



Masterarbeit

**Heizzeitverkürzung im Elastomerspritzguss durch
Ausnutzung des Effekts der
Kompressionserwärmung**

verfasst von

Christian Fellner, BSc

eingereicht am



SPRITZGIESSEN VON
KUNSTSTOFFEN

Leiter: Prof. Dr. Walter Friesenbichler

Montanuniversität Leoben

Leoben, 12.08.2012

Eidesstattliche Erklärung

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

Christian Fellner, BSc

Danksagung

Ich bedanke mich an dieser Stelle beim Leiter des Lehrstuhls Spritzgießen von Kunststoffen Univ.-Prof. Dr. mont. Walter Friesenbichler für das Zustandekommen, die kritische Durchsicht und die Verbesserungsvorschläge zu dieser Arbeit.

Vor allem möchte ich mich bei Dipl.-Ing. Leonhard Perko für die außerordentliche Betreuung und Unterstützung bedanken.

Außerdem bedanke ich mich bei den Mitarbeitern des Lehrstuhls für Spritzgießen von Kunststoffen sowie für Kunststoffverarbeitung für ihre Hilfestellung.

Diese Arbeit wurde im Rahmen des FFG-Bridge Projektes "Heizzeitverkürzung" in Kooperation mit den Firmen Semperit technische Produkte GmbH, Wimpassing, A, Maplan GmbH, Ternitz, A, und Erwin Mach Gummitechnik GmbH, Hirm, A, durchgeführt. Ich möchte mich an dieser Stelle auch besonders bei den Firmenpartnern für das Zustandekommen der Arbeit und ihre Unterstützung bedanken.

Kurzfassung

Betrachtet man die gesamte Zykluszeit beim Spritzgießen von Kautschukmischungen, so macht die Heizzeit, in der das Material vollständig ausvernetzt, einen großen Teil davon aus. Das Ziel dieser Arbeit ist es, den Effekt der Kompressionserwärmung gezielt zu nutzen, um das Material bereits vor dem Einspritzen in die Kavität zu erhitzen. Dadurch soll die Inkubationszeit der Kautschukmischung im Vorhinein abgebaut und dadurch kürzere Heizzeiten in der Kavität erzielt werden.

In dieser Arbeit wurde die Kompressionserwärmung zunächst analytisch berechnet und die Ergebnisse in praktischen Experimenten auf einem Hochdruckkapillarrheometer (HKR) und an einer Spritzgießmaschine überprüft. Dafür wurden zwei Kautschukmischungen (SBR und EPDM) auf bestimmte Druckniveaus komprimiert und die Temperaturerhöhungen gemessen. Für das SBR wurde bei einer Temperatur von 120 °C und bei 1800 bar Kompressionsdruck eine Temperaturerhöhung von 13,4 °C berechnet. Die Messung ergab 9,4 °C. Beim EPDM wurde bei 120 °C und 1800 bar eine Kompressionserwärmung von ca. 11 °C berechnet und gemessen.

Des Weiteren wurde eine Kompressionsphase mit Hilfe eines speziellen Werkzeugs in den Spritzgußzyklus integriert und untersucht, ob die Heizzeit des Formteils durch die Kompression bzw. die dadurch generierte Temperaturerhöhung verkürzt werden kann. Dafür wurden Formteile unter Variation von Kompressionsdruck, Kompressionszeit und Heizzeit hergestellt und nachfolgend die Härte Shore A und der Druckverformungsrest (DVR) gemessen, um den jeweiligen Vernetzungszustand zu ermitteln. Aus den Formteilprüfungen ging hervor, dass die Kompressionsphase bei den niedrig gewählten Temperaturen zu keinen signifikanten Änderungen der Shore A Härte und des DVR, im Vergleich zur Referenz (d.h. ohne Kompressionsphase), geführt hat.

Die Ergebnisse zeigten, dass die Kompressionserwärmung zu keinem signifikanten Inkubationszeitabbau bzw. zu keiner Verkürzung der Heizzeit geführt hat. Ein Grund ist, dass die mit der Spritzgießmaschine möglichen Kompressionsdrücke zu gering sind, um die Temperatur der Masse ausreichend zu erhöhen. Außerdem wird der Effekt der Kompressionserwärmung dadurch kompensiert, dass die generierte Wärme bei Kompressionszeiten größer 200 s zu einem großen Prozentsatz wieder über das Werkzeug abgeleitet wird.

Abstract

The curing time, in which the material is subjected to molecular cross linking, is the largest part of the complete cycle time of a rubber injection moulding process. The aim of this thesis is to use the effect of dissipation due to compression to heat up the material before it is injected into the cavity. This should reduce the incubation as well as the heating time.

The first part of this thesis was to calculate the increase of the temperature due to compression and validate the results in practical experiments on a high pressure capillary rheometer and an injection moulding machine. Therefore, two rubber materials (SBR and EPDM) were compressed at certain pressure levels and the temperature rise was measured.

For the SBR at 120 °C material temperature a temperature rise of 13,4 °C at 1800 bar pressure was calculated. The result of the measurement was 9,4 °C. For the EPDM at 120 °C a temperature rise of 11 °C at 1800 bar pressure was calculated and as well measured.

To investigate if the cycle time of an injection moulding process could be reduced by the effect of compression heating, an injection mould was constructed, to integrate a compression phase into the injection moulding cycle. With this mould rubber parts were produced by variation of compression pressure, compression- and curing time. To analyse the level of cross linking of these parts the Shore A hardness and the compression set were measured.

The measurements showed no significant differences in the Shore A hardness and the compression set between parts which were produced with a compression phase to parts without a compression phase during the process.

The results showed for the chosen temperature level that the curing time could not be significantly reduced by the effect of compression heating. One reason is that the maximum reachable compression pressures in the screw antechamber of the plasticising unit were too low to generate a sufficient temperature rise. Furthermore the effect of compression heating was to a high extend compensated by heat loss due to heat conduction for compression time values higher than 200 seconds.

Inhaltsverzeichnis

1	EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG	1
2	SYSTEME ZUR HEIZZEITVERKÜRZUNG: STAND DER TECHNIK	2
2.1	HEIZZEITVERKÜRZUNG DURCH ERHÖHUNG DER SCHERUNG	2
2.2	HEIZZEITVERKÜRZUNG DURCH OPTIMIERUNG DER TEMPERATURFÜHRUNG	3
2.3	HEIZZEITVERKÜRZUNG DURCH PROZESSOPTIMIERUNG	4
3	THEORETISCHE GRUNDLAGEN.....	5
3.1	SPRITZGIEßEN VON ELASTOMEREN	5
3.2	VULKANISATION	5
3.3	KOMPRESSIONSERWÄRMUNG	8
4	EXPERIMENTELLES	10
4.1	UNTERSUCHTE MATERIALIEN	10
4.1.1	<i>Ermittlung der Materialdaten</i>	<i>11</i>
4.2	HOCHDRUCKKAPILLARRHEOMETER.....	14
4.3	SPRITZGIEßMASCHINE	15
4.4	WERKZEUG FÜR VORVERSUCHE	17
4.5	WERKZEUG FÜR HAUPTVERSUCHE.....	18
5	VORVERSUCHE.....	23
5.1	KOMPRESSIONSERWÄRMUNG AM HOCHDRUCKKAPILLARRHEOMETER	23
5.2	KOMPRESSIONSERWÄRMUNG AUF DER SPRITZGIEßMASCHINE.....	26
5.3	ERGEBNISSE VORVERSUCHE.....	28
6	HAUPTVERSUCHE.....	32
6.1	ERMITTLUNG DER VERSUCHSPARAMETER	32
6.2	ZYKLUSABLAUF	38
6.3	FORMTEILPRÜFUNG	44
6.3.1	<i>Visuelle Beurteilung.....</i>	<i>44</i>
6.3.2	<i>Härteprüfung Shore A.....</i>	<i>45</i>
6.3.3	<i>Druckverformungsrest (DVR)</i>	<i>47</i>
7	ERGEBNISSE.....	49
7.1	SBR	49
7.2	EPDM.....	55
8	DISKUSSION DER ERGEBNISSE	60
9	ZUSAMMENFASSUNG	62
10	LITERATUR	64
11	VERWENDETE ABKÜRZUNGEN	66

Inhaltsverzeichnis

12	ANHANG	69
12.1	VOLLSTÄNDIGE MESSERGEBNISSE	69
12.1.1	<i>Vorversuche</i>	<i>69</i>
12.1.2	<i>Hauptversuche</i>	<i>74</i>

1 Einleitung und Zielsetzung

Wie bei der Verarbeitung von Thermoplasten ist Spritzgießen auch für die Herstellung von Elastomerprodukten eines der bedeutendsten Verfahren. Ausgangsstoff ist eine Kautschukmischung, welche durch Vernetzung zu einem Gummiformteil wird. Die Vernetzungsreaktion, auch Vulkanisation genannt, wird durch Zuführung von Energie in Form von Wärme ausgelöst. Hier liegt der entscheidende Unterschied zum Thermoplastspritzgießen, wo das Material in der Plastifiziereinheit bei hohen Temperaturen (130 – 450 °C) [1] aufgeschmolzen und nach dem Einspritzen in der kalten Kavität abgekühlt wird. Da beim Kautschukspritzguß die Vulkanisation erst in der Kavität starten darf, sind die Temperaturen in der Plastifiziereinheit vergleichsweise niedrig (60 – 110 °C). Dafür ist die Kavität beheizt, um einen Großteil der für die Vulkanisation benötigten Energie bereit zu stellen. Weitere Energie wird durch Dissipation während des Einspritzens eingebracht. Die Dauer bis zum Start der Vulkanisation, Inkubationszeit genannt, sowie die Vulkanisationszeit selbst sind zeitraubende Vorgänge und machen mit durchschnittlich etwa 60 % einen Großteil der Zykluszeit aus. Hier liegt das größte Potential, die Zykluszeit maßgeblich zu verkürzen.

Ein häufiger Ansatz zur Heizzeitverkürzung liegt darin, einen Teil der von der beheizten Kavität übertragenen Energie bereits vorher, während des Einspritzvorganges, einzubringen. Verfahren, welche dafür die Dissipation gezielt ausnützen, existieren schon seit einiger Zeit (siehe Kapitel 2). Jedoch gibt es noch keine Verfahren, welche zusätzlich zur immer auftretenden Schererwärmung auch noch die Kompressions- und Dehnerwärmung gezielt ausnützen, um kürzere Heizzeiten im Kautschukspritzguß zu erzielen.

Ziel dieser Arbeit ist es, die Auswirkung der Erwärmung mittels Kompression auf das Vernetzungsverhalten von Kautschukmischungen zu untersuchen und festzustellen, ob der Effekt gezielt in einem Spritzgußzyklus genutzt werden kann, um die Heizzeit und damit Zykluszeit zu reduzieren. Ein wesentlicher Vorteil der Erwärmung mittels Kompression ist die rasche und homogene Temperaturerhöhung der gesamten Masse.

2 Systeme zur Heizzeitverkürzung: Stand der Technik

2.1 Heizzeitverkürzung durch Erhöhung der Scherung

In dem von der Firma LWB Steinl (Altdorf, D) entwickelten Spritzsystem EFE[®] [2] wird der Kautschuk über zwei enge Scherspalt in die Kavität gespritzt. Nachdem die Kautschukmischung in ein FIFO (First In- First Out) Aggregat eingezogen wurde, erfolgt das Einspritzen in den ersten Scherspalt in einen Zylinder ("All Out"-Aggregat). Dies führt zu einer Erhöhung der Temperatur des Materials näher an die Vulkanisationstemperatur. Von diesem "All Out"-Aggregat wird nun das Material restlos (deshalb der Name "All Out") durch einen weiteren Scherspalt in die Kavität gespritzt. Die vollständige Entleerung ist wichtig, da zurückbleibendes Material sonst anvulkanisieren würde.

Bei diesem Konzept erfolgt die Erwärmung durch zweimalige intensive Scherung. Von der Schererwärmung ist jedoch bekannt, dass sie zu keinem homogenen Temperaturfeld führt, sondern sich Temperaturspitzen in den Randbereichen ausbilden [2].

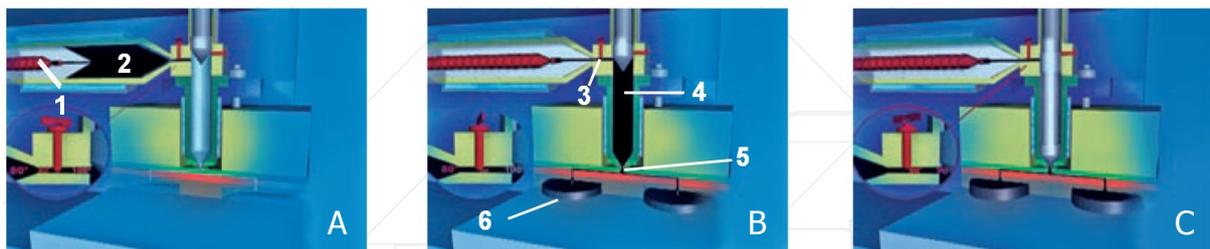


Abbildung 1: EFE Spritzsystem [2]; A: Die Masse wird vom Spritzzylinder (1) in das FIFO-Aggregat (2) dosiert; B: Über den ersten Scherspalt (3) wird das All Out-Aggregat (4) gefüllt; C: Über den zweiten Scherspalt (5) wird die Kavität (6) gefüllt.

Das spezielle Kaltkanalsystem FlowControl[®] [3, 4] der Firma Desma (Fridingen, D), verfügt über mehrere Nadelverschlussdüsen, welche separat über einen Hydraulikzylinder angesteuert werden können. Die Besonderheit liegt in der stufenlosen Verstellbarkeit der Verschlussdüsen. Dies ermöglicht eine präzise Regelung des Druckverlustes und somit der Erwärmung der Kautschukmischung. Temperaturinhomogenität der Schmelze und hohe Druckverluste sind die Nachteile dieses Systems.

2.2 Heizzeitverkürzung durch Optimierung der Temperaturführung

Die Firma REP International (Corbas, Frankreich) entwickelte das System TurboCure[®] [5, 6] welches das Temperaturprofil des Polymerflusses durch Einsatz zweier Werkzeugmodifikationen optimiert.

Wie zuvor erwähnt bildet sich bei Schererwärmung ein ungleichmäßiges Temperaturprofil über die Kanalbreite mit Temperaturspitzen in den Randzonen aus. Diese Unregelmäßigkeiten werden von einem Modul, genannt TempInverter[®] [7] ausgeglichen, welches das Material aus den heißen Randzonen in die Mitte umlenkt und umgekehrt.

Eine weitere Schwierigkeit stellen die Verzweigungen im Angussystem dar, da jede Aufteilung des Schmelzestroms eine Aufteilung der Schmelzetemperaturen zur Folge hat. Wie in Abbildung 2 dargestellt, führt die erste Aufteilung des Schmelzkanals auch zu einer Aufteilung des wärmeren Randbereiches. Nach einer weiteren Verzweigung kommt es schließlich zu einer kompletten Trennung der kalten und warmen Bereiche, wodurch es zur Füllung der Kavitäten mit Material unterschiedlicher Temperatur kommt [8, 9].

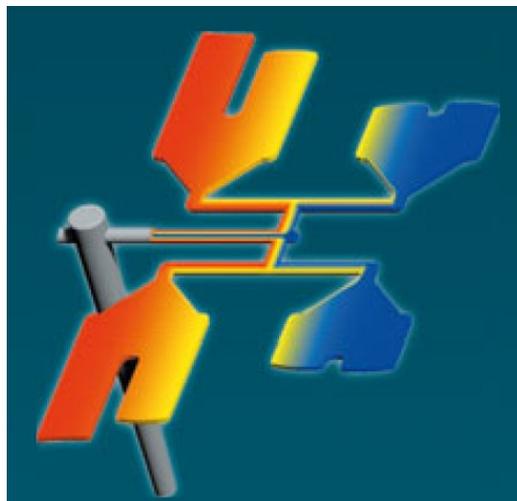


Abbildung 2: Temperaturtrennung infolge von Angussverzweigungen [10]

Um dem Abhilfe zu schaffen, soll durch Umlenkungen der Angusskanäle Einfluss auf die Temperaturverteilung genommen werden. Dieses System nennt sich Fillbalancer[®] [10]. Nachteilig sind der erhöhte Druckverlust durch die Umlenkungen der Schmelze sowie die Tatsache, dass sich dieses System nur schwer auf bestehende Werkzeuge nachrüsten lässt.

2.3 Heizzeitverkürzung durch Prozessoptimierung

Das Prozessregelsystem Cure²[®] [11], entwickelt von der Firma CAS GmbH & Co. KG (Niederlassing, D), ist ein vollautomatisches System zur Onlineüberwachung und -optimierung des Spritzgießprozesses. Dabei legt der Benutzer fest, welchen Zustand der Vernetzung das Bauteil am Ende haben soll. Ausgehend davon wird nun der Prozess vom System automatisch auf den gewünschten Vernetzungsgrad eingeregelt, soweit dies im Rahmen der Möglichkeiten des Materials und der Maschine liegt. Die Heizzeit wird hier ebenfalls durch Erhöhung der Massetemperatur bereits vor Eintritt der Kautschukmischung in die Kavität reduziert.

3 Theoretische Grundlagen

3.1 Spritzgießen von Elastomeren

Wie eingangs erwähnt, unterscheidet sich das Elastomerspritzgießen vom Thermoplastspritzgießen vor allem in der Temperaturführung des Prozesses. Der Zyklus beim Elastomerspritzgießen lässt sich in folgende Schritte unterteilen:

1. Materialeinzug
2. Plastifizieren
3. Einspritzen
4. Vulkanisieren
5. Entformen

Betrachtet man den gesamten Zyklus des Elastomerspritzgießens, so fällt auf, dass die Heizzeit den größten Anteil der Zykluszeit ausmacht (im Allgemeinen um die 60 %). Aufgrund dieser Tatsache liegt hier das größte Potential, um die Zykluszeit zu verkürzen und somit die Wirtschaftlichkeit zu erhöhen. Da die Vulkanisationsgeschwindigkeit zu- bzw. die Heizzeit mit steigender Werkzeugtemperatur abnimmt, wird diese so hoch wie prozesstechnisch möglich gehalten und beträgt im Allgemeinen zwischen 160 °C und 200 °C. Eine Obergrenze der Werkzeugtemperatur ist aber dadurch gegeben, dass zu hohe Temperaturen zu einer thermischen Schädigung der Oberfläche des Formteils führen. Grund dafür ist die ungleichmäßige Erwärmung des Formteils über die Dicke. Da die Wärme dem Formteil über das Werkzeug nur von außen zugeführt wird, sind die Randbereiche schon nach kürzester Zeit aufgeheizt, während die inneren Bereiche wegen der schlechten Wärmeleitung der Kautschukmasse viel länger brauchen, um auf Temperatur zu kommen. Dies führt auch dazu, dass die Vulkanisation außen früher abgeschlossen ist als innen. Bei zu hoher Temperatur bzw. Heizzeit führt das zu einer Schädigung des Materials [1].

3.2 Vulkanisation

Die Vulkanisationsreaktion kann als Reaktion erster Ordnung betrachtet werden, d.h. aus einem Stoff A (unvernetzter Kautschuk) wird ein Stoff B (vernetzter Elastomer) gebildet. Zur Umsetzung von A zu B wird eine bestimmte Menge an Energie benötigt. Die Energie kann z.B. in Form von Wärme zugeführt werden. Der Energiebedarf für

die Vulkanisation ist für jede Kautschukmischung spezifisch und kann von der Kautschukart, dem Vernetzungssystem oder den Füllstoffen abhängen.

Zur Untersuchung des Vulkanisationsverhaltens von Kautschukmischungen wird die Vulkametrie angewandt. Sie ist die gängigste und schnellste Prüfmethode, mit der der zeitliche Verlauf der Vernetzungsreaktion von Kautschukmischungen gemessen werden kann. Sie beruht auf der Tatsache, dass Schubmodul und Vernetzungsdichte bei kleinen Verformungen proportional zusammenhängen. Die zur Bestimmung verwendeten Prüfgeräte werden Vulkameter genannt. Mit ihnen wird eine Kautschukmischung bei konstanter Temperatur periodisch verformt und der zeitliche Verlauf der Schubkraft bzw. des Drehmomentes gemessen. Schließlich erhält man eine sogenannte Vulkameterkurve (Abbildung 3), welche dem Fortschreiten der Vernetzungsreaktion einer Kautschukmischung bei konstanter Temperatur entspricht [12].

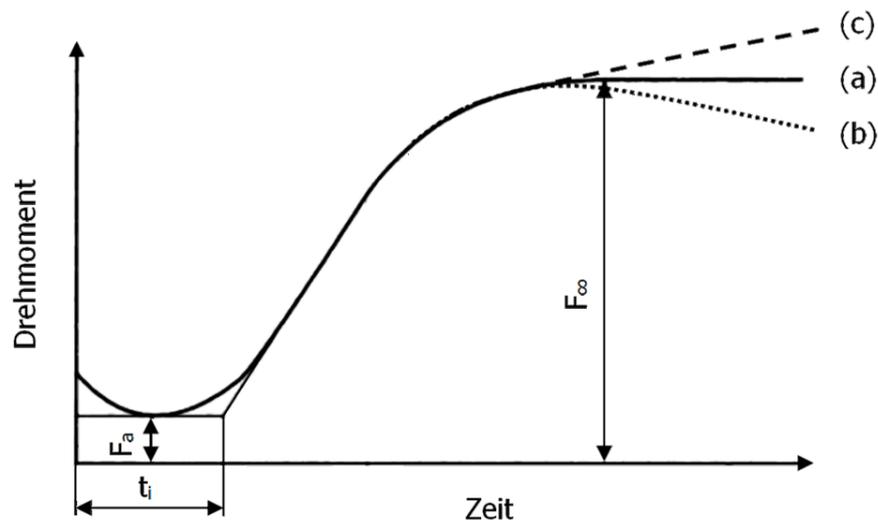


Abbildung 3: Vulkameterkurve zur Beschreibung der Vernetzungsreaktion einer Kautschukmischung; (a) konstanter Vernetzungsgrad; (b) Reversion; (c) marching modulus [12]

Phase 1: Inkubation

Man erkennt, dass die Vulkameterkurve zu Beginn ein Minimum durchläuft (F_a). Dies entspricht dem Verformungswiderstand der unvernetzten Probe. Die Inkubation bzw. Inkubationszeit t_i ist die Zeit, die die Kautschukmischung bei einer bestimmten Temperatur benötigt, bis es zur Ausbildung erster Vernetzungsbrücken kommt. Dies ist dadurch bedingt, dass der eigentlichen Vernetzungsreaktion bestimmte chemische Reaktionen vorgelagert sind, welche vom jeweiligen Vernetzungssystem abhängen. So muss z.B. bei Schwefelvernetzung zunächst ein aktiver Beschleuniger-Komplex

gebildet werden, bevor die Vernetzungsreaktion startet. Bei Peroxidvernetzung beruht die Inkubationszeit auf der Deaktivierung von Radikalen durch Verunreinigungen. Die Energie, welche die vorgelagerten Reaktionen benötigen, wird als Aktivierungsenergie E_0 bezeichnet. Die Inkubationszeit ist eine Funktion der Temperatur und sinkt mit steigender Massetemperatur. Sie wird auch als Scorch-Phase bzw. Scorch-Zeit bezeichnet und gibt Auskunft, in welchem Zeitraum eine Mischung zu verarbeiten ist. Aus der Vulkameterkurve kann die Inkubationszeit einer bestimmten Temperatur relativ einfach ermittelt werden. Man erhält sie durch Schneiden der Tangenten des Wendepunktes der Kurve und der Minimalkraft, wie in Abbildung 3 dargestellt [12, 13].

Phase 2: Vernetzung

Nach Ablauf der Inkubationszeit startet die Vernetzungsreaktion, d.h. die Anzahl der Vernetzungsstellen bzw. der Schubmodul nimmt mit der Zeit zu. Die Geschwindigkeit, mit der sich die Vernetzungsstellen ausbilden, Vernetzungsgeschwindigkeit genannt, ist abhängig von der Temperatur. Je höher die Temperatur, desto höher ist die Vernetzungsgeschwindigkeit. Bei der Verarbeitung von Elastomeren ist die Ausvulkanisationszeit bzw. Heizzeit bei einem Vernetzungsgrad kleiner 100 % definiert (z.B. bei 90 % \rightarrow Heizzeit t_{90}) Aufgrund der schlechten Wärmeleitung von Elastomeren führt die im Material verbliebene Wärme zur restlichen Vernetzung [12, 13].

Phase 3: Übervernetzung

Nachdem ein Vernetzungsgrad von 100 % erreicht ist, gibt es drei Möglichkeiten wie, die Reaktion bei weiterer Zuführung von Energie weiterlaufen kann. Eine besteht darin, dass der Vernetzungsgrad bei Erreichen der 100 % konstant bleibt und es zu keinen weiteren Reaktionen kommt (F_∞). Es kann aber auch zur Reversion kommen. Das bedeutet einen Abbau der Vernetzungsstellen nach Erreichen eines Maximums (F_{\max}) bei weiterer Energiezufuhr. Im Gegensatz dazu kann es jedoch auch vorkommen, dass der Vernetzungsgrad noch weiter ansteigt (marching modulus). Wie der Kautschuk bei Übervernetzung reagiert, ist ebenfalls abhängig von der Kautschukmischung (Art und Menge von Vernetzungsmittel und Beschleuniger, Füllstoffen, ...) [12, 13].

3.3 Kompressionserwärmung

Kompressionserwärmung bedeutet die Erhöhung der Temperatur eines Mediums durch Aufbringung einer Druckbelastung. Dieser Effekt ist bei allen Materialien zu beobachten, die den allgemeinen Gesetzen der Elastizität gehorchen. Diese Materialien besitzen die Eigenschaft der Thermolelastizität die besagt, dass die Verrichtung einer Volumenänderungsarbeit bei Kompression zu einer Temperaturerhöhung und bei Expansion zu einer Temperaturabnahme führt. Man spricht dabei vom Joule-Thomson-Effekt [14]. Erklären lässt sich dieser Effekt dadurch, dass die Verdichtung des Materials infolge Kompression zu einer Abnahme der Beweglichkeit der Molekülketten führt. Dabei wird die kinetische Energie in innere Wärmeenergie umgewandelt.

Die Temperaturänderung infolge adiabater Kompression oder Expansion kann näherungsweise mit der Gleichung nach Joule-Thomson [14] berechnet werden:

$$\Delta T_{\text{Joule-Thomson}} = \frac{\alpha \cdot v}{c_p} \cdot \bar{T} \cdot \Delta p \quad (1)$$

Mit

ΔT Temperaturänderung in K

v spezifisches Volumen in m^3/kg

α thermischer Ausdehnungskoeffizient in K^{-1}

c_p spezifische Wärmekapazität in J/kgK

\bar{T} Ausgangstemperatur der Masse in K

In dieser Arbeit soll unter anderem die Kompressionserwärmung von Kautschukmischungen gemessen und die Werte mit der analytischen Lösung nach Joule-Thomson verglichen werden. In der Literatur finden sich mehrere Vergleiche zwischen analytischer und gemessener Kompressionserwärmung verschiedener Polymere. Zum Beispiel haben Rodriguez und Filisko [15] Kompressionsversuche an PMMA ($T_g = 105 \text{ }^\circ\text{C}$) durchgeführt und bei einer Ausgangstemperatur von $100 \text{ }^\circ\text{C}$ und einer Druckerhöhung von 160 MPa einen Temperaturanstieg um $6,2 \text{ K}$ gemessen. Im Bereich niedrigerer Drücke ergibt der Vergleich der Messwerte mit der analytischen Lösung nach Gl. 1 eine gute Übereinstimmung. Bei hohen Drücken und

Ausgangstemperaturen nahe der Glasübergangstemperatur T_g sind die analytischen Werte immer deutlich unter den gemessenen Werten der Kompressionserwärmung. Diese Abweichung wird von Rodriguez dadurch erklärt, dass α , v und c_p bei der Berechnung Konstanten sind, in der Realität jedoch von Temperatur und Druck abhängen [14].

Die Untersuchungen von Rajganesch [16] an geschmolzenem PP ($T_s = 163 \text{ °C}$) ergaben bei einer Ausgangstemperatur von 190 °C und einem Kompressionsdruck von ca. $92,5 \text{ MPa}$ eine Kompressionserwärmung von $4,5 \text{ K}$. Bei 20 MPa Kompressionsdruck wurde eine Temperaturerhöhung von $1,6$ gemessen. Der Vergleich der gemessenen mit der nach Gl. 1 berechneten Kompressionserwärmung zeigt in allen Druckbereichen gute Übereinstimmung.

Ein wesentlicher Vorteil der Temperaturerhöhung mittels Kompression für die Verarbeitung von Elastomeren ist die homogene Temperaturverteilung. Während bei Erwärmung durch Wärmeleitung über die Werkzeugwand oder Schererwärmung die Randbereiche immer höhere Temperaturen aufweisen als die inneren Bereiche, wird das Material bei Kompression homogen über das gesamte Volumen erwärmt. An den Kontaktflächen der nach der Kompression kälteren Werkzeug- bzw. Zylinderwand erfolgt ein Wärmeabfluss, der bei relativ niedrigen Kompressionsdrücken zu einem deutlichen Temperaturabfall an der Wand führt.

4 Experimentelles

4.1 Untersuchte Materialien

Für die Untersuchungen wurden zwei verschiedene Kautschukmischungen verwendet. Beide Typen wurden für die Vorversuche der Kompressionserwärmung im HKR sowie auf der Spritzgießmaschine speziell ohne Vernetzungssystem hergestellt, da eine Vernetzung in den Prüfkammern des HKR bzw. des Vorversuchswerkzeugs zu einer erschwerter Entformung der Masse führt und davon ausgegangen wurde, dass das Vernetzungssystem nur einen sehr geringen Einfluss auf die Messergebnisse hat. In den Hauptversuchen auf der Spritzgießmaschine wurden dieselben Mischungen mit Vernetzungssystem verwendet, um die Auswirkungen der Kompressionserwärmung auf die für die Vernetzung benötigte Heizzeit untersuchen zu können. In Tabelle 1 sind die in dieser Arbeit untersuchten Kautschukmischungen dargestellt.

Tabelle 1: Verwendete Materialien

Typ	Füllstoffgehalt (phr)	Hersteller
SBR	Ruß: 52 Helle Füllstoffe: 62	Fa. Semperit, Wimpassing, A
EPDM	Ruß: 60	Fa. Kraiburg, Waldkraiburg, D

SBR (Styrol-Butadien-Copolymer) ist ein Kautschuk, der in sehr vielen unterschiedlichen Bereichen zur Anwendung kommt. Sein Haupteinsatzgebiet ist die Reifenindustrie, was sich auf seine gute Abriebbeständigkeit und Nassrutschfestigkeit zurückführen lässt. Ein weiteres Anwendungsgebiet ist die Bauindustrie, wo er z.B. für Schläuche, Förderbänder oder Bodenbeläge verwendet wird [13].

EPDM (Ethylen-Propylen-Dien-Terpolymer) zeichnet sich durch seine hohe Witterungsbeständigkeit und Ozonresistenz aus und ist außerdem gut beständig gegen Chemikalien. Es wird vor allem für Dichtungen in der Bau- und Automobilindustrie eingesetzt [13].

4.1.1 Ermittlung der Materialdaten

Die für die Berechnung der Kompressionserwärmung mittels Gleichung 1 benötigten Materialkennwerte spezifisches Volumen v , thermischer Ausdehnungskoeffizient α und spezifische Wärmekapazität c_p der beiden Materialien wurden am Lehrstuhl für Kunststoffverarbeitung an der Montanuniversität Leoben messtechnisch ermittelt.

Die Messung des spezifischen Volumens erfolgte am pvT Messgerät pvT100 der Firma SWO Polymertechnik, Krefeld, D. Abbildung 4 und Abbildung 5 zeigen das spezifische Volumen der beiden Kautschukmischungen in Abhängigkeit der Temperatur bei unterschiedlichen Drücken (pvT Diagramm). Für die Berechnung der Kompressionserwärmung wurde jeweils der Mittelwert des spezifischen Volumens herangenommen (Mittelwert aus allen Messdaten des pvT Diagramms). Der jeweilige thermische Ausdehnungskoeffizient α wurde für jeden Druck mittels Gleichung 2 berechnet und aus diesen Werten der Mittelwert gebildet.

$$\alpha_p = \frac{1}{\bar{v}_p} \cdot \frac{(v_{p,T_{\max}} - v_{p,T_{\min}})}{(T_{\max} - T_{\min})} \quad (2)$$

Mit

α_p thermischer Ausdehnungskoeffizient beim Druck p in K^{-1}

\bar{v}_p gemittelttes spezifisches Volumen beim Druck p in m^3/kg

$v_{p,T_{\max}}$ spezifisches Volumen beim Druck p und maximaler Temperatur in m^3/kg

$v_{p,T_{\min}}$ spezifisches Volumen beim Druck p und minimaler Temperatur in m^3/kg

T_{\max} maximale Temperatur in $^{\circ}C$

T_{\min} minimale Temperatur in $^{\circ}C$

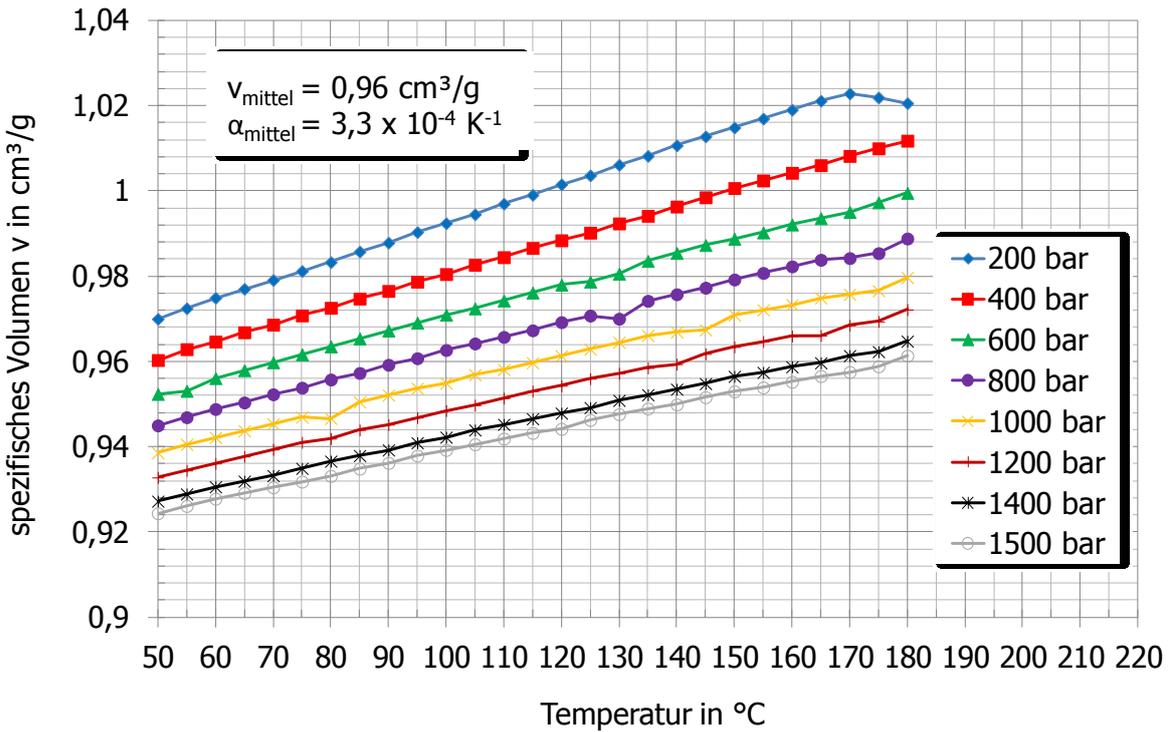


Abbildung 4: pvT Diagramm SBR

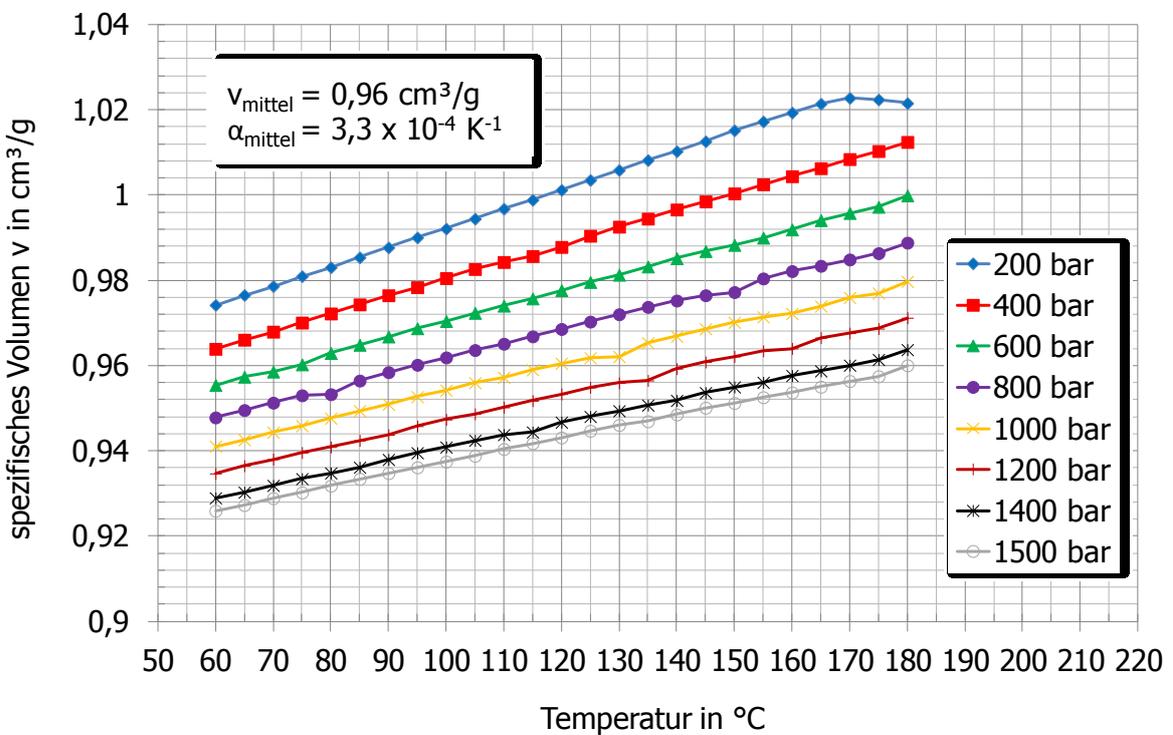


Abbildung 5: pvT Diagramm EPDM

Die spezifische Wärmekapazität c_p wurde mittels dynamischer Differenzkalorimetrie auf dem Messgerät DSC1 der Firma Mettler Toledo, Wien, A, ermittelt. Die Ergebnisse der Messungen (c_p in Abhängigkeit der Temperatur) beider Materialien sind in Abbildung 6 dargestellt. Für die Berechnung der Kompressionserwärmung wurde jeweils der Mittelwert der Messwerte gebildet.

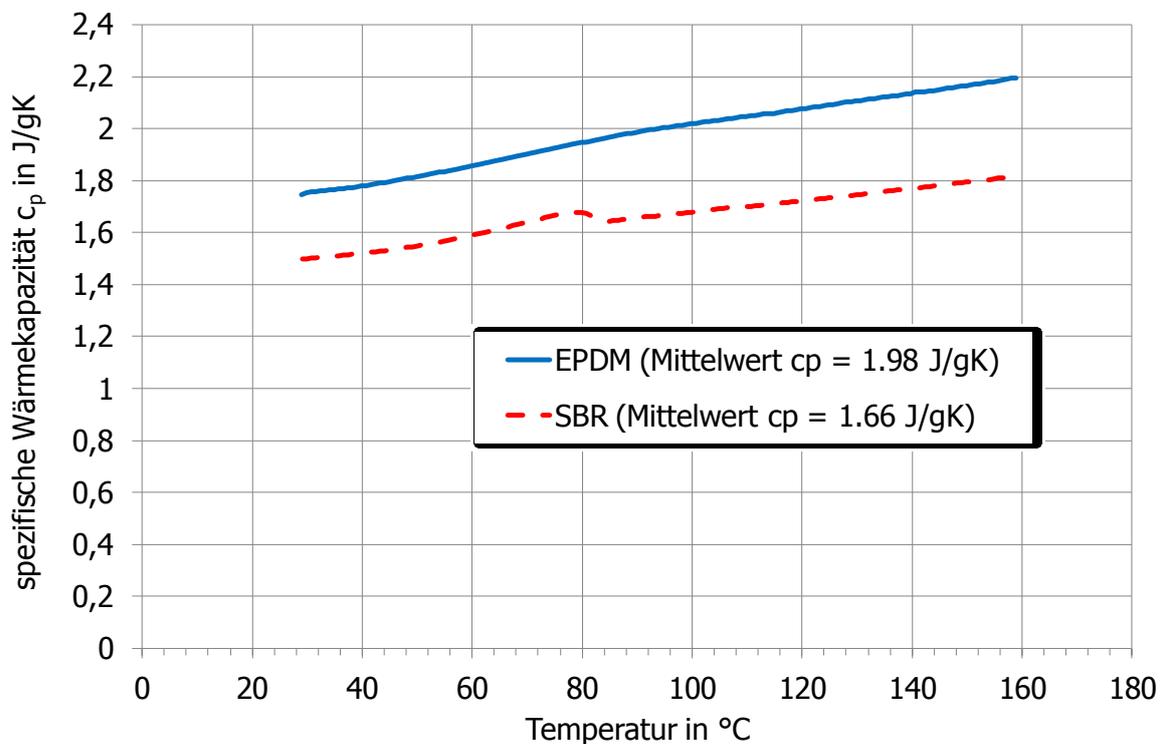


Abbildung 6: Spezifische Wärmekapazität in Abhängigkeit der Temperatur bei konstantem Druck; Material: SBR und EPDM

In Tabelle 2 sind die ermittelten Materialdaten, welche für die Berechnung der Kompressionserwärmung verwendet wurden, zusammengefasst.

Tabelle 2: Ermittelte Materialdaten für SBR und EPDM

	Einheit	SBR	EPDM
spezifisches Volumen v	m^3/kg	$0,96 \cdot 10^{-3}$	$0,96 \cdot 10^{-3}$
thermischer Ausdehnungskoeffizient α	K^{-1}	$0,33 \cdot 10^{-3}$	$0,33 \cdot 10^{-3}$
spezifische Wärmekapazität c_p	J/kgK	1980	1660

4.2 Hochdruckkapillarrheometer

Die Vorversuche zur Kompressionserwärmung wurden unter anderem am Hochdruckkapillarrheometer (HKR), Typ Rheograph 2002 der Firma Göttfert Werkstoff-Prüfmaschinen GmbH, Buchen, D durchgeführt. Es handelt sich dabei um ein computergesteuertes Hochdruckkapillarrheometer, welches über eine thermostatisierte zylindrische Testkammer mit einem Durchmesser von 15 mm verfügt. Am unteren Ende der Testkammer können auswechselbare Düsen montiert werden. Von oben wird das zu untersuchende Material von einem hydraulischen Stempel komprimiert und durch die montierte Düse gedrückt. Die maximale Stempelkraft beträgt 20 kN. Die maximale Geschwindigkeit des Stempels beträgt 17 mm/s. Die Temperatur des Gesamtsystems wird von drei separaten Thermoelementen vom Typ Pt100 geregelt.

Ziel dieser Messungen war es, das Material in der Prüfkammer auf bestimmte Druckniveaus zu komprimieren und die resultierende Kompressionserwärmung zu messen. Dafür wurde eine Düse mit einem integrierten Thermoelement (Typ J), welches diese gleichzeitig verschließt, angefertigt. Damit kann die Masse in der Prüfkammer mit dem Stempel komprimiert und die Temperatur im Massekuchen gemessen werden. Die Messung des Drucks erfolgte mit einem Drucksensor (Messbereich 0 – 1400 bar), Fa. Dynisco, Franklin, Massachusetts, USA, welcher genau auf der Höhe des Messpunkts des Thermoelements montiert war.

In Abbildung 7 ist der Prüfaufbau zur Messung der Kompressionserwärmung am HKR dargestellt. Am HKR wurden ausschließlich nicht vernetzende Materialien untersucht.

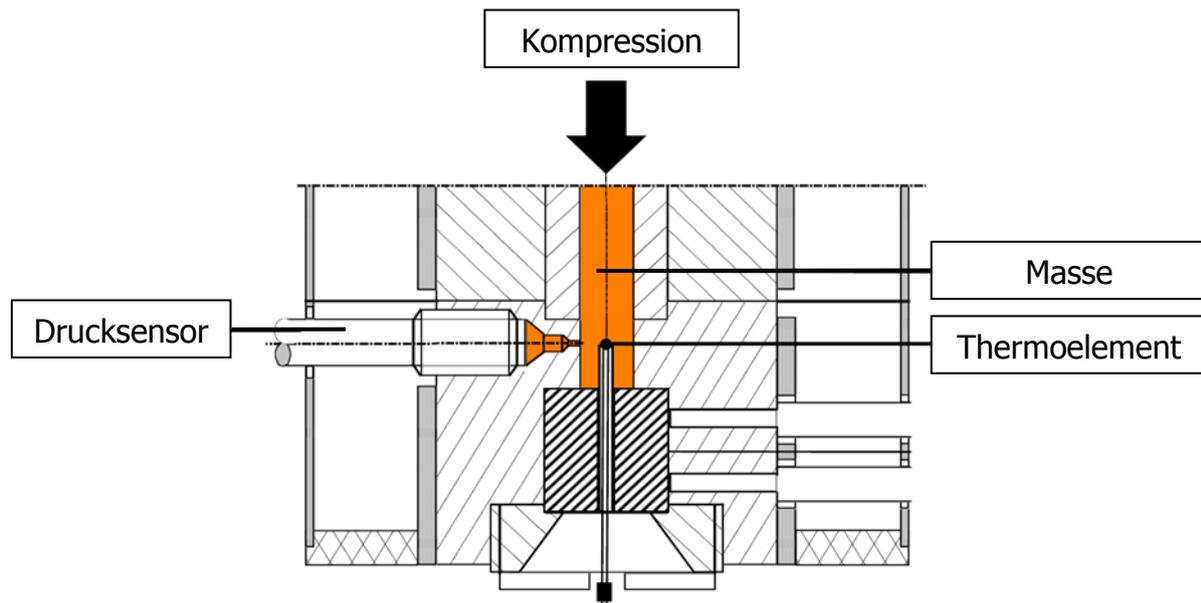


Abbildung 7: Schematische Darstellung des Prüfaufbaus am Hochdruckkapillarrheometer [16]

4.3 Spritzgießmaschine

Für die Vor- und Hauptversuche wurde eine Elastomerspritzgießmaschine vom Typ MTF 750/160 edition der Firma Maplan GmbH, Ternitz, A verwendet. Es handelt sich dabei um eine vertikale Spritzgießmaschine, welche mit einem FIFO – Aggregat (First In- First Out) ausgestattet ist. Dies bedeutet, dass das Material, welches zuerst in den Schneckenorraum dosiert wird, auch zuerst die Kavität erreicht. Dadurch wird ein Zurückbleiben von Kautschukmischung im Schneckenorraum verhindert. Dies ist bei der Verarbeitung von vernetzenden Materialien von großer Bedeutung, um Prozesssicherheit zu gewährleisten. Da es jedoch immer wieder vorkommen kann, dass Material schon im Einspritzaggregat vernetzt, verfügt die Maschine über eine Notkühlung, wodurch die Vernetzungsreaktion so schnell wie möglich unterbrochen werden kann. Dafür kommen zwei Temperiergeräte vom Typ MTG 188 der Fa. Maplan zum Einsatz.

4. Experimentelles

In Abbildung 8 ist die Spritzgießmaschine ohne eingebautes Werkzeug dargestellt. Aus Tabelle 3 können die technischen Daten der Spritzgießmaschine entnommen werden.



Abbildung 8: Elastomerspritzgießmaschine MTF 750/160 edition der Fa. Maplan GmbH [17]

Tabelle 3: Technische Daten der Elastomerspritzgießmaschine MTF 750/160 edition der Fa. Maplan GmbH

Schließeinheit		
max. Öffnungshub	mm	450
max. Schließkraft	kN	1600
Heizplatten (b x t)	mm	450 x 510
Spritzeinheit		
max. Spritzvolumen	cm ³	750
Schneckendurchmesser	mm	32
max. Einspritzdruck	bar	1900

4.4 Werkzeug für Vorversuche

Wie bereits erwähnt, wurde die Kompressionserwärmung zunächst auf dem HKR untersucht. Als nächster Schritt sollte die Untersuchung der Kompressionserwärmung praxisnah an der Spritzgießmaschine durchgeführt werden. Dazu kam das in Abbildung 9 dargestellte Werkzeug zum Einsatz. Die bereits am HKR verwendete Düse mit integriertem Thermoelement wurde zu diesem Zweck adaptiert. Für die Aufnahme musste lediglich eine zusätzliche Düsenplatte gefertigt werden. In Abbildung 9 ist das modifizierte Versuchswerkzeug dargestellt.

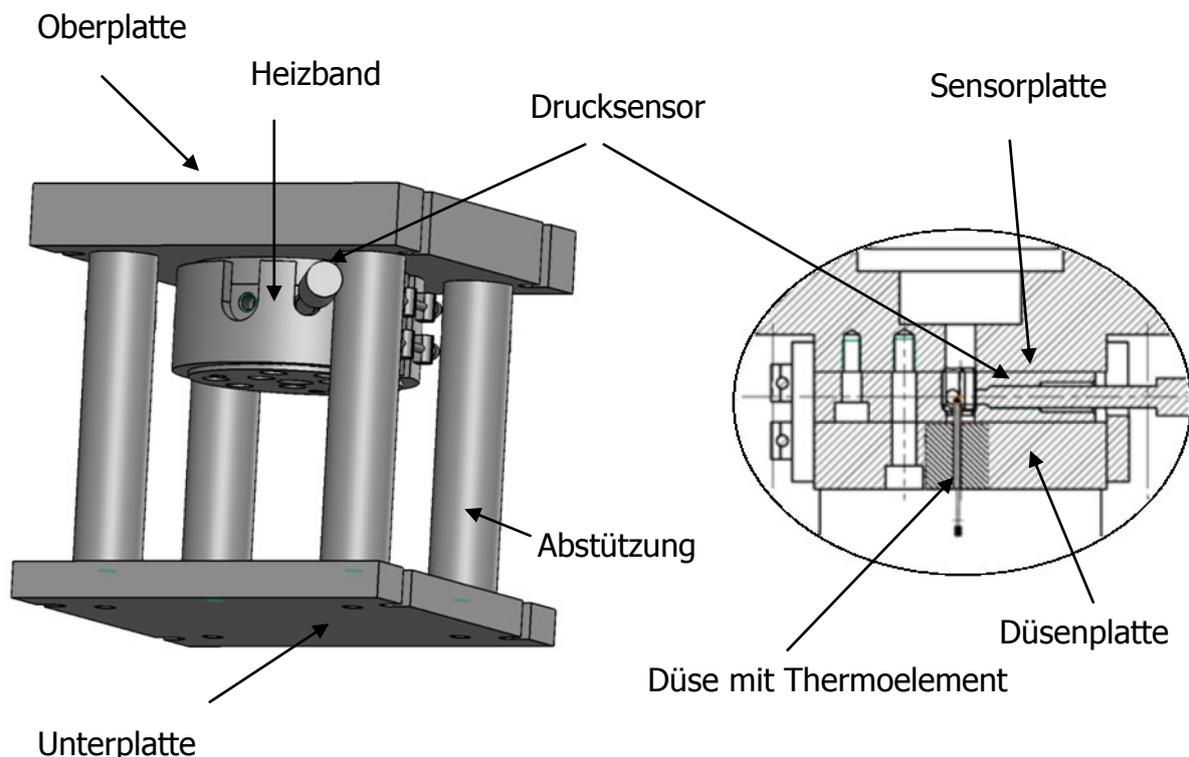


Abbildung 9: links: 3D Ansicht des Versuchswerkzeuges; rechts: Schnittdarstellung der adaptierten Düse mit Thermoelement [18]

Das Versuchswerkzeug wurde in die bereits beschriebene Elastomerspritzgießmaschine eingebaut. Die Einspritzung der Masse erfolgte über die Oberplatte. Auf Grund der verschlossenen Düse wurde das Material durch den Einspritzdruck im zylindrischen Sensorbereich komprimiert. Die dabei entstehende Kompressionserwärmung wurde mit dem in der Düse integrierten Thermoelement Typ J gemessen, welches ca. 10 mm in die Masse ragte. Der Druck wurde von einem in der Sensorplatte montierten Drucksensor vom Typ MDA422-1/2-2M, Fa. Dynisco, Franklin, Massachusetts, USA aufgezeichnet. Dieser ist für einen Druckbereich von

0 – 2000 bar einsetzbar und erreicht eine Genauigkeit von $\pm 0,25$ %. Die Temperierung erfolgte unter anderem über die geheizten Aufspannplatten, was die gängige Methode in der kautschukverarbeitenden Industrie ist. Zur Verbesserung der Präzision der Temperierung wurde zusätzlich ein Heizband verwendet, welches maschinenintern über ein nahe der Düsenwand angebrachtes Thermoelement geregelt wurde. Die Aufzeichnung der Messsensoren erfolgte über das Messdatenerfassungssystem Spider 8 und dessen Software Catman Easy der Firma Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, Darmstadt, D.

4.5 Werkzeug für Hauptversuche

Die Aufgabe dieses Werkzeugs war es, Formteile zu produzieren und dabei eine Kompressionsphase in den Spritzgußzyklus zu integrieren. Es wurde untersucht, ob die Kompressionserwärmung dazu genutzt werden kann, die Inkubationszeit der Masse bereits vor dem Einspritzen abzubauen, um dadurch die Heizzeit im Werkzeug zu verkürzen. Dafür wurden Formteile unter Variation von Kompressionsdruck, Kompressionszeit und Heizzeit hergestellt und anschließend im Rahmen einer Formteilprüfung (Kapitel 6.3) näher untersucht. Abbildung 10 zeigt die 3D-Ansicht des Werkzeugs.

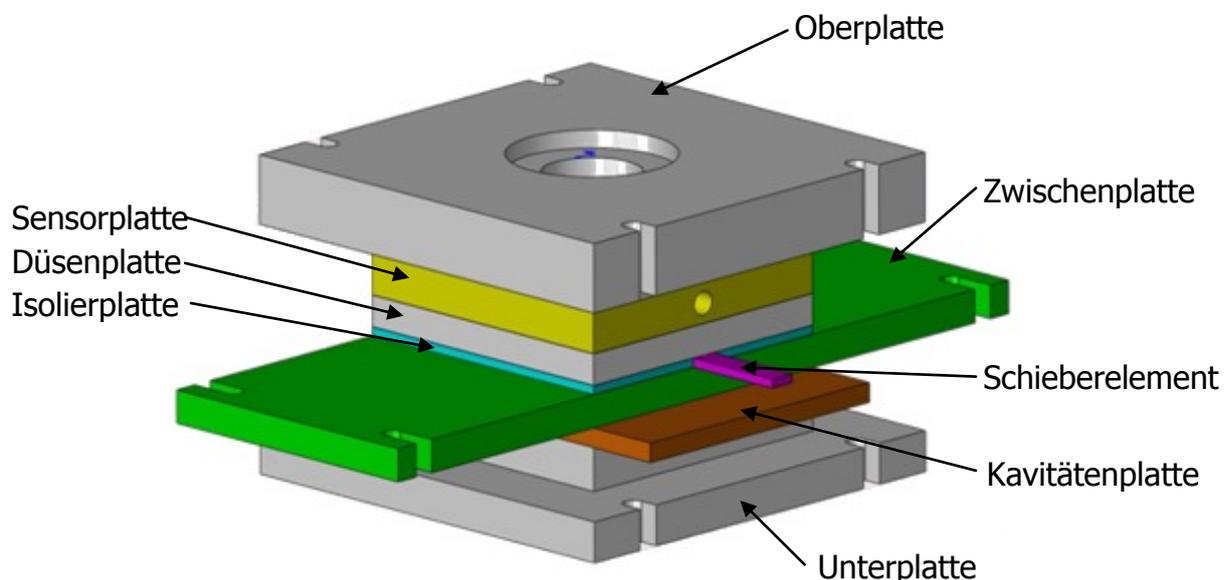


Abbildung 10: 3D-Ansicht des Versuchswerkzeuges [19]

Die Masse wird über die Oberplatte eingespritzt und durchfließt anschließend die Sensorplatte, welche eine Bohrung für die Aufnahme eines Druckaufnehmers

aufweist (Abbildung 11). In der darauf folgenden Düsenplatte fließt die Masse durch eine konische Düse. Diese drei Platten bilden gemeinsam die Kompressionszone des Werkzeugs. Um die Masse vor dem Einspritzen in die Kavität komprimieren zu können, wird ein flaches Schieberelement verwendet, mit dem der Fließkanal im Werkzeug manuell geöffnet und geschlossen werden kann. Dieses Schieberelement ist auf einer Zwischenplatte angebracht, über deren Fließkanal die Masse in die Kavität gelangt. Die Betätigung des Schiebers kann nur bei geöffnetem Werkzeug erfolgen. Zum Schließen wird das Schieberelement horizontal in Richtung Werkzeugmitte verschoben. Schließt sich nun das Werkzeug, ist der Fließkanal getrennt und die Masse wird durch Aufbringen des Einspritzdrucks komprimiert. Die Kräfte des Kompressionsdruckes und der Schließkraft wirken dabei auf das Schieberelement. Zum Öffnen des Fließkanals muss zunächst das Werkzeug geöffnet werden, um dann das Schieberelement wieder aus der Werkzeugmitte zurückzuziehen. Bei erneutem Schließen des Werkzeuges ist der Fließkanal nun offen und die Masse kann in die Kavität eingespritzt werden. Abbildung 11 zeigt das Werkzeug bei geschlossenem und geöffnetem Fließkanal.

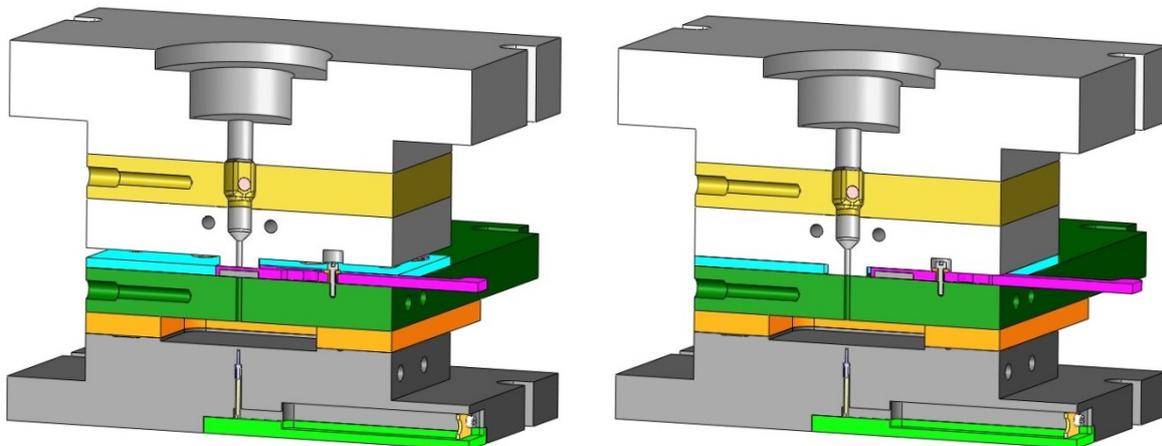


Abbildung 11: Schnitt durch das Versuchswerkzeug; links: geschlossener Fließkanal Kompressionsphase; rechts: offener Fließkanal → Einspritzphase [19]

Das Formteil ist eine ebene quadratische Platte (100 mm x 100 mm) mit abgerundeten Ecken (Radius = 15 mm). Um die Möglichkeit zu haben, Formteile in unterschiedlichen Dicken herstellen zu können, wurde die Kavität durch eine austauschbare Platte mit einer entsprechenden Ausnehmung realisiert. In dieser Arbeit wurde jedoch ausschließlich Formteile mit einer Dicke von 15 mm Dicke untersucht. Der Boden der Kavität wird durch die Unterplatte abgebildet, welche

gemeinsam mit der Zwischenplatte und der Kavitätenplatte die Heizzone des Werkzeugs darstellt.

Im Werkzeug ergaben sich zwei Temperaturzonen (Abbildung 12), die kalte Kompressionszone, in der das Material bei geschlossenem Schieber durch Kompression erwärmt wird und die Heizzone, in welcher hohe Temperaturen für die Vernetzung der Masse in der Kavität sorgen. Um eine thermische Trennung der beiden Zonen zu gewährleisten, wurden mehrere konstruktive Maßnahmen gesetzt. So ist auf der Zwischenplatte eine Isolierplatte montiert, um die Ableitung der Wärme in die kalte Düsenplatte zu minimieren. Es handelt sich dabei um spezielle Wärmeschutzplatten für die thermische Isolierung von Spritzgusswerkzeugen. Aus diesem Material wurde auch das Schieberelement gefertigt, wobei es aufgrund der hohen Druckbelastung zusätzlich mit einem Metalleinsatz verstärkt wurde. Weiters wird die Düsenplatte mit einem zusätzlichen Temperiergerät vom Typ TT-139, Fa. Tool-Temp, Sulgen, CH, über einen nahe der Düsenwand angelegten Temperierkanal temperiert, um überschüssige Wärme ableiten zu können. Zusätzlich wird die Kompressionszone des Werkzeugs über die obere Aufspannplatte temperiert. In der Zwischenplatte sind Bohrungen für vier Heizpatronen vorgesehen um dem Formteil von oben Wärme für die Vernetzung zuführen zu können. Die verwendeten Heizpatronen vom Typ Z110 (Heizleistung 315 Watt) der Fa. HASCO, Lüdenscheid, D, sind in die Maschinensteuerung integriert und werden über ein ebenfalls in der Zwischenplatte befindliches Thermoelement geregelt. Der restliche Wärmeintrag in die Kavität erfolgt über die untere Aufspannplatte.

Der Druck während der Kompressions- und Einspritzphase wurde durch den schon im Vorversuchswerkzeug verwendeten Drucksensor vom Typ MDA422-1/2-2M, Fa. Dynisco, Franklin, Massachusetts, USA aufgezeichnet. Um die Massetemperatur in der Kavität messen zu können, wurde ein Thermoelement, Typ 6193 B0.4, Fa. Kistler, Winterthur, CH in die Unterplatte integriert. Die Spitze des Fühlers ragt 1 mm in die Kavität hinein und befindet sich genau zentrisch in der Bodenebene der Kavität. Das heißt, es wurde beim Einspritzen zentral von oben angespritzt.

Abbildung 12 unten ist eine Detailansicht des eingebauten Thermoelementes in der Kavität dargestellt. Die Aufzeichnung der Messdaten erfolgte wie schon im Vorversuchswerkzeug über das Messdatenerfassungssystem Spider 8 und dessen Software Catman Easy der Firma Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, Darmstadt, D.

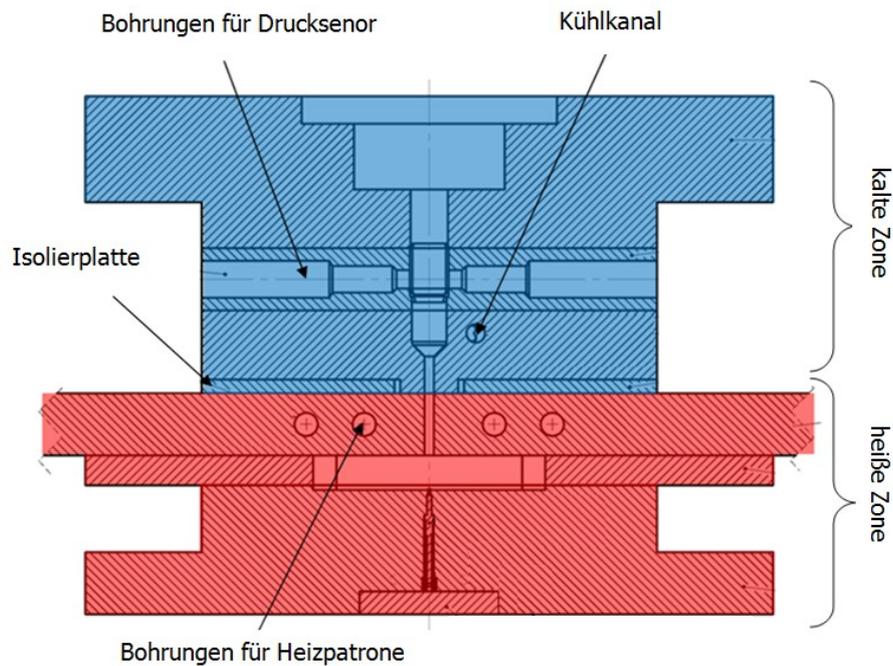


Abbildung 12: Schnittdarstellung des Werkzeugs für die Hauptversuche mit den unterschiedlichen Temperaturzonen [19]

Wie in Abbildung 13 ersichtlich, verfügt das Werkzeug über zwei Trennebenen. Trennebene 1 zwischen Düsenplatte und der auf der Zwischenplatte montierten Isolierplatte hat zwei Funktionen. Zum Einen muss hier ein Hub stattfinden, um das Schieberelement öffnen bzw. schließen zu können. Zum Anderen dient die Öffnung als zusätzliche thermische Trennung zwischen beheizter Zwischenplatte und kühlerer Düsenplatte während der Entformung des Formteils. Die Trennebene 2 zwischen Kavitätenplatte und Zwischenplatte öffnet die Kavität, um das Formteil entnehmen zu können. Realisiert werden die beiden Trennebenen dadurch, dass die beheizte Zwischenplatte mit dem unteren Auswerfersystem der Maschine gekoppelt ist und so bei geöffnetem Werkzeug vertikal bewegt werden kann. Beim Öffnungsvorgang des Werkzeuges öffnet sich zunächst Trennebene 1 durch die Abwärtsbewegung des Maschinentisches. Die unteren Auswerfer sind dabei noch in unterster Position, das heißt die Zwischenplatte liegt noch auf der Kavitätenplatte. Nach Erreichen des eingestellten Öffnungshubes bewegt sich nun das untere Auswerfersystem samt Zwischenplatte nach oben, wodurch Trennebene 2 geöffnet wird und das Formteil entnommen werden kann.

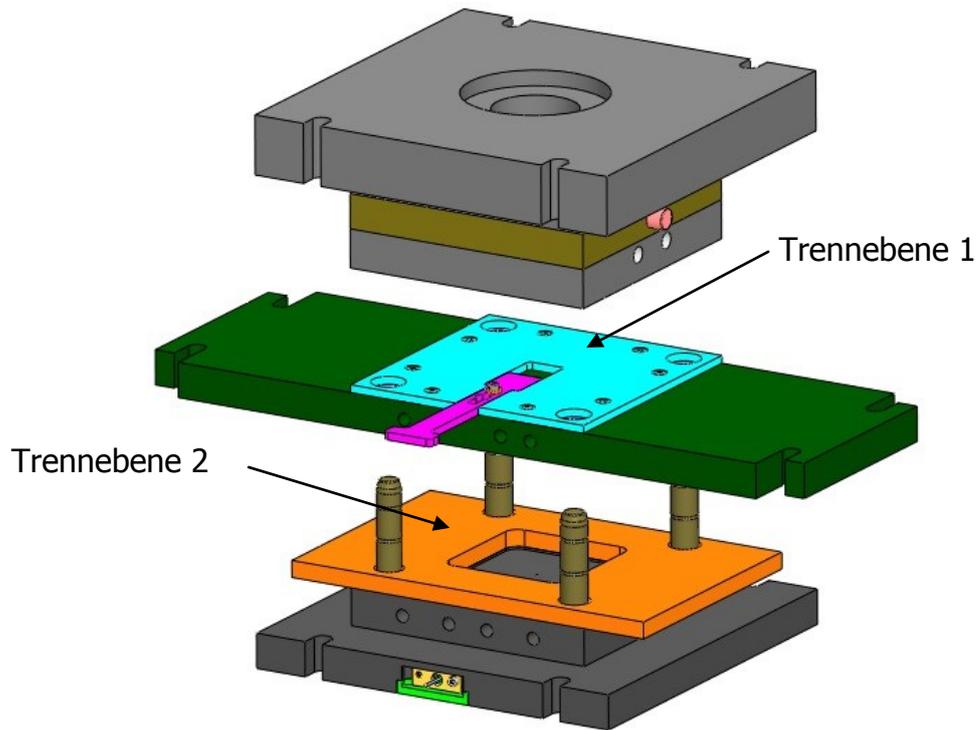


Abbildung 13: 3D Ansicht des geöffneten Werkzeuges [19]

5 Vorversuche

5.1 Kompressionserwärmung am Hochdruckkapillarrheometer

Wie bereits erwähnt sollte zunächst die Erwärmung infolge Kompression mit einfachen Methoden untersucht werden, um zu sehen wie gut die praktisch ermittelten Ergebnisse mittels Berechnung vorhergesagt werden können. Dafür erwies sich die Untersuchung am Hochdruckkapillarrheometer mit dem in Kapitel 4.2 beschriebenen Prüfaufbau als einfache und schnelle Methode, um erste Ergebnisse erzielen zu können. Die Messungen am Hochdruckkapillarrheometer wurden an den in Kapitel 4.1 beschriebenen Kautschukmischungen ohne Vernetzungssystem durchgeführt, um eine mögliche Vernetzung des Materials während der Prüfung zu vermeiden. Es wurde davon ausgegangen, dass das Vernetzungssystem keinen signifikanten Einfluss auf die Messergebnisse haben wird.

Um den Einfluss der Ausgangstemperatur auf die Kompressionserwärmung zu untersuchen, wurden die Materialien bei drei Ausgangstemperaturen mit unterschiedlichen Kompressionsdrücken komprimiert. Tabelle 4 zeigt die Versuchsparameter für die Untersuchung der Kompressionserwärmung am HKR, welche für beide Mischungen ident waren. Auf höhere Drücke als 1400 bar konnte nicht komprimiert werden, da dies eine Überschreitung des Messbereichs des Drucksensors zur Folge gehabt hätte. Pro Kompressionsdruck und Ausgangstemperatur wurden drei Messungen durchgeführt.

Tabelle 4: Versuchsparameter Kompressionserwärmung am HKR für beide Materialien

Ausgangstemperaturen	°C	80, 100, 120
Kompressionsdrücke	bar	200, 400, 600, 1000, 1400

Die Messungen wurden wie folgt durchgeführt:

1. Montage der Düse:

Die Düse mit dem integrierten, zuvor kalibrierten Thermoelement wurde mit Hilfe der Montagenuß montiert und der Drucksensor in die vorgesehene Bohrung eingeschraubt.

2. Aufheizen:

Die Initiierung des Aufheizvorgangs erfolgte durch Einstellen der Ausgangstemperatur am HKR. Vor Beginn der ersten Messung wurde ca. eine Stunde gewartet, um die gesamte Apparatur auf Betriebstemperatur zu bringen.

3. Probenvorbereitung

Die Kautschukmischungen lagen in einer für die Verarbeitung im Spritzguss üblichen Form als Endlosstreifen (Breite 30 – 40 mm) vor. Um sie der Prüfkammer des HKRs zuführen zu können, wurden mit einer Schere aus den Streifen kleine Stücke mit einem Durchmesser von 2 - 5 mm herausgeschnitten.

4. Befüllen der Testkammer

Nach Erreichen der eingestellten Temperatur wurde die Testkammer mit mehreren kleinen Portionen befüllt. Wichtig war es darauf zu achten, dass bei der Füllung keine Luft mit eingeschlossen wurde. Deshalb wurde nach jeder Portion das in der Testkammer befindliche Material mit einer Messingstange per Hand verdichtet, um eingeschlossene Luft herauszudrücken. Es musste darauf geachtet werden, nicht zu viel Druck auszuüben, da sonst das Thermoelement beschädigt werden konnte. Der Füllvorgang wurde beendet, nachdem eine Füllhöhe von ca. 40 – 50 mm erreicht wurde.

5. Kompression

Nach Füllung der Testkammer wurde zehn Minuten gewartet, um die gesamte Masse auf Ausgangstemperatur zu bringen. Anschließend wurde die Masse mit dem Stempel komprimiert. Die Stempelgeschwindigkeit wurde auf 0,2 mm/s eingestellt, da der Druckanstieg sehr schnell erfolgte. Aufgrund der Trägheit des Thermoelementes sollten bestimmte Druckniveaus angefahren und kurz gehalten werden, um die Kompressionserwärmung zu messen. Dies konnte jedoch nicht in der Software des Rheometers (WinRheo) eingestellt werden, wodurch keine automatische Bewegung des Stempels bis zum Erreichen bestimmter Druckniveaus möglich war. Aus diesem Grund wurde die Stempelbewegung manuell, durch Drücken der entsprechenden Knöpfe am Rheometer durchgeführt. Anhand des Bildschirms des Rheometers konnte der Anstieg des Druckes über den Stempelweg verfolgt werden. Bei Erreichen eines bestimmten Druckbereichs wurde der Stempel durch Loslassen des Knopfes für die Stempelbewegung gestoppt, sodass sich ein Druckniveau ausbilden konnte. Anschließend wurde die Masse durch Zurückfahren des Stempels dekomprimiert und der Kompressionsvorgang zweimal wiederholt, um pro Druckbereich drei Messwerte zu erhalten. Bezüglich des Druckbereichs ist zu sagen, dass es aufgrund der

manuellen Betätigung des Stempels unmöglich war die Masse wiederholt auf gleiche Druckniveaus zu komprimieren, um Mittelwerte der Kompressionserwärmung bilden zu können. Deshalb wurde entschieden, die Kompressionserwärmung über fünf Druckbereiche (200, 400, 600, 1000, 1400 bar) und pro Druckbereich dreimal zu messen. Nach jedem Druckbereich, d.h. nach dreimaliger Kompression, war eine Messung beendet und das Material wurde aus der Testkammer entfernt. In Abbildung 14 ist eine Messung für den Druckbereich von 600 bar dargestellt. Durch die Kompression wurde die Masse, je nach Druckniveau und Ausgangstemperatur, auf 84,1 – 84,7 °C erwärmt, was einer durchschnittlichen Kompressionserwärmung von 4,4 °C entspricht. Der Temperaturverlauf zeigt ein Abkühlen der Masse bei Dekompression unter die Ausgangstemperatur. Dies lässt sich dadurch erklären, dass ein Teil der durch die Kompression generierten Wärme infolge Wärmeleitung an die nun kältere Umgebung abgeführt wird. Da die Expansionsabkühlung der Kompressionserwärmung entspricht (reversibler Prozess), kühlt die Masse bei Dekompression auf eine entsprechend niedrigere Temperatur ab.

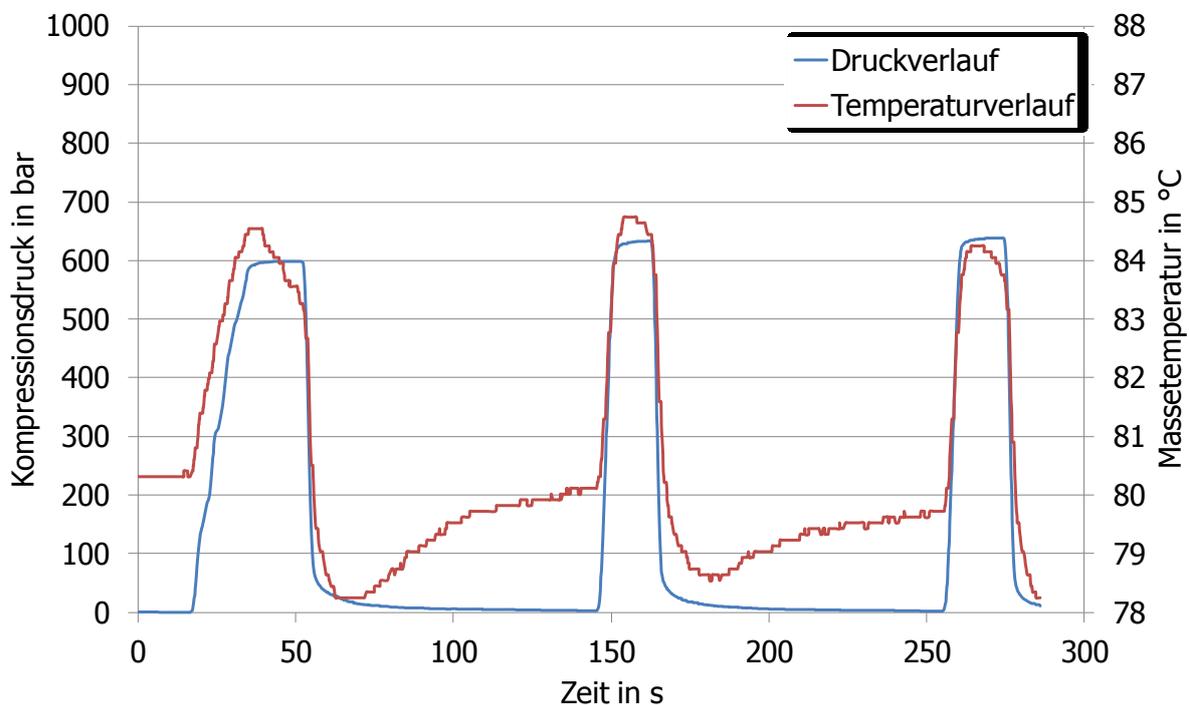


Abbildung 14: Druckverlauf in der Testkammer des HKR während einer Messung; Material EPDM unvernetzend; Druckbereich = 600 bar; Stempelgeschwindigkeit = 0,2 mm/s; Ausgangstemperatur = 80 °C

5.2 Kompressionserwärmung auf der Spritzgießmaschine

Um zu untersuchen, ob die am Hochdruckkapillarrheometer erzielten Temperaturerhöhungen auch auf der Spritzgussmaschine erreicht werden, wurde die Kompressionserwärmung als nächster Schritt mit dem in Kapitel 4.4 beschriebenen Versuchsaufbau auf der Spritzgussmaschine untersucht. Des Weiteren sollten die ermittelten Ergebnisse als Grundlage für die Hauptversuche dienen. In diesen Experimenten wurden die Mischungen ohne Vernetzungssystem herangezogen.

Die verwendeten Versuchsparameter sind in Tabelle 5 dargestellt. Die Kompressionsdrücke wurden über den hydraulischen Einspritzdruck der Maschine eingestellt, wodurch sich die Möglichkeit ergab die Masse gezielt auf bestimmte Druckniveaus zu komprimieren. Mit jedem Einspritzdruck wurde die Masse dreimal komprimiert und daraus der Mittelwert gebildet-

Tabelle 5: Versuchsparameter der Kompressionserwärmung auf der Spritzgussmaschine für beide Materialien

Ausgangstemperaturen	°C	80, 100, 120
hydraulische Einspritzdrücke	bar	20, 40, 60, 80, 100, 120, 140, 160, 180, 200, 210
resultierende Kompressionsdrücke	bar	200, 300, 500, 700, 900, 1000, 1200, 1400, 1600, 1700, 1800

Um die Masse möglichst schnell zu komprimieren, wurde an der Maschine die maximale Einspritzgeschwindigkeit von 17 mm/s eingestellt. Zur Füllung des Fließkanals und um ein ausreichendes Massepolster für die Kompression zu haben, wurde ein Dosiervolumen von 50 cm³ an der Maschine eingestellt. Tabelle 5 gibt einen Überblick über die eingestellten Versuchsparameter.

Vor Versuchsbeginn wurde der Fließkanal durch manuelles Aufdosieren mit Material gefüllt. Als Dosiergeschwindigkeit wurde dabei eine Schneckendrehzahl von 80 U/min eingestellt. Bei der Füllung war es wichtig, keine Luft mit einzuschließen, um die Ergebnisse nicht zu verfälschen. Aus diesem Grund musste der Fließkanal vor der Montage der Düsenplatte und der Düse mit integriertem Thermoelement gefüllt werden, da bei verschlossenem Fließkanal keine Luft mehr entweichen kann. Dafür wurde ein Massestrang ein Stück ins Freie dosiert und anschließend mit einer Messingklinge bündig zur Fläche der Sensorplatte abgestochen. Anschließend wurde die Düse mit integriertem Thermoelement in der Düsenplatte montiert und dadurch der Fließkanal verschlossen. Pro Ausgangstemperatur wurde eine Materialbefüllung

verwendet. Nach Eingabe der Versuchsparameter und Erreichen der eingestellten Ausgangstemperatur wurde zehn Minuten gewartet, um thermische Homogenität zu gewährleisten. Anschließend wurde die Masse durch Betätigen des Einspritzknopfes auf dem Bedienerpult der Maschine mit dem eingestellten Einspritzdruck (Hydraulikdruck) komprimiert. Mit Hilfe der Messsoftware konnten die Änderung von Druck und Temperatur während der Messung verfolgt werden. Nach Ausbildung des Druckniveaus wurde dieses solange aufrechterhalten, bis sich ein maximales Temperaturniveau eingestellt hat. Anschließend wurde dekomprimiert, wodurch die Temperatur der Masse unter die Ausgangstemperatur abfiel. Nach Erreichen der Ausgangstemperatur wurde dieser Vorgang noch zweimal wiederholt und aus den drei Messwerten der Mittelwert gebildet.

Auf diese Weise wurde die Kompressionserwärmung bei allen Einstellungen gemessen. In Abbildung 15 ist der Druckverlauf einer Messung über die Zeit dargestellt. Die Kompression mit 1800 bar führte bei einer Ausgangstemperatur von 80 °C zu einer Erwärmung der Masse auf max. 90,8 °C. Im Vergleich zur Messung auf dem HKR ist bei Dekompression keine wesentliche Abkühlung (max. 0,6 °C) unter die Ausgangstemperatur zu erkennen, da die Masse vor Eintreten einer signifikanten Abkühlung dekomprimiert wurde.

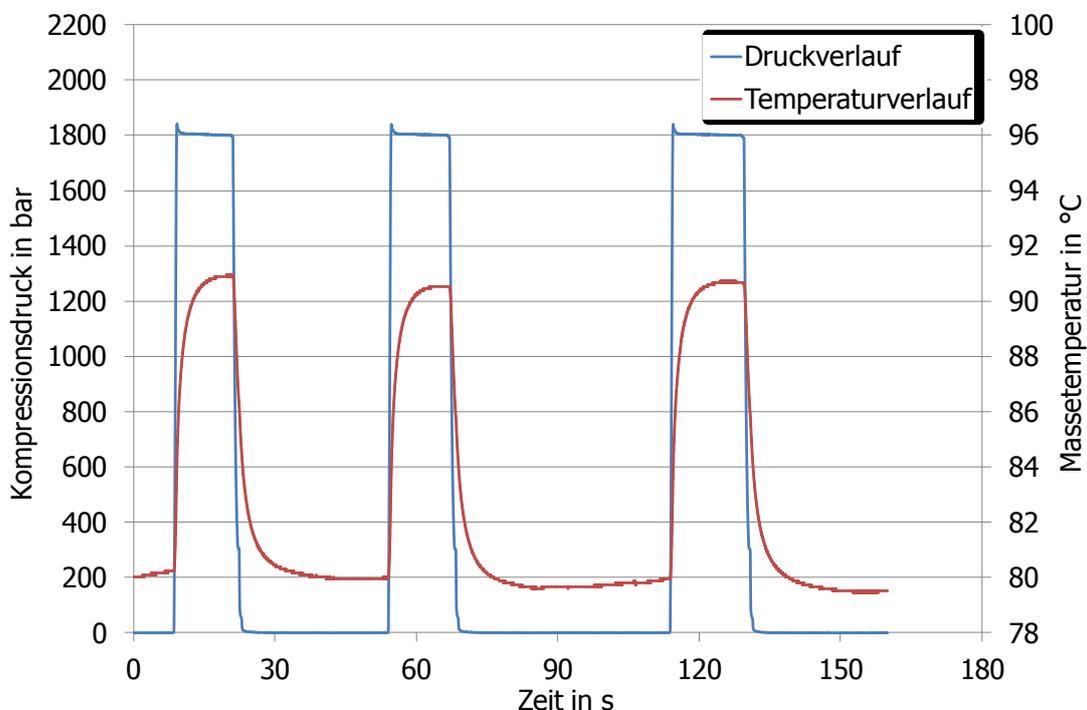


Abbildung 15: Druckverlauf in der Prüfkammer des Versuchswerkzeugs während einer Messung; Material EPDM unvernietend; Einspritzdruck = 210 bar; Einspritzgeschwindigkeit = 17 mm/s; Ausgangstemp. = 80 °C

5.3 Ergebnisse Vorversuche

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der Vorversuche am Hochdruckkapillarrheometer und auf der Spritzgussmaschine mit der theoretischen Lösung der Kompressionserwärmung (Gl. 1) beider Materialien verglichen. Die Vorversuche wurden bei drei Ausgangstemperaturen der Masse von 80, 100 und 120 °C durchgeführt. Abbildung 16 zeigt den Vergleich der berechneten Kompressionserwärmung mit den Messergebnissen des in Kapitel 5.1 beschriebenen Vorversuchs am HKR am Beispiel des Materials SBR bei den drei Ausgangstemperaturen der Masse.

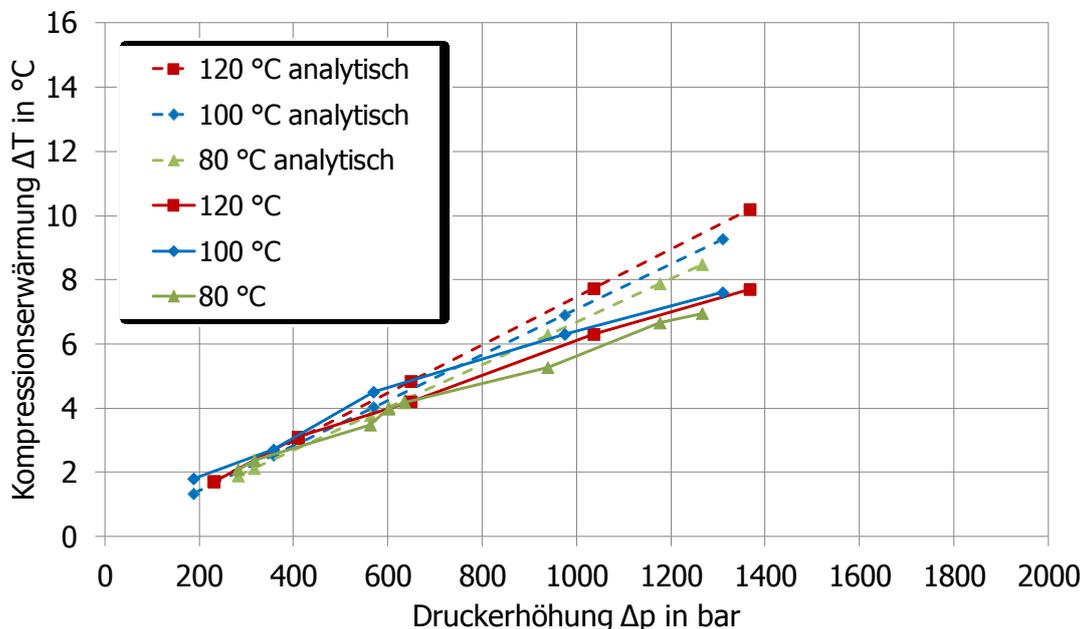


Abbildung 16: Vergleich der analytischen Lösung der Kompressionserwärmung mit den Ergebnissen der Vorversuche auf dem HKR bei drei Ausgangstemperaturen der Masse; Material: SBR

Betrachtet man die Berechnungsergebnisse (gestrichelte Linien) kann man erkennen, dass die unterschiedlichen Ausgangstemperaturen nur einen geringen Einfluss auf die Kompressionserwärmung haben. Es ist ersichtlich, dass der Einfluss mit steigendem Druck in geringem Maße zunimmt. Die Messergebnisse zeigen diesen Einfluss nicht. Bei den niedrigeren Kompressionsdrücken von 200 bis ca. 800 bar stimmen die Messergebnisse mit der analytischen Lösung recht gut überein. Für die höheren Kompressionsdrücke (1000 – 1400 bar) liefert die analytische Lösung etwas

höhere Werte als die im HKR gemessene Kompressionserwärmung, wobei die Abweichung mit steigendem Kompressionsdruck zunimmt.

Abbildung 17 zeigt den Vergleich der analytischen Lösung mit den Messergebnissen der Vorversuche auf der Spritzgießmaschine für das Material SBR. Auch hier entsprechen bei niedrigen Kompressionsdrücken die berechneten Werte in etwa den gemessenen und mit steigendem Kompressionsdruck nimmt die Überschätzung des Wertes durch die analytische Lösung zu.

Erklären lässt sich dies teilweise dadurch, dass der Effekt der Wärmeableitung im messenden Thermoelement mit steigendem Kompressionsdruck zunimmt. Dies ist deshalb der Fall, da die Temperierkammer bzw. das Werkzeug und somit das Thermoelement stets auf die jeweilige Ausgangstemperatur temperiert sind und die Temperaturdifferenz zur komprimierten Masse mit steigender Kompressionserwärmung, also steigendem Kompressionsdruck, zunimmt. Ein weiterer Grund könnte die Tatsache sein, dass die analytische Lösung mit konstanten Mittelwerten der Materialdaten α , ν und c_p berechnet wurde, diese jedoch abhängig von Druck und Temperatur sind. Zur Überprüfung wurde die Berechnung mit den exakten Materialdaten durchgeführt. Die Ergebnisse unterschieden sich jedoch nicht signifikant von den mit den Mittelwerten berechneten Ergebnissen, wodurch dies als Grund ausgeschlossen werden kann.

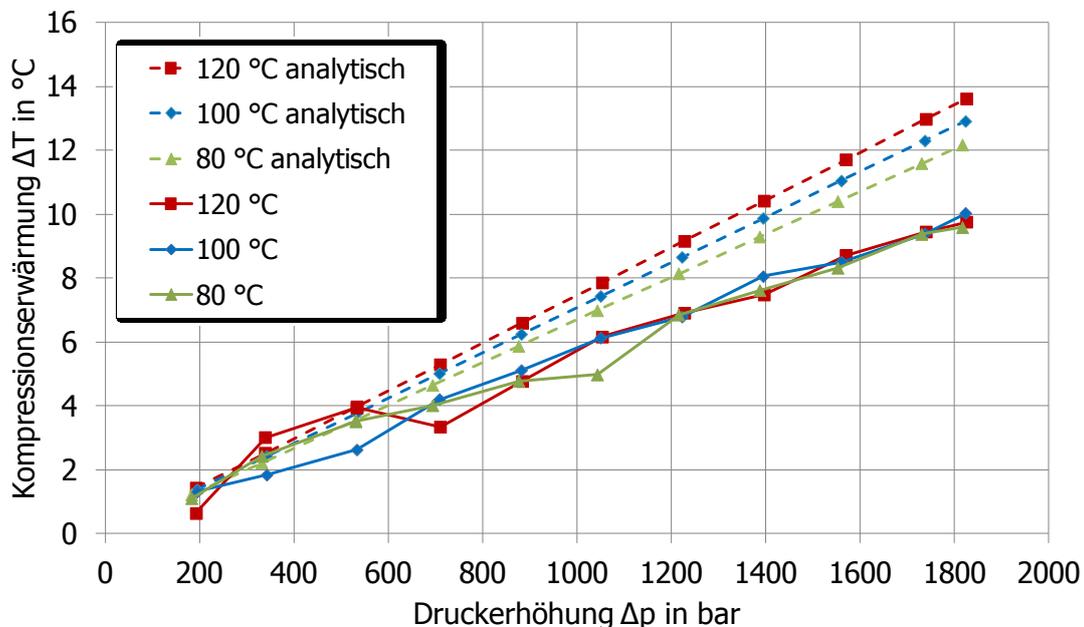


Abbildung 17: Vergleich der analytischen Lösung der Kompressionserwärmung mit den Ergebnissen der Vorversuche auf der SGM; Material: SBR

Abbildung 18 und Abbildung 19 zeigen die analytisch bestimmten Werte und die auf dem HKR bzw. der SGM gemessene Kompressionserwärmung des Materials EPDM. Auffallend ist, dass hier keine zunehmende Überschätzung der analytischen Lösung mit steigendem Kompressionsdruck zu erkennen ist und die Werte über den gesamten Druckbereich recht gut mit den Messergebnissen übereinstimmen. Für den Maximaldruck von ca. 1800 bar ergibt sich für das EPDM eine Kompressionserwärmung von 10 - 12 °C.

Die Ursache für den Unterschied zum SBR könnte auch in der Materialkennwertbestimmung liegen. Für diese wird meist eine kleine Menge aus einem verhältnismäßig großen Volumen Kautschukmischung entnommen, welche inhomogene Bereiche aufweisen kann. Dies führt zur einer mehr oder weniger starken Streuung der Materialkennwerte über das Volumen.

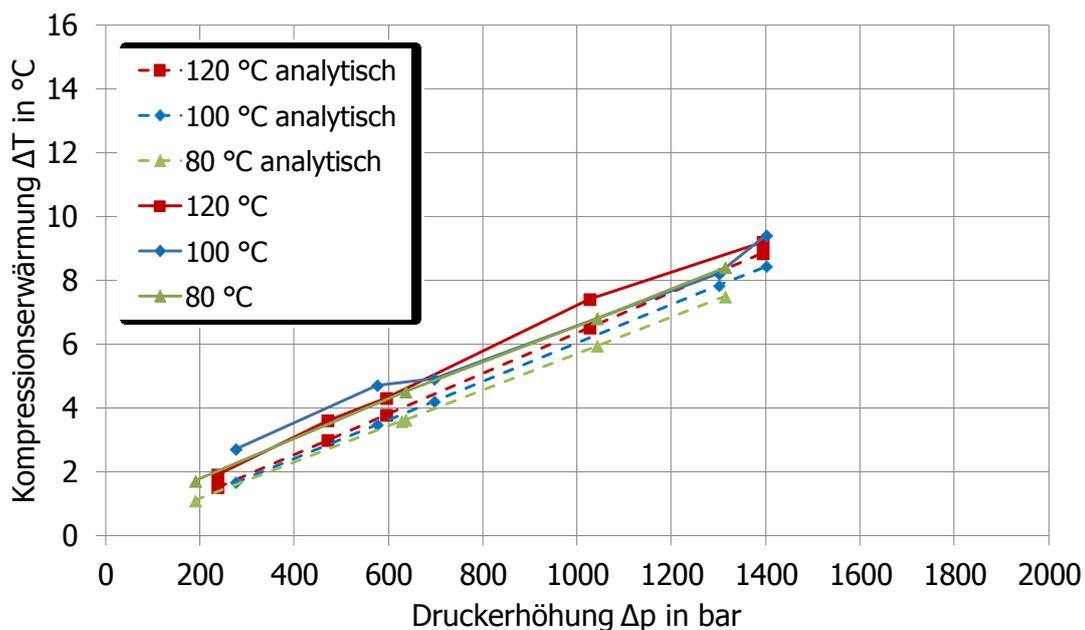


Abbildung 18: Vergleich der analytischen Lösung der Kompressionserwärmung mit den Ergebnissen der Vorversuche auf dem HKR; Material: EPDM

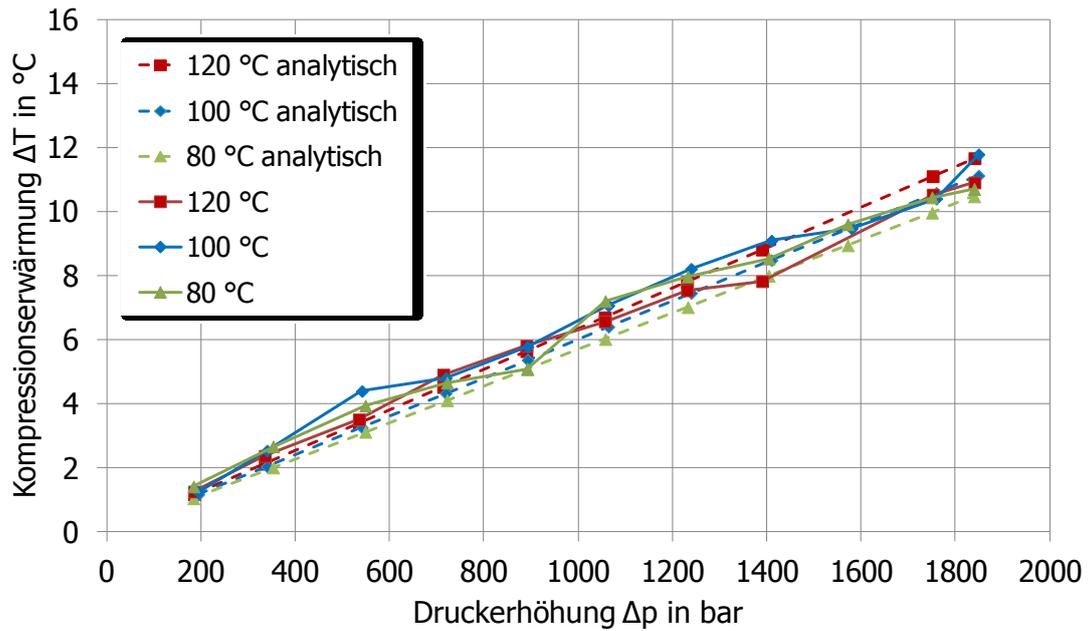


Abbildung 19: Vergleich der analytischen Lösung der Kompressionserwärmung mit den Ergebnissen der Vorversuche auf der SGM; Material: EPDM

6 Hauptversuche

Die Hauptversuche wurden mit dem in Kapitel 4.5 beschriebenen Werkzeug durchgeführt. Es wurden Formteile mit einer in den Spritzgußzyklus integrierten Kompressionsphase hergestellt um zu untersuchen, ob die generierte Kompressionserwärmung zum vorzeitigen Abbau der Inkubationszeit und damit zu einer Verkürzung der Heizzeit im Werkzeug genutzt werden kann. Weiters sollte festgestellt werden, welchen Einfluss die Kompression der Masse auf die Formteileigenschaften hat. Im Rahmen des Versuchsplans wurden Kompressionsdruck, Kompressionszeit und Heizzeit variiert. Nachfolgend wurden die Formteile einer Materialprüfung unterzogen (Kapitel 6.3). Als Referenz wurden mit demselben Werkzeug auch Formteile ohne Kompressionsphase hergestellt, um einen Vergleich ziehen zu können und zu untersuchen, wie stark die erwarteten Effekte ausfallen. Um den Einfluss von Prozessschwankungen weitgehend zu minimieren, wurden bei jeder Verarbeitungsbedingung 5 Formteile hergestellt und jeweils das vierte für die Formteilprüfung Shore A und Druckverformungsrest (DVR) herangezogen. Die optische Beurteilung wurde bei allen Formteilen durchgeführt. Die Versuche wurden mit den in Kapitel 4.1 beschriebenen Mischungen mit Vernetzungssystem durchgeführt.

6.1 Ermittlung der Versuchsparameter

Ausgangstemperatur der Masse

Wie aus Gleichung 1 hervorgeht, ist die Erwärmung infolge Kompression umso höher, je höher die Ausgangstemperatur der Masse ist. Aus diesem Grund wurde eine möglichst hohe Massetemperatur in der Spritzeinheit angestrebt. Jedoch kann diese nicht unbegrenzt angehoben werden, da sonst die Prozesssicherheit durch Ausvernetzen der Mischung gefährdet wird. Der Verarbeitungsbereich beider Materialien liegt laut Materialherstellern zwischen 80 und 120 °C. Ausgehend davon wurde die Ausgangstemperatur der Masse in einer ersten Versuchsserie mit 110 °C eingestellt. Es stellte sich jedoch heraus, dass diese Temperatur zu hoch gewählt wurde, da bereits nach 2 – 3 Zyklen anvernetztes Material eingespritzt wurde. Prozesssicherheit konnte erst ab einer Temperatur von 90 °C gewährleistet werden. Diese Temperatur wurde daher für beide Materialien bei allen Versuchen als Ausgangstemperatur festgelegt.

Werkzeugtemperatur

Die Temperaturen der Kavität für die beiden Materialien wurden nach Rücksprache mit den Materialherstellern (Fa. Semperit und Fa. Kraiburg) mit 160 °C für SBR, und 180 °C für EPDM festgelegt.

Heizzeiten

Wie bereits erwähnt wurde im Laufe der Versuche die Heizzeit variiert, um Formteile mit unterschiedlichen Vernetzungszuständen zu erhalten. Dies war notwendig, um anhand der anschließenden Formteilprüfung eine Reduktion der Heizzeit mittels Kompressionserwärmung festzustellen.

Aus diesem Grund wurden zunächst für das Material SBR fünf Heizzeiten für alle Kompressionsbedingungen festgelegt. Diese wurden mit einer Heizreihe ermittelt, anhand derer die Heizzeit identifiziert wurde, bei der das Formteil vollständig ausvernetzt ist. Im Rahmen der Heizreihe wurden Formteile bei Referenzbedingungen (ohne Kompression) und unterschiedlichen Heizzeiten hergestellt und dabei der jeweilige Vernetzungsgrad untersucht. Der Vernetzungsgrad wurde dabei nur visuell (wie in Kapitel 6.3.1 beschrieben) beurteilt. Pro Heizzeit wurden 3 Formteile hergestellt, um Prozessschwankungen auszuschließen. Die Versuchsparameter der Heizreihen und die festgelegten Heizzeiten für beide Materialien sind in Tabelle 6 dargestellt. Begonnen wurde die Heizreihe für SBR mit einer Heizzeit von 180 s. Diese Formteile wiesen deutliche Untervernetzung auf, worauf die Heizzeit in Schritten von je 20 Sekunden erhöht wurde. Durch die Erhöhung der Heizzeit auf 200 und 220 stieg der Vernetzungsgrad stetig an, vollständige Vernetzung wurde aber erst bei 240 s Heizzeit festgestellt. Eine Erhöhung der Heizzeit auf 260 s brachte nach visueller Beurteilung keinen weiteren Anstieg des Vernetzungsgrades. Diese 5 Heizzeiten (180, 200, 220, 240 und 260 s) wurden für das SBR für die Hauptversuche festgelegt.

Aus den Versuchen mit SBR zeigte sich, dass an den stark untervernetzten Formteilen (Heizzeit 180, 200 und teilweise 220 s) keine Formteilprüfung durchgeführt werden konnte. Aus diesem Grund wurden für das zweite Material EPDM nur mehr drei Heizzeiten festgelegt. Mit dem zuvor beschriebenen Prinzip ergaben sich für das EPDM drei Heizzeiten mit 270, 300 und 330 s. Dabei war das Formteil bei 330 s vollständig ausvernetzt und bei 270 sowie 300 s Heizzeit entsprechend untervernetzt.

Tabelle 6: Versuchsparmeter der Heizreihen und für Versuche festgelegte Heizzeiten für SBR und EPDM

Material		SBR	EPDM
Werkzeugtemperatur	°C	160	180
Heizzeiten der Heizreihe	s	180, 200, 220, 240, 260	210, 240, 270, 300, 330
Heizzeiten für Versuche	s	180, 200, 220, 240, 260	270, 300, 330

Kompressionsdruck

Der Kompressionsdruck ergab sich über den Einspritzdruck der Maschine. Da die Kompressionserwärmung direkt proportional zum Druck ist und maximale Effekte erzielt werden sollten, wurde für die Kompression der von der Maschine maximal mögliche Einspritzdruck gewählt. Dieser betrug 210 bar, wobei es sich hierbei um den Druck in der Hydraulik der Maschine handelt. Aus den Vorversuchen ging hervor, dass sich bei 210 bar Einspritzdruck bei geschlossenem Fließkanal für die Masse ein Kompressionsdruck von ca. 1800 bar ergibt. Um den Einfluss des Kompressionsdrucks zu untersuchen wurden, die Versuche auch bei 50 % des Maximaldrucks, d.h. 105 bar Einspritzdruck bzw. 900 Kompressionsdruck, durchgeführt.

Kompressionszeit

Der Kompressionsdruck und die dadurch generierte Erwärmung der Masse sollte über einen längeren Zeitraum aufrecht erhalten werden, um einen bestimmten Anteil der Inkubationszeit abzubauen. Aus diesem Grund wurden zwei verschiedene Kompressionszeiten für die Versuchsreihe festgelegt. Vor der Auswahl der Zeiten wurde zunächst analytisch ermittelt, wie viel Inkubationszeit mit den festgelegten Kompressionsdrücken in welcher Zeit abgebaut werden kann.

Mit Hilfe der analytischen Lösung der Kompressionserwärmung (Gl. 1) konnte die Temperaturerhöhung infolge der Kompressionsdrücke von 1800 und 900 bar berechnet werden. Ausgehend davon wurde nun die Inkubationszeit der jeweiligen Mischung bei der durch die Kompression erhöhten Temperatur, berechnet. Die Inkubationszeit einer Kautschukmischung bei einer bestimmten Temperatur kann mit einer Arrheniusfunktion nach (Gl. 3) beschrieben werden.

$$t_i(T) = t_i(T_0) \cdot e^{\frac{E_0}{R} \cdot \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right)} \quad (3)$$

Mit

T	Zieltemperatur in K
T ₀	Referenztemperatur in K
E ₀	Aktivierungsenergie in J/mol
R	universelle Gaskonstante = 8,31 J/(mol K)
t _i (T,T ₀)	Inkubationszeit bei der jeweiligen Temperatur in s

Aus Gleichung 3 geht hervor, dass für die Berechnung der Inkubationszeit bei einer beliebigen Temperatur die Aktivierungsenergie E₀ der Mischung sowie die Inkubationszeit bei einer anderen Temperatur t_i(T₀) bekannt sein müssen. Um die Aktivierungsenergie zu bestimmen, wird die Arrheniusfunktion umgeformt (Gl. 4), wobei nun zur Berechnung zwei Inkubationszeiten unterschiedlicher Temperaturen bekannt sein müssen.

$$E_0 = \ln\left(\frac{t_i(T)}{t_i(T_0)}\right) \cdot \frac{R}{\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right)} \quad (4)$$

Wie bereits aus Kapitel 5 hervorging, kann die Inkubationszeit bei einer bestimmten Temperatur grafisch aus einer Vulkameterkurve bestimmt werden. Für die Berechnung der Aktivierungsenergie wurden daher aus zwei Vulkameterkurven unterschiedlicher Temperaturen die jeweiligen Inkubationszeiten ermittelt und in Gleichung 4 eingesetzt.

Die Berechnung der Inkubationszeit bzw. Aktivierungsenergie wurde zunächst nur für das Material SBR durchgeführt. Von diesem Material standen sieben Vulkameterkurven für die Temperaturen 130, 140, 150, 160, 170, 180 und 200 °C zur Verfügung, woraus sieben Inkubationszeiten ermittelt wurden. Für die Ermittlung der Aktivierungsenergie wurden alle Inkubationszeiten miteinander kombiniert, in Gleichung 4 eingesetzt und daraus der Mittelwert der einzelnen Aktivierungsenergien gebildet. Dabei ergab sich für das SBR eine Aktivierungsenergie von E₀=75400 J/mol. Anhand dieser gemittelten Aktivierungsenergie konnte nun die Inkubationszeit für jede beliebige Temperatur berechnet werden. Abbildung 20 zeigt für das Material SBR die Gegenüberstellung der analytischen Inkubationszeiten zu den mittels Vulkameterkurven ermittelten Inkubationszeiten bei unterschiedlichen Massetemperaturen.

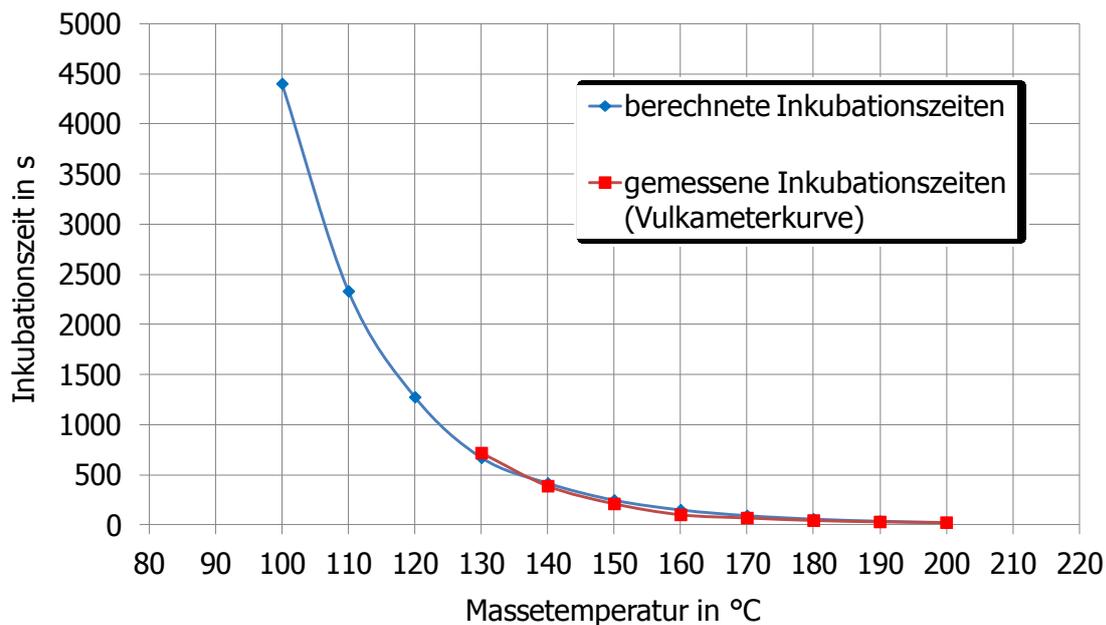


Abbildung 20: Berechnete und gemessene Inkubationszeiten von SBR in Abhängigkeit der Massetemperatur.

Tabelle 7 zeigt die berechneten Inkubationszeiten und Kompressionserwärmungen des Materials SBR bei der Ausgangstemperatur der Masse (90 °C) und den Kompressionsdrücken von 900 und 1800 bar.

Tabelle 7: Berechnete Inkubationszeiten und Kompressionserwärmung des Materials SBR

Kompressionsdruck	bar	0	900	1800
Temperatur	°C	90	96,2	102,4
Inkubationszeit	s	8607	5665	3868

Ausgehend davon wurden die Kompressionszeiten mit 600 und 1200 s festgelegt. Für das Material SBR sollte damit bei 900 bar Kompressionsdruck und 600 s Kompressionszeit ca. 11 % und bei 1200 s ca. 22 % der Inkubationszeit abgebaut werden. Mit 1800 bar Kompressionsdruck sollte sich bei 600 s Kompressionszeit ca. 15 % und bei 1200 s ca. 30 % Inkubationszeitabbau ergeben. Für eine bessere Übersicht sind die analytischen Inkubationszeitreduktionen, die sich aus den einzelnen Versuchseinstellungen ergeben, in Tabelle 8 dargestellt. Für das zweite Material EPDM wurden dieselben Kompressionszeiten (600 und 1200 s) und Kompressionsdrücke (900 und 1800 bar) festgelegt.

Tabelle 8: Überblick des theoretischen Inkubationszeitabbaus bei den verschiedenen Versuchsparametern für das Material SBR

Inkubationszeitabbau (%)		Kompressionszeit (s)	
		600	1200
Kompressionsdrücke (bar)	900	11	22
	1800	15	30

Tabelle 9 zeigt die eingestellten Versuchsparameter für das Versuchsmaterial SBR. Während der Versuchsdurchführung musste festgestellt werden, dass die Belastungen bei den Einstellungen mit 1800 bar Kompressionsdruck und 1200 s Kompressionszeit für das Schieberelement teilweise zu groß waren. Obwohl die Versuche bei 260 s Heizzeit durchgeführt werden konnten, wurde das immer wieder erneuerte Schieberelement bei weiteren Versuchen so stark beschädigt, dass es ab ca. 750 s Kompressionszeit zum Austritt von Material bis zur vollständigen Entladung des Dosiervolumens kam.

Tabelle 9: Versuchsparameter bei Versuchsmaterial SBR

Versuch Nr.	Massetemperatur (°C)	Formtemperatur (°C)	Kompressionsdruck (bar)	Kompressionszeit (s)	Heizzeit (s)			
1	90	160	Referenz: keine Kompression		260			
2					240			
3					220			
4					200			
5					180			
6			900	1200	600	260		
7						240		
8						220		
9						200		
10						180		
11					1800	1200	600	260
12								240
13								220
14								200
15								180
16			1800	1200	600	260		
17						240		
18						220		
19						200		
20						180		
21					1200	1200	600	260
22								240
23								220
24								200
25								180
24	Nicht durchführbar				200			
25					180			

Tabelle 10 zeigt die Versuchsparameter für das Versuchsmaterial EPDM. Wie die Versuchsreihe mit dem SBR bereits zeigte, war es auch mit dem EPDM nicht möglich, die Versuche bei 1800 bar Kompressionsdruck und 1200 s Kompressionszeit durchzuführen, da wieder das Schieberelement bei diesen Verarbeitungsbedingungen vorzeitig versagte.

Tabelle 10: Versuchsparameter bei Versuchsmaterial EPDM

Versuch Nr.	Massetemperatur (°C)	Formtemperatur (°C)	Kompressionsdruck (bar)	Kompressionszeit (s)	Heizzeit (s)	
26	90	180	Referenz: keine Kompression		330	
27					300	
28					270	
29			900	600	330	
30					300	
31					270	
32				1200	330	
33					300	
34					270	
35			1800	600	330	
36					300	
37					270	
38				Nicht durchführbar	1200	330
39						300
40	270					

6.2 Zyklusablauf

Der Ablauf der Hauptversuche bzw. des Spritzgußzyklus sollte soweit als möglich automatisiert sein, um Reproduzierbarkeit zu gewährleisten. Dazu musste ein eigener Zyklus programmiert werden, um die Formteile im Vollautomatikmodus der Maschine produzieren zu können. Genauer gesagt mussten zwei unterschiedliche Zyklusabläufe programmiert werden, einer für die Versuche mit Kompressionsphase und einer für die Referenzbedingungen ohne Kompressionsphase. Die Referenzformteile mussten dabei für einen aussagekräftigen Vergleich bis auf die Kompressionsphase denselben Verarbeitungsbedingungen ausgesetzt sein, wie die mit Kompressionsphase hergestellten Formteile. Dies betrifft vor allem die Verweilzeiten des Materials während des Zyklus.

Betrachtet man zunächst den Zyklusablauf mit Kompressionsphase, so wurde dieser bei folgender Ausgangssituation des Werkzeuges gestartet:

- Werkzeug offen (Trennebene 1)
- Kavität geschlossen (Trennebene 2)
- Schieberelement geschlossen (Fließkanal zu)
- Masse aufdosiert

Abbildung 21 zeigt die schematische Darstellung des Zyklusablaufs mit Kompressionsphase. Die eingestellten Maschinenparameter sind Tabelle 11 zu entnehmen.

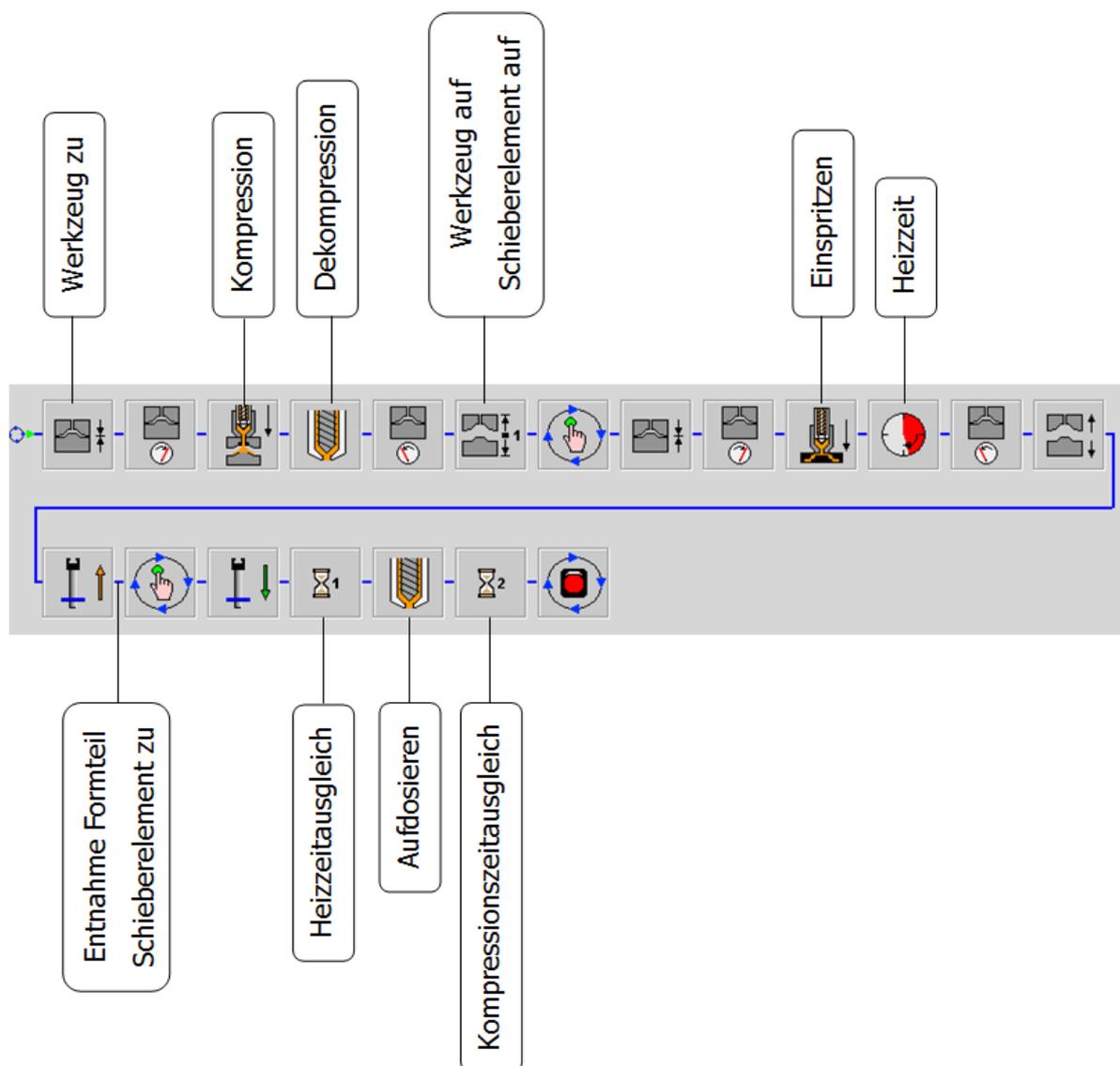


Abbildung 21: Schematische Darstellung des Zyklusablaufs mit Kompressionsphase

Tabelle 11: Eingestellte Maschinenparameter

Schließkraft 1	kN	200
Schließkraft 2	kN	500
Schussvolumen	cm ³	155
Einspritzgeschwindigkeit	mm/s	5
Dosiergeschwindigkeit	min ⁻¹	80

1. Schließen des Werkzeugs

Durch Drücken der Starttaste wurde das Werkzeug vollständig geschlossen und Schließkraft 1 aufgebracht, welche bei geschlossenem Fließkanal direkt auf das Schieberelement wirkte. Aus mehreren Vorversuchen wurde die Schließkraft 1 mit 200 kN festgelegt. Höhere Schließkräfte führten zu einer schnellen Schädigung des Schieberelements, geringere Schließkräfte zur Undichtheit, wodurch die Masse zwischen Schieberelement und Sensorplatte hervorquoll.

2. Kompression

Die Masse wurde mit dem eingestellten Einspritzdruck komprimiert und der Druck über die eingestellte Zeit (Kompressionszeit) gehalten.

3. Öffnen des Fließkanals

Nach Ablauf der Kompressionszeit wurde dekomprimiert und Trennebene 1 geöffnet, um den Fließkanal mittels Schieberelement zu öffnen. Hier fand auch die erste Unterbrechung im automatischen Zyklus statt, da das Schieberelement manuell betätigt werden musste. Der Öffnungsweg des Werkzeugs betrug dabei nur 10 mm, um ein rasches Betätigen des Schiebers zu ermöglichen.

4. Einspritzen und Vernetzen

Durch erneutes Drücken der Starttaste wurde das Werkzeug wieder geschlossen, und Schließkraft 2 aufgebaut. Anschließend wurde das aufdosierte Schussvolumen mit einer Einspritzgeschwindigkeit von 5 mm/s eingespritzt und die eingestellte Heizzeit eingeleitet.

5. Entformen

Nach Ablauf der Heizzeit wurde das Werkzeug komplett (Trennebene 1 und 2) geöffnet, das Formteil entnommen und das Schieberelement wieder für den nächsten Zyklus geschlossen. Hierfür musste der automatische Zyklus das zweite Mal unterbrochen werden. Eventuelle Materialrückstände in der Kavität oder im Anguss

wurden mittels Druckluft entfernt. Durch erneutes Drücken der Starttaste wurde der Zyklus fortgesetzt, worauf sich die Kavität (Trennebene 1) wieder schloss.

6. Zeitausgleich und Aufdosieren

Im letzten Zyklusabschnitt war es notwendig, 2 Zeitausgleiche durchzuführen, worauf später noch näher eingegangen wird. Dabei verweilte die Maschine, je nach Versuchseinstellung, für einen bestimmten Zeitraum in der aktuellen Position. Bei geschlossener Trennebene 1 und geöffneter Trennebene 2 war der nächste Schritt im Zyklusprogramm zunächst der Heizeitausgleich. Nach Ablauf des Heizeitausgleichs wurde die Masse für den nächsten Zyklus mit einer Schneckendrehzahl von 80 U/min aufdosiert. Aus mehreren Vorversuchen wurde ein Dosiervolumen von 155 cm³ für alle Versuche festgelegt. Auf den Dosiervorgang folgte als letzter Schritt der Kompressionszeitausgleich, wonach der Zyklus automatisch von vorn begonnen wurde.

In Abbildung 22 ist der zeitliche Zyklusablauf zweier Einstellungen dargestellt. Durch die Variation von Kompressions- und Heizzeit würden sich für jede Einstellung andere Zykluszeiten ergeben. Unterschiedliche Zykluszeiten bedeuten unterschiedliche Temperaturvorgeschichten (bzw. Gesamtverweilzeiten) des Materials, da die Masse für den nächsten Schuss schon während des aktuellen Zyklus beim Aufdosieren in die temperierte Maschine eingezogen wird. Das bedeutet, die Masse würde je nach eingestellter Kompressions- und Heizzeit unterschiedlich lange in der Spritzeinheit verweilen. Um immer denselben Einfluss der Verweilzeit des Materials in der Spritzeinheit auf die Vernetzungsreaktion zu haben und ausschließlich den Effekt der Kompressionserwärmung ermitteln zu können, musste bei allen Einstellungen die gleiche Verweilzeit in der Spritzeinheit gewährleistet sein. Dies wurde durch die bereits erwähnten Zykluspunkte Heizeitausgleich und Kompressionszeitausgleich realisiert. Der Heizeitausgleich war die Wartezeit der Maschine nach dem Entformen und Schließen der Kavität und ergab sich aus der Differenz der maximal verwendeten Heizzeit zur aktuell eingestellten Heizzeit. Der Kompressionszeitausgleich ergab sich aus der Differenz der maximalen zur aktuellen Kompressionszeit und wurde nach dem Aufdosieren als letzter Zykluspunkt ausgeführt. Die maximale Zykluszeit ergibt sich aus den Einstellungen mit maximaler Kompressions- und Heizzeit. Bei minimaler Kompressions- und Heizzeit würde sich eine kürzere Zyklus- bzw. Verweilzeit der Masse in der Spritzeinheit ergeben. Dies wird mit dem entsprechenden Heizeit- und Zykluszeitausgleich verhindert.

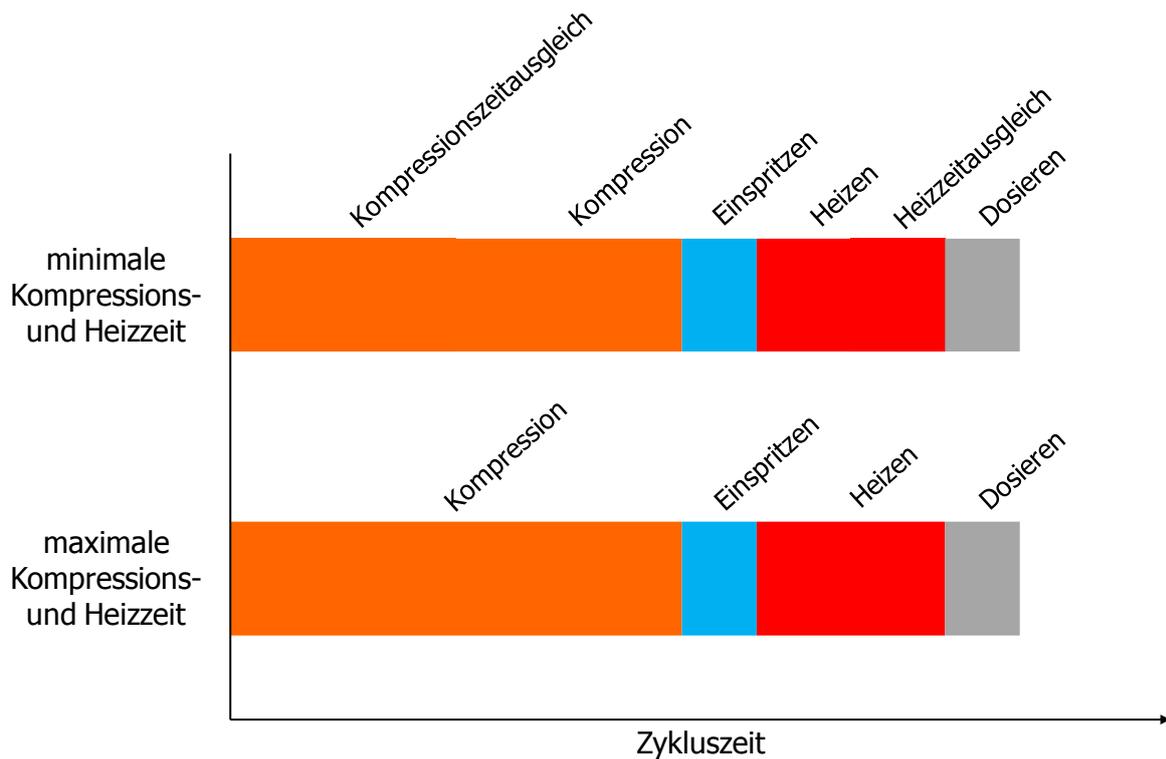


Abbildung 22: Zeitlicher Zyklusablauf bei unterschiedlichen Versuchsparametern mit Kompressionsphase

Abbildung 23 stellt den Zyklusablauf bei Referenzbedingungen, d.h. ohne Kompressionsphase dar. Wie bereits erwähnt, wurden als Referenz auch Formteile ohne Kompressionsphase hergestellt. Es wurden dabei lediglich die Heizzeiten variiert. Da hier nicht komprimiert wurde, war der Fließkanal immer offen und es erfolgte keine Betätigung des Schieberelementes während des Zyklus. Dadurch musste dieser nur einmal, zum Entformen des Formteils, unterbrochen werden. Außerdem war nur mehr eine Schließkraft (500 kN) während des Einspritzvorganges und der Heizzeit notwendig. Ansonsten entsprach der Zyklusablauf dem zuvor beschriebenen Zyklus mit Kompressionserwärmung. Der Kompressionszeitausgleich war konstant und entsprach der maximal verwendeten Kompressionszeit.

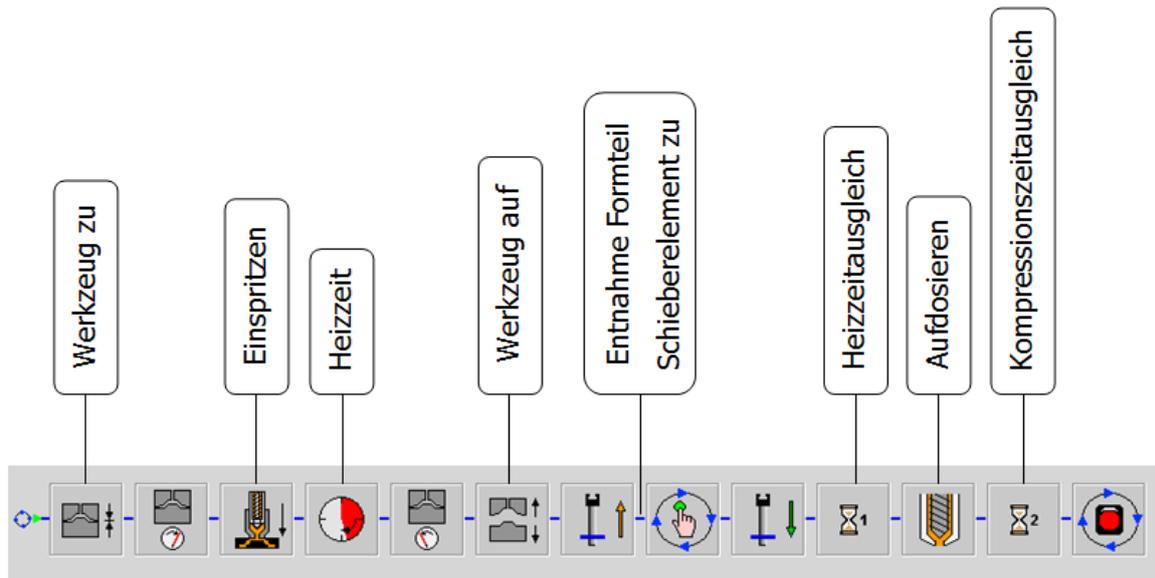


Abbildung 23: Schematische Darstellung des Zyklusablaufs ohne Kompressionsphase

Durch den Kompressions- und Heizzeitausgleich wurde für alle Versuchseinstellungen die gleiche Temperaturvorgeschichte des Materials gewährleistet. Ein weiterer wesentlicher Punkt um die Vergleichbarkeit der Bedingungen zu gewährleisten war, die Nachvernetzung der Formteile nach der Entnahme aus dem Werkzeug zu vereinheitlichen. Aufgrund der Restwärme kommt es im Formteil noch zu Nachvernetzungsreaktionen. Je langsamer das Formteil abkühlt desto länger bzw. desto mehr vernetzt das Formteil nach. Für die nachfolgenden Formteiluntersuchungen war es wichtig, dass die Formteile immer den gleichen Abkühlbedingungen ausgesetzt waren und dadurch in gleichem Maße nachvernetzten. Die Formteile des Materials SBR wurden immer durch Ablegen auf einen Tisch bei Raumtemperatur abgekühlt. Für das zweite Material (EPDM) wurde entschieden, die Formteile sofort nach der Entnahme in einen Kübel, befüllt mit Eiswasser, zu legen um dort abzukühlen. Das Gemisch bestand dabei zum Großteil aus Eis und nur so viel Wasser um das Formteil vollständig zu bedecken. Um das Erwärmen des Eiswassers zu verhindern wurde darauf geachtet immer dieselbe Menge Wasser bzw. Eis im Kübel zu haben. Das Eis wurde aus einer Tiefkühltruhe entnommen, welche auf eine Temperatur von -18 °C eingestellt war. Außerdem wurde die Temperatur des Eiswassers zur Kontrolle immer wieder mit einem Thermofühler gemessen. Die Temperatur des Eiswassers betrug im Durchschnitt zwischen 4 und 5 °C . Die Einlagerungsdauer entsprach in etwa der Zykluszeit, da

unmittelbar vor Einlage des nächsten Formteils das vorherige entfernt wurde. Diese Zeit reichte aus, um die Formteile vollständig abzukühlen.

6.3 Formteilprüfung

Um zu ermitteln, welche Auswirkungen die unterschiedlichen Verarbeitungsbedingungen auf den Vernetzungszustand der Formteile haben, wurden die nachfolgend beschriebenen Formteilprüfungen „visuelle Beurteilung, Härteprüfung Shore A und Messung Druckverformungsrestes (DVR)“ durchgeführt. Damit sollte festgestellt werden, ob die Kompressionserwärmung zu einer Verkürzung der Heizzeit beigetragen hat.

Wie bereits erwähnt wurden pro Versuchseinstellung 5 Formteile hergestellt. Die visuelle Beurteilung der Oberfläche erfolgte an allen Formteilen, die visuelle Beurteilung des Formteilinneren wurde jeweils am dritten Formteil untersucht. Da dieses dafür zerstört werden musste, wurde für die restlichen Untersuchungen (Shore A, DVR) das jeweils vierte Formteil herangezogen.

6.3.1 Visuelle Beurteilung

Die visuelle Beurteilung erfolgte unmittelbar nach Entnahme und anschließendem Abkühlen des Formteils. Mit der optischen Beurteilung konnte nur eine grobe Abschätzung des Vernetzungszustandes getroffen und die Formteile lediglich in Gut- oder Schlechteile eingeteilt werden. Als Gutteil wurden all jene Formteile eingestuft, an denen visuell keine Untervernetzung feststellbar war, der Rest wurde als Schlechteil eingestuft. Merkmale für ein nicht ausvernetztes Formteil waren Blasenbildung im Inneren und dadurch ein Ausbeulen der Oberfläche sowie das Vorhandensein von plastischen Bereichen im Inneren (plastische Seele). Um dies zu untersuchen, wurde das jeweils dritte Formteil in Dickenrichtung mit einem Messer halbiert. Je höher der Vernetzungsgrad, desto geringer war die Blasenbildung bzw. die Ausbeulung der Oberfläche und desto geringer war der plastische Bereich im Inneren. Dieser zeichnete sich zum Einen durch einen dunkleren und glänzenden visuellen Eindruck ab. Zum Anderen blieben durch Hineindrücken mit einer Messerspitze in das Material Abdrücke zurück. Als Gutteile wurden nur jene Formteile eingestuft, an denen weder Blasen bzw. Beulen an der Oberfläche noch plastische Bereiche feststellbar waren. In Abbildung 24 sind drei unterschiedliche Vernetzungszustände am Beispiel von SBR dargestellt.

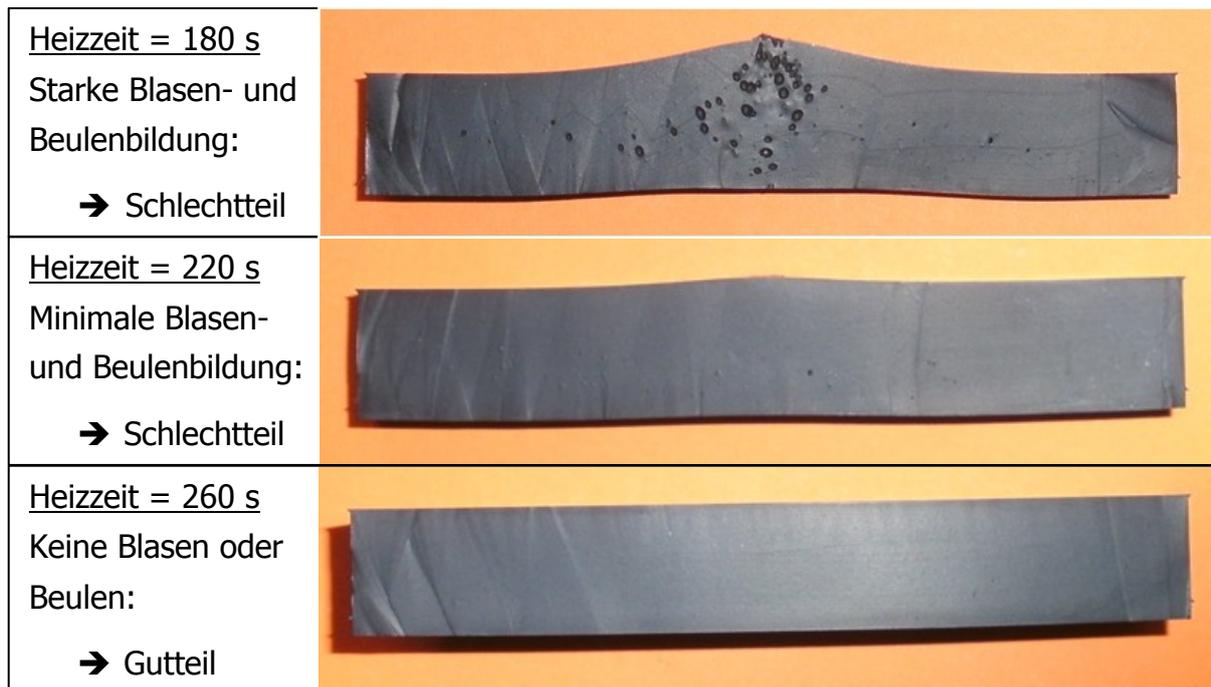


Abbildung 24: Schnitt durch Formteile unterschiedlicher Vernetzungszustände; Material SBR; Referenzbedingungen (ohne Kompression)

6.3.2 Shore A Härteprüfung

Die Shore-Härte ist ein Maß für die Werkstoffhärte von Elastomeren und steigt mit dem Vernetzungsgrad bzw. der Vernetzungsdichte. Zur Ermittlung der Shore-Härte wird ein federbelasteter Eindringkörper in den Prüfling (Formteil) gedrückt und die Eindringtiefe, welche als Maß für die Shore-Härte steht, gemessen. Die Skala der Shore-Härte reicht von 0 Shore (2,5 mm Eindringtiefe) bis 100 Shore (0 mm Eindringtiefe). Je nach verwendetem Eindringkörper und Prüfkraft unterscheidet man zwischen Shore A, B, C und D.

In dieser Arbeit wurde ausschließlich die Shore-Härte A an der Oberseite der Formteile gemessen. Bei der Messung der Shore A Härte wurde ein Kegelstumpf mit einer Stirnfläche von 0,79 mm Durchmesser und einem Öffnungswinkel von 35° als Eindringkörper verwendet, welcher mit einer Federkraft von maximal 8,065 N ($C=3,006 \text{ N/mm}$) eingedrückt wurde. Zusätzlich wurde der Probekörper mit einer Anpresskraft von $12,5 \pm 0,5 \text{ N}$ (Shore A) auf den Messtisch gedrückt [20]. In Abbildung 25 ist der Versuchsablauf der Härteprüfung nach Shore A schematisch dargestellt.

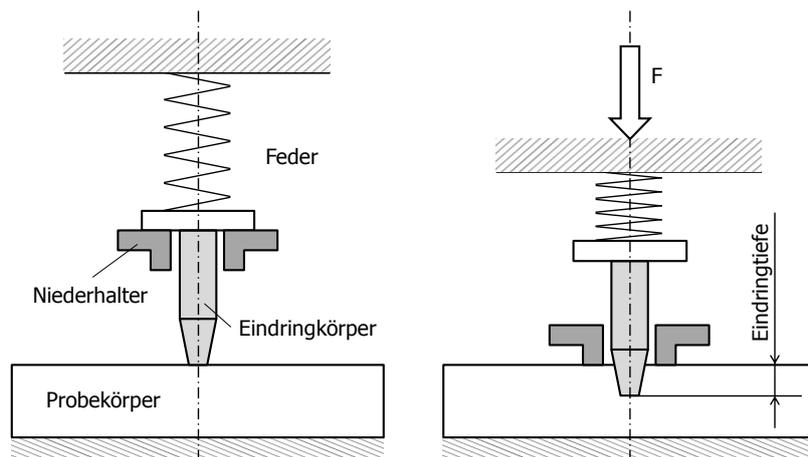


Abbildung 25: Prinzip der Shore A Härteprüfung

Pro Formteil wurden Messungen an drei unterschiedlichen Messbereichen an der Formteiloberseite (Seite mit Anguss) durchgeführt. Um jedes Formteil an denselben Bereichen zu prüfen verfügten alle Formteile über eine Markierung auf der Unterseite. In Abbildung 26 sind die Messbereiche der Shore A Härteprüfung skizziert.

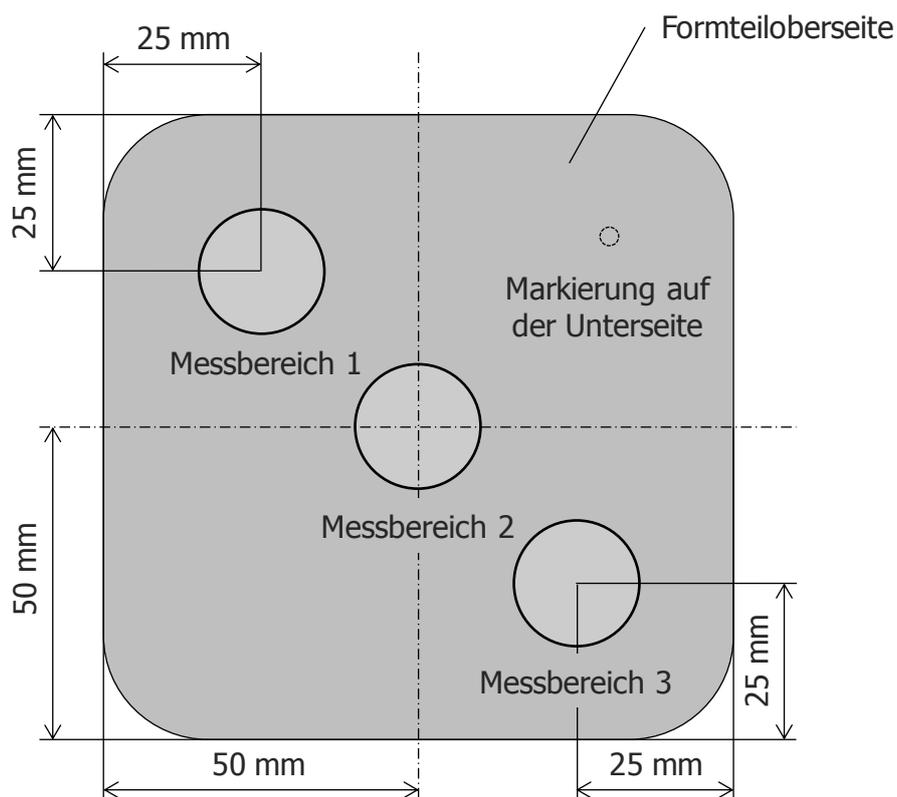


Abbildung 26: Schematische Darstellung des Formteils und der Messbereiche der Shore A Härteprüfung

6.3.3 Druckverformungsrest (DVR)

Eine weitere wichtige Kenngröße zur Untersuchung des Vernetzungsgrades ist der Druckverformungsrest (DVR). Er ist ein Maß für die bleibende Verformung von Elastomeren nach einer konstanten Druckbelastung über einen bestimmten Zeitraum und gibt Auskunft über das viskoelastische Verhalten. Je höher der Vernetzungsgrad, desto niedriger ist der DVR, da mit dem Vernetzungsgrad die Elastizität steigt.

Bei der Bestimmung des DVR wird eine zylindrische Probe auf 75 % seiner Ausgangshöhe Höhe h_0 zusammengedrückt und bei konstanter Temperatur über einen bestimmten Zeitraum gelagert. Anschließend wird die Probe entformt und die bleibende Verformung gemessen. Der Druckverformungsrest ist abhängig von Lagertemperatur und -zeit und lässt sich wie folgt berechnen [12]:

$$\text{DVR} = \frac{h_0 - h_1}{h_0 - h_s} \cdot 100 \quad (5)$$

Mit

DVR Druckverformungsrest in %

h_0 Ausgangshöhe der Probe in mm

h_1 Höhe der Probe nach der Rückverformung in mm

h_s Höhe der verformten Probe in mm

Die Probenentnahme für die DVR Messungen ist schematisch in Abbildung 27 dargestellt. Der DVR wurde nach einer Lagerung von 24 h bei 70 °C ermittelt (DIN ISO 815). Pro Formteil wurden neun DVR Messungen an drei unterschiedlichen Dickenbereichen (Oben, Mitte, Unten) durchgeführt, da eine geringere Vernetzung der inneren Bereiche aufgrund der schlechten Wärmeleitung des Materials zu erwarten war. Für die Probenentnahme wurden das Formteil zunächst in drei gleich hohe Scheiben zerteilt und anschließend von jeder Scheibe drei zylindrische Proben im Umkreis von 20 mm um die Mitte des Formteils heraus gestanzt, sodass sich neun zylindrische Proben (Höhe $h_0=5$ mm) von drei Dickenbereichen des Formteils ergaben.

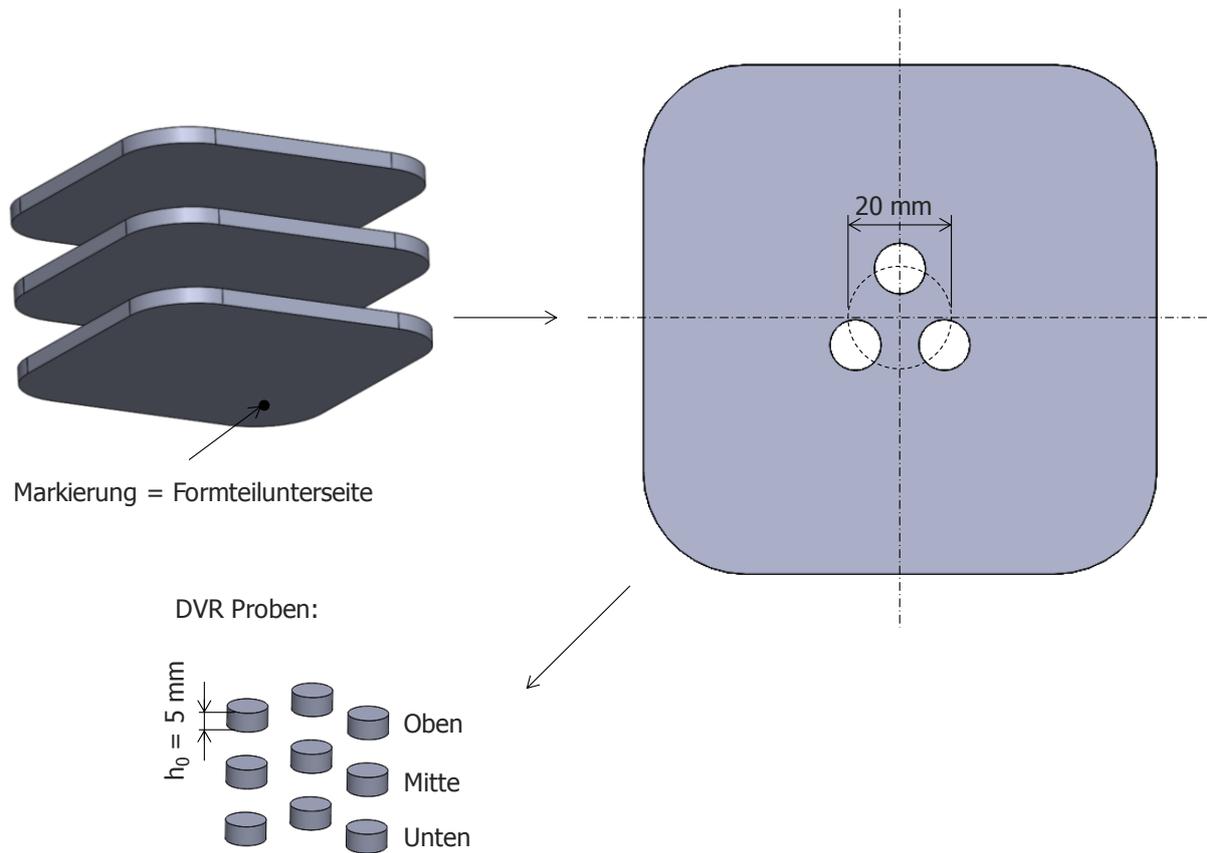


Abbildung 27: Schematische Darstellung der Probenentnahme für die DVR Messungen

7 Ergebnisse

In diesem Kapitel sind die Ergebnisse der Formteilprüfung der im Rahmen der Versuchspläne der Hauptversuche hergestellten Formteile dargestellt. Als erster Schritt wurden die Formteile visuell beurteilt. Damit wurden neben der Bewertung des Vernetzungszustandes auch die Formteile für die späteren Untersuchungen der Shore A Härteprüfung und des Druckverformungsrests ausgewählt.

7.1 SBR

In Abbildung 28 sind die Ergebnisse der visuellen Beurteilung des Materials SBR dargestellt. Bei den farblich markierten Versuchseinstellungen konnte visuell keine Untervernetzung festgestellt werden. Diese Formteile wurden als Gutteile eingestuft. Sie wiesen weder Blasenbildung noch Beulen oder plastische Bereiche auf. Bei den restlichen Versuchseinstellungen traten diese Symptome auf, weshalb diese Formteile als Schlechtteile eingestuft wurden (keine farbliche Hinterlegung). Wie schon vorher erwähnt konnten bei den Versuchseinstellungen von 1800 bar Kompressionsdruck und 1200 s Kompressionszeit nur Formteile mit 260 s Heizzeit hergestellt werden, da die Belastung für das Schieberelement zu groß wurde. Die nicht durchführbaren Einstellungen sind schraffiert dargestellt.

Anhand der Ergebnisse der visuellen Beurteilung lässt sich erkennen, dass Gutteile bei allen Kompressionsbedingungen sowie bei den Referenzbedingungen (ohne Kompression) immer mit den Heizzeiten 260 und 240 s hergestellt wurden. Es konnte also zunächst visuell keine Verkürzung der Heizzeit durch die Kompressionserwärmung festgestellt werden. Wäre dies der Fall, so hätten sich für die Versuchseinstellungen mit Kompression bereits Gutteile bei kürzeren Heizzeiten (220, 200 oder 180 s) als bei den Referenzbedingungen (260, 240 s) ergeben müssen. Zu bemerken ist allerdings, dass mittels visueller Beurteilung nur grobe Aussagen getroffen werden konnten. Aussagekräftigere Ergebnisse sollten die Prüfungen der Shore A Härte und des Druckverformungsrestes liefern.

7. Ergebnisse

Versuch Nr.	Massetemperatur (°C)	Formtemperatur (°C)	Kompressionsdruck (bar)	Kompressionszeit (s)	Heizzeit (s)			
1	90	160	Referenz: keine Kompression		260			
2					240			
3					220			
4					200			
5					180			
6			900	600			260	
7							240	
8							220	
9							200	
10							180	
11				1200				260
12								240
13								220
14								200
15								180
16			1800	600			260	
17							240	
18							220	
19							200	
20							180	
21				1200				260
22								240
23								220
24								200
25								180

Abbildung 28: Ergebnisse der visuellen Beurteilung der Formteile für das Material SBR und Auswahl für die weiteren Formteilprüfungen von Shore A und DVR.

Um rasch Ergebnisse dieser Untersuchungen zu erhalten, sollten zunächst nur die Gutteile der extremen Versuchseinstellungen (Referenz und 1800 bar Kompressionsdruck) überprüft werden. Die Auswahl für die Prüfung der Shore A Härte und des DVR sind in Abbildung 28 dick umrahmt markiert. Beim Material SBR konnten die Schlechteile für weitere Untersuchungen nicht herangezogen werden, da sie für die Prüfungen bereits zu stark deformiert waren (Beulen).

Abbildung 29 zeigt die Ergebnisse der Shore A Härteprüfung der ausgewählten Formteile, welche mit einer Heizzeit von 260 s hergestellt wurden. Es handelt sich dabei um die Verarbeitungsbedingungen ohne Kompression (Referenz) und mit Kompression bei 1800 bar Kompressionsdruck mit den zwei Kompressionszeiten von 600 und 1200 s. Dargestellt sind für jedes Formteil (bzw. jede Verarbeitungsbedingung) die gemessenen Werte der drei auf der Oberseite

befindlichen Messbereiche. Die Markierungen auf den Balken entsprechen dem Messfehler des Shore A Härte Messgerätes, welcher ± 1 beträgt.

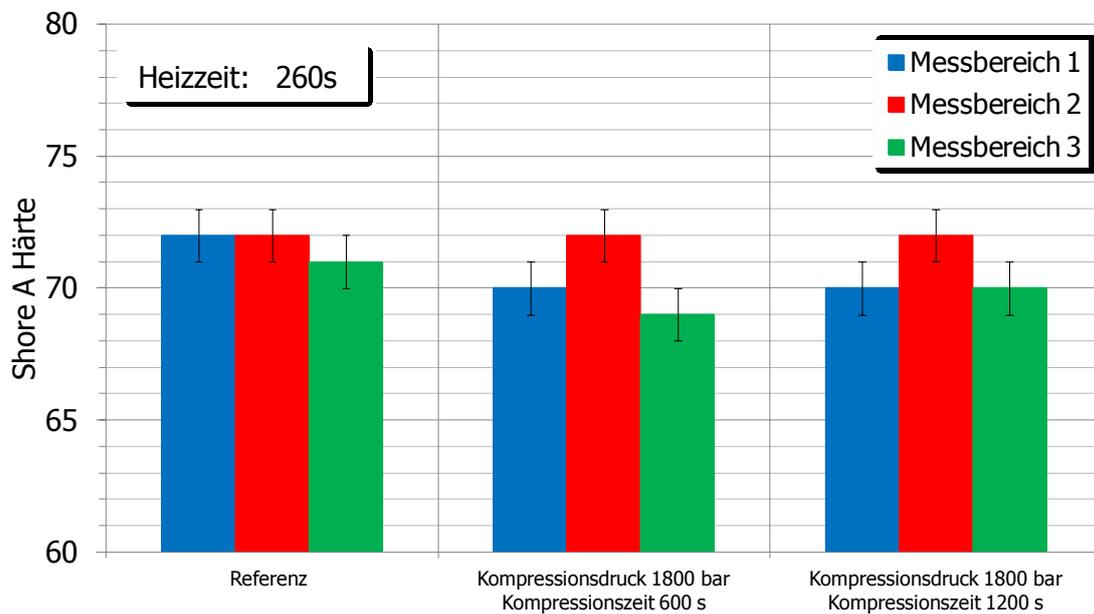


Abbildung 29: Ergebnisse der Shore A Härteprüfung der SBR-Formteile mit 260 s Heizzeit.

Man erkennt, dass alle Werte zwischen 69 und 72 Shore-Härte A liegen und die Abweichung zwischen den Messbereichen bei fast allen Verarbeitungsbedingungen mit ± 1 Härte Shore A innerhalb des Messfehlers liegt. Die Ergebnisse zeigen deutlich, dass die Kompressionsbedingungen keine höheren Werte liefern als die Referenz. Dies kann bedeuten, dass das Formteil bei der maximalen Heizzeit von 260 s unter Referenzbedingungen bereits vollständig ausvernetzt ist und der Vernetzungsgrad bei Übervernetzung nicht weiter ansteigt bzw. abfällt, sondern konstant bleibt. Dadurch ist auch eine Zunahme der Shore A Härte nicht zu erwarten. Dies wird durch die Vulkameterkurven des SBR bestätigt, aus welchen ein Konstantbleiben des Vernetzungsgrades bei Übervernetzung hervorgeht.

Es ist jedoch auch möglich, dass kein Inkubationszeitabbau und dadurch auch kein höherer Vernetzungsgrad bei gleicher Heizzeit durch die Kompressionserwärmung hervorgerufen werden konnte, bzw. der Effekt nicht signifikant ist.

In Abbildung 30 ist der Vergleich der Shore A Härte zwischen der Referenz und der Verarbeitungsbedingung „1800 bar Kompressionsdruck und 600 s Kompressionszeit“ bei der Heizzeit von 240 s dargestellt. Die Einzelwerte der Messbereiche liegen wieder innerhalb des Messfehlers. Im Vergleich zu 260 s Heizzeit (Abbildung 29) ist die Härte Shore A beider Einstellungen geringfügig gesunken, was auf einen geringeren Vernetzungsgrad aufgrund der kürzeren Heizzeit hindeutet. Beim Vergleich der beiden Einstellungen in Abbildung 30 fällt jedoch wieder auf, dass die Werte der Kompressionsbedingungen, unter Berücksichtigung des Messfehlers, in etwa den Referenzwerten entsprechen. Das bedeutet, dass mittels Prüfung der Härte Shore A keine signifikante Zunahme des Vernetzungsgrades durch die Kompressionserwärmung gemessen werden konnte.

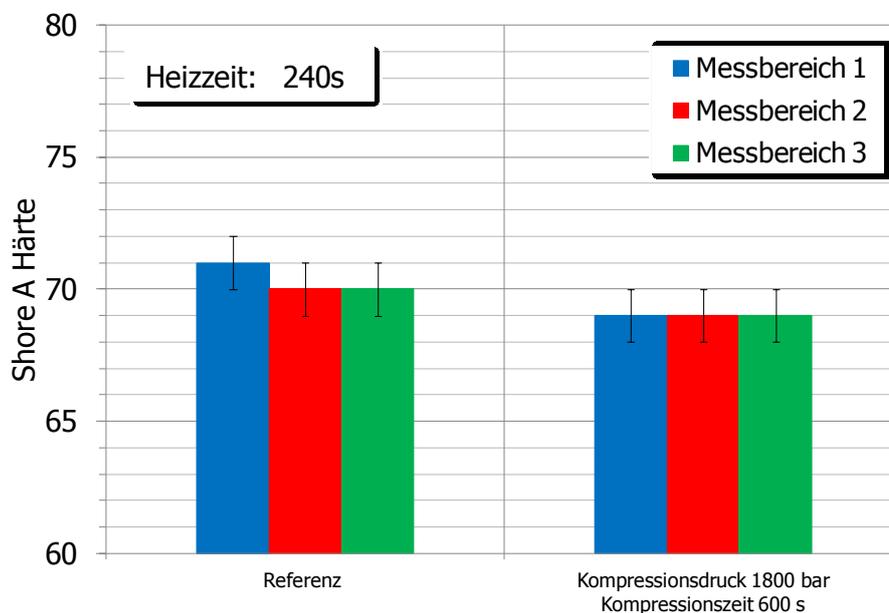


Abbildung 30: Ergebnisse der Shore A Härteprüfung der SBR-Formteile mit 240 s Heizzeit.

Nachfolgend (Abbildung 31 und Abbildung 32) sind die Ergebnisse der Messungen des Druckverformungsrests dargestellt. Geprüft wurden dieselben Formteile, an welchen die Shore A Härte gemessen wurde. Die Diagramme zeigen Werte der einzelnen Messbereiche über die Dicke der Probe zu den Entnahmeorten Oben, Mitte und Unten. Diese Werte sind Zentralwerte (Mediane) aus drei Einzelwerten pro Messbereich. Die Markierungen auf den Balken entsprechen mit $\pm 2,55\%$ DVR dem Messfehler der Messung (DIN ISO 815). Für den Vernetzungszustand der Formteile würde eine Abnahme des DVR eine Erhöhung des Vernetzungsgrades bedeuten.

In Abbildung 31 wird der DVR der ausgewählten Formteile mit 260 s Heizzeit verglichen. Es fällt auf, dass die Ergebnisse der beiden Kompressionsbedingungen nahezu identisch sind und sich nicht merklich von der Referenz unterscheiden. Die geringen Abweichungen können mit der Messungenauigkeit erklärt werden. Das bedeutet auch hier, dass kein höherer Vernetzungszustand durch den Einsatz der Kompressionserwärmung erreicht werden konnte.

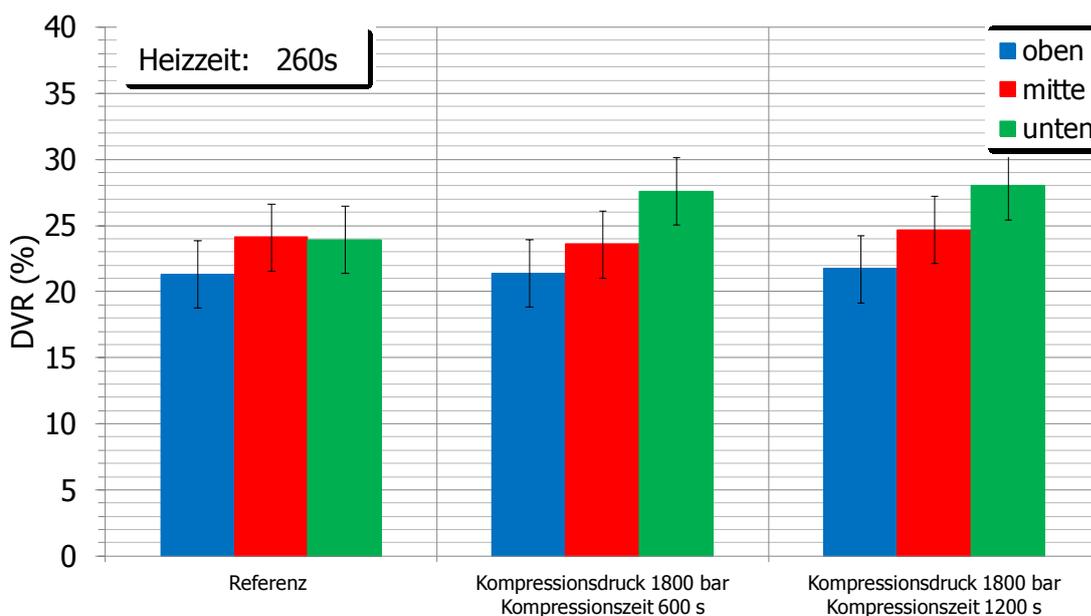


Abbildung 31: Ergebnisse der DVR Messung der SBR-Formteile mit 260 s Heizzeit.

Außerdem kann man gut erkennen, dass der DVR des Messbereichs Oben immer am niedrigsten ist, was durch die inhomogene Werkzeugtemperierung erklärt werden kann. Wie in Kapitel 4.5 beschrieben, wird die Kavität von unten über die untere Aufspannplatte der Maschine temperiert, während der Wärmeenergieeintrag von oben durch Heizpatronen in der Zwischenplatte erfolgt, welche sich nah an der Oberfläche der Kavität befinden (siehe Abbildung 12). Dadurch wird die

Formteileroberseite schneller aufgeheizt bzw. vernetzt als die Unterseite, wodurch nach Ablauf der Heizzeit der Vernetzungsgrad oben höher ist als unten.

Abbildung 32 zeigt die Ergebnisse bei 240 s Heizzeit. Bei der Gesamtbetrachtung sieht man, dass das Niveau aller Messwerte im Vergleich zu 260 s Heizzeit um ca. 2 – 3 % DVR gefallen ist. Dies lässt sich, wie schon bei den Ergebnissen der Shore-Härte A Messungen, durch den geringeren Vernetzungsgrad aufgrund der kürzeren Heizzeit erklären. Man erkennt dass es auch bei der kürzeren Heizzeit keine signifikanten Unterschiede zwischen Referenz und Kompressionsbedingung gibt. Auch hier ist der Druckverformungsrest im Messbereich Oben stets am niedrigsten.



Abbildung 32: Ergebnisse der DVR Messung der SBR-Formteile mit 240 s Heizzeit.

Anhand dieser Ergebnisse muss man sagen, dass die Kompressionserwärmung am Material SBR zu keiner signifikanten Erhöhung des Vernetzungsgrades der Formteile geführt hat. Dies wiederum bedeutet, dass die Kompressionserwärmung nicht dazu genutzt werden konnte, die Inkubationszeit signifikant vor dem Einspritzen in die Kavität abzubauen. Die möglichen Gründe dafür werden in Kapitel 8 aufgezeigt.

7.2 EPDM

Abbildung 33 zeigt die Ergebnisse der visuellen Beurteilung des Materials EPDM. Gutteile konnten bei allen durchführbaren Einstellungen nur bei 330 s Heizzeit produziert werden. Davon ausgehend konnte auch bei diesem Material keine Heizzeitverkürzung durch die Kompressionserwärmung mittels visueller Beurteilung festgestellt werden. Für die weiteren Formteilprüfungen sollten zunächst wieder nur die Versuchseinstellungen ohne Kompression und mit maximalem Kompressionsdruck herangezogen werden, wobei diese auch an den Schlechtteilen mit 300 s Heizzeit durchgeführt werden konnten, da die auftretenden Deformationen im Vergleich zum SBR nur geringfügig waren.

Wie aus Abbildung 33 hervorgeht, wurden schließlich für die Prüfung der Shore-Härte A und des DVR die Formteile von Versuch Nr. 26, 27, 35 und 36 ausgewählt. Es handelt sich dabei um die Referenzbedingungen mit den Heizzeiten 330 und 300 s, sowie die Kompressionsbedingungen 1800 bar, 600 s mit denselben Heizzeiten.

Versuch Nr.	Massetemperatur (°C)	Formtemperatur (°C)	Kompressionsdruck (bar)	Kompressionszeit (s)	Heizzeit (s)	
26	90	180	Referenz: keine Kompression		330	
27					300	
28					270	
29			900	600	330	
30					300	
31					270	
32					1200	330
33						300
34						270
35			1800	600	330	
36					300	
37					270	
38					1200	330
39				300		
40				270		

Abbildung 33: Ergebnisse der visuellen Beurteilung der Formteile und Auswahl für die weiteren Formteilprüfungen Shore A und DVR; Material: EPDM

In Abbildung 34 und Abbildung 35 sind die Ergebnisse der Shore A Härteprüfung dargestellt. Abbildung 34 zeigt den Vergleich der Ergebnisse des unter Referenzbedingungen (keine Kompression) und unter Kompressionsbedingung (1800 bar, 600 s) hergestellten Formteils. Die Heizzeit betrug bei beiden Einstellungen 330 s.

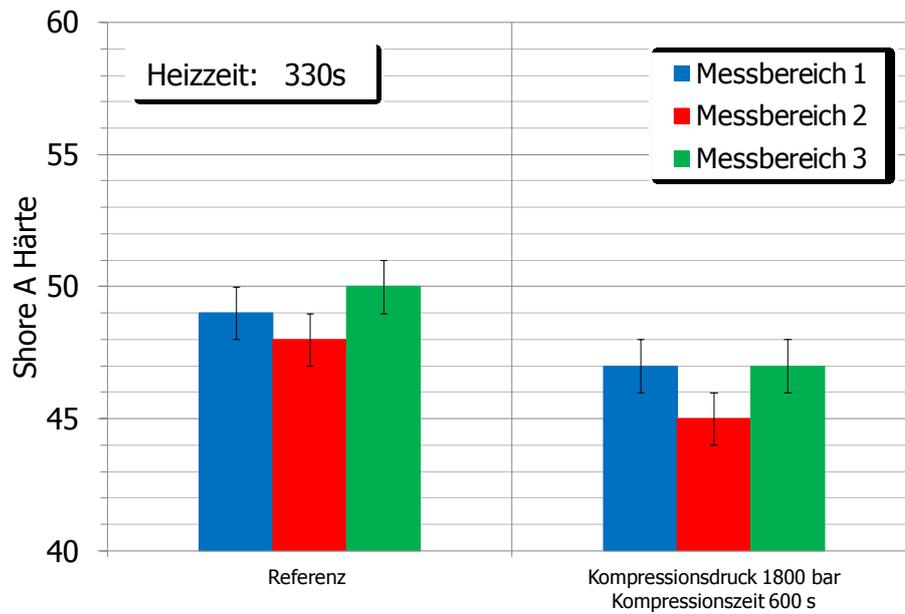


Abbildung 34: Ergebnisse der Shore A Härteprüfung der EPDM-Formteile mit 330 s Heizzeit.

Dass die Werte mit Kompression, wenn auch nur geringfügig, niedriger sind als die Werte der Referenz, bedeutet keine Steigerung des Vernetzungsgrades durch die Kompression bei der Heizzeit von 330 s. Dies kann man ebenfalls dadurch erklären, dass das Formteil bei einer Heizzeit von 330 s bereits bei den Referenzbedingungen einen Vernetzungsgrad von 100 % erreicht und dieser bei Übervernetzung nicht weiter ansteigt, was dem Vernetzungsverhalten der Mischung EPDM entspricht.

Abbildung 35 zeigt die Ergebnisse der Shore A Härteprüfung bei 300 s Heizzeit. Die Ergebnisse zeigen eine Abnahme der Werte der Referenz im Vergleich zu 330 s Heizzeit, was auf einen geringeren Vernetzungsgrad durch die kürzere Heizzeit schließen lässt. Da der Vernetzungsgrad der Referenz nun nicht mehr 100 % zu sein scheint, müssten sich für die Kompressionsbedingung für ein positives Ergebnis entsprechen höhere Werte der Shore A Härte ergeben. Die Werte der Kompressionsbedingung entsprechen jedoch nahezu den Werten der Referenz und es fällt außerdem auf, dass sich alle sechs Werte innerhalb der Messgenauigkeit befinden.

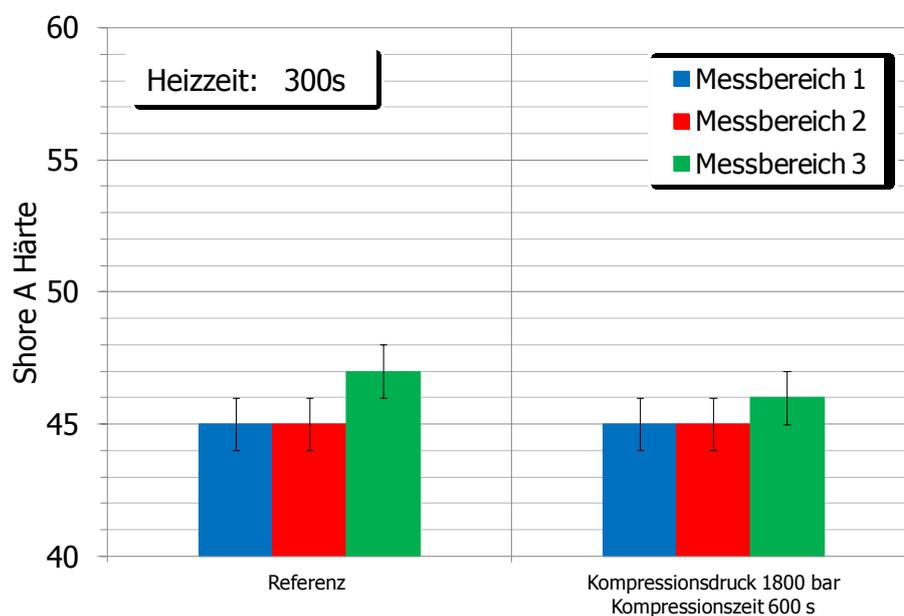


Abbildung 35: Ergebnisse der Shore A Härteprüfung der EPDM-Formteile mit 300 s Heizzeit.

Die Ergebnisse beider Heizzeiten zeigen, dass auch am Material EPDM anhand der Shore A Härteprüfung kein Einfluss der Kompression bzw. Kompressionserwärmung auf den Vernetzungsgrad festgestellt werden konnte.

Nachfolgend sind die Ergebnisse der Messungen des Druckverformungsrests des Materials EPDM dargestellt. Abbildung 36 zeigt die ermittelten Zentralwerte des DVR beider Verarbeitungsbedingungen bei 330 s Heizzeit.

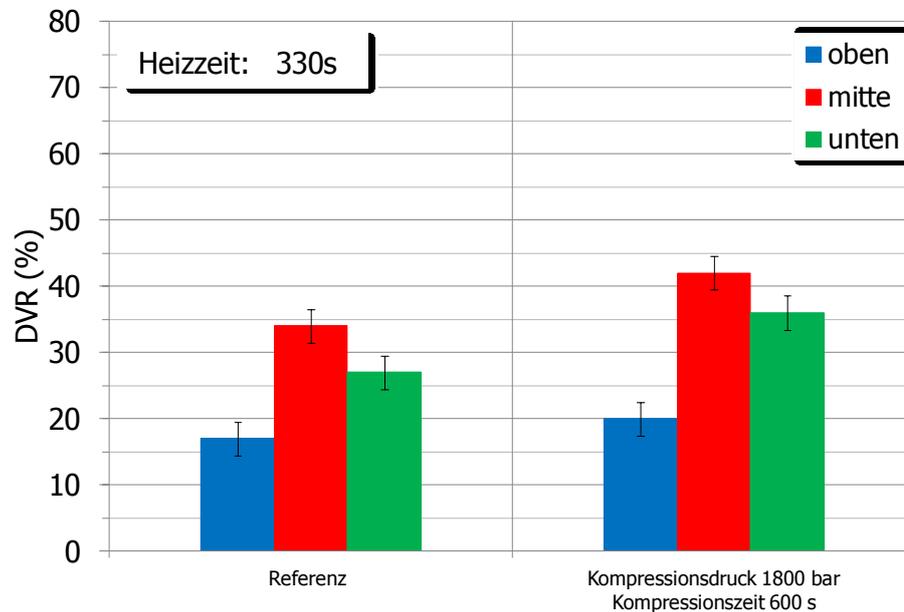


Abbildung 36: Ergebnisse der DVR Messung der EPDM-Formteile mit 330 s Heizzeit.

Auffallend ist die Tatsache, dass bei beiden Verarbeitungsbedingungen der DVR auf der Oberseite am niedrigsten und in der Mitte, also im Inneren, am höchsten ist. Dies ist durchaus nachvollziehbar, da der Vernetzungsgrad bei einem nicht vollständig ausvernetzten Formteil immer im Inneren am niedrigsten ist und sich somit ein höherer DVR ergibt. Das heißt, im Gegensatz zur Prüfung der Shore A Härte, konnte mittels DVR Prüfung festgestellt werden, dass das Formteil bei 330 s Heizzeit noch nicht hundertprozentig ausvernetzt ist. Zu bemerken ist dabei, dass die Prüfung der Shore A Härte nur an der Oberseite durchgeführt wurde und nicht im Inneren des Formteils.

Die Oberseite weist einen niedrigeren DVR und somit höheren Vernetzungsgrad auf als die Unterseite und stimmt somit mit den Ergebnissen der DVR Prüfung des SBR überein.

Vergleicht man die einzelnen Messbereiche (oben, mitte, unten) der Referenz und der Kompressionsbedingung in Abbildung 31, so bewegt sich der Unterschied der Ergebnisse zwischen 3 und 9 % DVR, wobei die Werte der Kompressionsbedingungen stets höher sind als die der Referenz. Dies lässt auf einen geringfügig höheren Vernetzungsgrad der Referenzbedingungen schließen.

Abbildung 37 zeigt die Ergebnisse der DVR Prüfung bei der Heizzeit 300 s. Im Vergleich zu 330 s Heizzeit ist eine deutliche Steigerung des DVR vor allem in der Mitte zu erkennen, was auf die kürzere Heizzeit zurückzuführen ist. Auch hier sind die Werte des DVR auf der Oberseite am niedrigsten und in der Mitte am höchsten. Die Ergebnisse der Kompressionsbedingung bewegen sich auf demselben Niveau wie die der Referenz, was auf denselben Vernetzungsgrad der beiden Formteile hindeutet.

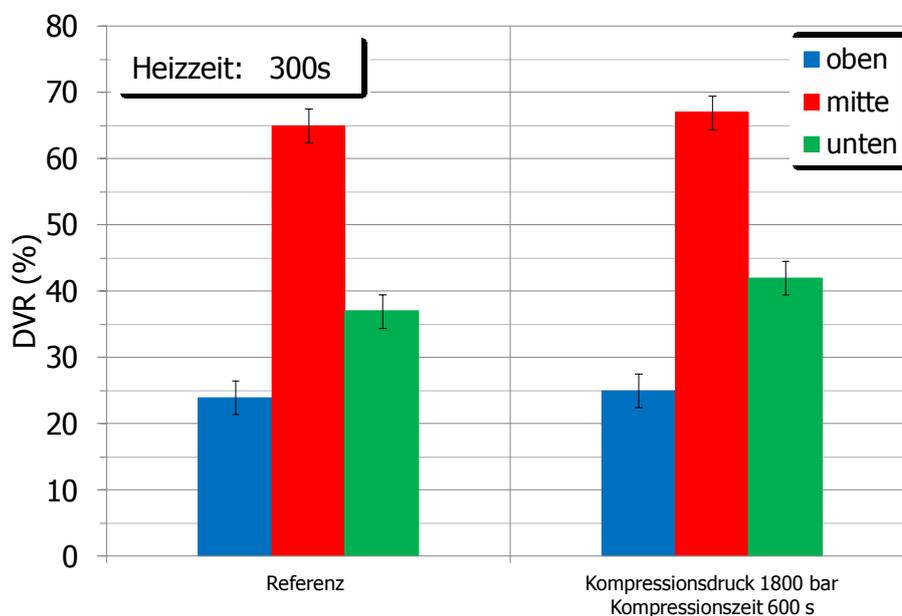


Abbildung 37: Ergebnisse der DVR Messung der EPDM-Formteile mit 300 s Heizzeit.

Auch mit der Prüfung des Druckverformungsrests konnte am Material EPDM keine Steigerung des Vernetzungsgrades bei gleichen Heizzeiten durch die Kompression bzw. Kompressionserwärmung festgestellt werden. Aus diesem Grund ist davon auszugehen, dass kein vorzeitiger Abbau der Inkubationszeit vor dem Einspritzen stattgefunden hat, bzw. dieser nicht signifikant war.

8 Diskussion der Ergebnisse

Wie die Ergebnisse der Formteilprüfung beider Materialien gezeigt haben, konnte kein Abbau der Inkubationszeit und somit keine Verkürzung der Heizzeit durch die Kompressionserwärmung festgestellt werden. Zum Beispiel wurde für das Material SBR bei einer Kompression von 1800 bar und 600 s Kompressionszeit und einer Ausgangsmasstemperatur von 90 °C ein Abbau der Inkubationszeit von 15 % berechnet (siehe Tabelle 8). Die Formtemperatur bei den Versuchen mit SBR betrug 160 °C. Aus der Vulkameterkurve für 160 °C wurde eine Inkubationszeit $t_i(160\text{ °C}) = 104\text{ s}$ ermittelt. Ein 15-prozentiger Abbau würde in der Kavität eine Verkürzung der Inkubations- und somit auch Heizzeit um 15,6 s bedeuten. Dieser Wert müsste praktisch noch höher sein, da die tatsächliche Inkubationszeit in der Kavität höher ist als im Vulkameter. Der Grund dafür ist, dass der Aufheizvorgang der Masse in der Kavität wegen der größeren Dicke länger dauert als im Vulkameter.

Eine Voraussetzung für eine Verkürzung der Heizzeit um mindestens 15,6 s ist, dass sich die Masse durch die Kompression mit 1800 bar von 90 auf 102 °C erwärmt. Aus den Vorversuchen mit SBR ging hervor, dass die tatsächliche Kompressionserwärmung bei 1800 bar Kompressionsdruck bei einer Masseausgangstemperatur von 80 bis 120 °C nur etwa 9,5 bis 10 °C beträgt. Damit würde sich theoretisch eine Inkubations- bzw. Heizzeitverkürzung um 14 s ergeben.

Die zweite Voraussetzung ist ein Halten der Temperatur über den Zeitraum von 600 s. Dies ist jedoch nicht möglich, da die Wärme zum Teil infolge Wärmeleitung an die kältere Umgebung (temperierte Maschine) abgeführt wird und das Aufrechterhalten des Kompressionsdrucks zu keinem weiteren Energieeintrag führt. Trotz der schlechten Wärmeleitung des Materials könnte der Wärmeverlust auf Grund der langen Kompressionszeiten (600 und 1200 s) zu groß sein, um noch signifikant Inkubationszeit abzubauen, da diese mit fallender Temperatur steigt. Zur Überprüfung wurde die Abkühlung der Masse während der Kompressionsphase mittels der Finiten Elemente Methode (FEM) am Beispiel des Materials SBR berechnet. Simuliert wurde die Temperaturänderung über die Zeit eines dem aufdosierten Massepolster entsprechenden zylindrischen Volumenkörpers ($D=75\text{ mm}$; $H=35\text{ mm}$) mit einer Starttemperatur von 100,7 °C bei einer konstanten Werkzeugwandtemperatur von 90 °C. Die Starttemperatur entspricht der Temperatur, die durch Kompression mit 1800 bar bei einer Ausgangstemperatur der Masse von 90 °C erreicht wird. In Abbildung 38 ist die simulierte Temperaturentwicklung des Massepolsters über die Zeit dargestellt.

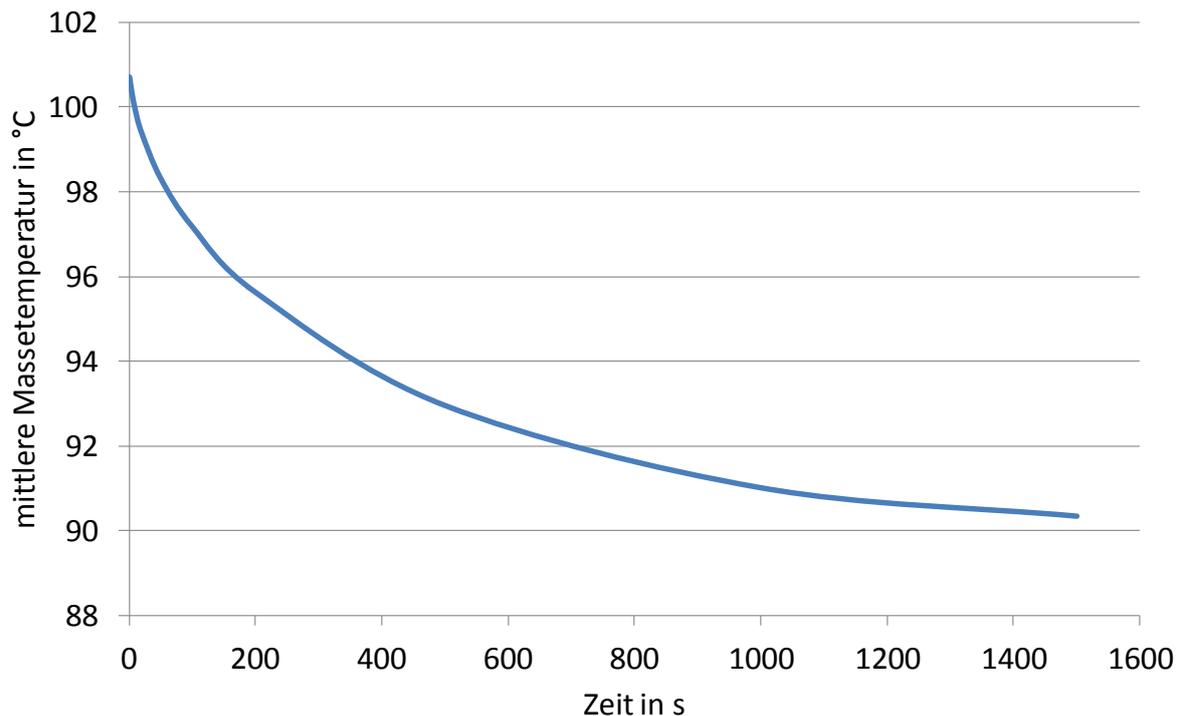


Abbildung 38: Simulierte Temperaturentwicklung der Massekuchens während der Kompressionsphase; Material: SBR

Die Berechnung zeigt, dass bereits nach 200 s die Masse um ca. die Hälfte der generierten Kompressionserwärmung abgekühlt ist. Da es bei den Hauptversuchen jedoch keine Möglichkeit gab, die Kompressionserwärmung im Inneren des Massekuchens zu messen, kann keine genauere Aussage über das tatsächliche Abkühlverhalten während der Kompressionsphase gemacht werden.

Die Ergebnisse zeigen, dass es für eine Umsetzung in die Praxis weit höherer Kompressionsdrücke bedarf, um mehr Kompressionserwärmung zu generieren. Es ist anzunehmen, dass durch eine stärkere Erwärmung der Masse infolge höherer Drücke die Inkubationszeit in kürzerer Zeit abgebaut werden könnte, was die Kompressionszeiten wesentlich verkürzen und dadurch auch den Wärmeverlust infolge Wärmeleitung minimieren würde.

9 Zusammenfassung

Um fertige Elastomerprodukte aus Kautschukmischungen zu erhalten, werden diese bei der Verarbeitung durch Zuführung von Wärme vernetzt. Die dafür benötigte Heizzeit macht dabei einen großen Teil der Zykluszeit aus.

In dieser Arbeit wurde untersucht, ob der Effekt der Kompressionserwärmung dazu genutzt werden kann, die Inkubationszeit von Kautschukmischungen abzubauen und dadurch die Heizzeit zu verkürzen.

Die Untersuchungen wurden an zwei Materialien durchgeführt. Es handelte sich dabei um ein SBR der Fa. Semperit und ein EPDM der Fa. Kraiburg. Zunächst wurde die Temperaturerhöhung infolge Kompression für beide Materialien analytisch berechnet. Die Berechnung erfolgte für drei Ausgangstemperaturen der Masse mit 80, 100 und 120 °C und Kompressionsdrücken von 200 bis 1800 bar. Für das SBR wurde eine Kompressionserwärmung zwischen 1,3 °C bei 200 bar und 13,4 °C bei 1800 bar berechnet. Das entspricht im Mittel ca. 0,75 °C/100 bar. Die berechnete Kompressionserwärmung des EPDM betrug zwischen 1,14 °C bei 200 bar und 11,4 °C bei 1800 bar (0,64 °C/100 bar). Beide Materialien zeigten nur einen geringen Einfluss der Ausgangstemperatur der Masse auf die Kompressionserwärmung (Temperaturunterschiede von maximal 1,4 °C).

Als nächster Schritt wurden die berechneten Kompressionserwärmungen durch Experimente am Hochdruckkapillarrheometer und an der Spritzgießmaschine überprüft. Dabei wurden die Materialien auf Druckniveaus zwischen 200 und 1400 bar (HKR) bzw. 200 und 1800 bar (SGM) komprimiert und die Temperaturerhöhung gemessen. Die Versuche zeigten für das Material SBR eine sehr gute Übereinstimmung mit den analytischen Ergebnissen im Druckbereich von 200 – 600 bar. Ab ca. 600 bar Kompressionsdruck wurden die Messergebnisse von der analytischen Lösung mit zunehmendem Druck überschätzt, wobei sich Abweichungen bis maximal 4 °C für das SBR ergaben. Das Material EPDM zeigte mit maximalen Abweichungen von ca. 1 °C über den gesamten Druckbereich, eine sehr gute Übereinstimmung mit den analytischen Ergebnissen.

Um die Auswirkungen der Kompressionserwärmung auf den Vernetzungszustand eines Formteils zu untersuchen, wurde ein Versuchswerkzeug konstruiert, mit dem es möglich war, eine Kompressionsphase in den Spritzgußzyklus zu integrieren. So wurden unter Variation von Kompressionsdruck, Kompressionszeit und Heizzeit Formteile hergestellt, an welchen durch eine nachfolgende Formteilprüfung der

Vernetzungszustand untersucht wurde. Als Referenz wurden mit demselben Werkzeug Formteile ohne Kompressionsphase bei identischen Heizzeiten produziert.

Zunächst wurden die Formteile einer visuellen Begutachtung unterzogen, um den jeweiligen Vernetzungszustand grob zu beurteilen und miteinander zu vergleichen. Anhand der visuellen Begutachtung konnten keine signifikanten Unterschiede der Vernetzungszustände bei gleichen Heizzeiten zwischen den verschiedenen Kompressionsbedingungen bzw. zur Referenz festgestellt werden. Daraus geht hervor, dass die Kompressionserwärmung bei der Formteilherstellung entgegen den Erwartungen zu keiner signifikanten Verkürzung der Heizzeit geführt hat. Eine der wahrscheinlichsten Ursachen hierfür ist der Wärmeabfluss aus dem komprimierten Material in das umgebende kältere Werkzeug bei den langen Kompressionszeiten von 600 s bzw. 1200 s. Eine thermische FEM-Analyse zeigte, dass bereits bei 200 s Kompressionszeit ein Temperaturabfall von 5 °C auftritt und bei 600 s bereits ca. 85 % der kompressionsbedingten Temperaturerhöhung durch Wärmeabfluss verloren geht.

Für eine genauere Untersuchung des Vernetzungsgrades wurden die Shore A Härte und der Druckverformungsrest bei beiden Materialien an den Formteilen mit höchster Kompression und ohne Kompression gemessen, da hier die größten Unterschiede zu erwarten waren. Bei beiden Materialien konnten keine signifikanten Unterschiede der Shore A Härte zwischen den unter Referenzbedingungen und Kompressionsbedingungen hergestellten Formteilen bei gleichen Heizzeiten festgestellt werden, was auf ein Gleichbleiben des Vernetzungsgrades hindeutet.

Auch die Messungen des Druckverformungsrestes zeigten bei beiden Materialien keine signifikante Unterschiede der Ergebnisse zwischen den Verarbeitungsbedingungen bei gleichen Heizzeiten und somit auch keine Änderung des Vernetzungsgrades durch die Kompressionserwärmung.

Da der Einsatz der Kompressionserwärmung mit dem verwendeten Kompressionswerkzeug weder zu einer Verkürzung der Heizzeit noch zu einer Eigenschaftsverbesserung geführt hat, muss von einer Unwirksamkeit des getesteten Verfahrens ausgegangen werden sofern im verwendeten Werkzeug der Wärmeabfluss nicht verhindert werden kann. Ein weiterer wichtiger Grund ist, dass die mit dem maximalen Einspritz- bzw. Kompressionsdruck der Maschine erreichbaren Temperaturerhöhungen zu gering sind, um damit in kurzer Zeit wesentlich Inkubationszeit abzubauen. Dies wäre jedoch wichtig, da sonst zu viel der durch die Kompression generierten Wärme wieder abgeleitet wird.

10 Literatur

- [1] *Johannaber, F.; Michaeli, W.:* Handbuch Spritzgießen, Carl Hanser Verlag, München 2004
- [2] *N.N.:* Spritzsystem EFE, Prospekt der Firma LWB Steinl, 2007
- [3] *Kirschnick, R.:* FlowControl+[®] – Innovationen für das Spritzgießverfahren, KGK Kautschuk Gummi Kunststoffe 60 (11), pp. 611-613, 2007
- [4] *N.N.:* Produktivitätssteigerung durch FlowControl+[®], K-Zeitung, 6, 2008
- [5] *Mohi, J.; Graham, T.:* How to reduce cure times without damaging material with excess shear, Rubber World 240 (4), pp. 19-23, 2009
- [6] *Demin, S.:* Reduce cure time without damaging the rubber compound during injection moulding, Rubber World 238 (6), pp. 18-20, 2009
- [7] *Demin, S.; Nogha, C.:* REP International, Machine for injecting a heat curable material, in particular for rubber vulcanisation, and corresponding method for achieving same, WO2009047454, 2009
- [8] *Peinhopf, W.:* Auslegung von Spritzgießwerkzeugen mittels der Methode der Finiten Elemente, Dissertation am Institut für Kunststoffverarbeitung, Montanuniversität Leoben, 2000
- [9] *Beaumont, J.P.:* Adjustable melt rotation positioning device and method, EP1885541, 2008
- [10] *N.N.:* TurboCure[®], Prospekt der Firma REP International, 2010
- [11] *Masberg, U.; Potthoff, A.; Eisenhuber, R.; Kain, G.:* Die selbstoptimierende Gummispritzgießmaschine, KGK Kautschuk Gummi Kunststoffe 59 (7-8), pp. 372-376, 2006
- [12] *Röthemeyer, F.; Sommer, F.:* Kautschuktechnologie: Werkstoffe – Verarbeitung Produkte, Hanser, München, Wien, 2006
- [13] *Abts, G.:* Einführung in die Kautschuktechnologie, Hanser, München, 2007
- [14] *Ehrenstein, G.W.; Riedel, G.; Trawiel, P.:* Praxis der thermischen Analyse von Kunststoffen, Hanser, München, Wien, 2003
- [15] *Rodriguez, E. L.; Filisko, F. E.:* Temperature changes in Polymethylethacrylate and high-density Polyethylene during rapid compressive deformation, Polymer Engineering and Science 26: 1060–1065, 1986

- [16] *Rajganes, J.:* Measurements of polymer melts' viscosity at increased pressure levels with the consideration of the compression heat, Diplomarbeit am Institut für Kunststoffverarbeitung, Montanuniversität Leoben, 2005
- [17] *Fasching, M.:* Berechnungsmodell für Temperaturerhöhungen während der Einspritzphase im Kautschukspritzguss, Diplomarbeit am Lehrstuhl für Spritzgießen von Kunststoffen, Montanuniversität Leoben, 2012
- [18] *Hosiner, R.:* Versuchswerkzeugkonstruktion, Erwin Mach Gummitechnik GmbH, 2011
- [19] *Hosiner, R.:* Versuchswerkzeugkonstruktion, Erwin Mach Gummitechnik GmbH, 2012
- [20] *Grellmann, W.; Seidler, S.:* Kunststoffprüfung, Hanser, München, Wien, 2007

11 Verwendete Abkürzungen

Tabelle 12: In der Arbeit verwendete Abkürzungen

Abkürzung	Bedeutung
A	Österreich
bzw.	beziehungsweise
CH	Schweiz
D	Deutschland
d.h.	das heißt
EPDM	Ethylen-Propylen-Dien-Terpolymer
Fa.	Firma
FEM	Finite Elemente Methode
FIFO	First-In-First-Out
Gl.	Gleichung
GmbH	Gesellschaft mit beschränkter Haftung
HKR	Hochdruckkapillarrheometer
max.	maximal
PMMA	Polymethylmetacrylat
SBR	Styrol-Butadien-Rubber
USA	United States of America

Tabelle 13: In der Arbeit verwendete Symbole

Abkürzung	Bedeutung	Einheit
α	thermischer Volumenausdehnungskoeffizient	K^{-1}
α_p	thermischer Ausdehnungskoeffizient beim Druck p	K^{-1}
κ	Kompressibilität	m^2/N
Δl	Längenänderung	mm
Δp	Druckdifferenz für die Kompression	Pa
ΔT	Kompressionserwärmung	K
b	Breite	mm
C	Federkonstante	N/mm
c_p	spezifische Wärmekapazität	J/kgK
DVR	Druckverformungsrest	%
E_0	Aktivierungsenergie	J/mol
F	Kraft	N
F_∞	Kraftniveau	N
F_{max}	Kraftmaximum	N
h	Höhe	mm
h_0	Ausgangshöhe der Probe	mm
h_1	Höhe der Probe nach der Rückverformung	mm
h_s	Höhe der verformten Probe	mm
R	universelle Gaskonstante	$Jmol^{-1}K^{-1}$
T	Zieltemperatur	K
T_g	Glasübergangstemperatur	K
T_{max}	maximale Temperatur	$^{\circ}C$
T_{min}	minimale Temperatur	$^{\circ}C$
T_0	Referenztemperatur	K
\bar{T}	mittlere Ausgangstemperatur der Masse	K
t	Zeit	s
t_{90}	Heizzeit	s
t_i	Inkubationszeit	s

11. Verwendete Abkürzungen

v	spezifisches Volumen	m^3/kg
\bar{v}_p	gemittelttes spezifisches Volumen beim Druck p	m^3/kg
$v_{p,T_{\max}}$	spezifisches Volumen beim Druck p und maximaler Temperatur	m^3/kg
$v_{p,T_{\min}}$	spezifisches Volumen beim Druck p und minimaler Temperatur	m^3/kg

12 Anhang

12.1 Vollständige Messergebnisse

12.1.1 Vorversuche

Nachstehend sind die Messergebnisse und berechneten Werte der Vorversuche auf dem HKR und der SGM (Abbildung 16 - Abbildung 19) in Tabellen (Tabelle 14 - Tabelle 25) dargestellt.

*Tabelle 14: Kompressionserwärmung am HKR, Ausgangstemperatur = 80 °C;
Material: SBR*

Kompressionsdruck (bar)	Kompressionserwärmung (°C) gemessen	Kompressionserwärmung (°C) berechnet
282	2,1	1,9
317	2,4	2,1
563	3,5	3,8
602	4,0	4,0
636	4,2	4,3
939	5,3	6,3
1177	6,7	7,9
1267	7,0	8,5

*Tabelle 15: Kompressionserwärmung am HKR, Ausgangstemperatur = 100 °C;
Material: SBR*

Kompressionsdruck (bar)	Kompressionserwärmung (°C) gemessen	Kompressionserwärmung (°C) berechnet
188	1,8	1,3
358	2,7	2,5
570	4,5	4,0
975	6,3	6,9
1310	7,6	9,3

*Tabelle 16: Kompressionserwärmung am HKR, Ausgangstemperatur = 120 °C;
Material: SBR*

Kompressionsdruck (bar)	Kompressionserwärmung (°C) gemessen	Kompressionserwärmung (°C) berechnet
231	1,7	1,7
410	3,1	3,1
649	4,2	4,8
1037	6,3	7,7
1368	7,7	10,2

*Tabelle 17: Kompressionserwärmung am HKR, Ausgangstemperatur = 80 °C;
Material: EPDM*

Kompressionsdruck (bar)	Kompressionserwärmung (°C) gemessen	Kompressionserwärmung (°C) berechnet
190	1,7	1,1
628	3,5	3,6
636	4,5	3,6
1042	6,8	5,9
1314	8,4	7,5

*Tabelle 18: Kompressionserwärmung am HKR, Ausgangstemperatur = 100 °C;
Material: EPDM*

Kompressionsdruck (bar)	Kompressionserwärmung (°C) gemessen	Kompressionserwärmung (°C) berechnet
276	2,7	1,7
576	4,7	3,5
697	4,9	4,2
1301	8,2	7,8
1401	9,4	8,4

*Tabelle 19: Kompressionserwärmung am HKR, Ausgangstemperatur = 120 °C;
Material: EPDM*

Kompressionsdruck (bar)	Kompressionserwärmung (°C) gemessen	Kompressionserwärmung (°C) berechnet
237	1,9	1,5
471	3,6	3,0
595	4,3	3,8
1027	7,4	6,5
1394	9,2	8,8

*Tabelle 20: Kompressionserwärmung auf der SGM, Ausgangstemperatur = 80 °C;
Material: SBR*

Kompressionsdruck (bar)	Kompressionserwärmung (°C) gemessen	Kompressionserwärmung (°C) berechnet
183	1,1	1,2
332	2,4	2,2
531	3,5	3,6
695	4,0	4,6
877	4,8	5,9
1044	5,0	7,0
1216	6,9	8,1
1388	7,6	9,3
1554	8,3	10,4
1732	9,4	11,6
1818	9,6	12,2

*Tabelle 21: Kompressionserwärmung auf der SGM, Ausgangstemperatur = 100 °C;
Material: SBR*

Kompressionsdruck (bar)	Kompressionserwärmung (°C) gemessen	Kompressionserwärmung (°C) berechnet
195	1,3	1,4
343	1,8	2,4
534	2,6	3,8
709	4,2	5,0
883	5,1	6,2
1051	6,1	7,4
1224	6,8	8,7
1396	8,1	9,9
1562	8,5	11,0
1739	9,4	12,3
1825	10,0	12,9

*Tabelle 22: Kompressionserwärmung auf der SGM, Ausgangstemperatur = 120 °C;
Material: SBR*

Kompressionsdruck (bar)	Kompressionserwärmung (°C) gemessen	Kompressionserwärmung (°C) berechnet
193	0,6	1,4
339	3,0	2,5
534	3,9	4,0
711	3,3	5,3
885	4,8	6,6
1054	6,2	7,9
1229	6,9	9,2
1398	7,5	10,4
1571	8,7	11,7
1741	9,4	13,0
1827	9,8	13,6

*Tabelle 23: Kompressionserwärmung auf der SGM, Ausgangstemperatur = 80 °C;
Material: EPDM*

Kompressionsdruck (bar)	Kompressionserwärmung (°C) gemessen	Kompressionserwärmung (°C) berechnet
184	1,4	1,0
353	2,7	2,0
549	3,9	3,1
722	4,7	4,1
892	5,1	5,1
1058	7,2	6,0
1233	8,0	7,0
1404	8,5	8,0
1572	9,6	9,0
1750	10,4	10,0
1840	10,7	10,5

*Tabelle 24: Kompressionserwärmung auf der SGM, Ausgangstemperatur = 100 °C;
Material: EPDM*

Kompressionsdruck (bar)	Kompressionserwärmung (°C) gemessen	Kompressionserwärmung (°C) berechnet
195	1,2	1,2
340	2,5	2,0
542	4,4	3,3
719	4,8	4,3
893	5,8	5,4
1064	7,1	6,4
1240	8,2	7,5
1410	9,1	8,5
1580	9,5	9,5
1760	10,4	10,6
1849	11,8	11,1

*Tabelle 25: Kompressionserwärmung auf der SGM, Ausgangstemperatur = 120 °C;
Material: EPDM*

Kompressionsdruck (bar)	Kompressionserwärmung (°C) gemessen	Kompressionserwärmung (°C) berechnet
186	1,3	1,2
336	2,4	2,1
535	3,5	3,4
714	4,9	4,5
890	5,8	5,6
1057	6,6	6,7
1231	7,5	7,8
1390	7,8	8,8
1567	7,4	9,9
1752	10,5	11,1
1841	10,9	11,7

12.1.2 Hauptversuche

Nachstehend sind die Messergebnisse der Shore A Härtemessungen und der DVR Messungen beider Materialien in Tabellen (Tabelle 26 - Tabelle 29) dargestellt.

Tabelle 26: Ergebnisse der Shore A Härtemessungen des Versuchsmaterials SBR

Kompressionsbedingungen	Heizzeit (s)	Shore Härte A		
		Messbereich 1	Messbereich 2	Messbereich 3
Referenz	260	72	72	71
Referenz	240	71	70	70
1800 bar/600 s	260	70	72	69
1800 bar/600 s	240	69	69	69
1800 bar/1200 s	260	70	72	70

Tabelle 27: Ergebnisse der DVR Messungen des Versuchsmaterials SBR

Kompressionsbedingungen	Heizzeit (s)	DVR (%)		
		Oben	Mitte	Unten
Referenz	260	23,9	24,1	21,3
Referenz	240	22,0	22,1	20,5
1800 bar/600 s	260	27,6	23,6	21,4
1800 bar/600 s	240	24,8	25,0	19,8
1800 bar/1200 s	260	28,0	24,7	21,7

Tabelle 28: Ergebnisse der Shore A Härtemessungen des Versuchsmaterials EPDM

Kompressionsbedingungen	Heizzeit (s)	Shore Härte A		
		Messbereich 1	Messbereich 2	Messbereich 3
Referenz	330	49	48	50
Referenz	300	45	45	47
1800 bar/600 s	330	47	45	47
1800 bar/600 s	300	45	45	46

Tabelle 29: Ergebnisse der DVR Messungen des Versuchsmaterials EPDM

Kompressionsbedingungen	Heizzeit (s)	DVR (%)		
		Oben	Mitte	Unten
Referenz	330	17,0	34,0	27,0
Referenz	300	24,0	65,0	37,0
1800 bar/600 s	330	20,0	42,0	36,0
1800 bar/600 s	300	25,0	67,0	42,0