14
34	16	17	17	17
	17	19	19	18
29	13	13	14	13
	15	15	15	15
52	11	11	11	11
	12	13	12	12
25	12	12	13	12

	17	18	18	18
1	12	12	12	12
	13	13	14	13
15	13	13	13	13
	15	15	15	15
33	13	13	13	13
	13	13	14	13
11	12	12	13	12
	14	15	16	15
72	15	15	16	15
	15	15	16	15
30	12	12	13	12
	16	17	18	17
45	14	13	14	14
	12	12	12	12
70	12	12	11	12
	10	9.8	11	10

2 uger

Emnenr. A+B	1 [μm]	2 [μm]	3 [μm]	Gennemsnit [μm]
16	12	11	12	12
	12	11	12	12
38	9.4	10	9.2	10
	13	14	15	14
28	14	14	15	14
	12	12	12	12
9	12	13	13	13
	12	11	11	11
39	19	20	20	20
	13	13	13	13
41	15	15	15	15
	12	13	12	12
47	14	16	16	15
	14	14	15	14
12	15	16	13	15
	11	12	12	12
7	14	14	14	14
	13	14	15	14

50	15	14	15	15
	14	14	14	14
5	13	12	13	13
	13	14	13	13
55	13	15	15	14
	12	13	13	13
60	13	13	13	13
	13	14	14	14
18	13	12	12	12
	11	12	12	12
62	12	13	13	13
	13	14	15	14
64	13	13	13	13
	13	13	14	13
21	12	12	13	12
	12	13	13	13
51	13	15	15	14
	13	13	14	13
8	12	12	13	12
	13	14	14	14
37	16	16	16	16
	10	10	12	11
58	13	12	15	13
	12	13	13	13
19	13	13	14	13
	12	12	12	12
56	17	19	18	18
	10	10	11	10
36	15	15	15	15
	12	12	12	12

4 uger

Emnenr. A+B	1 [μm]	2 μm]	3 [μm]	Gennemsnit [μm]
59	14	14	15	14
	10	9.6	12	11
3	14	15	15	15
	13	12	13	13
35	12	13	12	12
	11	11	13	12
14	14	14	15	14

	13	14	14	14
63	10	11	12	11
	10	11	11	11
42	11	11	11	11
	12	13	12	12
32	9.5	9.6	10	10
	12	12	13	12
54	13	14	14	14
	12	13	11	12
40	12	12	14	13
	11	12	13	12
26	12	13	14	13
	12	13	13	13
46	11	11	11	11
	14	15	15	15
4	12	13	13	13
	13	13	13	13
27	13	13	14	13
	13	13	14	13
17	14	15	15	15
	13	14	14	14
61	13	13	13	13
	13	14	14	14
20	11	12	12	12
	12	12	13	12
31	14	15	14	14
	14	14	14	14
22	10	11	10	10
	12	12	13	12
57	12	12	13	12
	11	11	11	11
2	12	13	13	13
	13	12	14	13
66	10	10	12	11
	13	15	15	14
44	10	9.4	10	10
	13	13	13	13
15	14	15	14	14
	12	12	13	12
53	11	12	11	11
	8.8	9.8	9.9	10

Appendiks 9 – Limningsrækkefølge

I tabellen herunder ses den rækkefølge emnerne er blevet limet i, hvilken limbehandling de har fået og hvilket medlem af gruppen der har udført limningen.

Lim 1 – Epoxy

Lim 2 – Epoxy og polyurethan

Lim 3 – Polyurethan og epoxy

Lim 4 – Polyurethan

0 uger

Emne nr.	Lim	Gruppemedlem
33	1	Helmar
67	4	Mette
25	4	Helmar
65	2	Mette
45	2	Helmar
15	2	Mette
52	4	Helmar
70	3	Mette
23	1	Helmar
48	1	Mette
72	1	Helmar
34	3	Mette
1	1	Helmar
49	2	Mette
29	2	Helmar
11	3	Mette
69	4	Helmar
30	3	Mette
71	3	Helmar
68	1	Mette
43	2	Helmar
6	4	Mette
10	3	Helmar
24	4	Mette

2 uger

Emne nr.	Lim	Gruppemedlem
56	4	Mette
50	3	Helmar
64	1	Mette
21	4	Helmar
39	2	Mette
12	4	Helmar
8	1	Mette
19	4	Helmar
36	2	Mette
58	4	Helmar
38	1	Mette
18	2	Helmar
9	2	Mette
60	4	Helmar
7	2	Mette
28	1	Helmar
55	2	Mette
62	1	Helmar
5	3	Mette
47	3	Helmar
37	3	Mette
51	3	Helmar
41	1	Mette
16	3	Helmar

4 uger

Emne nr.	Lim	Gruppemedlem
59	2	Helmar
3	1	Mette
35	4	Helmar
14	4	Mette
63	2	Helmar
42	3	Mette
32	4	Helmar
54	3	Mette
40	3	Helmar
26	2	Mette
46	1	Helmar
4	4	Mette
27	4	Helmar
17	3	Mette
61	1	Helmar
20	4	Mette
31	3	Helmar
22	2	Mette
57	1	Helmar
2	1	Mette
66	2	Helmar
44	1	Mette
13	2	Helmar
53	3	Mette

Appendiks 10 – Godstykkelse af limfuge

I dette appendiks ses tabeller for limfugens godstykkelse. Inden træktesten måles hvert emnes godstykkelse med skydelære over det limede areal. Derefter trækkes godstykkelsen af selve aluminiumemnerne fra, så kun limfugens godstykkelse er tilbage. Godstykkelsen af et aluminiumemne er målt til 1,94 mm, hvilket er et gennemsnit af en række målinger.

0 uger

Emne nr.	Godstykkelse_samlet [mm]	Godstykkelse_lim [mm]	Evt. kommentar
23	3,96	0,08	
1	3,95	0,07	
33	4,00	0,12	
15	3,98	0,1	
65	4,03	0,15	
49	3,99	0,11	
71	3,96	0,08	
30	3,97	0,09	
70	3,99	0,11	
69	4,00	0,12	
52	3,96	0,08	
67	3,96	0,08	
68	4,00	0,12	
72	3,96	0,08	
48	3,98	0,1	
45	4,00	0,12	
43	4,02	0,14	
29	4,03	0,15	
10	3,99	0,11	
11	4,01	0,13	
34	3,97	0,09	
24	4,01	0,13	
25	3,98	0,1	
6			Gået fra hinanden

2 uger

Emne nr.	Godstykkelse_samlet [mm]	Godstykkelse_lim [mm]	Evt. kommentar
38	3,91	0,03	
8	3,93	0,05	
28	3,91	0,03	
9	3,90	0,02	
39	3,93	0,05	
36	3,93	0,05	
51	3,91	0,03	
16	3,92	0,04	
37	3,91	0,03	
19	3,97	0,09	
56	4,01	0,13	
58	3,94	0,06	
41	3,92	0,04	
64	3,94	0,06	
62	3,95	0,07	
18	3,95	0,07	
55	3,97	0,09	
7	4,00	0,12	
47	3,93	0,05	
50	3,99	0,11	
5	3,93	0,05	
60			Skæv
21	3,92	0,04	
12	3,96	0,08	

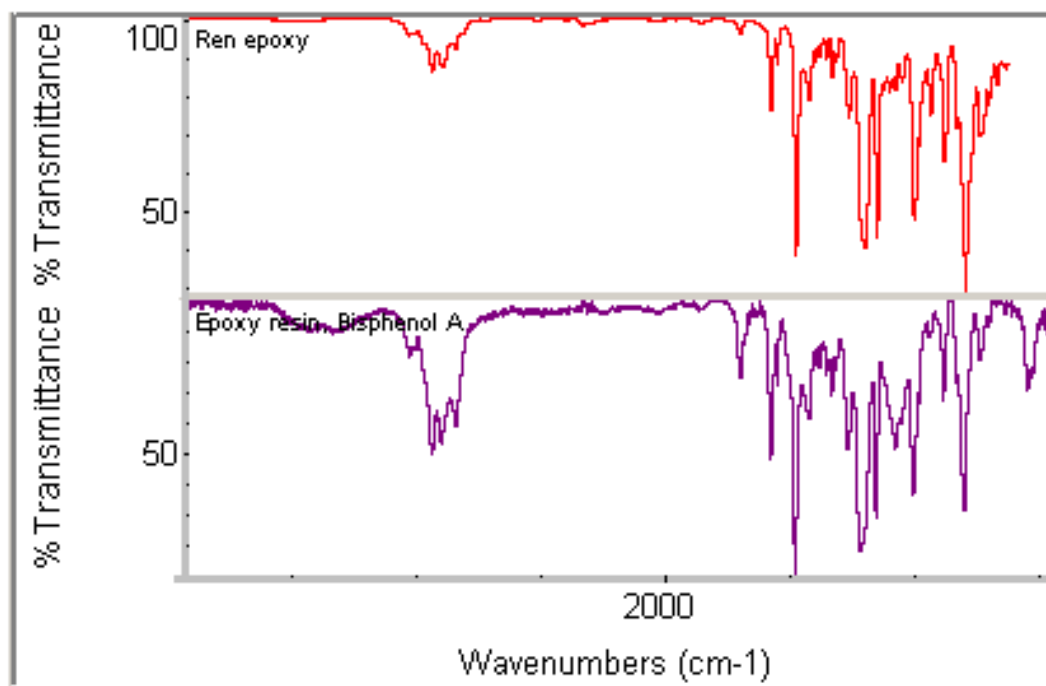
4 uger

Emne nr.	Godstykkelse_samlet [mm]	Godstykkelse_lim [mm]	Evt. kommentar
57			Lim ikke tør
46	4,1	0,22	
44			Lim ikke tør
22	3,96	0,08	
59	3,96	0,08	
26	3,99	0,11	
40	3,95	0,07	
31	3,96	0,08	
53	3,98	0,1	
14	3,97	0,09	
35	3,99	0,11	
20	3,94	0,06	
2			Lim ikke tør
61			Skæv
3	3,99	0,11	
66			Skæv
13			Skæv
63	4,02	0,14	
54	4	0,12	
17	4,01	0,13	
42	4,06	0,18	
4	3,95	0,07	
32	3,97	0,09	
27	4	0,12	

Appendiks 11 – IR spektre

I dette appendiks ses IR spektre udarbejdet på baggrund af de to typer lim (epoxy og polyurethan), der er anvendt i udførslen af det praktiske arbejde.

IR - Epoxy



The best match is very good,
but the second best match is also similar.

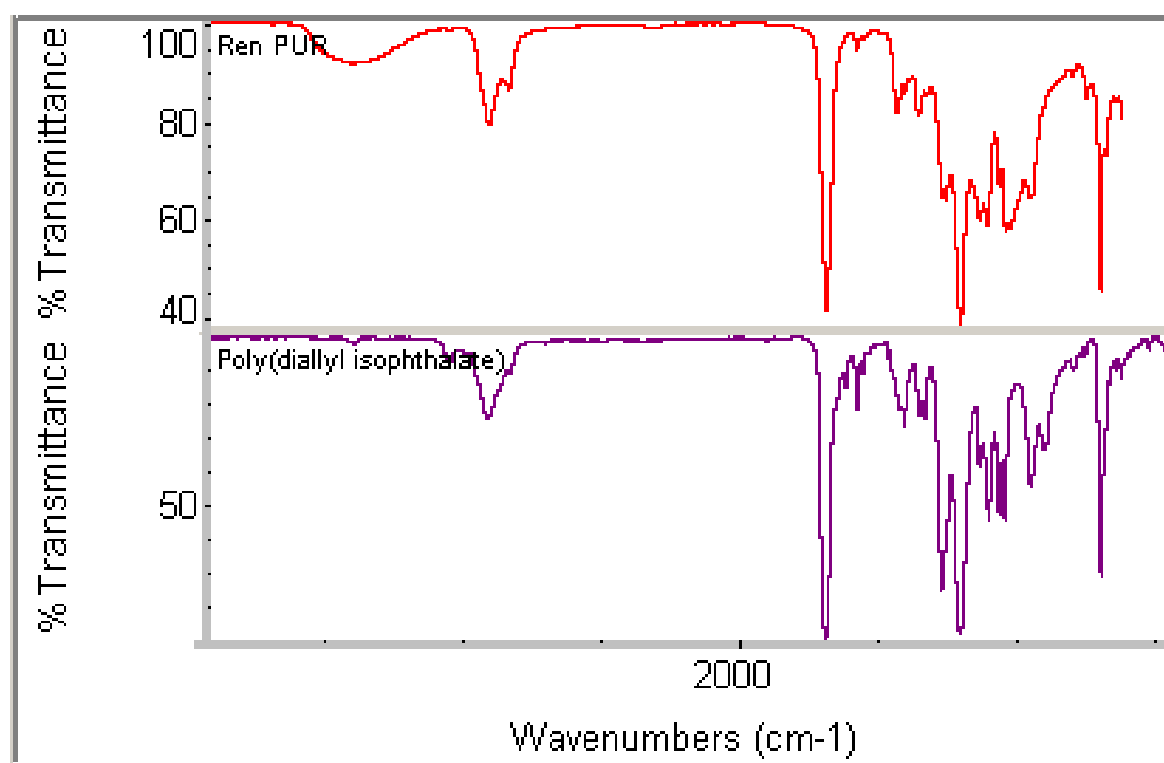
Spectrum: Ren epoxy
Region: 2600,00-450,00
Search type: Correlation

Hit List:

Index	Match	Compound name	Library
179	90,81	Epoxy resin, Bisphenol A	HR Hummel Polymer and Additives
725	89,70	Diglycidyl ether of bisphenol A mixture	HR Thermo Nicolet Sampler Library
199	88,83	Epoxy resin ester, Bisphenol A	HR Hummel Polymer and Additives

For epoxylimen er der fundet et godt match, og det antages hermed, uden yderligere undersøgelse, at de anvendte tuber lim indeholder epoxy.

IR - Polyurethan



The best match is very good,
but the second best match is also similar.

Spectrum: Ren PUR
 Region: 2600,00-450,00
 Search type: Correlation

Hit List:

Index	Match	Compound name	Library
669	85,30	Poly(diallyl isophthalate)	HR Thermo Nicolet Sampler Library
400	83,69	Poly(trimethylene isophthalate)	HR Hummel Polymer and Additives
399	82,65	Poly(1,3-butanediyl isophthalate)	HR Hummel Polymer and Additives

Databasen fandt ikke et godt match, hvorfor der ses på toppende for de enkelte grupper. Urethan dannes ud fra en alkohol og en isocyanat, og indeholder både en amin-, ester- og ether-gruppe.

De danner følgende toppe på spektret, hhv. 3500, 1719,4 og 1165,2 cm^{-1} .

Hermed vurderes det, at de anvendte tuber lim indeholdt polyurethan.

Bilag 1 – Sikkerhedsdatablade

NaOH:

<i>SIGMA-ALDRICH</i>				
SAFETY DATA SHEET according to Regulation (EC) No. 1907/2006 Version 3.1 Revision Date 11.12.2008 Print Date 28.10.2009 GENERIC EU MSDS - NO COUNTRY SPECIFIC DATA - NO OEL DATA				
1. IDENTIFICATION OF THE SUBSTANCE/PREPARATION AND OF THE COMPANY/UNDERTAKING				
Product name	: Sodium hydroxide			
Product Number	: 480878			
Brand	: Sigma-Aldrich			
Company	: Sigma-Aldrich Denmark A/S Kirkebjerg Allé 84, 2. sal tv, DK-2605 BROENDBY			
Telephone	: +45 43 56 59 00			
Fax	: +45 43 56 59 05			
Emergency Phone #	:			
E-mail address	: eurtechserv@sial.com			
2. HAZARDS IDENTIFICATION				
Risk advice to man and the environment Causes severe burns.				
3. COMPOSITION/INFORMATION ON INGREDIENTS				
Formula	: NaOH			
Molecular Weight	: 40,00 g/mol			
CAS-No.	EC-No.	Index-No.	Classification	Concentration
Sodium hydroxide				
1310-73-2	215-185-5	011-002-00-6	C, R35	-
4. FIRST AID MEASURES				
General advice Consult a physician. Show this safety data sheet to the doctor in attendance.				
If inhaled If breathed in, move person into fresh air. If not breathing give artificial respiration. Consult a physician.				
In case of skin contact Take off contaminated clothing and shoes immediately. Wash off with soap and plenty of water. Consult a physician.				
In case of eye contact Rinse thoroughly with plenty of water for at least 15 minutes and consult a physician.				
If swallowed Do NOT induce vomiting. Never give anything by mouth to an unconscious person. Rinse mouth with water. Consult a physician.				
5. FIRE-FIGHTING MEASURES				
Suitable extinguishing media Use extinguishing measures that are appropriate to local circumstances and the surrounding environment.				
Sigma-Aldrich - 480878		www.sigma-aldrich.com		Page 1 of 5

Special protective equipment for fire-fighters Wear self contained breathing apparatus for fire fighting if necessary. Further information The product itself does not burn.									
6. ACCIDENTAL RELEASE MEASURES Personal precautions Use personal protective equipment. Avoid dust formation. Avoid breathing dust. Ensure adequate ventilation. Evacuate personnel to safe areas. Environmental precautions Do not let product enter drains. Methods for cleaning up Pick up and arrange disposal without creating dust. Keep in suitable, closed containers for disposal.									
7. HANDLING AND STORAGE Handling Avoid formation of dust and aerosols. Provide appropriate exhaust ventilation at places where dust is formed. Storage Store in cool place. Keep container tightly closed in a dry and well-ventilated place.									
8. EXPOSURE CONTROLS/PERSONAL PROTECTION Personal protective equipment Respiratory protection Where risk assessment shows air-purifying respirators are appropriate use a full-face particle respirator type N100 (US) or type P3 (EN 143) respirator cartridges as a backup to engineering controls. If the respirator is the sole means of protection, use a full-face supplied air respirator. Use respirators and components tested and approved under appropriate government standards such as NIOSH (US) or CEN (EU). Hand protection The selected protective gloves have to satisfy the specifications of EU Directive 89/686/EEC and the standard EN 374 derived from it. Handle with gloves. Eye protection Safety glasses Skin and body protection Choose body protection according to the amount and concentration of the dangerous substance at the work place. Hygiene measures Handle in accordance with good industrial hygiene and safety practice. Wash hands before breaks and at the end of workday.									
9. PHYSICAL AND CHEMICAL PROPERTIES Appearance <table> <tr> <td>Form</td><td>pellets</td></tr> <tr> <td>Colour</td><td>white</td></tr> </table> Safety data <table> <tr> <td>pH</td><td>13,0 - 14</td></tr> <tr> <td>Melting point</td><td>318 °C</td></tr> </table>		Form	pellets	Colour	white	pH	13,0 - 14	Melting point	318 °C
Form	pellets								
Colour	white								
pH	13,0 - 14								
Melting point	318 °C								
Sigma-Aldrich - 480878 www.sigma-aldrich.com Page 2 of 5									

Boiling point	1.390 °C
Flash point	not applicable
Ignition temperature	no data available
Lower explosion limit	no data available
Upper explosion limit	no data available
Vapour pressure	< 24,00 hPa at 20 °C 4,00 hPa at 37 °C
Density	2,1300 g/cm3
Water solubility	no data available

10. STABILITY AND REACTIVITY	
Storage stability Stable under recommended storage conditions.	
Materials to avoid Strong oxidizing agents, Strong acids, Organic materials	
Hazardous decomposition products Hazardous decomposition products formed under fire conditions. - Sodium/sodium oxides	

11. TOXICOLOGICAL INFORMATION	
Acute toxicity no data available	
Irritation and corrosion	
Skin - rabbit - Severe skin irritation - 24 h	
Eyes - rabbit - Severe eye irritation - 24 h	
Sensitisation no data available	
Chronic exposure	
IARC:	No component of this product present at levels greater than or equal to 0.1% is identified as probable, possible or confirmed human carcinogen by IARC.
Signs and Symptoms of Exposure spasm, inflammation and edema of the larynx, spasm, inflammation and edema of the bronchi, pneumonitis, pulmonary edema, burning sensation, Cough, wheezing, laryngitis, Shortness of breath, Headache, Nausea, Vomiting. Material is extremely destructive to tissue of the mucous membranes and upper respiratory tract, eyes, and skin.	
Potential Health Effects	
Inhalation	May be harmful if inhaled. Material is extremely destructive to the tissue of the mucous membranes and upper respiratory tract.
Skin	May be harmful if absorbed through skin. Causes severe skin burns.
Eyes	Causes severe eye burns.
Ingestion	May be harmful if swallowed. Causes severe burns.
Additional Information RTECS: WB4900000	

Sigma-Aldrich - 480878	www.sigma-aldrich.com	Page 3 of 5
------------------------	-----------------------	-------------

12. ECOLOGICAL INFORMATION

Elimination information (persistence and degradability)

no data available

Ecotoxicity effects

Toxicity to fish LC50 - *Gambusia affinis* (Mosquito fish) - 125 mg/l - 96 h

Toxicity to daphnia and other aquatic invertebrates. Immobilization EC50 - *Daphnia* - 40,38 mg/l - 48 h

Further information on ecology

no data available

13. DISPOSAL CONSIDERATIONS

Product

Observe all federal, state, and local environmental regulations. Contact a licensed professional waste disposal service to dispose of this material.

Contaminated packaging

Dispose of as unused product.

14. TRANSPORT INFORMATION

ADR/RID

UN-Number: 1823 Class: 8 Packing group: II
Proper shipping name: SODIUM HYDROXIDE, SOLID

IMDG

UN-Number: 1823 Class: 8 Packing group: II EMS-No: F-A, S-B
Proper shipping name: SODIUM HYDROXIDE, SOLID
Marine pollutant: No

IATA

UN-Number: 1823 Class: 8 Packing group: II
Proper shipping name: Sodium hydroxide, solid

15. REGULATORY INFORMATION

Labelling according to EC Directives

EC Label

Hazard symbols

C Corrosive

R-phrases)

R35 Causes severe burns.

S-phrases)

S26 In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice.

S37/39 Wear suitable gloves and eye/face protection.

S45 In case of accident or if you feel unwell, seek medical advice immediately (show the label where possible).

16. OTHER INFORMATION

Further information

Copyright 2008 Sigma-Aldrich Co. License granted to make unlimited paper copies for internal use only.

Sigma-Aldrich - 480878

www.sigma-aldrich.com

Page 4 of 5

The above information is believed to be correct but does not purport to be all inclusive and shall be used only as a guide. The information in this document is based on the present state of our knowledge and is applicable to the product with regard to appropriate safety precautions. It does not represent any guarantee of the properties of the product. Sigma-Aldrich Co., shall not be held liable for any damage resulting from handling or from contact with the above product. See reverse side of invoice or packing slip for additional terms and conditions of sale.

HNO₃:

SIGMA-ALDRICH

Material Safety Data Sheet

Date Printed: 28/OCT/2009
Date Updated: 08/OCT/2007
Version 1.9
Regulation (EC) No 1907/2006

1 - Product and Company Information

Product Name	NITRIC ACID, 70%, A.C.S. REAGENT
Product Number	258113
Company	Sigma-Aldrich Denmark A/S Kirkebjerg Allé 84 DK-2605 Brøndby
Technical Phone #	0045 43 56 59 00
Fax	0045 43 56 59 05
E-mail Address	eurtechserv@sial.com

2 - Hazards Identification

SPECIAL INDICATION OF HAZARDS TO HUMANS AND THE ENVIRONMENT
Causes severe burns.

3 - Composition/Information on Ingredients

Product Name	CAS #	EC no	Annex I Index Number
NITRIC ACID, 40%≤C<70%	7697-37-2	231-714-2	007-004-00-1

Ingredient Name	Percent	CAS #	EC no	Annex I Index Number
NITRIC ACID	≥ 40 < 70	7697-37-2	231-714-2	None

Symbols: O-C
R-Phrases: 8-35
Contact with combustible material may cause fire. Causes severe burns.

WATER	≥ 30 < 60	7732-18-5	231-791-2	None
-------	--------------	-----------	-----------	------

Formula HNO₃
Molecular Weight 63.01 AMU

4 - First Aid Measures

AFTER INHALATION
If inhaled, remove to fresh air. If not breathing give artificial respiration. If breathing is difficult, give oxygen.

AFTER SKIN CONTACT
In case of skin contact, flush with copious amounts of water for at least 15 minutes. Remove contaminated clothing and shoes. Call a physician.

AFTER EYE CONTACT
In case of contact with eyes, flush with copious amounts of water for at least 15 minutes. Assure adequate flushing by

separating the eyelids with fingers. Call a physician.

AFTER INGESTION

If swallowed, wash out mouth with water provided person is conscious. Call a physician immediately. Do not induce vomiting.

5 - Fire Fighting Measures

EXTINGUISHING MEDIA

Suitable: Use extinguishing media appropriate to surrounding fire conditions. Quench with large quantities of water. Use water spray to cool fire-exposed containers.

SPECIAL RISKS

Specific Hazard(s): Emits toxic fumes under fire conditions.

SPECIAL PROTECTIVE EQUIPMENT FOR FIREFIGHTERS

Wear self-contained breathing apparatus and protective clothing to prevent contact with skin and eyes.

SPECIFIC METHOD(S) OF FIRE FIGHTING

Do not direct a solid stream of water or foam into burning molten material; this may cause spattering and spread the fire.

6 - Accidental Release Measures

PERSONAL PRECAUTION PROCEDURES TO BE FOLLOWED IN CASE OF LEAK OR SPILL
Evacuate area.

PROCEDURE(S) OF PERSONAL PRECAUTION(S)

Wear self-contained breathing apparatus, rubber boots, and heavy rubber gloves.

METHODS FOR CLEANING UP

Absorb on sand or vermiculite and place in closed containers for disposal. Ventilate area and wash spill site after material pickup is complete.

7 - Handling and Storage

HANDLING

Directions for Safe Handling: Do not breathe vapor. Do not get in eyes, on skin, on clothing. Avoid prolonged or repeated exposure.

STORAGE

Conditions of Storage: Keep tightly closed.

8 - Exposure Controls / Personal Protection

ENGINEERING CONTROLS

Safety shower and eye bath. Use only in a chemical fume hood.

GENERAL HYGIENE MEASURES

Wash thoroughly after handling. Discard contaminated clothing and shoes.

EXPOSURE LIMITS - DENMARK

Source	Type	Value
OEL	TWA	5 mg/m3
		2 ppm

SIAL - 258113

www.sigma-aldrich.com

Page 2

EXPOSURE LIMITS - GERMANY

Source	Type	Value
TRGS 900	OEL	5 mg/m ³ 2 ppm

Remarks: =1=

EXPOSURE LIMITS - NORWAY

Source	Type	Value
	OEL	5 mg/m ³ 2 ppm

EXPOSURE LIMITS - SWEDEN

Source	Type	Value
	LLV (Level)	5 mg/m ³ 2 ppm

EXPOSURE LIMITS - SWITZERLAND

Source	Type	Value
OEL	OEL	5 mg/m ³ 2 ppm

EXPOSURE LIMITS - UNITED KINGDOM

Source	Type	Value
OEL	OEL	5.2 mg/m ³ 2 ppm
OEL	STEL	10 mg/m ³ 4 ppm

PERSONAL PROTECTIVE EQUIPMENT

Respiratory Protection: Use respirators and components tested and approved under appropriate government standards such as NIOSH (US) or CEN (EU). Use supplied-air or SCBA respirators. Europe permits the use of type ABEK full-face cartridge respirators (EN 14387).
 Hand Protection: Wear heavy rubber gloves.
 Eye Protection: Chemical safety goggles.
 Special Protective Measures: Rubber apron.

9 - Physical and Chemical Properties

Appearance	Physical State: Liquid Color: Colorless
------------	--

Property	Value	At Temperature or Pressure
pH	< 1	
BP/BP Range	122 °C	760 mmHg
MP/MP Range	N/A	
Flash Point	N/A	
Flammability	N/A	
Autoignition Temp	N/A	
Oxidizing Properties	N/A	
Explosive Properties	N/A	
Explosion Limits	N/A	
Vapor Pressure	37 mmHg	50 °C
SG/Density	1.4 g/cm ³	25 °C
Partition Coefficient	N/A	
Viscosity	N/A	
Vapor Density	N/A	
Saturated Vapor Conc.	N/A	
Evaporation Rate	N/A	
Bulk Density	N/A	
Decomposition Temp.	N/A	

SIAL - 258113

www.sigma-aldrich.com

Page 3

Solvent Content N/A
Water Content N/A
Surface Tension N/A
Conductivity N/A
Miscellaneous Data N/A
Solubility N/A

10 - Stability and Reactivity

STABILITY

Stable: Stable.
Conditions of Instability: May discolor on exposure to light.
Materials to Avoid: Alkali metals, Metals, Fluorine, Hexalithium disilicide, non-metal hydrides, non-metal halides, phosphine derivatives, hydrazine and derivatives Nitric acid and other strong oxidizing agents can cause explosive type reactions when mixed with adsorbent resins.

HAZARDOUS DECOMPOSITION PRODUCTS

Hazardous Decomposition Products: Nitrogen oxides.

HAZARDOUS POLYMERIZATION

Hazardous Polymerization: Will not occur

11 - Toxicological Information

SIGNS AND SYMPTOMS OF EXPOSURE

Large doses may cause: conversion of hemoglobin to methemoglobin, producing cyanosis; marked fall in blood pressure, leading to collapse, coma, and possibly death.
Exposure may cause: Pulmonary edema. Effects may be delayed. To the best of our knowledge, the chemical, physical, and toxicological properties have not been thoroughly investigated.
Material is extremely destructive to tissue of the mucous membranes and upper respiratory tract, eyes, and skin.
Inhalation may result in spasm, inflammation and edema of the larynx and bronchi, chemical pneumonitis, and pulmonary edema.
Symptoms of exposure may include burning sensation, coughing, wheezing, laryngitis, shortness of breath, headache, nausea, and vomiting.

ROUTE OF EXPOSURE

Skin Contact: Causes severe burns.
Skin Absorption: May be harmful if absorbed through the skin.
Eye Contact: Causes severe burns.
Inhalation: May be harmful if inhaled. Material is extremely destructive to the tissue of the mucous membranes and upper respiratory tract.
Ingestion: May be harmful if swallowed. Ingestion can cause immediate burning pain in the mouth, throat, abdomen; severe swelling of the larynx and skeletal paralysis affecting the ability to breathe, circulatory shock and convulsions.

TARGET ORGAN INFORMATION

Cardiovascular system. Lungs. Teeth.

12 - Ecological Information

No data available.

13 - Disposal Considerations

SIAL - 258113

www.sigma-aldrich.com

Page 4

SUBSTANCE DISPOSAL

Contact a licensed professional waste disposal service to dispose of this material. Observe all federal, state, and local environmental regulations.

14 - Transport Information

RID/ADR

UN#: 2031
Class: 8
PG: II
Proper Shipping Name: Nitric acid

IMDG

UN#: 2031
Class: 8
PG: II
Proper Shipping Name: Nitric acid
Marine Pollutant: No
Severe Marine Pollutant: No

IATA

UN#: 2031
Class: 8
PG: II
Proper Shipping Name: Nitric acid
Inhalation Packing Group I: No

15 - Regulatory Information

CLASSIFICATION AND LABELING ACCORDING TO EU DIRECTIVES

ANNEX I INDEX NUMBER: 007-004-00-1
INDICATION OF DANGER: C
Corrosive.
R-PHRASES: 35
Causes severe burns.
S-PHRASES: 23-26-36-45
Do not breathe vapor. In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice. Wear suitable protective clothing. In case of accident or if you feel unwell, seek medical advice immediately (show the label where possible).

COUNTRY SPECIFIC INFORMATION

Germany

WGK: 1
ID-Number: 414
KBwS-Decision

NORWAY

Declaration Number: 67083

16 - Other Information

WARRANTY

The above information is believed to be correct but does not purport to be all inclusive and shall be used only as a guide. The information in this document is based on the present state of our knowledge and is applicable to the product with regard to appropriate safety precautions. It does not represent any guarantee of the properties of the product. Sigma-Aldrich Inc.,

shall not be held liable for any damage resulting from handling or from contact with the above product. See reverse side of invoice or packing slip for additional terms and conditions of sale. Copyright 2009 Sigma-Aldrich Co. License granted to make unlimited paper copies for internal use only.

DISCLAIMER

For R&D use only. Not for drug, household or other uses.

H₂SO₄:

SIGMA-ALDRICH				
SAFETY DATA SHEET according to Regulation (EC) No. 1907/2006 Version 3.0 Revision Date 24.12.2008 Print Date 06.10.2009 GENERIC EU MSDS - NO COUNTRY SPECIFIC DATA - NO OEL DATA				
1. IDENTIFICATION OF THE SUBSTANCE/PREPARATION AND OF THE COMPANY/UNDERTAKING				
Product name	: Sulfuric acid solution			
Product Number	: 84736			
Brand	: Sigma-Aldrich			
Company	: Sigma-Aldrich Denmark A/S Kirkebjerg Allé 84, 2. sal tv. DK-2605 BROENDBY			
Telephone	: +45 43 56 59 00			
Fax	: +45 43 56 59 05			
Emergency Phone #	:			
E-mail address	: eurtechserv@sial.com			
2. HAZARDS IDENTIFICATION				
Risk advice to man and the environment Causes severe burns.				
3. COMPOSITION/INFORMATION ON INGREDIENTS				
Formula	: H ₂ O ₄ S			
Molecular Weight	: 98,08 g/mol			
CAS-No.	EC-No.	Index-No.	Classification	Concentration
Sulfuric acid				
7664-93-9	231-639-5	016-020-00-8	C, R35	-
4. FIRST AID MEASURES				
General advice Consult a physician. Show this safety data sheet to the doctor in attendance.				
If inhaled If breathed in, move person into fresh air. If not breathing give artificial respiration. Consult a physician.				
In case of skin contact Take off contaminated clothing and shoes immediately. Wash off with soap and plenty of water. Consult a physician.				
In case of eye contact Rinse thoroughly with plenty of water for at least 15 minutes and consult a physician.				
If swallowed Do NOT induce vomiting. Never give anything by mouth to an unconscious person. Rinse mouth with water. Consult a physician.				
5. FIRE-FIGHTING MEASURES				
Suitable extinguishing media Use water spray, alcohol-resistant foam, dry chemical or carbon dioxide.				
Sigma-Aldrich - 84736		www.sigma-aldrich.com		Page 1 of 5

Special protective equipment for fire-fighters Wear self contained breathing apparatus for fire fighting if necessary.	
6. ACCIDENTAL RELEASE MEASURES	
Personal precautions Use personal protective equipment. Avoid breathing vapors, mist or gas. Ensure adequate ventilation. Evacuate personnel to safe areas.	
Environmental precautions Do not let product enter drains.	
Methods for cleaning up Soak up with inert absorbent material and dispose of as hazardous waste. Keep in suitable, closed containers for disposal.	
7. HANDLING AND STORAGE	
Handling Avoid inhalation of vapour or mist. Normal measures for preventive fire protection.	
Storage Store in cool place. Keep container tightly closed in a dry and well-ventilated place. Containers which are opened must be carefully resealed and kept upright to prevent leakage.	
8. EXPOSURE CONTROLS/PERSONAL PROTECTION	
Personal protective equipment	
Respiratory protection Where risk assessment shows air-purifying respirators are appropriate use a full-face respirator with multi-purpose combination (US) or type ABEK (EN 14387) respirator cartridges as a backup to engineering controls. If the respirator is the sole means of protection, use a full-face supplied air respirator. Use respirators and components tested and approved under appropriate government standards such as NIOSH (US) or CEN (EU).	
Hand protection The selected protective gloves have to satisfy the specifications of EU Directive 89/686/EEC and the standard EN 374 derived from it. Handle with gloves.	
Eye protection Safety glasses	
Skin and body protection Choose body protection according to the amount and concentration of the dangerous substance at the work place.	
Hygiene measures Handle in accordance with good industrial hygiene and safety practice. Wash hands before breaks and at the end of workday.	
9. PHYSICAL AND CHEMICAL PROPERTIES	
Appearance	
Form	liquid
Safety data	
pH	1,2 at 5 g/l
Melting point	3 °C
Boiling point	no data available
Sigma-Aldrich - 84736	
www.sigma-aldrich.com	
Page 2 of 5	

Flash point	not applicable
Ignition temperature	no data available
Lower explosion limit	no data available
Upper explosion limit	no data available
Vapour pressure	1,33 hPa at 145,8 °C
Density	1,80 - 1,84 g/cm3
Water solubility	soluble
Relative vapour density	3,39 - (Air = 1.0)

10. STABILITY AND REACTIVITY

Storage stability

Stable under recommended storage conditions.

Hazardous decomposition products

Hazardous decomposition products formed under fire conditions. - Sulphur oxides

Hazardous reactions

Reacts violently with water.

11. TOXICOLOGICAL INFORMATION

Acute toxicity

LD50 Oral - rat - 2.140 mg/kg

LC50 Inhalation - rat - 2 h - 510 mg/m3

Irritation and corrosion

Skin - rabbit - Extremely corrosive and destructive to tissue.

Eyes - rabbit - Severe eye irritation

Sensitisation

no data available

Chronic exposure

The International Agency for Research on Cancer (IARC) has determined that occupational exposure to strong-inorganic-acid mists containing sulfuric acid is carcinogenic to humans (group 1).

IARC: No component of this product present at levels greater than or equal to 0.1% is identified as probable, possible or confirmed human carcinogen by IARC.

Signs and Symptoms of Exposure

Material is extremely destructive to tissue of the mucous membranes and upper respiratory tract, eyes, and skin., spasm, inflammation and edema of the larynx, spasm, inflammation and edema of the bronchi, pneumonitis, pulmonary edema, burning sensation, Cough, wheezing, laryngitis, Shortness of breath, Headache, Nausea, Vomiting, Pulmonary edema. Effects may be delayed., To the best of our knowledge, the chemical, physical, and toxicological properties have not been thoroughly investigated.

Potential Health Effects

Inhalation	May be harmful if inhaled. Material is extremely destructive to the tissue of the mucous membranes and upper respiratory tract.
Skin	May be harmful if absorbed through skin. Causes severe skin burns.
Eyes	Causes severe eye burns.
Ingestion	May be harmful if swallowed. Causes severe burns.

Sigma-Aldrich - 84736

www.sigma-aldrich.com

Page 3 of 5

Target Organs Additional Information RTECS: WS5600000	Teeth., Lungs,
12. ECOLOGICAL INFORMATION	
Elimination information (persistence and degradability) no data available	
Ecotoxicity effects Toxicity to fish LC50 - Gambusia affinis (Mosquito fish) - 42 mg/l - 96 h	
Further information on ecology no data available	
13. DISPOSAL CONSIDERATIONS	
Product Observe all federal, state, and local environmental regulations. Contact a licensed professional waste disposal service to dispose of this material. Dissolve or mix the material with a combustible solvent and burn in a chemical incinerator equipped with an afterburner and scrubber.	
Contaminated packaging Dispose of as unused product.	
14. TRANSPORT INFORMATION	
ADR/RID UN-Number: 2796 Class: 8 Packing group: II Proper shipping name: SULPHURIC ACID	
IMDG UN-Number: 2796 Class: 8 Packing group: II EMS-No: F-A, S-B Proper shipping name: SULPHURIC ACID Marine pollutant: No	
IATA UN-Number: 2796 Class: 8 Packing group: II Proper shipping name: Sulphuric acid	
15. REGULATORY INFORMATION	
Labelling according to EC Directives EC Label Hazard symbols C Corrosive R-phrases(s) R35 Causes severe burns.	
S-phrases(s) S26 In case of contact with eyes, rinse immediately with plenty of water and seek medical advice. S30 Never add water to this product. S45 In case of accident or if you feel unwell, seek medical advice immediately (show the label where possible).	
16. OTHER INFORMATION	
Sigma-Aldrich - 84736	www.sigma-aldrich.com
Page 4 of 5	

Further information

Copyright 2008 Sigma-Aldrich Co. License granted to make unlimited paper copies for internal use only. The above information is believed to be correct but does not purport to be all inclusive and shall be used only as a guide. The information in this document is based on the present state of our knowledge and is applicable to the product with regard to appropriate safety precautions. It does not represent any guarantee of the properties of the product. Sigma-Aldrich Co., shall not be held liable for any damage resulting from handling or from contact with the above product. See reverse side of invoice or packing slip for additional terms and conditions of sale.

Epoxy



Scotch-Weld™

EPX™ Epoxy Adhesive DP460

Product Data Sheet

Updated : March 1996
 Supersedes : January 1995

Product Description	DP460 epoxy adhesive is a room temperature curing, two part epoxy adhesive supplied in 3M Duo-Pak cartridge for use with the 3M EPX Applicator.	DP460 offers the following features: High shear strength. High Peel strength.	2:1 premix strength allowing gap filling. Outstanding environmental resistance. Easy mixing and controlled flow.
----------------------------	---	--	--

Physical Properties

Not for specification purposes

	BASE	ACCELERATOR
Base	Modified Epoxy	Modified Amine
Viscosity (cP at 23°C)	80,000	10,000
Specific Gravity	1.12	1.08
Colour	White	Amber
Work Life	60 minutes at 23°C.	
Handling Strength	240 - 360 minutes at 23°C	
Full Strength	5 days (test to full performance at one week)	
Shelf Life	12 months from date of despatch by 3M when stored in the original carton at 21°C (70°F) & 50 % Relative Humidity	

Performance Characteristics

Not for specification purposes

T-Peel Strength	Measured on abraded, steel (0.8mm) at 24°C. 43.9 N/cm (25 piw).	
	Measured on Etched Aluminium at 23°C (60 piw).	

Date : March 1996
EPX Epoxy Adhesive DP460

Performance Characteristics (Cont...) Not for specification purposes	Overlap Shear Strength	The following strength values were obtained with DP460 when tested after 7 day cure cycle at 24°C.		Substrates solvent wiped, abraded and solvent wiped prior to bonding.	
		MPa		psi	
	Galvanised Steel	13.8		2000	
	Cold Rolled Steel	19.3		2800	
	FPL Etched Aluminium	31.0		4500	
	Copper	27.6		4000	
	Stainless Steel	27.6		4000	
	Brass	27.6		4000	
	Acrylic	2.3		330	
	PVC	2.4		350	
	Polycarbonate	3.4		500	
	Neoprene/Steel	0.8*		120*	
	SBR/Steel	1.0*		140*	
	ABS	4.0		575	
	FRP	6.9*		1000*	
* Denotes Substrate Failure					

Environmental Resistance Etched Aluminium. Overlap shear tested at 23°C.

Environment	Condition	Etched AL (MPa)	Galv Steel (MPa)
23°C / 50% RH	30 days	35.8	15.2
Distilled Water	30 days immersion	35.2	15.9
Water Vapour	50°C / 100% RH, 30 days	34.5	13.1
	93°C / 100% RH, 14 days	21.4	10.3
Antifreeze/H ₂ O (50/50)	82°C 30 day immersion	34.5	13.8
Isopropanol	23°C 30 day immersion	39.3	13.8
Methyl Ethyl Ketone	23°C 30 day immersion	29.0	13.8
Salt Spray 5%	65°C 30 days	35.2	13.1

Electrical Properties	Dielectric Strength (Volts/mm)	2.8 x 10 ⁴	
	Volume Resistivity (Ohms/cm)	2.4 x 10 ¹⁴	

Thermal Properties	Thermal Conductivity W/m°C	Coefficient of Thermal Expansion (cm/cm°C)	
	0.180	- 50°C to 30°C 59 x 10 ⁻⁶ 50°C to 110°C 159 x 10 ⁻⁶	

Date : March 1996
EPX Epoxy Adhesive DP460

Storage Conditions	Store product at 16 to 27°C for maximum storage life. High temperatures reduce normal storage life.	Rotate stock on a "first in-first out" basis.	
Directions for Use /Clean Up	Place the cartridge into the 3M EPX Applicator and clip into position. Remove the resealable cap. Expel a small quantity of adhesive and ensure both components flow freely. Attach correct mixer nozzle (this should have 20 or more elements). Dispense the adhesive as required. When finished either leave the nozzle in place and store, or remove the nozzle, wipe clean the tip, and replace cap. To re-start after storage remove the old nozzle with cured adhesive and re-fit a new nozzle, or remove the cap and fit a new nozzle.	Surface Preparation: The degree of surface preparation depends on the bond strength required and the environment likely to be encountered by the bonded structure. For most plastics solvent wiping with 3M VHB surface cleaner, followed by abrasion with 3M Scotchbrite 7447, followed by a further solvent wipe until clean, will give good performance (except for acetal, polyethylene and polypropylene and some other low surface energy materials). This also applies to powder coat paints and other stoved paint systems. The same surface preparation will also give good adhesion to metal surfaces. The objective is to remove loosely attached surface films such as oils, waxes, dusts, mill-scale, loose paints and all other	surface contaminants in addition to enhancing mechanical adhesion. Grit-blasting using a clean, fine grit also offers excellent adhesion on many metallic substrates. Where humid environments are likely to be encountered by metallic substrates we recommend additional priming with 3M Scotch-Weld 3901. Alternatively, chemical conversion coating techniques combined with priming can offer the best durability. Clean-Up: Excess uncured adhesive can be removed with the following solvents: 3M VHB Surface Cleaner (mild alcohol based cleaner) 3M Scotch-Grip Solvent No2. (Ketone blend) 3M Industrial Cleaner (Aerosol).

Date : March 1996
EPX Epoxy Adhesive DP460

Health & Safety Information

Precautions:

Risk of serious damage to eyes. Irritating skin. Irritation may be severe. May cause sensitisation by skin contact. May cause respiratory system irritation. Avoid contact with skin and eyes. Wear suitable gloves and eye/face protection. Use only in well ventilated areas. Take off immediately all contaminated clothing. Avoid prolonged breathing of vapours.

First Aid:

Eye Contact:

Immediately flush eyes with copious amounts of water for at least 15 minutes, holding eyes open. Call a physician.

Skin Contact:

Wash immediately with plenty of soap and water.

For further Health and Safety Information please contact the Toxicology Department at the Bracknell Head Office on (0344) 858000.

3M, EPX, Duo-Pak, Scotch-Grip and Scotch-Weld are trademarks of the 3M Company.

Values presented have been determined by standard test methods and are average values not to be used for specification purposes. Our recommendations on the use of our products are based on tests believed to be reliable but we would ask that you conduct your own tests to determine their suitability for your applications. This is because 3M cannot accept any responsibility or liability direct or consequential for loss or damage caused as a result of our recommendations.



Specialty Tapes & Adhesives

© 3M United Kingdom PLC 1996

3M United Kingdom PLC
3M House,
28 Great Jackson Street,
Manchester,
M15 4PA

Customer Service :
Tel 0161 236 8500
Fax 0161 237 1105

3M Ireland
3M House, Adelphi Centre,
Upper Georges Street,
Dun Laoghaire, Co. Dublin,
Ireland

Customer Service :
Tel (01) 280 3555
Fax (01) 280 3509

Polyurethan

3M

Scotch-Weld™

EPX™ Adhesive DP610

Introductory Product Data Sheet

Updated : June 1998
Supersedes : New

Product Description	3M Scotch Weld™ DP610 is a clear, non yellowing adhesive. It is flexible structural adhesive and is particularly effective for bonding most plastics, glass and painted or primed metal surfaces. After application from the cartridge the product has a work life before contact with the second surface of approximately 10 minutes at 23°C and develops handling strength in approximately two hour. Full strength will build up over 7 days and there can be further strength build-up over longer periods e.g. up to 30 days on some substrates.
----------------------------	--

Physical Properties
Not for specification purposes

	BASE	ACCELERATOR
Base	Polyol	Isocyanate
Specific Gravity	1.15	1.16
Viscosity @ 23°C Brookfield RVF Spindle 4	30 - 40 mPa.s	3000 mPa.s
Mix Ratio By Weight	100	100
By Volume	100	100
Colour	Clear	Clear
Work Life	10 minutes approximately (for typical bead application through mixer).	
Time to Handling Strength	2 hour approximately at 23°C	
Time to Full Strength	7 days approximately at 23°C	
Shelf Life	12 months from date of despatch by 3M when stored in the original carton at 15 - 25°C.	

Performance

Characteristics

Not for specification purposes

Overlap Shear Strength

Shear tests to BS5350 Part C5.	** Priming is recommended on metal surfaces likely to be exposed to damp or humid environments.	
<u>Surface Preparation:</u>	IPA wipe/7447 Scotchbrite	
<u>Bond Area:</u>	Abrade/IPA wipe	
<u>Glueline Control:</u>	12.5mm x 25mm	
<u>Test Temperature:</u>	0.250mm	
<u>Test Equipment:</u>	23°C	
<u>Test Speed:</u>	Instron 4501 Tensometer	
<u>Cure Cycle:</u>	2.5mm per minute	
	3 days at 23°C	

Substrates	Overlap Shear Strength (MPa)	
PET (Melinex)	2.88	
Polystyrene	1.82	
Polycarbonate	3.36	
ABS	5.57	
PMMA	3.04	
PVC	3.04	
Aluminium	8.7	
Stainless Steel	9.8	
Mild Steel	10.9	

Floating Roller Peel

<u>Surface Preparation:</u>	195 N/25mm	
<u>Glueline Control:</u>	Etched Aluminium	
<u>Test Temperature:</u>	0.250mm	
<u>Test Equipment:</u>	23°C	
<u>Test Speed:</u>	Instron 4501 Tensometer	
<u>Cure Cycle:</u>	2.5mm per minute	
	7 days at 23°C	

Rate of Strength Build up @ 20° C

<u>Surface Preparation:</u>	Etched Aluminium	
<u>Bond Area:</u>	12.5mm x 25mm	
<u>Glueline Control:</u>	0.250mm	
<u>Test Temperature:</u>	23°C	
<u>Test Equipment:</u>	Instron 4501 Tensometer	
<u>Test Speed:</u>	2.5mm per minute	

Time	Overlap Shear Strength (MPa)	
30 mins	0	
1 hour	0.048	
2 hours	0.1856	
3 hours	1.216	
4 hours	1.664	
24 hours	5.152	
7 days	18.304	

Date : June 1998
EPX Adhesive DP610

3

Ageing Characteristics

<u>Surface Preparation:</u>	Etched Aluminium	
<u>Bond Area:</u>	12.5mm x 25mm	
<u>Glueline Control:</u>	0.250mm	
<u>Test Temperature:</u>	23°C	
<u>Test Equipment:</u>	Instron 4501 Tensometer	
<u>Test Speed:</u>	2.5mm per minute	

Ageing Cycle	Overlap Shear Strength (MPa)	
10 days @ 50°C	23.04	
4 weeks @ 50°C / 95% RH	14.14	
4 weeks Water Immersion	18.72	
4 weeks BS EN 29142 D3*	23.14	
4 weeks RT controls	22.91	

*BS EN 29142 D3 Environmental Cycle

4 hours @ 70°C
16 hours @ 38°C / 95%RH
4 hours @ -20°C

Temperature Performance

<u>Surface Preparation:</u>	Etched Aluminium	
<u>Bond Area:</u>	12.5mm x 25mm	
<u>Glueline Control:</u>	0.250mm	
<u>Test Temperature:</u>	-40°C, 23°C, 80°C	
<u>Test Equipment:</u>	Instron 4501 Tensometer	
<u>Test Speed:</u>	2.5mm per minute	
<u>Cure Cycle :</u>	7 days @ 23°C	

Test Temperature:	Average overlap shear strength (Mpa)	
-40°C	33.92	
23°C	22.91	
80°C	2.72	

Storage Conditions

Store product at 15°C to 25°C for maximum storage life. In the foil pouch used to wrap the cartridge the product has a storage life of 1 year from date of receipt by customer.

After opening the pouch, product should be used within a few weeks and should be stored in a dry atmosphere.

Date : June 1998
EPX Adhesive DP610

Directions for Use	Place the cartridge into the 3M EPX Applicator and clip into position. Remove the resealable cap. Expel a small quantity of adhesive and ensure both components flow freely. Attach correct mixer nozzle (this should have 20 or more elements). Dispense the adhesive as required. When finished either leave the nozzle in place and store, or remove the nozzle, wipe clean the tip, and replace cap.	To re-start after storage remove the old nozzle with cured adhesive and re-fit a new nozzle, or remove the cap and fit a new nozzle. Surface Preparation: The degree of surface preparation depends on the bond strength required and the environment likely to be encountered by the bonded structure.	For most applications solvent wiping with 3M VHB™ Surface Cleaner, followed by abrasion with 3M Scotchbrite™ 7447, followed by a further solvent wipe until clean, will give good performance (except for acetol, polyethylene and polypropylene and some other low surface energy materials). The same process will also give good adhesion to metal surfaces. Where humid environments are likely to be encountered we recommend additional priming with 3M Scotch-Weld 1945B/A for metal surfaces.
Clean Up	Clean-Up: Excess uncured adhesive can be removed with the following products:	3M VHB Surface Cleaner (mild alcohol based cleaner) 3M Scotch-Grip Solvent No2. (Ketone blend) 3M Industrial Cleaner (Aerosol).	
Health & Safety Information	For further information please contact the Toxicology Department at the Bracknell Customer Technical Centre on (0344) 860678		

3M, EPX, Duo-Pak, Scotch-Grip, Scotchbrite and Scotch-Weld are trademarks of the 3M Company.

Values presented have been determined by standard test methods and are average values not to be used for specification purposes. Our recommendations on the use of our products are based on tests believed to be reliable but we would ask that you conduct your own tests to determine their suitability for your applications. This is because 3M cannot accept any responsibility or liability direct or consequential for loss or damage caused as a result of our recommendations.



Tapes & Adhesives

© 3M United Kingdom PLC 1996

3M United Kingdom PLC
3M House,
28 Great Jackson Street,
Manchester,
M15 4PA

Product Information :
Tel 0870 60 800 50
Fax 0870 60 700 99

3M Ireland
3M House, Adelphi Centre,
Upper Georges Street,
Dun Laoghaire, Co. Dublin,
Ireland

Customer Service :
Tel (01) 280 3555
Fax (01) 280 3509

Bilag 2 – Svovlsyreanodisering

Denne fremgangsmåde er anvendt under anodiseringsprocessen i det praktiske arbejde.

Svovlsyreanodisering

Forbehandling:

1. Afvaskning af emner med en opvaskebørste i varmt sæbevand
husk at skylle emnerne grundigt i vand
2. Bejdsning af emner i NaOH(base) opløsning i ca. 60 sek.:
blandingsforhold: 40 g NaOH(faststof) i 1L vand
blandingen opvarmes til 40°C
efter bejdsning skylles emner grundigt i vand
20 g NaOH
500 ml vand
3. Dekapering/neutralisering af emner i 30% HNO₃(salpetersyre) i ca. 20 sek.
koncentreret HNO₃ (65%)
250 ml HNO₃
250 ml vand
efter dekapering skylles emner grundigt i vand

Anodisering:

1. 20% svovlsyre H₂SO₄ opløsning bruges som elektrolyt (20-30min.)
koncentreret H₂SO₄ (98%)
100 ml H₂SO₄
400 ml vand
emner skylles grundigt i vand
2. Sealing af emner i vand
15 min i varmt vand, temp. 95-98° C

Værdier for anodiseringsanlæg:

strømtæthed:	1,5-2 A/dm ²
spænding:	14 Volt jævnspænding
tid:	20-30 min.
aluminium:	anode
bly:	katode

Tilføjelse:

Emne størrelse:	100*20*2 mm (H*B*T)
Strøm spænding:	forudindstilles inden anodiseringen til 14 Volt
Strøm styrke:	begrænses til 1 ampere (svarer til ca. 2 A/dm ² (1 A/dm ²)) dette resulterer i en meget jævn/pæn overflade samt god gentagelse
Temperatur:	anodiseringen udføres med isvand som kølemedie (glasbeholderen fyldes op til kanten/ 2 flade "skovle" is)

Tid:	10 min	4 my	+/- 2
	20 min	10 my	+/- 2
	40 min	20 my	+/- 2

Bilag 3 – Standard D1002-10



Designation: D1002 – 10

Standard Test Method for Apparent Shear Strength of Single-Lap-Joint Adhesively Bonded Metal Specimens by Tension Loading (Metal-to- Metal)¹

This standard is issued under the fixed designation D1002; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.

INTRODUCTION

The accuracy of the results of strength tests of adhesive bonds will depend on the conditions under which the bonding process is carried out. Unless otherwise agreed upon by the manufacturer and the purchaser, the bonding conditions shall be prescribed by the manufacturer of the adhesive. In order to ensure that complete information is available to the individual conducting the tests, the manufacturer of the adhesive shall furnish numerical values and other specific information for each of the following variables:

(1) Procedure for preparation of surfaces prior to application of the adhesive, the cleaning and drying of metal surfaces, and special surface treatments such as sanding that are not specifically limited by the pertinent test method.

(2) Complete mixing directions for the adhesive.

(3) Conditions for application of the adhesive, including the rate of spread or thickness of film, number of coats to be applied, whether to be applied to one or both surfaces, and the conditions of drying where more than one coat is required.

(4) Assembly conditions before application of pressure, including the room temperature, relative humidity, length of time, and whether open or closed assembly is to be used.

(5) Curing conditions, including the amount of pressure to be applied, the length of time under pressure, method of applying pressure (pressure bag, press platens, etc.), heat-up rate, and the temperature of the assembly when under pressure. It should be stated whether this temperature is that of the bondline or of the atmosphere at which the assembly is to be maintained.

(6) Conditioning procedure before testing, unless a standard procedure is specified, including the length of time, temperature, and relative humidity.

A range may be prescribed for any variable by the manufacturer of the adhesive if it can be assumed by the test operator that any arbitrarily chosen value within such a range, or any combination of such values for several variables will be acceptable to both the manufacturer and the purchaser of the adhesive.

1. Scope

1.1 This test method covers the determination of the apparent shear strengths of adhesives for bonding metals when tested

on a standard single-lap-joint specimen and under specified conditions of preparation and test.

1.2 The values stated in SI units are considered to be the standard. The values given in parentheses are for information only.

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D14 on Adhesives and is the direct responsibility of Subcommittee D14.80 on Metal Bonding Adhesives.

Current edition approved Oct. 1, 2010. Published October 2010. Originally approved in 1949. Last previous edition approved in 2005 as D1002–05. DOI: 10.1520/D1002-10.

1.3 This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

2. Referenced Documents

- 2.1 ASTM Standards:²
A109/A109M Specification for Steel, Strip, Carbon (0.25 Maximum Percent), Cold-Rolled
A167 Specification for Stainless and Heat-Resisting Chromium-Nickel Steel Plate, Sheet, and Strip
B36/B36M Specification for Brass Plate, Sheet, Strip, and Rolled Bar
B152/B152M Specification for Copper Sheet, Strip, Plate, and Rolled Bar
B209 Specification for Aluminum and Aluminum-Alloy Sheet and Plate
B265 Specification for Titanium and Titanium Alloy Strip, Sheet, and Plate
D907 Terminology of Adhesives
D4896 Guide for Use of Adhesive-Bonded Single Lap-Joint Specimen Test Results
E4 Practices for Force Verification of Testing Machines
E177 Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods
E691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method

3. Terminology

3.1 **Definitions**—Many terms in this test method are defined in Terminology D907.

4. Significance and Use

4.1 This test method is primarily comparative. However, it does have application as a discriminator in determining variations in adherend surface preparation parameters and adhesive environmental durability. The test method has found applications in controlling surface preparations, primer, and adhesive systems for determining strength properties of tested systems.

4.2 The misuse of strength values obtained from this test method as design-allowable stress values for structural joints could lead to product failure, property damage, and human injury. The apparent shear strength of an adhesive obtained from a given small single-lap specimen may differ from that obtained from a joint made with different adherends or by a different bonding process. The normal variation of temperature and moisture in the service environment causes the adherends and the adhesive to swell or shrink. The adherends and adhesive are likely to have different thermal and moisture coefficients of expansion.

4.3 Even in small specimens, short-term environmental changes may induce internal stresses or chemical changes in the adhesive that permanently affect the apparent strength and

other mechanical properties of the adhesive. The problem of predicting joint behavior in a changing environment is even more difficult if a different type of adherend is used in a larger structural joint than was used in the small specimen.

4.4 The apparent shear strength measured with a single-lap specimen is not suitable for determining design-allowable stresses for designing structural joints that differ in any manner from the joints tested without thorough analysis and understanding of the joint and adhesive behaviors.

4.5 Single-lap tests may be used for comparing and selecting adhesives or bonding processes for susceptibility to fatigue and environmental changes, but such comparisons must be made with great caution since different adhesives may respond differently in different joints. See Guide D4896 for further discussion of the concepts relative to interpretation of adhesive-bonded single-lap-joints.

5. Apparatus

5.1 The testing machine shall conform to the requirements of Practices E4. The testing machine shall be so selected that the breaking load of the specimens falls between 15 and 85 percent of the full-scale capacity. The machine shall be capable of maintaining a rate of loading of 80 to 100 kg/cm² (1200 to 1400 psi)/min, or, if the rate is dependent on crosshead motion, the machine should be set to approach this rate of loading, approximately 0.05 in./min. It shall be provided with a suitable pair of self-aligning grips to hold the specimen. It is recommended that the jaws of these grips shall engage the outer 25 mm (1 in.) of each end of the test specimen firmly.

5.2 The grips and attachments shall be so constructed that they will move into alignment with the test specimen as soon as the load is applied, so that the long axis of the test specimen will coincide with the direction of the applied pull through the center line of the grip assembly.

5.3 The length of overlap of the specimen may be varied where necessary. The length of the specimen in the jaws, however, must not be varied. The distance from the end of the lap to the end of the jaws should be 63 mm (2½ in.) in all tests.

6. Test Specimens

6.1 Test specimens shall conform to the form and dimensions shown in Fig. 1. These shall be cut from test panels prepared as prescribed in Section 7. The recommended thickness of the sheets is 1.62 ± 0.125 mm (0.064 ± 0.005 in.). The recommended length of overlap for most metals of 1.62 mm (0.064 in.) in thickness is 12.7 ± 0.25 mm (0.5 ± 0.01 in.).

6.2 Since it is undesirable to exceed the yield point of the metal in tension during test, the permissible length of overlap in the specimen will vary with the thickness and type of metal,

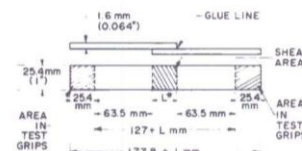


FIG. 1 Form and Dimensions of Test Specimen

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For Annual Book of ASTM Standards volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

D1002 – 10

and on the general level of strength of the adhesive being investigated. The maximum permissible length may be computed from the following relationship:

$$L = F_{ty} t / \tau \quad (1)$$

where:

L = length of overlap, in.,
 t = thickness of metal, in.,
 F_{ty} = yield point of metal (or the stress at proportional limit), psi, and
 τ = 150 percent of the estimated average shear strength in adhesive bond, psi.

6.3 A variation in thickness of the metal, and the length of overlap, will likely influence the test values and make direct comparison of data questionable. For this reason, in comparative or specification tests, the thickness should preferably be 1.62 ± 0.125 mm (0.064 ± 0.005 in.) and the length of overlap should preferably be 12.7 ± 0.25 mm (0.5 ± 0.01 in.), or not in excess of the value computed in 6.2. For development tests values could be different, but should then be constant.

6.4 The following grades of metal are recommended for the test specimens:

Metal	ASTM Designation
Brass	B36/B36M, C26800 (Alloy 8)
Copper	B152/B152M, C11000
Aluminum	B209, Alloy 2024, T3 temper
Steel	A109/A109M, Grade 2
Corrosion-resisting steel	A167, Type 302
Titanium	B265

6.5 At least 30 specimens shall be tested, representing at least four different joints. However, if statistical analysis of data and variance is employed, it should be possible to reduce this number.

7. Preparation of Test Joints

7.1 It is recommended that test specimens be made up in multiples of at least five specimens, and then cut into individual test specimens (Note 1), Fig. 2 and Fig. 3. Cut sheets of the metals prescribed in 6.1 and 6.4 to suitable size. All edges of the metal panels and specimens which will be within (or which will bound) the lap joints shall be machined true (without burrs or bevels and at right angles to faces) and smooth (rms 160 max) before the panels are surface-treated and bonded. Clean and dry the sheets carefully, according to the procedure prescribed by the manufacturer of the adhesive, and assemble in pairs. Prepare and apply the adhesive according to the recommendations of the manufacturer of the adhesive. Apply the adhesive to a sufficient length in the area across the end of one or both metal sheets so that the adhesive will cover a space approximately 6 mm ($\frac{1}{4}$ in.) longer than the overlap as selected in Section 6. Assemble the sheets so that they will be held rigidly so that the length of the overlap will be controlled, as indicated in Section 6, within 0.25 mm (± 0.01 in.), and the adhesive allowed to cure as prescribed by the manufacturer of the adhesive.

NOTE 1—Bonding specimens in multiple panels is believed to give

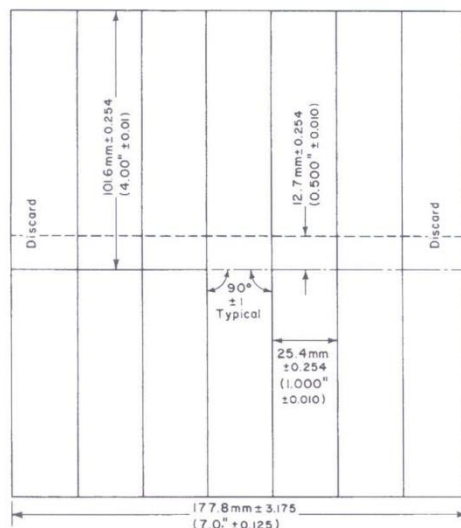


FIG. 2 Standard Test Panel

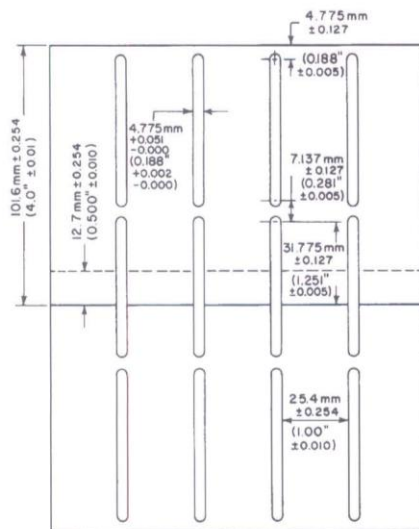


FIG. 3 Optional Panel for Acceptance Tests Only

more representative specimens. However, individual specimens may be prepared if agreeable to the supplier or the purchaser of the adhesive.

8. Preparation of Test Specimens

8.1 Cut the test specimens, as shown in Fig. 1, from the panels, Figs. 2 and 3. Perform the cutting operation so as to avoid overheating or mechanical damage to the joints (Note 2). For final preparation trim panel area according to Fig. 2. Measure the width of the specimen and the length of the overlap to the nearest 0.25 mm (0.01 in.) to determine the shear area.

NOTE 2—A five-tooth, typesetter's circular saw has been found suitable for such purposes.

9. Procedure

9.1 Test the specimens, prepared as prescribed in Section 8, as soon after preparation as possible. The manufacturer of the adhesive may, however, prescribe a definite period of conditioning under specific conditions before testing.

9.2 Place the specimens in the grips of the testing machine so that the outer 25 mm (1 in.) of each end are in contact with the jaws (see 5.3) and so that the long axis of the test specimen coincides with the direction of applied pull through the center line of the grip assembly. Apply the loading immediately to the specimen at the rate of 80 to 100 kg/cm² (1200 to 1400 psi) of the shear area per min. Continue the load to failure. This rate of loading will be approximated by a free crosshead speed of 1.3 mm (0.05 in.)/min.

10. Calculations

10.1 Record the load at failure and the nature and amount of this failure (cohesion in adhesive or metal, or adhesion) for each specimen. Express all failing loads in kilograms per square centimeter (pounds per square inch) of shear area, calculated to the nearest 0.06 cm² (0.01 in.²).

11. Report

11.1 Report the following:

11.1.1 Complete identification of the adhesive tested, including type, source, date manufactured, manufacturers' code numbers, form, etc.,

11.1.2 Complete identification of the metal used, its thickness, and the method of cleaning and preparing its surfaces prior to bonding,

11.1.3 Application and bonding conditions used in preparing specimens,

11.1.4 Average thickness of adhesive layer after formation of the joint within 0.001 in. (0.025 mm). The method of obtaining the thickness of the adhesive layer shall be described including procedure, location of measurements, and range of measurements.

11.1.5 Length of overlap used,

11.1.6 Conditioning procedure used for specimens prior to testing,

11.1.7 Number of specimens tested,

11.1.8 Number of joints represented and type of joint if other than single overlap,

11.1.9 Maximum, minimum, and average values for the failing load, and

11.1.10 The nature of the failure, including the average estimated percentages of failure in the cohesion of the adhesive, contact failure, and adhesion to the metal.

12. Precision and Bias

12.1 The precision of this test method is based on an interlaboratory study of D1022, Test Method for Apparent Shear Strength of Single-Lap-Joint Adhesively Bonded Metal Specimens by Tension Loading (Metal-to-Metal), conducted in 2006. Eleven laboratories tested four different adhesive/substrate combinations for calculated failing stress, percent adhesion to metal, and percent cohesion of adhesive. Every "test result" represents an individual determination. The laboratories were asked to report five replicate test results from each of two different times (a.m. and p.m.) for every adhesive/substrate combination. Following the initial data review, and internal investigations by the participants, qualified data from only five of the laboratories were utilized in determining the final precision statistics. Practice E691 was followed for the design and analysis of the data; the details describing the distinct data populations and outliers that were identified are given in ASTM Research Report D14-1017.³

12.1.1 *Repeatability Limit (r)*—Two test results obtained within one laboratory shall be judged not equivalent if they differ by more than the "*r*" value for that material; "*r*" is the

³ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR:D14-1017.

 D1002 – 10

interval representing the critical difference between two test results for the same material, obtained by the same operator using the same equipment on the same day in the same laboratory.

12.1.1.1 Repeatability limits are listed in [Tables 1-3](#).

12.1.2 *Reproducibility Limit (R)*—Two test results shall be judged not equivalent if they differ by more than the “R” value for that material; “R” is the interval representing the critical difference between two test results for the same material, obtained by different operators using different equipment in different laboratories.

12.1.2.1 Reproducibility limits are listed in [Tables 1-3](#).

12.1.3 The above terms (repeatability limit and reproducibility limit) are used as specified in [Practice E177](#).

12.1.4 Any judgment in accordance with statements [12.1.1](#) and [12.1.2](#) would have an approximate 95 % probability of being correct for similar data populations.

12.2 *Bias*—At the time of the study, there was no accepted reference material suitable for determining the bias for this test method, therefore no statement on bias is being made.

12.3 The precision statement was determined through statistical examination of the results from eleven laboratories, on four adhesive/substrate combinations which were described as follows:

Adhesives

Adhesive A: two-component methacrylate-epoxy hybrid

Adhesive B: toughened two-component epoxy

Substrates

Substrate 1: B209 aluminum (2024T3) 0.063 in. thick

Substrate 2: A109 cold rolled steel (1008) 0.063 in. thick

Surface Preparation

All substrates were cleaned using clean, and frequently replaced cloths soaked with isopropyl alcohol.

12.3.1 To judge the equivalency of two test results, it is recommended to choose the combination closest in characteristics to the test combination.

13. Keywords

13.1 adhesives; metal-to-metal; shear strength; single-lap joint; tension loading

TABLE 1 Calculated Failing Stress (Kg/cm²)

Combination/Time	Average Failing Stress (Kg/cm) ^A $\bar{x}$	Repeatability Standard Deviation s_r	Reproducibility Standard Deviation S_R	Repeatability Limit r	Reproducibility Limit R
Adhesive A, Substrate 1 AM	170.48	8.39	10.79	23.49	30.20
Adhesive A, Substrate 1 PM	163.18	8.67	20.19	24.26	56.53
Adhesive B, Substrate 1 AM	134.89	10.51	12.64	29.43	35.40
Adhesive B, Substrate 1 PM	131.58	7.49	12.56	20.98	35.17
Adhesive A, Substrate 2 AM	203.88	8.45	9.89	23.67	27.69
Adhesive A, Substrate 2 PM	193.56	7.01	22.96	19.63	64.29
Adhesive B, Substrate 2 AM	148.72	8.89	9.71	24.90	27.18
Adhesive B, Substrate 2 PM	144.47	7.66	10.47	21.45	29.31

^A The average of the laboratories' calculated averages.

 D1002 – 10

TABLE 2 Percent Adhesion to Metal (%)

Combination/Time	Average Adhesion to Metal (%) ^A $\bar{x}$	Repeatability Standard Deviation s_r	Reproducibility Standard Deviation s_R	Repeatability Limit r	Reproducibility Limit R
Adhesive A, Substrate 1 AM	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Adhesive A, Substrate 1 PM	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Adhesive B, Substrate 1 AM	36.2	23.0	48.2	64.3	100 ^B
Adhesive B, Substrate 1 PM	47.2	12.2	51.3	34.3	100 ^B
Adhesive A, Substrate 2 AM	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Adhesive A, Substrate 2 PM	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Adhesive B, Substrate 2 AM	33.2	20.6	46.1	57.8	100 ^B
Adhesive B, Substrate 2 PM	40.8	4.2	51.1	11.7	100 ^B

^A The average of the laboratories' calculated averages.

^B Percent adhesion and cohesion cannot exceed 100 %.

TABLE 3 Percent Cohesion of Adhesive (%)

Combination/Time	Average Cohesion of Adhesive (%) ^A $\bar{x}$	Repeatability Standard Deviation s_r	Reproducibility Standard Deviation s_R	Repeatability Limit r	Reproducibility Limit R
Adhesive A, Substrate 1 AM	100.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Adhesive A, Substrate 1 PM	100.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Adhesive B, Substrate 1 AM	63.8	23.0	48.2	64.3	100 ^B
Adhesive B, Substrate 1 PM	52.8	12.2	51.3	34.3	100 ^B
Adhesive A, Substrate 2 AM	100.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Adhesive A, Substrate 2 PM	100.0	0.0	0.0	0.0	0.0
Adhesive B, Substrate 2 AM	66.8	20.6	46.1	57.8	100 ^B
Adhesive B, Substrate 2 PM	59.2	4.2	51.1	11.7	100 ^B

^A The average of the laboratories' calculated averages.

^B Percent adhesion and cohesion cannot exceed 100 %.

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org). Permission rights to photocopy the standard may also be secured from the ASTM website (www.astm.org/COPYRIGHT/).

