



Dissertation

Heizzeitverkürzung im Kautschukspritzguss unter Ausnutzung der Scher-, Dehn- und Kompressionserwärmung

verfasst von

Dipl.-Ing. Leonhard Perko

eingereicht am

Lehrstuhl für Spritzgießen von Kunststoffen



SPRITZGIESSEN VON
KUNSTSTOFFEN

1. Gutachter: Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Walter Friesenbichler
2. Gutachter Univ. Prof. Mag. Dr. techn. Wolfgang Kern

Montanuniversität Leoben

Leoben, 19.02.2014

Eidesstattliche Erklärung

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.

Leoben, am 19.02.2014

(Dipl.-Ing. Leonhard Perko)

Diese Dissertation entstand im Zeitraum von November 2009 bis Februar 2014 am Lehrstuhl für Spritzgießen von Kunststoffen, Department Kunststofftechnik, Montanuniversität Leoben.

Danksagung

Mein spezieller Dank gilt meinem Doktorvater Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Walter Friesenbichler für die Ermöglichung der Dissertation am Lehrstuhl für Spritzgießen von Kunststoffen. Mit seiner visionären Art und der persönlichen Förderung seiner Mitarbeiter macht er die Erreichung vieler Ziele möglich, die vorher undenkbar erschienen.

Sehr wichtigen Beitrag zum Gelingen meiner Arbeit haben alle am Forschungsprojekt beteiligten Diplomanden, Bacheloranden und studentischen Mitarbeiter geleistet. Allen voran Dipl.-Ing. Michael Fasching, der in weiterer Folge ein sehr geschätzter Kollege wurde, Dipl.-Ing. Christian Fellner, Dipl.-Ing. Viktoria Buchebner, Georg Chaloupka und Bernhard Lechner. Ihnen gilt mein Dank!

Weiters danke ich allen Assistenten, wissenschaftlichen Mitarbeitern und Technikern des Lehrstuhls für Spritzgießen von Kunststoffen und des Lehrstuhls für Kunststoffverarbeitung für ihr offenes Ohr und ihre Unterstützung für meine Arbeit. Besonders hervorheben möchte ich Dipl.-Ing. Stefan Schuschnigg, Ass. Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Thomas Lucyshyn, Ing. Anja Germuth, Dipl.-Ing. Tobias Struklec, Eduard Leitner und Ass. Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Gerald Berger, die mir in zahlreichen Situationen Hilfestellung und wesentlichen Input zu meiner Arbeit boten. Auch möchte ich mich bei allen nicht extra erwähnten Kollegen für das gute Klima und den freundlichen Umgang bei der täglichen Arbeit bedanken.

Ich danke der österreichischen Forschungsförderungsgesellschaft (FFG) und den beteiligten Firmen Maplan GmbH, Semperit technische Produkte GmbH und Erwin Mach Gummitechnik GmbH für die Förderung des gemeinsamen Forschungsprojekts im Rahmen dessen diese Arbeit entstanden ist. Weiters möchte ich den beteiligten Personen Ing. Rudolf Eisenhuber, Dr. Armin Holzner, Dipl.-Ing. Wolfgang Fidi, Dipl. Ing. Herwig Mießbacher Dr. Florian Planitzer, Dipl.-Ing. Stephan Reinthaler und Dipl.-Ing. Erwin Mach für ihren fachlichen Rat und die kritische Diskussion der von mir erarbeiteten Ergebnisse danken.

Zu guter Letzt möchte ich mich bei meiner Familie und Freunden bedanken, die mich immer bei all meinen Vorhaben unterstützt haben.

Kurzfassung

Die Heizzeit nimmt beim Spritzgießen von Kautschukmischungen einen wesentlichen Teil der Zykluszeit in Anspruch. Neben der bereits bekannten Schererwärmung kann die in konischen Düsen auftretende Dehnerwärmung gezielt ausgenutzt werden, um die Massetemperatur bereits im Einspritzvorgang anzuheben. Zur Beschreibung dieses Phänomens wurde ein analytisches Berechnungsmodell für die Ermittlung der Massetemperatur unter Berücksichtigung der Dehnerwärmung entwickelt. Als Grundlage für diese Berechnung dienen neben thermodynamischen Daten der Mischungen auch am Hochdruckkapillarrheometer (HKR) gemessene Scherviskositätskurven sowie aus den dabei auftretenden Einlaufdruckverlusten errechnete Dehnviskositäten bei hohen Deformationsraten. Um eine exakte Materialcharakterisierung vorzunehmen, wurden einerseits eine neue Methode zur Temperaturkorrektur der Scherviskosität und andererseits eine weitere Methode zur Auswertung der Dehnviskosität entwickelt. Die Validierung des Berechnungsmodells erfolgte in praktischen Versuchen an einer Gummispritzgießmaschine mit einem speziell für Massetemperaturmessungen konstruierten Versuchswerkzeug. Untersucht wurde eine Reihe von konischen Düsen mit unterschiedlichen Öffnungswinkeln. Die Versuche belegen eine gute Vorhersagequalität des Berechnungsmodells mit einem durchschnittlichen Fehler von weniger als 5%. Weiters wurden konische Düsen zur Heizzeitverkürzung unter Charakterisierung der so produzierten Formteile eingesetzt. Die Einspritzarbeit wurde als Haupteinflussgröße auf die erzielbare Massetemperaturerhöhung und damit Heizzeitverkürzung identifiziert. In dieser Arbeit wurde ebenfalls der Einsatz von Kompressionserwärmung zur Heizzeitverkürzung experimentell untersucht. Dafür wurde diese zunächst am Hochdruckkapillarrheometer (HKR) und in Folge auch an der Spritzgießmaschine gemessen. Die Kompressionserwärmung lag bei etwa 10°C pro 1800 bar Kompressionsdruck für die untersuchten Kautschukmischungen. Dieser Wert ließ sich rechnerisch mittels analytischer Berechnung mit guter Genauigkeit bestätigen. Anschließend wurde eine Kompressionsphase in den Spritzgießzyklus integriert, wodurch jedoch keine Verkürzung der Heizzeit oder Verbesserung der Formteilqualität erreicht werden konnte. Durch die Aufarbeitung der unterschiedlichen Mechanismen zur Einbringung von Wärme in Kautschukmischungen gibt diese Arbeit einen geschlossenen Überblick hinsichtlich der Möglichkeiten und Grenzen der Heizzeitverkürzung im Kautschukspritzguss.

Abstract

Cure time represents the largest part of the cycle time in rubber injection moulding. The superposed shear- and elongational heating in conical dies can be used to raise the bulk temperature during the injection of the compound into the mould. To describe this phenomenon an analytical model for the calculation of bulk temperature with consideration of elongational heating was developed. The material data used are the thermodynamic properties, the shear viscosity from High Pressure Capillary Rheometer (HPCR) measurements as well as elongational viscosity at high deformation rates calculated from inlet pressure drops. To get an exact characterisation of the rheological properties of rubber compounds, a new method for temperature correction of shear viscosity and for the evaluation of elongational viscosity was developed. The validation of the calculation model was made in industrial scale experiments on a rubber injection moulding machine using a self-designed test mould for bulk temperature measurements. A series of conical dies with different die angles was characterised. The experiments showed a good correlation to the model predictions with an average error lower than 5%. Conical dies were also used for cure time reduction at the rubber injection moulding machine and the material properties of the produced parts were tested. The injection work was identified as the major influencing parameter on the bulk temperature as well as the cure time reduction. Compression heating for cure time reduction was also investigated in this work. To achieve this, measurements of compression heating at the High Pressure Capillary Rheometer (HPCR) and a rubber injection moulding machine were carried out. The measured temperature increase was around 10°C per 1800 bar pressure for the compounds used. This value could be predicted with good accuracy by an analytic formula as well. Integrating a compression phase into the injection moulding cycle did not lead to a cure time reduction or an improvement of part quality. This work gives a comprehensive insight into the different mechanisms of heating rubber compounds and therefore shows the possibilities and limitations of cure time reduction in rubber injection moulding.

Inhaltsverzeichnis

1	EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG	1
2	STAND DER TECHNIK.....	4
2.1	TECHNOLOGIEN ZUR HEIZZEITVERKÜRZUNG	4
2.1.1	EFE Spritzsystem.....	4
2.1.2	FlowControl+	5
2.1.3	TurboCure®	6
2.1.3.1	TemplInverter®	6
2.1.3.2	Fill Balancer®	7
2.1.4	Cure ²	8
2.2	BERECHNUNG VON DEHNSTRÖMUNGEN	8
2.3	KOMPRESSIIONSERWÄRMUNG	11
3	THEORETISCHE GRUNDLAGEN.....	13
3.1	ENERGIEERHALTUNG	13
3.2	METHODE ZUR TEMPERATURKORREKTUR DER SCHER-VISKOSITÄTSDATEN	14
3.2.1	Einlaufbereich	15
3.2.2	Kapillarbereich	16
3.2.3	Auslaufbereich	17
3.2.4	Durchführung	17
3.3	METHODEN ZUR MESSUNG DER DEHNVISKOSITÄT	20
3.3.1	Sentmanat Extensional Rheometer (SER)	20
3.3.2	Hochdruckkapillarrheometer (HKR)	22
3.3.2.1	Methode nach Cogswell.....	23
3.3.2.2	Verbesserte Cogswell-Methode nach Obendrauf.....	24
3.3.2.3	Methode nach Binding	26
3.3.2.4	Gegenüberstellung der Modelle mit ihren Annahmen.....	28
3.3.3	Gegenüberstellung der Geräte zur Dehnviskositätmessung	31
3.4	BERECHNUNGSMODELL FÜR EINLAUFSTRÖMUNGEN UND KONISCHE DÜSEN	32
3.4.1	Düsengeometrie.....	32
3.4.2	Strömungsfeld.....	33
3.4.3	Randbedingungen des Strömungsfelds.....	35
3.4.3.1	Physikalische Erklärung für den Grenzwinkel von 45°	38
3.4.4	Thermische Randbedingungen.....	39
3.4.5	Lösung der Energiegleichung.....	40
3.4.6	Vereinfachte Formeln zur Verwendung im Berechnungsprogramm.....	43
3.4.6.1	Schererwärmung.....	43
3.4.6.2	Dehnerwärmung in r-Richtung.....	44
3.4.6.3	Dehnerwärmung in ϕ -Richtung	46
3.4.6.4	Dehnerwärmung in z-Richtung	46
3.4.6.5	Gesamterwärmung in einem Düsenabschnitt	48
3.5	BESTIMMUNG DER DEHNVISKOSITÄT AM HOCHDRUCKKAPILLARRHEOMETER.....	48
3.6	GELTUNGSBEREICHE DER MESSMETHODEN UND BERECHNUNGSMODELLE FÜR DIE DEHNVISKOSITÄT	51
3.7	KOMPRESSIIONSERWÄRMUNG	54
3.8	VERNETZUNGSREAKTIONEN BEI KAUTSCHUKMISCHUNGEN	54

Inhaltsverzeichnis

3.8.1	Reaktionsarten.....	55
3.8.1.1	Schwefelvernetzung	55
3.8.1.2	Peroxidische Vernetzung	58
3.8.2	Reaktionskinetik	59
3.8.2.1	Inkubationsphase	60
3.8.2.2	Reaktionsphase	61
4	BERECHNUNGSPROGRAMME	63
4.1	PROGRAMM ZUR BERECHNUNG DER TEMPERATURERHÖHUNG IN KONISCHEN DÜSEN	63
4.2	PROGRAMM ZUR BERECHNUNG DER VERNETZUNG EINES PLATTENFÖRMIGEN FORMTEILS	64
4.2.1	Berechnung des Temperaturprofils mittels Finite Differenzen Methode (FDM)....	65
4.2.2	Berechnung der Inkubationszeit	66
4.2.3	Berechnung der Vernetzungsreaktion	66
4.2.4	Eingabewerte für die Berechnung.....	66
5	EXPERIMENTELLES	68
5.1	VERWENDETE MATERIALIEN	68
5.1.1	Styrol-Butadien-Kautschuk (SBR).....	69
5.1.2	Acrylnitril-Butadien-Kautschuk (NBR).....	69
5.1.3	Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk (EPDM)	70
5.2	VERWENDETE GERÄTE.....	70
5.2.1	Hochdruckkapillarrheometer (HKR)	70
5.2.1.1	Versuchsanordnung zur Messung der Kompressionserwärmung.....	71
5.2.2	Rubber Process Analyser (RPA)	72
5.2.3	pVT-Gerät	73
5.2.4	Differential Scanning Calorimeter (DSC)	74
5.2.5	Spritzgießmaschine	74
5.2.6	Versuchswerkzeuge	76
5.2.6.1	Versuchswerkzeug für die Massetemperaturmessung	76
5.2.6.2	Versuchswerkzeug zur Heizzeitverkürzung mittels Scher- und Dehnerwärmung.....	78
5.2.6.3	Versuchswerkzeug für die Messung der Kompressionserwärmung.....	79
5.2.6.4	Versuchswerkzeug zur Heizzeitverkürzung mittels Kompressionserwärmung.....	80
5.3	VISUALISIERUNG DER EINLAUFSTRÖMUNG	81
5.4	MASSETEMPERATUR- UND DRUCKVERLUSTMESSUNGEN	83
5.4.1	Versuchspläne	83
5.4.2	Thermoelement.....	85
5.4.3	Versuchsdurchführung.....	86
5.4.3.1	Prozessparameter	86
5.4.3.2	Messablauf	87
5.4.3.3	Messung der Starttemperatur.....	89
5.4.3.4	Auswertung der Druckkurven	89
5.4.4	Diskussion der Messmittel	90
5.4.4.1	Dickeres Thermoelement.....	90
5.4.4.2	Infrarot-Kamera.....	91
5.4.4.3	Infrarot-Sensor	93
5.5	HEIZZEITVERKÜRZUNG MITTELS SCHER- UND DEHNERWÄRMUNG	95
5.5.1	Versuche mit konstanter Einspritzgeschwindigkeit	95

Inhaltsverzeichnis

5.5.2	Versuche mit konstanter Einspritzarbeit	98
5.5.2.1	Einfluss des Düsenwinkels auf die Massetemperatur und die Formteilqualität	100
5.5.2.2	Einfluss der Kapillarlänge auf die Massetemperatur und die Formteilqualität	101
5.5.3	Überprüfung der Materialschädigung	102
5.6	MESSUNG DER KOMPRESSIONSERWÄRMUNG	103
5.6.1	Durchführung der Messung am HKR	104
5.6.2	Durchführung der Messung an der Spritzgießmaschine	105
5.7	HEIZZEITVERKÜRZUNG MITTELS KOMPRESSIONSERWÄRMUNG	107
5.7.1	Zyklusablauf	109
5.8	FORMTEILPRÜFUNG	111
5.8.1	Visuelle Beurteilung	112
5.8.2	Härte ShoreA [21]	112
5.8.3	Druckverformungsrest (DVR) [23]	113
5.8.4	Zugprüfung [39]	114
6	ERGEBNISSE UND INTERPRETATION	115
6.1	MATERIALDATENMESSUNG	115
6.1.1	Scherviskosität (η_S)	115
6.1.2	Dehnviskosität (η_E)	121
6.1.2.1	Gegenüberstellung der unterschiedlichen Dehnviskositätsmodelle	125
6.1.3	pVT Daten	126
6.1.4	Volumetrischer thermischer Ausdehnungskoeffizient (α)	128
6.1.5	Spezifische Wärmekapazität (c_p)	129
6.1.6	Vulkametrie	131
6.1.7	Wärmeleitfähigkeit (λ)	133
6.2	MASSETEMPERATUR- UND DRUCKVERLUSTMESSUNGEN	133
6.2.1	Verifikation des Berechnungsmodells	137
6.3	HEIZZEITVERKÜRZUNG MITTELS SCHER- UND DEHNERWÄRMUNG IN KONISCHEN DÜSEN	143
6.3.1	Versuche mit konstanter Eispritzgeschwindigkeit	144
6.3.1.1	Berechnung des Vernetzungsgrads	145
6.3.2	Versuche mit konstanter Einspritzarbeit	147
6.3.2.1	Einfluss des Düsenwinkels auf die Massetemperatur und die Formteilqualität	147
6.3.2.2	Einfluss der Düsenlänge auf die Massetemperatur und die Formteilqualität	149
6.3.3	Überprüfung der Materialschädigung	150
6.4	MESSUNG DER KOMPRESSIONSERWÄRMUNG	153
6.4.1	Interpretation der Messergebnisse	155
6.5	HEIZZEITVERKÜRZUNG MITTELS KOMPRESSIONSERWÄRMUNG	156
6.5.1	Formteilprüfung	156
6.5.2	Interpretation der Messergebnisse	159
6.5.2.1	Potentielle Temperaturerhöhung	159
6.5.2.2	Temperaturverluste durch Wärmeleitung	159
7	PRAKTISCHER NUTZEN FÜR DIE HEIZZEITVERKÜRZUNG IM ELASTOMERSPRITZGUSS	162
7.1	ENERGIEEFFIZIENZ DES EINSPRITZVORGANGS	162
7.1.1	Eingebrachte Wärme	162

Inhaltsverzeichnis

7.1.2	Kinetische Energie	162
7.1.3	Kompressionserwärmung	162
7.1.4	Energiebilanz	163
7.2	ABSCHÄTZUNG DES POTENTIALS DER HEIZZEITVERKÜRZUNG	164
7.2.1	Parametervariationen	164
7.2.1.1	Einfluss der Werkzeugtemperatur.....	165
7.2.1.2	Einfluss der Wärmeleitfähigkeit	166
7.3	BEURTEILUNG DES POTENTIALS ZUR ERHÖHUNG DER EINSPRITZTEMPERATUR.....	168
7.3.1	Szenario 1: Enge Düse an der Maschine oder im Anguss	169
7.3.2	Szenario 2: Weite Düse an der Maschine oder im Anguss.....	169
7.4	WAHL DES OPTIMALEN PROZESSES	170
7.4.1	Formteildicke	171
7.4.2	Potential zur Massetemperaturerhöhung im Einspritzprozess.....	171
7.4.3	Rasche Abschätzung der Temperaturerhöhung.....	172
8	ZUSAMMENFASSUNG	173
9	PUBLIKATIONEN	176
9.1	FACHZEITSCHRIFTEN	176
9.2	PATENTE	176
9.3	TAGUNGSBEITRÄGE	176
9.3.1	Proceedings.....	176
9.3.2	Orals	176
9.3.3	Poster.....	177
10	LITERATURANGABE.....	178
11	VERWENDETE ABKÜRZUNGEN.....	185

1 Einleitung und Zielsetzung

Die gängigsten Verfahren zur Herstellung von Elastomerformteilen sind Pressen, Transferpressen und Spritzgießen. Das Pressen, die älteste Form der Formteilherstellung, findet bis heute bei der Anfertigung von Prototypen und Kleinserien Anwendung. Hier werden Rohlinge aus extrudierten Bahnen von unvulkanisierten Kautschukmischungen ausgestanzt und in beheizte Werkzeuge eingelegt. Die Ausformung in die gewünschte Geometrie erfolgt durch Druck und hohe Temperatur. Anschließend erfolgt die Vulkanisation des Formteils in der Kavität.

Das Transferpressverfahren stellt die nächste Entwicklungsstufe nach dem klassischen Pressverfahren dar. In der Regel kommt es für Klein- und Mittelserien zum Einsatz. In seiner einfachsten Form wird ein Dreiplattenwerkzeug benötigt, wobei der obere und der untere Teil fix in der Presse montiert und der mittlere Teil meist herausnehmbar ist. Der Formoberteil ist meist als Spritzkolben ausgeführt. Der Mittelteil beinhaltet einen oder mehrere Einspritzkanäle und bildet gemeinsam mit dem Unterteil das Formnest. Der Rohling wird in den oberen Werkzeugbereich eingebracht und die Presse geschlossen. Der hier befindliche Kolben drückt dabei die Mischung durch den Angusskanal in die untere Kavität, wobei die Masse durch Dissipation erwärmt wird. Anschließend wird das Formteil ausgeheizt. Beim Öffnen des Werkzeugs müssen das produzierte Teil und der Restkuchen als Abfall separat entnommen werden. Der Vorteil gegenüber dem Pressen liegt in der Vorwärmung der Masse durch die dissipative Erwärmung im Angusskanal, jedoch werden hier im Vergleich zum Spritzgießen nur sehr niedrige Schergeschwindigkeiten erreicht.

Der Kautschukspritzguss ist das am weitesten verbreiteten Verfahren zur Herstellung von Formartikeln aus Gummi und eignet sich vor allem für große Stückzahlen. Als Rohstoff dienen Kautschukmischungen, bestehend aus dem Polymer, Füllstoffen, zumeist Ruß oder Silikate, dem Vernetzungssystem und einer Reihe von weiteren Zusätzen zur Einstellung der Materialeigenschaften. Diese Mischungen werden im industriellen Maßstab in Innenmischern und Walzwerken hergestellt und meist in Form von Streifen geliefert. Im nächsten Verarbeitungsschritt wird der Streifen von der Plastifiziereinheit der Kautschukspritzgießmaschine eingezogen und auf Verarbeitungstemperatur gebracht. Diese bewegt sich im Bereich von 60 bis 110°C, je nach Kautschukmischung. In diesem Zustand verfügt die Mischung über eine ausreichend niedrige Viskosität, um eine Verarbeitung zu ermöglichen. Anschließend wird das Material mittels Vorschub der Schnecke oder eines Kolbens in ein auf 150 bis 200°C geheiztes Werkzeug eingespritzt. Dabei erfährt die Masse eine Erwärmung durch Dissipation in der Düse der Plastifiziereinheit und in den Angusskanälen. Dieser Effekt kann gezielt ausgenutzt werden, um die Massetemperatur sprunghaft anzuhoben und somit Zeit beim Durchheizen des Formteils in der Werkzeugkavität einzusparen. Nach vollendeter Formfüllung läuft die restliche Heizzeit ab, und das Formteil kann entnommen werden. Die Entformung läuft im Kautschukbereich meist manuell

1. Einleitung und Zielsetzung

ab, da Elastomerformteile im Gegensatz zu Thermoplastformteilen nicht von der Werkzeugwand wegschrumpfen, sondern expandieren und daher mitunter sehr hohe Entformungskräfte erzeugen, die von herkömmlichen Greifern oder Saugnapfen nicht aufgebracht werden können.

Der Fokus dieser Arbeit liegt auf der wissenschaftlichen Betrachtung des Spritzgießens von Kautschukmischungen sowie auf der Entwicklung von Berechnungsmodellen für die Abschätzung der möglichen Heizzeitverkürzung durch Nutzung von Dissipation.

Die Ausnutzung der Dissipation während des Einspritzvorgangs ist bereits in einigen kommerziell erhältlichen Systemen umgesetzt. Dabei wird versucht, durch Düsen mit teils regelbaren Querschnitten Druckverluste zu erzeugen und die dadurch erzielbare Temperaturerhöhung zur Heizzeitverkürzung auszunutzen. Vertreter dieses Ansatzes sind das Spritzsystem EFE [7, 33, 75, 80] der Firma LWB Steinl (Altdorf, Deutschland) und FlowControl+ [45, 46] der Firma Desma (Fridingen, Deutschland). Das System TurboCure[®] [8, 57] der Firma Rep (Corbas, Frankreich) verfolgt einen alternativen Ansatz. Beim Fließen der Kautschukmischung durch Angusskanäle wird in den Randbereichen durch Scherung Wärme erzeugt. Um diese Wärme besser über den Querschnitt zu verteilen, wird ein Mischelement, das den Massefluss von innen nach außen und von außen nach innen umkehrt, eingesetzt. Weiters wird versucht, die Temperaturverteilung durch Umlenkungen im Angussverteiler homogen zu halten. Als dritter Ansatz zur Heizzeitverkürzung sei das System Cure² [54] der Firma CAS (Niederlassing, Deutschland) erwähnt. Es handelt sich dabei um ein Online-Prozessregelsystem. Der Prozess wird parallel zur Produktion durch eine Computersimulation berechnet, die den optimalen Zeitpunkt zur Entformung voraussagen und sogar aktiv in die Maschinensteuerung eingreifen kann, um Prozessparameter zu verändern. Eine genauere Betrachtung der eben erwähnten Systeme zur Heizzeitverkürzung wird in Kap. 2 (S. 4) vorgenommen.

Diese Arbeit dient der wissenschaftlichen Aufarbeitung der Grundlagen der Wärmeinbringung durch Dissipation und deren Anwendung in der Einspritzphase im Kautschukspritzguss. Der allgemeine energetische Zustand des Materials kann mithilfe der Energiegleichung beschrieben werden. Die Terme für Wärmeleitung und Schererwärmung finden in kommerziellen Spritzgießsimulationen Beachtung. Dehn- und Kompressionserwärmung werden üblicherweise vernachlässigt, da ihr Einfluss auf den Prozess als geringfügig betrachtet wird.

Dehnerwärmung tritt in viskosen Fluiden wie Kunststoffschmelzen und Kautschukmischungen unter anderem bei abrupten Querschnittsänderungen in Fließkanälen auf. Im Gegensatz zur Schererwärmung, die vor allem die Randbereiche der Strömung erhitzt, besteht das Potenzial durch die Dehnerwärmung darin, gezielt die mittlere Region des Fließquerschnitts zu erwärmen. Der in dieser Arbeit verfolgte Ansatz soll genau diesen Effekt zum Vorwärmen der Kautschukmischung während des Einspritz-

1. Einleitung und Zielsetzung

vorgangs ausnutzen. Um den Einspritzvorgang zu berechnen, wird ein neues Modell für die Ermittlung der Temperaturerhöhung und des Druckverlusts in konischen Düsen entwickelt. Dieses stellt vor allem den Anspruch, eine möglichst rasche ingenieurtechnisch anwendbare Lösung zu bieten, die ohne zeitraubende 3D Simulationen auskommt.

Die Kompression der Schmelze spielt im Thermoplastbereich eher nur bei Spezialverfahren wie dem Expansionsspritzgießen [42, 67] oder dem Dünnwand-Spritzgießen eine erhebliche Rolle. Bei starker Kompression des Fluids tritt ebenfalls begleitend Kompressionserwärmung auf, welche die mit Druck beaufschlagte Masse homogen und ohne Zeitverzögerung erwärmt. Jedoch geht diese Wärme wieder verloren, sobald das Material entlastet wird. In dieser Arbeit wird gezeigt, wie Kompressionserwärmung in Kautschukmischungen messbar und berechenbar ist, und ob diese in weiterer Folge zur Verkürzung der Heizzeit eingesetzt werden könnte.

2 Stand der Technik

2.1 Technologien zur Heizzeitverkürzung

2.1.1 EFE Spritzsystem

Die Firma LWB Steinl GmbH & Co. KG (Altdorf, Deutschland) bietet zur Heizzeitverkürzung das so genannte Spritzsystem EFE [7, 33, 75, 80] an. Es besteht aus einem FIFO (First In- First Out) Aggregat (Abb. 1, Pos. 2), das die Gummimischung auf Verarbeitungstemperatur bringt. Von diesem wird durch einen Scherspalt (Abb. 1, Pos. 3) in einen evakuierten Zylinder eingespritzt. Dadurch erwärmt sich das Material und wird näher an die Vulkanisationstemperatur gebracht. Anschließend spritzt ein Kolben (Abb. 1, Pos. 4) sämtliches Material mit hohem Druck aus dem Zylinder heraus und füllt das Werkzeug. Dieser Zylinder wird auch als „All Out“-Aggregat bezeichnet, da laut Hersteller kein restliches Material im Zylinder zurück bleibt, das gegebenenfalls anvulkanisieren könnte. Dieses System wird mit dem Argument einer Heizzeitverkürzung von bis zu 50% vermarktet.

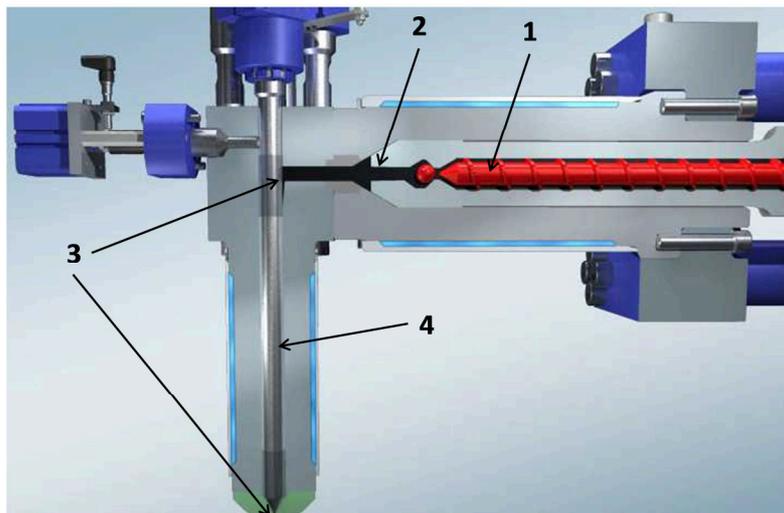


Abbildung 1: Prinzip des EFE Spritzsystems [7], 1 Plastifizierschnecke, 2 FIFO-Aggregat, 3 Scherspalt, 4 Einspritzkolben (in evakuierten Zylinder eingefahren)

Die Temperaturerhöhung erfolgt durch zweimalige intensive Scherung. Einmal wird von der Plastifiziereinheit in das „All Out“-Aggregat und ein zweites Mal von dort aus in die Kavität eingespritzt. Dabei wird das Material für eine kurze Zeit sehr hohen Scher- und Dehnbelastungen ausgesetzt. Die thermische Homogenisierung des Materials ergibt sich laut [75] aus der Geometrie des Spritzkolbens im „All-Out“ Aggregat. Dort kann das erhitzte Material entlang des Kolbens in der Mitte des Zylinders hinabfließen und bleibt damit nicht in den Randbereichen. Diese Aussagen wurden mittels Computersimulation nachgewiesen. Künftig wäre es auch möglich die Scher- und Dehnerwärmungen in diesem Aggregat mittels des in der vorliegenden Arbeit

2. Stand der Technik

vorgestellten Berechnungsmodells Kap. 3.4 (S. 32ff) zu ermitteln. Einzig eine Adaptierung der Gleichungen auf die entsprechenden Kanal- und Düsengeometrien müsste vorgenommen werden.

2.1.2 FlowControl+

Die Firma Desma Elastomertechnik GmbH (Fridingen, Deutschland) bietet das System FlowControl+ [45, 46] an (Abb. 2).

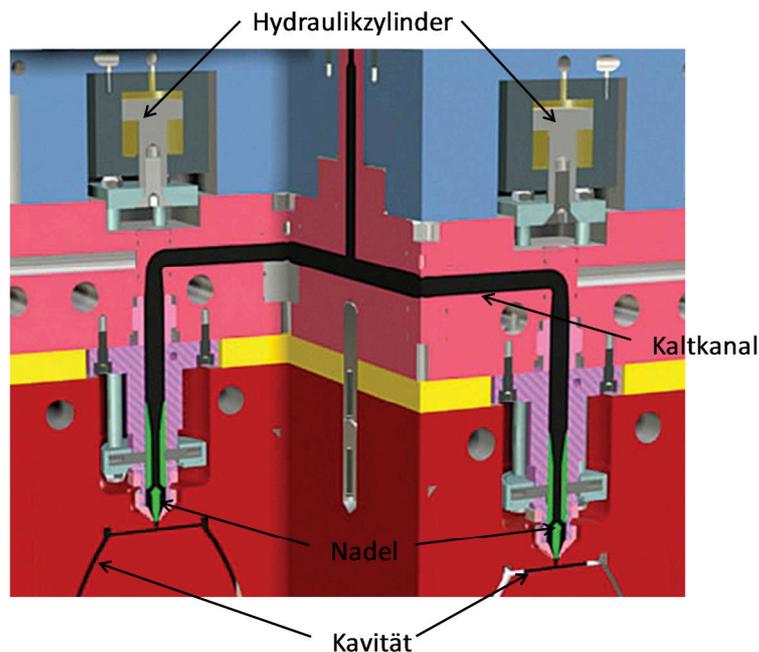


Abbildung 2: Kaltkanalsystem Flow Control+ der Firma Desma [3]

Es handelt sich um ein Kaltkanalsystem, das über mehrere Nadelverschlussdüsen verfügt. Jede dieser Verschlussdüsen wird separat über einen Hydraulikzylinder angesteuert. Das System kennt jedoch nicht nur die beiden Positionen „auf“ und „zu“, sondern es können auch sämtliche Zwischenpositionen auf 0,1 mm genau angesteuert werden. So werden der Druckverlust an der Düsen Spitze und damit auch die durch den Druckverlust erzeugte Erwärmung der Gummimischung genau geregelt. Die exakte Kontrolle des Materialflusses und der damit verbundenen Dissipationserwärmung wird über die Maschinensteuerung vorgenommen. Geregelt wird der Energieeintrag in die Düsen durch Einstellen des entsprechenden Druckverlusts. Ob eine rechnerische Vorhersage der Heizzeit auf Basis der erhöhten Temperatur möglich ist, geht aus den Publikationen nicht hervor. Der Hersteller wirbt mit einer Heizzeitverkürzung von bis zu 25%.

Das vorgestellte System erzeugt im Bereich der Nadelverschlussdüse eine ringförmige Verengung. Auch hier tritt wiederum eine überlagerte Scher- und Dehnströmung auf. Das in dieser Arbeit vorgestellte Berechnungsmodell zur Ermittlung der Scher- und Dehnerwärmung Kap. 3.4 (S. 32ff) wäre unter Voraussetzung einer Adap-

2. Stand der Technik

tion auf die entsprechenden Kanalgeometrien in der Lage, die Erhöhung der Masse-temperatur vorauszusagen und die exakte Auslegung des Systems zu unterstützen.

2.1.3 TurboCure®

Die Firma REP International (Corbas, Frankreich) verfolgt mit ihrem System Turbocure® [57, 8] einen alternativen Lösungsansatz. Es wird keine Vorrichtung oder Apparatur zur direkten Erwärmung der Kautschukmischung während des Einspritzvorgangs verwendet. Die Heizzeit wird mittels Optimierungen in der Temperaturführung des Prozesses erreicht. Zwei patentierte Werkzeug- bzw. Düsenmodifikationen namens TempInverter® und Fill Balancer® werden eingesetzt.

2.1.3.1 TempInverter®

Kautschukmischungen in einem laminaren Fluss weisen bei Wandhaften kein gleichmäßiges Temperaturprofil auf, sondern die Randbereiche (B1, Abb. 3) erhitzen sich zuerst durch Schererwärmung und ein stationäres Temperaturprofil wird erst nach einem längeren Fließweg erreicht [1]. Beim Spritzgießverfahren wird dieser Zustand aufgrund der hohen Fließgeschwindigkeiten nie erreicht. Somit hat man es stets mit höher temperierten Randbereichen zu tun. Der TempInverter® [20] ist ein Modul, das diesem Effekt entgegenwirkt, indem es den Materialfluss aus den Randbereichen (B1, Abb. 3) in die Mitte (C2, Abb. 3) lenkt und umgekehrt.

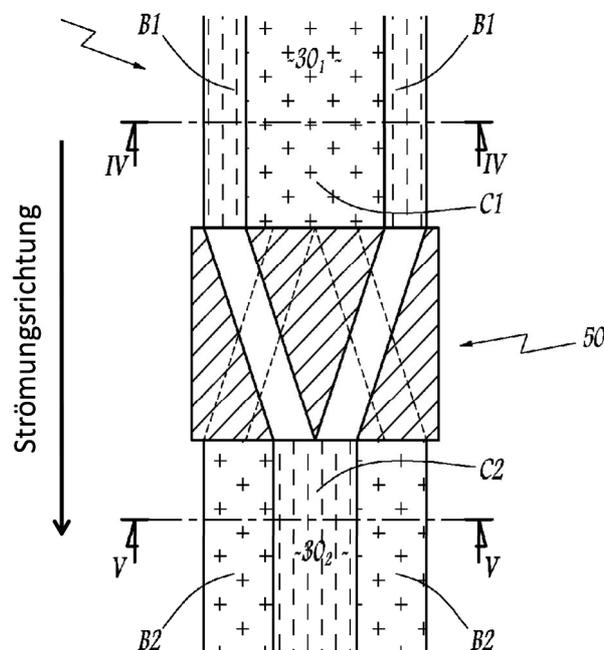


Abbildung 3: Funktionweise des TempInverters® (Skizze); C1, B2: kalte Bereiche; C2, B1: warme Bereiche [20]

2. Stand der Technik

2.1.3.2 Fill Balancer®

Ein weiteres Problem für die Temperaturhomogenität der eingespritzten Masse ist die Separierung der Temperaturen in Verzweigungen des Angusses [61]. Bei der ersten Teilung bleiben die wärmeren Bereiche auf der Innenseite der Biegung. Bei einer weiteren Verzweigung werden die kalten und warmen Bereiche des Stroms getrennt und somit die Kavitäten mit unterschiedlich warmem Material gefüllt (Abb. 4a). Um diesem Effekt entgegenzuwirken, werden beim Fill Balancer® [11] Umlenkungen in die Angusskanäle eingebracht, die den Materialfluss um bis zu 90° drehen. Somit kann auf die Temperaturverteilung, bei Kenntnis der Orte mit höheren Mischungstemperaturen, Einfluss genommen und diese bei der Konstruktion des Werkzeugs berücksichtigt werden (Abb. 4b).

TurboCure® verspricht eine Verkürzung der Heizzeit um bis zu 50% bei gleich bleibender oder sogar verbesserter Formteilqualität. Dieses System bringt keinerlei zusätzliche Scherung ein. Dies bedeutet einen schonenden Umgang mit dem Material im Vergleich mit den in Kap. 2.1.1 (S. 4) und Kap. 2.1.2 (S. 5) vorgestellten Systemen. Es wird allein nur eine homogenere Temperaturverteilung während des Einspritzvorgangs angestrebt.

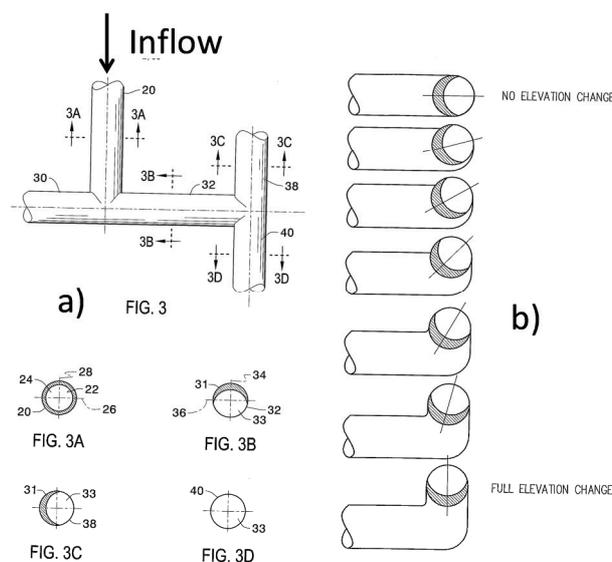


Abbildung 4: a: Problematik der Temperatureseparierung in Angussystemen, b: Funktionsprinzip des Fillbalancers® [11]

Fraglich ist, ob der TempInverter® in der Praxis so gut funktioniert, wie in der Theorie versprochen. Leider waren in [57] keine entsprechenden Messwerte und Versuche angeführt, die die Funktionsweise des Systems belegen. Weiters dürfte es sich bei dieser Komponente um einen erheblichen Druckverbraucher handeln, was sich wiederum auf die Auslegung des benötigten Spritzaggregats auswirkt. Der Fill Balancer® hat den Nachteil, dass er in die Angusskanäle des Werkzeugs eingearbeitet werden muss. Somit kann er bei bereits vorhandenem Werkzeug nur schwer nachgerüstet werden.

2.1.4 Cure²

Völlig andere Wege geht die Firma CAS GmbH & Co. KG (Niederlassing, Deutschland) gemeinsam mit dem Maschinenhersteller MAPLAN GmbH (Ternitz, Österreich). Sie bieten das System Cure² [54] an. Es handelt sich dabei um ein vollkommen selbstständiges Prozessregelsystem, das den Spritzgießprozess online überwacht und direkt optimiert. Es basiert auf einem Prozessmodell, das den thermischen Zustand sowie den Vernetzungszustand der Kautschukmischung vom Einzug in die Spritzeinheit bis zum fertigen Bauteil beschreibt. Zielgröße der Optimierung ist ein festgelegter Vernetzungszustand im Bauteil, der vom Benutzer festgelegt oder durch eine Heizreihe ermittelt wird. Das System regelt den Prozess automatisch auf den gewünschten Vernetzungsgrad des Formteils ein und baut somit sukzessive alle Inkubationspotentiale ab, bis die Grenzen des Prozesses, entweder im Material oder in der Maschine, erreicht sind. Die Heizzeitverkürzung basiert einerseits auf einer Erhöhung der Massetemperatur vor dem Beginn der Ausheizung, wie es bei den meisten anderen vorgestellten Systemen auch der Fall ist, andererseits wird aber auch ein Abbau des Inkubationspotentials angestrebt. Dies kann beispielsweise auch durch ein Anheben der Temperierung der Spritzeinheit oder der Werkzeugtemperatur geschehen. Ein weiterer interessanter Effekt ist eine höhere Transparenz des Prozesses, da die Vorgänge im Werkstoff hinsichtlich Temperatur, Scorch-Index und Vernetzungsgrad parallel zur Produktion berechnet und dargestellt werden. Der Hersteller sieht die Stärken des Systems vor allem in der konstanten Formteilqualität. Eine systematische Untersuchung der Wirkungsweise kann [68] entnommen werden.

2.2 Berechnung von Dehnströmungen

Dehnströmungen bei Querschnittsänderungen haben in der wissenschaftlichen Literatur erhebliche Beachtung erfahren. Die ersten Modelle für diese spezielle Strömung stammen von Cogswell [19] und Binding [13]. Sie werden heute noch für die Bestimmung der Dehnviskosität aus Einlaufdruckverlusten am Hochdruckkapillarrheometer (HKR) verwendet. Mackay und Astarita [53] führten eine Revision dieser Methoden durch und konnten beweisen, dass diese ineinander überführbar sind, wenn in der Methode von Binding weitere Vereinfachungen, wie z.B. die Vernachlässigung der Dehnung in r - und Φ -Richtung, eingeführt werden. Weiters wird gezeigt, dass die mit der Methode nach Cogswell ermittelten Ergebnisse bei größeren Dehnraten ($\dot{\epsilon} > 1$) gut mit anderen Methoden der Dehnviskositätsmessung [47] übereinstimmen.

In weiteren Veröffentlichungen wurden auch bereits Anstrengungen unternommen, die Winkelabhängigkeit des Druckabfalls in konischen Düsen mit analytischen Methoden vorherzusagen. Gibson und Williamson [32] verglichen das Cogswell-Modell mit einem selbst entwickelten sphärischen Strömungsmodell. Im Experiment wiesen sie einen mit steigendem Düsenwinkel steigenden Druckverlust nach. Das von ihnen verwendete Material war ein Bulk Moulding Compound (BMC) aus einer Polyester-

2. Stand der Technik

Matrix, gefüllt mit Kalziumcarbonat und Kurzglasfasern. Liang und Ness [51, 52] betrachten in ihrer Arbeit die Düsenwinkelabhängigkeit des Einlaufdruckverlusts von High Impact Polystyrol (HIPS) und einer Naturkautschuk (NR)/Styrene-Butadiene-Kautschuk (SBR) Mischung, gefüllt mit Ruß. Bei Polystyrol nahm der Druckabfall zunächst mit steigendem Düsenwinkel bis zu einem lokalen Minimum beim halben Düsenwinkel von 40° ab. Bei weiter steigendem Düsenwinkel zeigt sich ein leichter Anstieg und wiederum ein Abstieg des Druckabfalls bis zu einem absoluten Minimum bei 90° (halber Öffnungswinkel). Bei der Gummimischung wurden nur halbe Öffnungswinkel zwischen 18 und 45° untersucht, wobei wiederum ein lokales Minimum bei 40° gefunden wurde (vgl. Abb. 5).

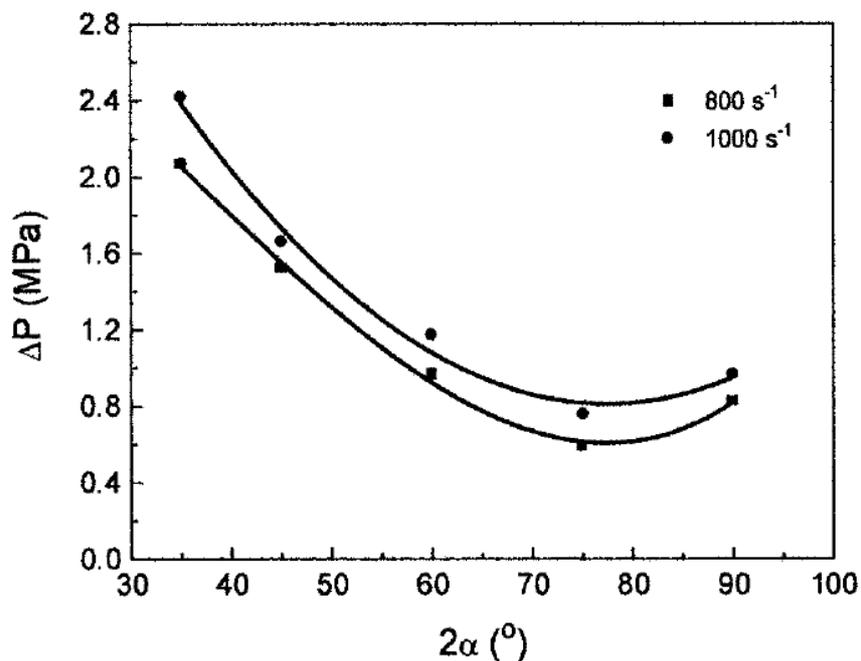


Abbildung 5: Druckverlust über den Düsenwinkel für eine rußgefüllte NR/SBR-Mischung [51]

Neuere Forschungsarbeiten wählen viskoelastische Ansätze, um den Einlaufdruckverlust im Kapillarrheometer vorherzusagen. Carrot et al. [16] verwendeten Stoffgesetze des Kaye-Bernstein, Kearsley und Zapas Typs (KBKZ) zur Beschreibung der viskoelastischen Materialeigenschaften. Der Einlaufdruckverlust von zwei Polyethylen-Typen (LLDPE und LDPE) wurde vorhergesagt, wobei der Einfluss des Düsenwinkels als Parameter nicht betrachtet wurde. Mitsoulis und Hatzikirakos [56] verwendeten ebenfalls KBKZ-Stoffgesetze für die Viskoelastizität und verglichen ihre Vorhersagen des Einlaufdruckverlusts mit jenen eines viskosen Modells. Der Düsenwinkel wurde auch in dieser Studie variiert. Der Druckverlust des verwendeten Polypropylens (PP) nahm zuerst mit steigendem Düsenwinkel ab, wurde jedoch stabil oberhalb eines halben Öffnungswinkels von 30° . Ansari et al. [10] erhielten ähnliche Ergebnisse für LDPE und HDPE. Ein lokales Minimum für den Einlaufdruckverlust konnte bei einem halben Düsenöffnungswinkel von etwa 30° gefunden werden, wäh-

2. Stand der Technik

rend bei höheren Öffnungswinkeln ($>45^\circ$) ein nahezu gleich bleibender Wert festgestellt wurde. Beide Studien [10, 56] erhielten bessere Vorhersagegenauigkeiten für den Einlaufdruckverlust, wenn KBKZ Gleichungen anstelle des viskosen Modells verwendet wurden.

Keine Literatur wurde zum Thema Messung und Vorhersage der Temperaturerhöhung in Dehnströmungen gefunden.

Im Vorfeld zur vorliegenden Arbeit wurde die Masterarbeit von Fasching [27] erstellt. Dies ist die Dokumentation der ersten Versuche zur Messung der Temperaturerhöhung von Kautschukmischungen und Berechnung der selbigen unter Berücksichtigung der Dehnerwärmung. Erkenntnisse daraus bilden eine wichtige Grundlage für die hier vorgelegte Arbeit. Jedoch sind einige der Ergebnisse und Methoden inzwischen überholt und bedürfen einer Richtigstellung.

- **Messmethodik**

Wie beim Studium besagter Arbeit ersichtlich, kamen zur Messung der Massetemperatur zunächst ein Einstichfühler und eine IR- Thermokamera zum Einsatz. In späterer Folge erwiesen sich diese als nicht vertrauenswürdig. Die Details dazu werden in Kap. 5.4 (S. 83) angeführt.

- **Dehnaviskositätsdaten**

Zur Berechnung der Dehnerwärmung wurden Dehnaviskositätsdaten, ermittelt mithilfe der Methode von Cogswell, verwendet. Da der Strömungsverlauf in der Düse nicht bekannt war, wurde von der Bildung von Randwirbeln (Abb. 6) ausgegangen. Spätere Visualisierungen (vgl. Kap. 5.3, S. 81) zeigten, dass diese Annahmen nicht korrekt waren. Aus diesen Gründen wurde eine eigene Methode zur Auswertung der HKR-Messungen entwickelt (Kap. 3.5, S. 48). Weiters brachte die Temperaturkorrektur der Scherviskositätskurven nach Kap. 3.2 (S. 14) entscheidende Verbesserungen in der Vorhersagequalität des Berechnungsmodells.

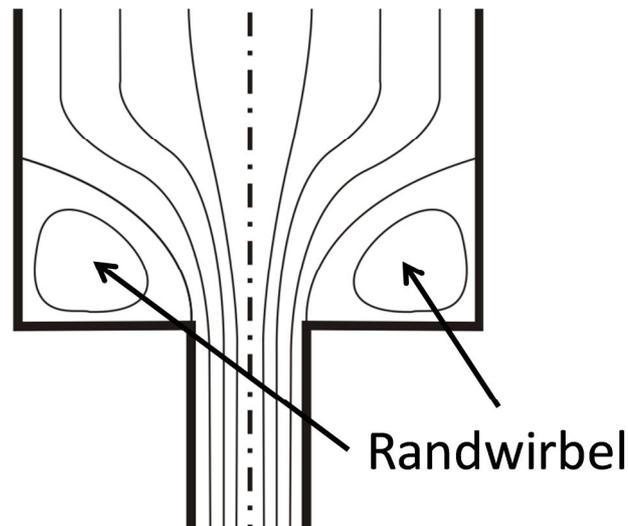


Abbildung 6: Skizze der bei Einlaufströmung von Polymerlösungen und einigen Polymerschmelzen auftretenden Randwirbel

2.3 Kompressionserwärmung

Auf dem Gebiet der Thermoplaste wurden bereits einige Arbeiten zur Messung der Kompressionserwärmung durchgeführt. In der Regel wird dieser Effekt in Verbindung mit Expansions-spritzgießen [42, 67] behandelt, da hier die Schussvolumina so gering sind, dass die Kompressibilität des Materials eine prozessrelevante Rolle spielt. Für Elastomere wurde keine entsprechende Literatur gefunden.

Rodriguez [65] veröffentlichte die ersten Messungen und Berechnungen der Kompressionserwärmung von Thermoplasten. Allerdings wurden diese ausschließlich im festen Zustand gemessen. Die Versuchsmaterialien waren HDPE und PMMA. Hier wurde ein linearer Anstieg der Erwärmung mit dem aufgetragenen Kompressionsdruck festgestellt. Yue und Wood [82] ermittelten ebenfalls einen linearen Anstieg der Schmelztemperatur mit dem Druck in LDPE, HDPE und PS. Jegadeesan [41] entwickelte eine Methode für die Messung der Kompressionserwärmung von Thermoplasten am Hochdruckkapillarrheometer (HKR) und wendete diese für die Messung von PP an. Rudolph et al. [67] veröffentlichten eine Studie über Kompressionserwärmung von amorphen und teilkristallinen Thermoplasten.

Eine Übersicht der gemessenen Erwärmungen aus der vorliegenden Literatur ist in Tab. 1 dargestellt. Die Kompressionserwärmungen liegen, abhängig von der Mess-temperatur und dem gemessenen Polymer, zwischen 0,2 und 1,5°C pro 100 bar Kompressionsdruck. Auffällig ist, dass bei einigen überschneidenden Messungen PP (Yue, Jegadeesan) und PP (Yue, Rudolph) jeweils von Yue eine doppelt so hohe Kompressionserwärmung gemessen wurde. Die Gründe dafür bleiben unklar. Mögliche Ursachen könnten im unterschiedlichen Messaufbau (Spritzgießmaschine bei Yue, Presse bei Rudolph, HKR bei Jegadeesan) oder in den verwendeten Polymertypen liegen.

2. Stand der Technik

Tabelle 1: Übersicht der in der Literatur verzeichneten Werte für die Kompressionserwärmung

Material	Starttemperatur (°C)	Kompressionserwärmung (°C/100 bar)	Autor
LDPE	170-230	0,95-1,44	Yue [82]
HDPE	200	1,16	Yue[82]
	30, 50, 70, 100	0,56-1,27	Rodriguez [66]
PP	200	1,13	Yue [82]
	190-230	0,4-0,52	Jegadeesan [41]
PS	200	0,9	Yue [82]
	130	0,46	Rudolph [67]
PMMA	30, 50, 70, 100	0,13-0,39	Rodriguez [66]
	140	0,61	Rudolph [67]
PC	170	0,6	Rudolph [67]
PVC-U	-	0,2	Rudolph [67]
PEEK	-	0,4	Rudolph [67]
PVDF	-	0,21	Rudolph [67]

3 Theoretische Grundlagen

3.1 Energieerhaltung

Gl. 1 zeigt den Energieerhaltungssatz [14] angeschrieben für ein zylindrisches Koordinatensystem.

$$\begin{aligned}
 \underbrace{\rho c_v \left(\frac{\partial T}{\partial t} + v_r \frac{\partial T}{\partial r} + \frac{v_\phi}{r} \frac{\partial T}{\partial \phi} + v_z \frac{\partial T}{\partial z} \right)}_{(1) \text{ Energieinhalt der betrachteten Masse}} &= \underbrace{\tau_{r\phi} \left[r \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{v_\phi}{r} \right) + \frac{1}{r} \frac{\partial v_r}{\partial \phi} \right] + \tau_{rz} \left(\frac{\partial v_z}{\partial r} + \frac{\partial v_r}{\partial z} \right) + \tau_{\phi z} \left(\frac{1}{r} \frac{\partial v_z}{\partial \phi} + \frac{\partial v_\phi}{\partial z} \right)}_{(2) \text{ Schererwärmung}} \\
 + \underbrace{\tau_{rr} \frac{\partial v_r}{\partial r} + \tau_{\phi\phi} \frac{1}{r} \left(\frac{\partial v_\phi}{\partial \phi} + v_r \right) + \tau_{zz} \frac{\partial v_z}{\partial z}}_{(3) \text{ Dehnerwärmung}} &- \underbrace{T \left(\frac{\partial p}{\partial T} \right)_v \left[\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (r v_r) + \frac{1}{r} \frac{\partial v_\phi}{\partial \phi} + \frac{\partial v_z}{\partial z} \right]}_{(4) \text{ (De)Kompression}} \quad (1) \\
 - \underbrace{\left[\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} (r q_r) + \frac{1}{r} \frac{\partial q_\phi}{\partial \phi} + \frac{\partial q_z}{\partial z} \right]}_{(5) \text{ Wärmeleitung}} &+ \underbrace{\dot{S}}_{(6) \text{ innere Wärmequellen}}
 \end{aligned}$$

ρ	Dichte in $\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$
c_v	spezifische Wärmekapazität bei konstantem Volumen in $\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
T	Temperatur in K
t	Zeit in s
v_r	Geschwindigkeit in r-Richtung in $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$
r, ϕ, z	Koordinaten des Zylinderkoordinatensystems in m, °
τ_{rz}	Schubspannung in der r-Ebene in z-Richtung in $\text{N}\cdot\text{m}^{-2}$
p	Druck in Pa
q_r	spezifischer Wärmefluss in die radiale Richtung $\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$
\dot{S}	Innere Wärmequellen in $\text{W}\cdot\text{m}^{-3}$

Die Energiegleichung beschreibt die thermodynamischen Änderungen in einem Fluid, das durch beispielsweise ein Rohr mit rundem Querschnitt fließt. Diese Formel kann auch auf den Einspritzvorgang beim Kautschukspritzgießen angewendet werden. In Folge werden die einzelnen Terme erläutert.

- (1) Der erste Term der Gleichung beschreibt den thermischen Energieinhalt der strömenden Mischung und dessen Änderung über die Zeit. Er kann in diesem Zusammenhang auch als Anteil des „konvektiven Wärmetransports“ verstanden werden.
- (2) Schererwärmung entsteht beim Fließen von viskosen Fluiden, wie Kunststoffschmelzen oder Kautschukmischungen. Da in der Regel bei diesen Materialien von Wandhaften auszugehen ist, ergibt sich ein Gradient der Fließgeschwindigkeit über die radiale Richtung.

3. Theoretische Grundlagen

- (3) Dehnerwärmung ist in ihrer Natur der Schererwärmung ähnlich. Allerdings tritt diese nur bei einem Geschwindigkeitsgradienten in die Fließrichtung auf. Durch diese örtliche Geschwindigkeitsänderung wird die fließende Masse gedehnt. Im Spritzgießen tritt Dehnung vor allem bei Querschnittsänderungen (z.B. in Angüsen) sowie in Quellströmungen auf. In kommerziellen Spritzgießsimulationsprogrammen wird die Dehnerwärmung üblicherweise vernachlässigt.
- (4) Der Kompressionsterm beschreibt den Wärmeeintrag bei einer Volumenänderung des Materials aufgrund von Druckeinwirkung. Dieser Effekt wird auch als „Joule-Thompson Effekt“ [25] bezeichnet. In der Spritzgießsimulation wird der Einfluss der Kompressionserwärmung üblicherweise vernachlässigt.
- (5) Wärmeleitung tritt beim Kautschukspritzguss in der Kavität innerhalb der sich erwärmenden Kautschukmasse und zwischen der Werkzeugwand und dem Kautschuk auf. Hier erfolgt der größte Teil des Wärmeeintrags über Wärmeleitung, wohingegen dieser Effekt im Einspritzvorgang in der Regel eine geringere Rolle spielt. Je nach Volumenstrom und Angussquerschnitt kann teilweise sogar von adiabaten Verhältnissen ausgegangen werden (vgl. Kap. 3.4.4, S. 39).
- (6) Innere Wärmequellen können zum Beispiel chemische Reaktionen sein. Im Falle des Kautschukspritzgießens kann die Exothermie der Vernetzungsreaktion in diesem Term abgebildet werden.

Aus dieser Auflistung wird ersichtlich, dass Einflüssen wie Dehn- und Kompressionserwärmung in der Spritzgießsimulation üblicherweise nur geringe bis gar keine Beachtung geschenkt wird. Darum ist es Inhalt dieser Arbeit, diese physikalischen Phänomene im Kautschukspritzguss zu untersuchen und ihre Eignung zur Heizzeitverkürzung experimentell zu testen.

3.2 Methode zur Temperaturkorrektur der Scher- viskositätsdaten

Bei der Messung sowohl der Scher-, als auch der Dehnviskosität am Hochdruckkapillarrheometer (HKR) sowie an Spritzgießmaschinenrheometern [29, 34] kann es zu erheblicher Dissipationserwärmung kommen. Zur rechnerischen Korrektur der Schererwärmung in der Messstrecke existieren bereits Methoden [29, 30, 72]. Jedoch wird dabei die Erwärmung des Materials im Kapillareinlauf vernachlässigt. Berechnungen und Messungen der Temperaturerhöhung in konischen Düsen im Rahmen dieser Arbeit haben gezeigt, dass ein erheblicher Anteil der dissipativen Wärmeeinbringung in der Einlaufströmung erfolgt (vgl. Kap. 6.2, S. 133). Da die HKR-Messungen bei ähnlichen Bedingungen stattfinden, wie der erwähnte Maschinenversuch, ist eine Temperaturkorrektur der gemessenen Werte essenziell. Abb. 7 zeigt schematisch den Versuchsaufbau der HKR-Messung.

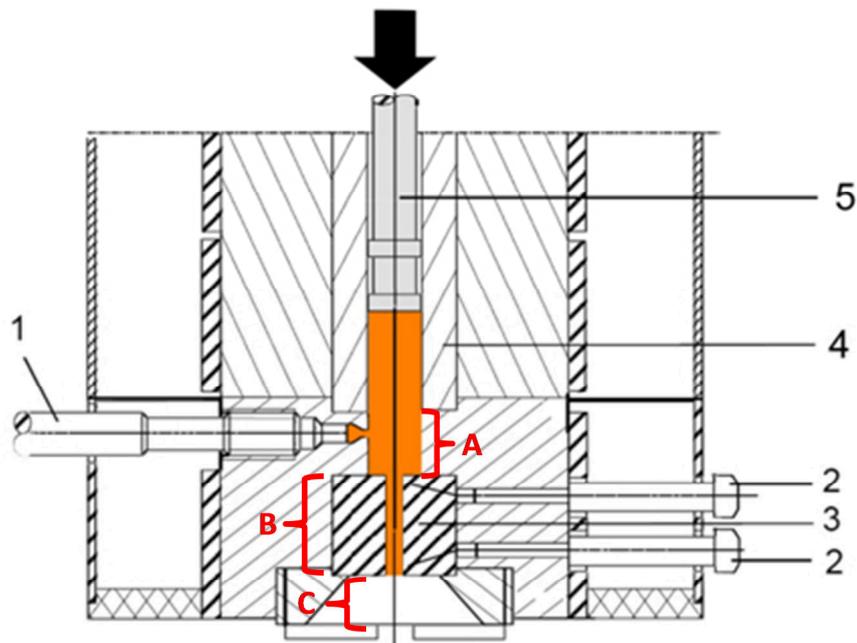


Abbildung 7: Aufbau eines Hochdruckkapillarrheometers mit Runddüse [4]:
1 Massedruckaufnehmer; 2 Thermoelemente, 3 Kapillare, 4 Vorlagezylinder, 5 Stempel; A Einlaufbereich, B Kapillarbereich, C Auslaufbereich

Im Wesentlichen kann die Messanordnung in drei Teilbereiche aufgeteilt werden. Der erste Teil wird als der Einlaufbereich (A), der zweite als Kapillarbereich (B) und der Dritte als Auslaufbereich (C) bezeichnet. Die thermischen Verhältnisse in den einzelnen Bereichen werden nun systematisch analysiert.

3.2.1 Einlaufbereich

Vor dem Einlauf wird von isothermen Verhältnissen ausgegangen, da hier das Material, bei sorgfältiger Versuchsdurchführung, lange genug temperiert wurde um die eingestellte Zylindertemperatur anzunehmen. Strömt nun dieses Material in die Messkapillare, bildet sich eine Einlaufströmung (vgl. Abb. 6, S.11), die einen erheblichen Druckverlust verursachen kann. Dieser kann experimentell mittels so genannter Bagley-Auftragung [60], oder durch direkte Messung mittels Lochblende bestimmt werden. Eine große Schwäche der Bagley-Methode ist die Empfindlichkeit der Auftragung auf Phänomene wie Druckabhängigkeit der Viskosität, dissipative Erwärmung und Wandgleiten [44]. Diese Effekte können bewirken, dass die Bagley-Geraden gekrümmt sind, was die Bestimmung der Einlaufdruckverluste zu einer gewagten Extrapolation werden lässt. Aus diesem Grund wurde in dieser Arbeit auf eine Lochblende mit einer Kapillarlänge von 0,2 mm zurückgegriffen. Durch die Kürze der Düse kann der Einlaufdruckverlust direkt gemessen werden. Dies hat bereits in Vorarbeiten [27] zu exakteren und besser reproduzierbareren Messungen geführt. Im Unterschied zur Kapillarströmung steht in der Einlaufströmung das Material kaum im Kon-

3. Theoretische Grundlagen

takt mit der Zylinderwand des Rheometers. Aus diesem Grund kann von adiabaten Verhältnissen im Einlauf ausgegangen werden, was spätere Experimente belegen (vgl. Kap. 6.2, Abb. 97, S. 136). Aus diesem Grund ist die im Einlauf generierte Wärme direkt proportional zum gemessenen Druckverlust. Dieser Zusammenhang wird durch Gl. 2 beschrieben. Mit dieser einfachen Berechnung kann bereits die gewünschte Korrektur durchgeführt werden.

$$\Delta T_{\text{Einlauf}} = \frac{\Delta p_{\text{Einlauf}}}{\rho \cdot c_p} \quad (2)$$

$\Delta T_{\text{Einlauf}}$ Temperaturerhöhung im Einlauf in K

$\Delta p_{\text{Einlauf}}$ Einlaufdruckverlust in Pa

c_p spezifische Wärmekapazität bei konstantem Druck in $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$

Eine ähnliche Vorgehensweise wurde schon in [31, 32] vorgeschlagen. Es bleibt hier noch zu erwähnen, dass die genaue Zusammensetzung der Strömung aus Scher- und Dehnkomponenten dabei im Dunkeln bleibt. Die Unterscheidung kann allein rechnerisch, beispielsweise mit dem in dieser Arbeit vorgeschlagenen Modell (Kap. 3.4, S. 32) erfolgen. Für die korrekte Korrektur der mittleren Massetemperatur im HKR-Versuch ist diese Information jedoch unerheblich.

3.2.2 Kapillarbereich

Im Unterschied zum Einlaufbereich ist der Dehnanteil der Strömung im Kapillarbereich vernachlässigbar, da hier keine Querschnittsänderungen mehr auftreten. Die Temperaturerhöhung kann ebenfalls mit der im letzten Abschnitt erwähnten Gl. 2 im adiabaten Regime berechnet werden. Der zugrundeliegende Kapillardruckverlust wird messtechnisch bestimmt. Dazu führt man HKR-Messungen mit zwei unterschiedlichen Düsen bei gleicher Geschwindigkeit durch. Die Lochblende (Länge $L=0,2$ mm) dient der Bestimmung des Einlaufdruckverlusts, worauf bereits im letzten Abschnitt eingegangen wurde. Der an der zweiten Düse (z.B. $L=10$ mm) gemessene Druckverlust kann durch Gl. 3 beschrieben werden.

$$\Delta p_{\text{Düse}} = \Delta p_{\text{Einlauf}} + \Delta p_{\text{Kapillare}} + \Delta p_{\text{Auslauf}} \quad (3)$$

$\Delta p_{\text{Düse}}$ Druckverlust der Düse in Pa

$\Delta p_{\text{Kapillare}}$ Druckverlust der Kapillare in Pa

$\Delta p_{\text{Auslauf}}$ Auslaufdruckverlust in Pa

Vernachlässigt man den Auslaufdruckverlust, kann der Kapillardruckverlust aus der Differenz des Düsendruckverlusts und des Einlaufdruckverlusts bei gleicher Strömungsgeschwindigkeit bestimmt werden (Gl. 4).

3. Theoretische Grundlagen

$$\Delta p_{\text{Kapillare}} = \Delta p_{\text{Düse}} - \Delta p_{\text{Einlauf}} \quad (4)$$

Die Temperaturerhöhung der Kapillare kann somit analog zu Gl. 2 berechnet werden.

$$\Delta T_{\text{Kapillare}} = \frac{\Delta p_{\text{Kapillare}}}{\rho \cdot c_p} \quad (5)$$

$\Delta T_{\text{Kapillare}}$ Temperaturerhöhung in der Kapillare in K

$\Delta p_{\text{Kapillare}}$ Druckverlust in der Kapillare in Pa

Diese Vorgangsweise basiert auf der Annahme adiabater Verhältnisse in der Kapillare. Obwohl hier verhältnismäßig kurze Düsen zum Einsatz kommen, ($L=10$ mm) stimmt diese Annahme bei niedrigen Volumenströmen nicht, jedoch ist hier der Beitrag an der Temperaturerhöhung verschwindend gering. Bei hohen Volumenströmen bewegt man sich im adiabaten Regime und die Gl. 5 besitzt Gültigkeit. Für eine genauere Auswertung kann die in [30] vorgestellte Methode verwendet werden. Diese berücksichtigt allerdings nicht die Temperaturerhöhung in der Einlaufströmung. Geht man von einer linearen Temperaturentwicklung in der Kapillare aus, ergibt sich die durchschnittliche Massetemperatur in der Kapillare zu Gl. 6.

$$\bar{T}_{\text{Masse}} = T_{\text{Zylinder}} + \Delta T_{\text{Einlauf}} + \frac{\Delta T_{\text{Kapillare}}}{2} \quad (6)$$

\bar{T}_{Masse} Durchschnittliche Massetemperatur in K

T_{Zylinder} Zylindertemperatur in K

3.2.3 Auslaufbereich

Im Auslaufbereich gelangt das Material ins Freie. Hier herrscht Atmosphärendruck und elastische Verformungen können relaxieren. Es tritt an dieser Stelle ebenfalls ein Druckverlust auf. Dieser ist messtechnisch schwer erfassbar und wird in dieser Arbeit vernachlässigt.

3.2.4 Durchführung

Zur Auswertung der durchschnittlichen Massetemperatur in der Messkapillare wird von einer linearen Temperaturentwicklung entlang der Messstrecke ausgegangen. Somit ist der Beitrag des Kapillardruckverlusts zur Temperaturerhöhung zu halbieren, wohingegen der Beitrag der Einlaufströmung in voller Höhe zur Zylindertemperatur zu addieren ist, da diese Temperaturerhöhung bereits vor dem Eintritt in die Kapillare erfolgt.

Zunächst wird der HKR-Versuch mit zwei unterschiedlichen Düsen durchgeführt. Wichtig ist, dass eine Düse eine Lochblende mit einer vernachlässigbaren Kapillarlän-

3. Theoretische Grundlagen

ge ist. Die zweite Düse kann beliebig gewählt werden, muss jedoch den gleichen Durchmesser aufweisen. Für die Messung von Kautschukmischungen empfiehlt sich der Einsatz einer 10 mm langen Düse bei 1 mm Durchmesser (D). Kürzere Düsen können aufgrund ihrer kurzen Messstrecke die Genauigkeit der Messungen beeinträchtigen. Längere Düsen können erheblichen Druckverlust erzeugen, der die erreichbaren Schergeschwindigkeiten bei hochviskosen Kautschukmischungen beeinträchtigen kann. Abb. 8 veranschaulicht den Ablauf der Scherviskositätsmessung inklusive der im letzten Abschnitt beschriebenen Korrektur der Dissipationserwärmung. Diese hier beschriebene Vorgangsweise ist eine Abwandlung der in [30] dargestellten Methode.

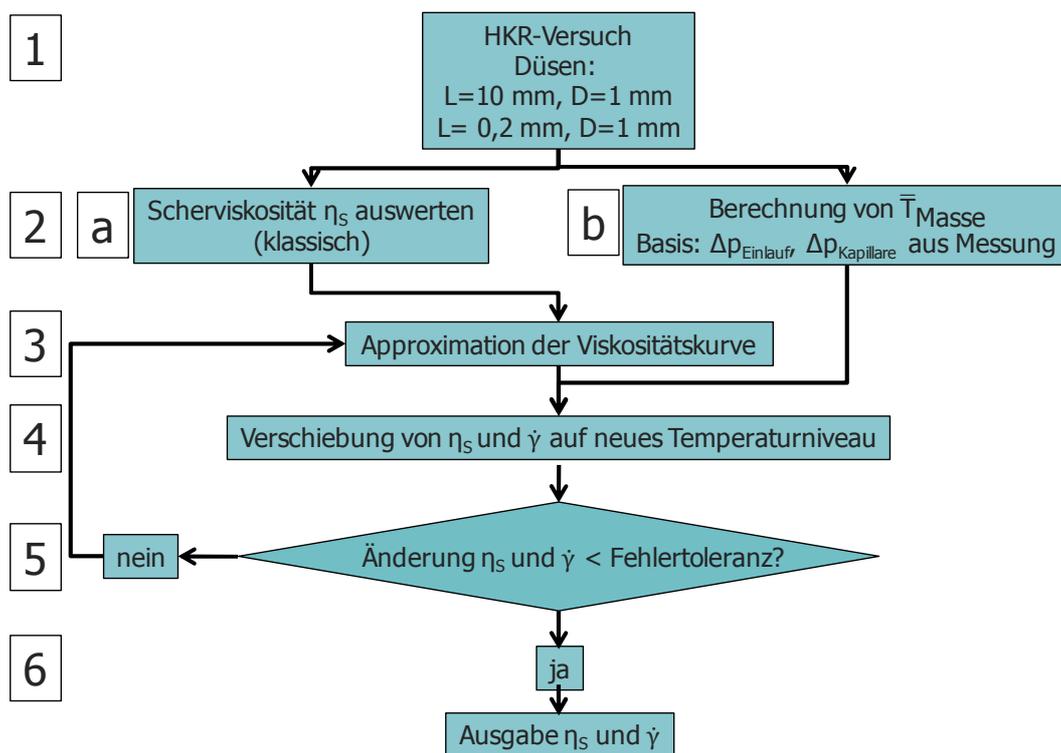


Abbildung 8: Ablaufdiagramm der Scherviskositätsmessung inklusive Temperaturkorrektur; Erläuterung der Nummerierung im Text

In Folge werden die durch die Nummerierung gekennzeichneten Verfahrensschritte beschrieben.

Schritt 1: Durchführung des HKR-Versuchs

Der HKR Versuch wird nach der in [17] beschriebenen Arbeitsanweisung für die Messung von Kautschukmischungen bei mindestens 3 unterschiedlichen Zylindertemperaturen durchgeführt.

Schritt 2: Auswertung Scherviskosität

a) Die Scherviskosität wird zunächst klassisch isotherm ausgewertet. Die Einlaufdruckverluste werden mittels Bagley-Korrektur berücksichtigt, wobei wie bereits oben erwähnt die an der Lochblende gemessenen Einlaufdruckverluste verwendet werden.

3. Theoretische Grundlagen

Weiters werden die wahren Schergeschwindigkeiten und wahren Viskositäten mittels Weissenberg-Rabinowitsch-Korrektur ermittelt.

b) Die im letzten Abschnitt beschriebene Temperaturerhöhung wird mit Gl. 6 berechnet.

Schritt 3: Approximation der Viskositätskurve

Die aus der klassischen Auswertung kommenden Scherviskositätswerte werden durch ein Stoffgesetz approximiert. Es kann an dieser Stelle prinzipiell jedes dem Stoffverhalten entsprechende Materialgesetz verwendet werden. In dieser Arbeit wurde der Potenzansatz nach Oswald und de Waele (Gl. 7) verwendet, da dieser auch im Berechnungsmodell für die Scher- und Dehnerwärmung (Kap. 3.4, S. 34) Anwendung findet.

$$\eta_S = a_{TS} \cdot K_S \cdot \dot{\gamma}^{n_S-1} \quad (7)$$

a_{TS}	Temperaturverschiebungsfaktor für die Scherviskosität, dimensionslos
K_S	Parameter des Potenzansatzes für die Scherung in $\text{Pa}\cdot\text{s}^n$
n_S	Parameter des Potenzansatzes für die Scherung, dimensionslos

Für die Beschreibung der Temperaturabhängigkeit der Scherviskosität wird der Arrheniusansatz verwendet.

$$a_{TS} = e^{\left(\frac{E_{AS}}{R_G} \cdot \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{0S}}\right)\right)} \quad (8)$$

E_{AS}	Aktivierungsenergie für die Scherviskosität in $\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$
R_G	Universelle Gaskonstante in $\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
T_{0S}	Referenztemperatur für die Scherviskosität in K

Schritt 4: Temperaturverschiebung

Bei der Temperaturkorrektur werden die gemessenen Punkte (Schergeschwindigkeit und Scherviskosität) mittels der in 2b) errechneten mittleren Massetemperatur und des in 3) ermittelten Arrheniusansatzes auf die gewünschte eingestellte Zylindertemperatur hin verschoben.

Schritt 5: Überprüfung des Abbruchkriteriums

Die Abweichung der Viskositätswerte der neuen Viskositätskurve von jenen aus der letzten Iterationsschleife wird überprüft. Ist die Änderung kleiner als 2%, erfolgt der Abbruch der Iteration. Andernfalls wird wieder bei Schritt 3 begonnen.

Schritt 6: Datenausgabe

Nach Beendigung der Iteration werden die korrigierten Viskositätswerte ausgegeben. Das beschriebene Verfahren konvergiert schnell, da sich die errechneten Temperaturen und die unkorrigierten Messwerte über die ganze Iteration nicht ändern. Der Grund dafür ist, dass die Errechnung der Temperatur allein auf den Materialkonstanten ρ und c_p basiert und von der Scherviskosität nicht beeinflusst wird (vgl. Gl. 2 und 3, S. 16). Der einzige Unterschied zwischen den Iterationsschritten ist die Veränderung der Aktivierungsenergie in Gl. 8.

3.3 Methoden zur Messung der Dehnviskosität

3.3.1 Sentmanat Extensional Rheometer (SER)

Das Sentmanat Extensional Rheometer [73] hat in den letzten Jahren starke Verbreitung im wissenschaftlichen Bereich gefunden. Der Aufbau ist in Abb. 9 dargestellt. Das SER besteht aus zwei über eine Verzahnung verbundenen Walzen. Eine davon wird direkt angetrieben und das dabei entstehende Drehmoment gemessen. Die zweite Walze bewegt sich passiv mit. Die zu untersuchende Probe liegt als Folienstreifen vor und ist mittels Klammern an den Walzen befestigt. Werden diese angetrieben, dehnt sich die Probe und wird gleichzeitig von den rotierenden Walzen abgezogen. Anhand des gemessenen Drehmoments kann die Dehnviskosität rechnerisch bestimmt werden.

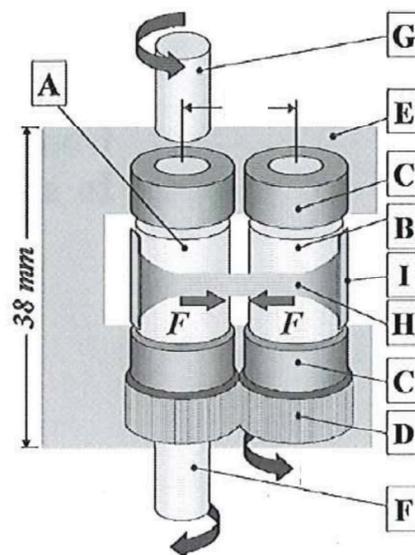


Abbildung 9: Aufbau des SER [73]; A: Antriebswalze, B: angetriebene Walze, C: Lager, D: Getriebe, E: Rahmen, F: Antriebswelle, G: Drehmomentmessung, H: Probe, I: Sicherheitsklammern

Die ermittelten Ergebnisse werden in Diagrammen von Dehnviskosität über Zeit dargestellt (Abb. 10). Die Kurven bei unterschiedlichen Dehngeschwindigkeit überlappen

3. Theoretische Grundlagen

sich idealerweise in einer einhüllenden Kurve, die das Verhalten der Dehnviskosität im stationären Bereich darstellt. Bei höheren Dehnungen setzt Dehnverfestigung ein. Man erkennt dies am rapiden Anstieg der Dehnviskosität und einem Abweichen von der einhüllenden Kurve mit anschließendem Versagen der Probe.

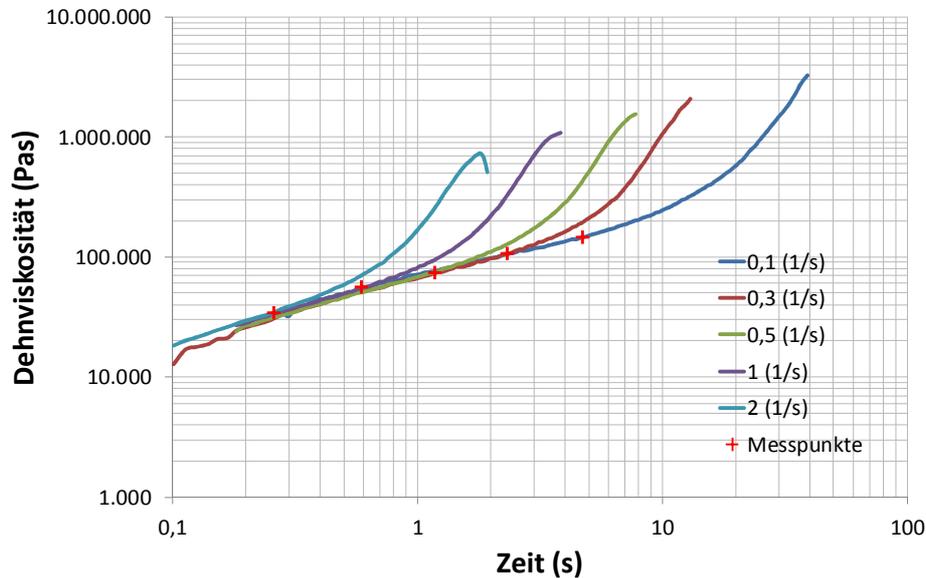


Abbildung 10: Am SER gemessene Viskositätskurve eines LDPE PG7004 (Dow Chemical, Midland, USA) [79]

Um Dehnviskositätswerte in Abhängigkeit von der Dehngeschwindigkeit zu ermitteln, werden die in Abb. 10 rot markierten Messpunkte ausgewertet. Diese entsprechen der Dehnviskosität vor dem Einsetzen der Dehnverfestigung. In der Auftragung in Abb. 11 werden die Messwerte aus den SER Auswertungen einer HKR-Messung gegenübergestellt. Man sieht hier deutliche Abweichungen der Ergebnisse. Die Auswertungen der Dehnviskositäten sowohl nach Cogswell [19] als auch nach Binding [13] liegen deutlich über den am SER gemessenen Werten. Dies hat verschiedene Gründe. Einerseits unterscheiden sich beide Prüfmethoden grundlegend in ihrem Aufbau. Im SER-Versuch wird eine streifenförmige Probe gedehnt, wohingegen das Material im HKR-Versuch durch eine Düse gedrückt und eine Einlaufströmung erzeugt wird. Außerdem erzeugt der SER-Versuch im dargestellten Fall maximale Hencky-Dehnungen (Gl. 9) von ca. 0,6. Dies entspricht in etwa dem Wert, bei dem die Probe reißt. Am HKR hingegen treten Hencky-Dehnungen von etwa 5 auf.

3. Theoretische Grundlagen

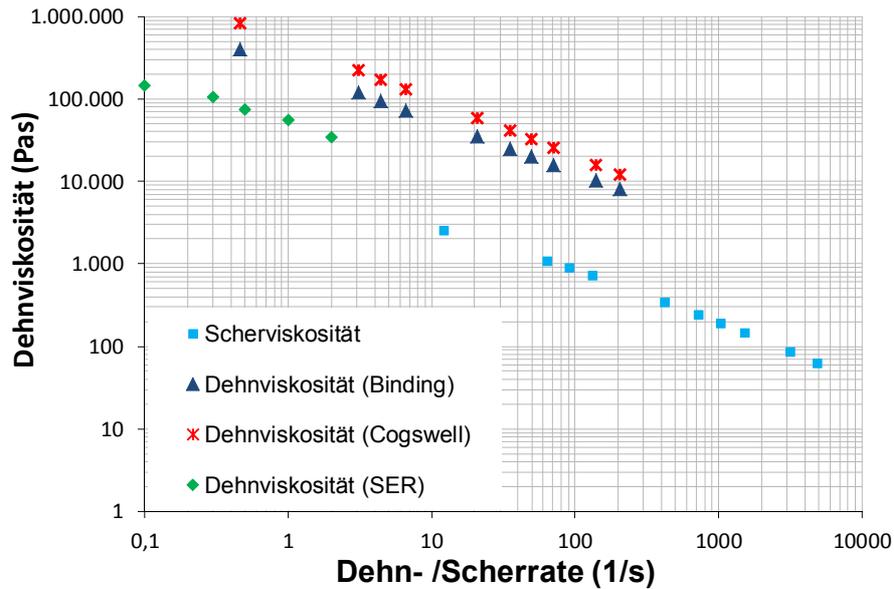


Abbildung 11: Vergleich der Dehnviskositäten von LDPE PG7004 [79]

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{L}{L_0}\right) \quad (9)$$

ε Hencky-Dehnung, dimensionslos

L_0 Ausgangslänge eines Volumenelements in m

Abschließend ist zu bemerken, dass das SER aus wissenschaftlicher Sicht die realistischen Dehnviskositätswerte liefert, da vor allem auch die Zeit- und Dehnungsabhängigkeit gut abgebildet werden kann. Aus praktischer Sicht ergeben sich jedoch einige Nachteile. Einerseits sind die Versuchsdurchführung sowie die Probenvorbereitung recht aufwendig. Zusätzlich kann nicht jedes Material getestet werden. Vor allem Polymere mit niedriger Nullviskosität neigen zum Durchsacken in der Temperierzeit und können somit nur schwer reproduzierbar gemessen werden. Ein weiteres Problem, vor allem in Hinblick auf die Spritzgusssimulation, ist das eingeschränkte messbare Dehngeschwindigkeitsspektrum. Die maximal erreichbaren Dehnraten liegen bei $\dot{\varepsilon} = 20 \text{ s}^{-1}$. Ein Vergleich der Geräte zur Messung der Dehnviskosität kann Kap. 3.3.3 (S. 31) entnommen werden.

3.3.2 Hochdruckkapillarrheometer (HKR)

Eine eher praxisnahe Alternative zum SER stellt die Ermittlung der Dehnviskosität am Hochdruckkapillarrheometer dar. Diese bedient sich der Einlaufströmung, die bei der Querschnittsänderung vom Zylinder auf die Kapillare auftritt (vgl. Abb. 12). Dieses rheologische Phänomen weist eine starke Dehnkomponente auf, aus der mittels analytischer Modelle Rückschlüsse auf die auftretenden Dehnviskositäten getroffen werden können.

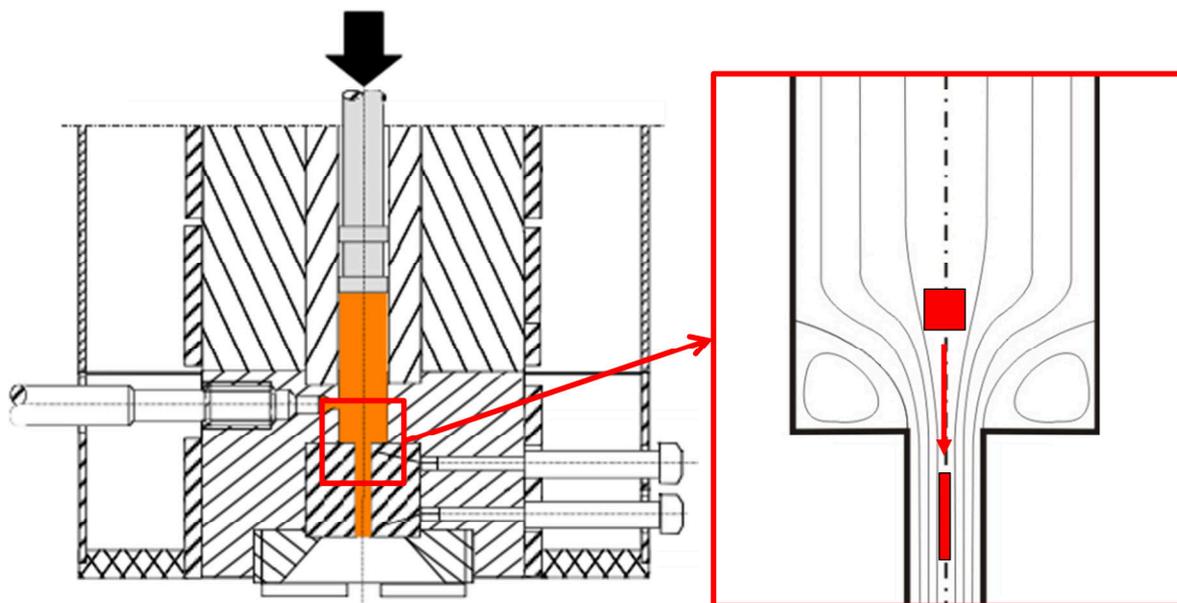


Abbildung 12: Skizze des Messaufbaus zur HKR-Messung, linke Abbildung aus [4]

Die bekanntesten Analysen stammen von Cogswell [19] (vgl. Kap. 3.3.2.1) und Binding [13] (vgl. Kap. 3.3.2.3, S. 26). Eine Weiterentwicklung stellt das Modell von Obendrauf [59] (vgl. Kap. 3.3.2.2, S. 24) dar. Dieses führt Modifizierungen an der Analyse von Cogswell durch, um eine genauere Beschreibung des Stoffverhaltens und der auftretenden Dehngeschwindigkeiten zu erreichen. Die vorhandenen Modelle weisen, wie schon angedeutet, unterschiedliche Vereinfachungen und Annahmen auf, die im Anschluss an die Vorstellung der einzelnen Modelle in Kap. 3.3.2.4 (S. 28) im Detail diskutiert werden.

3.3.2.1 Methode nach Cogswell

Die Darstellungen dieses Kapitels stammen zu großen Teilen aus [59, 81] und werden hier gekürzt wiedergegeben.

Zur Beschreibung der Einlaufströmung wird der Einlauf in die Kapillare des Hochdruckkapillarrheometers in n -Elemente unterteilt (Abb. 13). In jedem dieser Elemente wird der Druckabfall infolge Scherung (Δp_S) und Dehnung (Δp_E) getrennt berechnet. Beide Druckabfälle hängen wiederum vom Einlaufwinkel (Θ_i) des Kegels im jeweiligen Element ab. Dieser ergibt sich aus der Annahme, dass sich jeweils die Strömung des geringsten Druckabfalls ausbildet. Nun können die Druckabfälle in jedem Element ermittelt werden. Durch Summation und Grenzwertbildung ergibt sich der Gesamtdruckabfall.

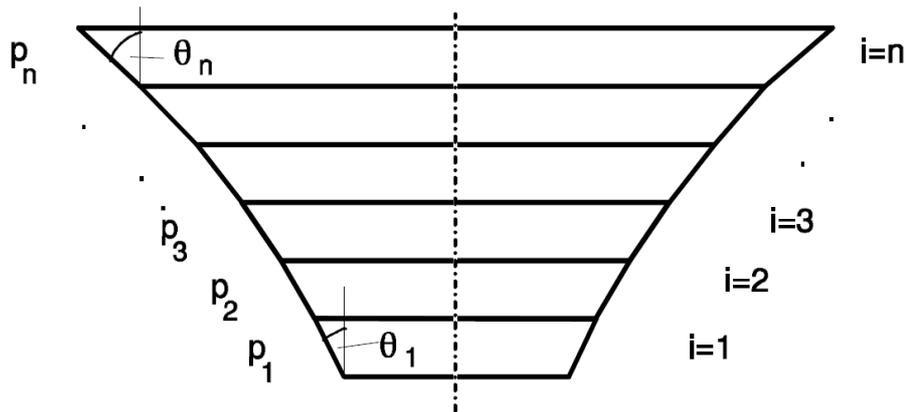


Abbildung 13: Einteilung des Einlaufkegels nach Cogswell [17] (Abb. aus [59])

Mit dieser Methode ergeben sich einfache analytische Ausdrücke für die mittlere Dehngeschwindigkeit ($\dot{\epsilon}$) im Einlauf (Gl. 10) und die dazugehörige Dehnaviskosität (η_E) (Gl. 11).

$$\dot{\epsilon} = \frac{4 \cdot \dot{\gamma}_{ap}^2 \cdot \eta_s}{3 \cdot (\eta_s + 1) \cdot \Delta p_{\text{Einlauf}}} \quad (10)$$

$\dot{\gamma}_{ap}$

Scheinbare Schergeschwindigkeit in s^{-1}

$$\eta_E = \frac{9}{32} \cdot \frac{(\eta_s + 1)^2}{\dot{\gamma}_{ap}^2 \cdot \eta_s} \cdot \Delta p_{\text{Einlauf}}^2 \quad (11)$$

Die detaillierte Herleitung der Methode nach Cogswell findet sich in [19, 59].

3.3.2.2 Verbesserte Cogswell-Methode nach Obendrauf

Die Darstellungen dieses Kapitels stammen zu großen Teilen aus [59, 81] und werden hier stark gekürzt wiedergegeben.

Die Methode nach Obendrauf [59] setzt im Wesentlichen an zwei Schwachstellen der Methode nach Cogswell an.

- Verwendung des Potenzgesetzes für die Beschreibung der Scherviskosität
- Mittelung der Dehnaviskosität im gesamten Einlaufbereich über Länge und Radius

Um die erste Vernachlässigung zu beheben, wird für die Scherviskosität der Carreau-Ansatz eingeführt (Gl. 12).

$$\eta_s = \frac{a_{TS} \cdot A}{(1 + B \cdot a_{TS} \cdot \dot{\gamma})^C} \quad (12)$$

A,B,C

Parameter des Carreau-Ansatzes

3. Theoretische Grundlagen

Der Düseneinlauf wird wieder analog zu Abb. 13 (S. 24) in eine Vielzahl gleicher Abschnitte eingeteilt. Die jeweiligen Druckabfälle zufolge Dehnung und Scherung werden unabhängig voneinander berechnet, sowie der Gesamtdruckabfall als Summe der Druckabfälle in den einzelnen Elementen angesetzt. Es gilt auch hier die Annahme, dass sich immer die Strömungsverhältnisse mit dem niedrigsten Druckabfall einstellen. Bei der Summation der einzelnen Teile erhält man allerdings im Unterschied zu der klassischen Cogswell-Methode keinen einfachen analytischen Ausdruck (Gl. 13 bis 15).

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\gamma}_i}{2} \cdot \sqrt{\frac{2 \cdot A}{\eta_E (1 + B \cdot \dot{\gamma}_i)^C}} \quad (13)$$

$\dot{\gamma}_i$ Schergeschwindigkeit im i-ten Element in s^{-1}

$$\eta_E = \frac{9}{8 \cdot A} \cdot \left(\frac{\Delta p_{\text{Einlauf}}}{\Sigma} \right)^2 \quad (14)$$

mit

$$\Sigma = \sum_{i=2}^{\infty} \left\{ \frac{\dot{\gamma}_{i-1} \cdot (1 + B \cdot \dot{\gamma}_{i-1})^{1-C}}{1 + (1-C) \cdot B \cdot \dot{\gamma}_{i-1}} \cdot (\dot{\gamma}_{i-1} - \dot{\gamma}_i) \cdot \left[1 - \left(\frac{\dot{\gamma}_i}{\dot{\gamma}_{i-1}} \right)^{n_{Si-1}} \right] \right\}^{1/2} \quad (15)$$

Die Lösung dieser Gleichungen ist nur numerisch mit einem iterativen Rechenprogramm möglich. Als Startwert wird empfohlen, die aus der klassischen Cogswell-Methode ermittelte Dehnviskositätsfunktion einzusetzen.

Als weitere Verbesserung wird die Dehnviskosität im Einlaufbereich nicht mehr länger als konstant angenommen. Um dieser Voraussetzung zu entsprechen, wird der Ausdruck nach Bersted [12] (Gl. 16) eingesetzt.

$$\eta_{E,i} = \eta_{E,i-1} \cdot \left(\frac{\dot{\varepsilon}_i}{\dot{\varepsilon}_{i-1}} \right)^{m_i} = \eta_{E,i-1} \cdot \left(\frac{\dot{\gamma}_i}{\dot{\gamma}_{i-1}} \right)^{m_i} \quad (16)$$

$\eta_{E,i}$ Dehnviskosität im Abschnitt-i in Pa·s

$\dot{\varepsilon}_i$ Dehngeschwindigkeit im Abschnitt-i in s^{-1}

m_i Parameter zur Variation der Dehngeschwindigkeit, dimensionslos

Dadurch ändert sich der Faktor Σ der Gl. 14 zu:

$$\Sigma = \sum_{i=2}^{\infty} \left\{ \frac{\dot{\gamma}_{i-1} \cdot (1 + B \cdot \dot{\gamma}_{i-1})^{1-C}}{1 + (1-C) \cdot B \cdot \dot{\gamma}_{i-1}} \cdot (\dot{\gamma}_{i-1} - \dot{\gamma}_i) \cdot \left[1 - \left(\frac{\dot{\gamma}_i}{\dot{\gamma}_{i-1}} \right)^{n_i} \right] \cdot \Pi_i \right\}^{1/2} \quad (17)$$

3. Theoretische Grundlagen

mit

$$\Pi_i = \left(\frac{\dot{\gamma}_{i-1}}{\dot{\gamma}_{i-2}} \right)^{m_{i-1}} \cdot \left(\frac{\dot{\gamma}_{i-2}}{\dot{\gamma}_{i-3}} \right)^{m_{i-2}} \dots \left(\frac{\dot{\gamma}_2}{\dot{\gamma}_1} \right) \quad (18)$$

Die Bestimmung der Dehnaviskosität und der Dehngeschwindigkeit mit den beschriebenen Gleichungen ist komplex. Für die weitere Berechnung muss der Parameter m_i bestimmt werden, der der jeweiligen Steigung der gesuchten Dehnaviskositätsfunktion entspricht. Als Startwert für diese Iteration werden die Ergebnisse aus der ersten Iteration mit den Gl. 13, 14 und 15 verwendet.

Die genaue Herleitung der Methode nach Obendrauf kann [59] entnommen werden.

3.3.2.3 Methode nach Binding

Die Darstellungen dieses Kapitels stammen zu großen Teilen aus [59, 81] und werden hier gekürzt wiedergegeben.

Binding [13] geht von einem Strömungsbild analog zu Abb. 14 aus.

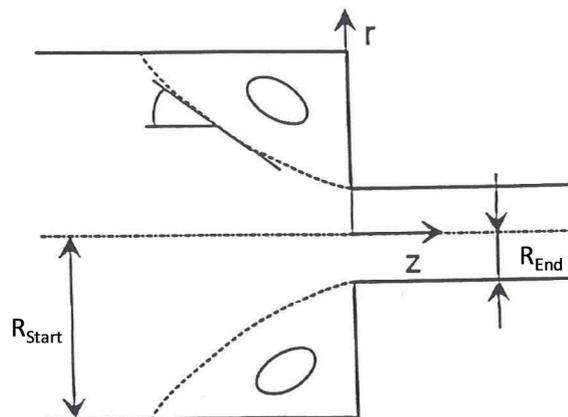


Abbildung 14: Skizze Einlaufströmung in eine Kapillare nach Binding, Bild aus [59]

R_{Start} Startradius der Düse (auch Zylinderradius des HKR) in m

R_{End} Endradius der Düse (auch Zylinderradius des HKR) in m

Die Gültigkeit des Potenzansatzes sowohl für Scherviskosität (Gl. 19), als auch Dehnaviskosität (Gl. 20) wird vorausgesetzt.

$$\tau_{rz} = K_S \cdot \dot{\gamma}^{n_S} \quad (19)$$

$$(\tau_{zz} - \tau_{rr}) = K_E \cdot \dot{\epsilon}^{n_E} \quad (20)$$

K_E Parameter des Potenzansatzes für die Dehnung in $\text{Pa} \cdot \text{s}^n$

n_E Parameter des Potenzansatzes für die Dehnung, dimensionslos

3. Theoretische Grundlagen

Da weder das Strömungsfeld, noch das Spannungsfeld für die Einlaufströmung bekannt ist, wird das Strömungsprofil für eine Rohrströmung (Gl. 21) unter der Annahme von Wandhaften an der Trichterwand vorausgesetzt.

$$v_z = \frac{(3 \cdot n_s + 1)}{(n_s + 1)} \cdot \frac{\dot{V}}{\pi \cdot R^2} \cdot \left[1 - \left(\frac{r}{R} \right)^{\frac{1+n_s}{n_s}} \right] \quad (21)$$

\dot{V} Volumenstrom in $\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$

R Aktueller Außenradius des Einlaufkegels in m

Diese Voraussetzung wird von Tremblay [77, 78], der sich mit der Visualisierung von Einlaufphänomenen auseinandersetzte, als wahrscheinlich angesehen.

Somit können die Komponenten des Spannungs- und Dehnungstensors ermittelt werden. Eine Energiebilanz wird unter der Voraussetzung aufgestellt, dass sich immer die Strömung mit dem geringsten Energieverbrauch einstellt. Nach etlichen Zwischenschritten ergibt sich der folgende Ausdruck für den Einlaufdruckverlust.

$$\Delta p_{\text{Einlauf}} = \frac{2 \cdot K_S \cdot (1 + n_E)^2}{3 \cdot n_E^2 \cdot (n_S + 1)^2} \cdot \left(K_E \cdot n_E \cdot (1 + 3 \cdot n_S) \cdot n_S^{n_E} \cdot \frac{J_{\text{Int}}}{K_S} \right)^{\frac{1}{1+n_E}} \cdot \dot{\gamma}_{R_{\text{End}}}^{\frac{n_E \cdot (n+1)}{1+t}} \cdot \left(1 - \beta^{\frac{3 \cdot n_E \cdot (n_S + 1)}{1+n_E}} \right) \quad (22)$$

J_{Int} Integral aus Gl. 25

Hier ist β das Verhältnis des Kapillarradius zum Radius des Einlaufzylinders.

$$\beta = \frac{R_{\text{End}}}{R_{\text{Start}}} \quad (23)$$

Für die Wandschergeschwindigkeit am Beginn der Kapillare ($\dot{\gamma}_{R_{\text{End}}}$) wird Gl. 24 angesetzt.

$$\dot{\gamma}_{\text{End}} = \frac{(3 \cdot n_s + 1) \cdot \dot{V}}{n_s \cdot \pi \cdot R_{\text{End}}^3} \quad (24)$$

J_{Int} steht für folgendes Integral:

$$J_{\text{Int}} = \int_0^1 \left\{ \text{abs} \left[2 - \left(\frac{3 \cdot n + 1}{n} \right) \cdot \delta^{\frac{1+n}{n}} \right] \right\}^{\frac{1}{t+1}} \cdot \delta \cdot d\delta \quad (25)$$

Wobei δ sich rein mathematisch als Laufvariable ergibt und keine physikalische Entsprechung hat. Durch Umformen und Logarithmieren der Gl. 22 erhält man

$$\log(p_{\text{Einlauf}}) = \log(\text{Konst.}) + s \cdot \log(\dot{\gamma}_{R_0}) \quad (26)$$

mit

$$s = \frac{n_E \cdot (n_S + 1)}{1 + n_E}. \quad (27)$$

Trägt man nun nach Gl. 22 den Einlaufdruckverlust gegen die Schergeschwindigkeit ($\dot{\gamma}_{R_0}$) doppelt logarithmisch auf, so kann man aus der Steigung s , bei bekanntem n_S , den Fließexponenten n_E der Dehnaviskosität bestimmen. Der Parameter K_S wird durch erneutes Einsetzen in Gl. 22 errechnet.

Die genaue Herleitung der Methode nach Binding kann [13, 59] entnommen werden.

3.3.2.4 Gegenüberstellung der Modelle mit ihren Annahmen

In Tab. 2 sind die bisher vorgestellten Berechnungsmodelle und die neue selbst entwickelte Analyse (Kap. 3.4, S. 32) in Hinblick auf ihre Vereinfachungen und Rahmendingungen gegenübergestellt.

3.3.2.4.1 Allgemeiner Strömungszustand

Die betrachtete Strömung wird für alle Modelle, analog zur klassischen HKR-Messung, als isotherm angesehen. Dies behält für niedrige Scher- und Dehngeschwindigkeiten seine Gültigkeit. Bei Kautschuken ist aufgrund der hohen Viskosität erhebliche Dissipationserwärmung zu erwarten. Damit verlieren die vorgestellten Modelle ihre Gültigkeit.

Wie in vielen anderen Berechnungen und Simulationen wird die Kompressibilität des Materials häufig vernachlässigt. Laut [66] gilt dies auch für Elastomere, da deren Kompressionsmodul den Schubmodul um Größenordnungen übersteigt.

3.3.2.4.2 Stoffansätze

Der Potenzansatz zur Beschreibung der Scherviskosität findet zur Annäherung des Fließverhaltens von Kautschukformmassen breite Anwendung und wird aufgrund der mathematischen Einfachheit eingesetzt. Obendrauf (vgl. Kap. 3.3.2.2, S. 24) versuchte diese Schwachstelle für Thermoplaste zu vermindern, indem er den Carreau-Ansatz zur Beschreibung der Scherviskosität verwendete. Dies schafft eine erhebliche Verkomplizierung der mathematischen Herleitung und ist für Thermoplaste eher zu berücksichtigen als für Kautschukmischungen, da gerade Elastomere häufig kein Newton'sches Plateau zeigen [48].

3. Theoretische Grundlagen

Tabelle 2: Gegenüberstellung der Berechnungsmodelle nach Cogswell, Obendrauf, Binding und Perko

Autor	Cogswell	Obendrauf	Binding	Perko
Strömungszustand				
Zeitabhängigkeit	stationär			
thermischer Zustand	isotherm			nicht-isotherm
Kompression	isochor			
Stoffansatz				
Scherviskosität	Potenzansatz	Carreau-Ansatz	Potenzansatz	
Dehnviskosität	beliebig	beliebig	Potenzansatz	eigener Ansatz (Gl. 91)
Dehnungsabhängigkeit	vernachlässigt			
Viskoelastizität	vernachlässigt			
Einlaufgeometrie				
Berücksichtigte Strömungskomponenten	z-Richtung		r, z-Richtung	r, Φ , z-Richtung
Form	Freie Konvergenz mit Randwirbeln			45° Einlaufwinkel
Ermittlung des Einlaufwinkels	geringster Druckabfall		geringster Energieverbrauch	-
Randbedingung im Einlauf	Wandhaften			
Geschwindigkeitsprofil	Rohrströmung			
Randwirbel	als Todstellen angenommen			nicht vorhanden
Dehnviskosität	konstant über den Einlaufbereich	abhängig von der Dehngeschwindigkeit		
Koordinatensystem	entlang der Strömung		Zylinderkoordinaten	

Der Potenzansatz zur Beschreibung der Dehnviskosität findet bei Binding Anwendung. Die Modelle nach Cogswell und Obendrauf errechnen konkrete Punkte der Dehnviskositätskurve. Es steht frei, welcher Stoffansatz zur weiteren Approximation der Daten angesetzt wird. Obendrauf schlägt in seiner Arbeit einen eigenen Stoffansatz vor, der auf dem Carreau-Ansatz basiert, jedoch mathematisch höchst kompliziert ist. Im Modell Perko wird ein additiver Potenzansatz (Gl. 91, S. 49) eingesetzt, mit dem es möglich ist, eine Plateaubildung oder einen Anstieg der Dehnviskosität bei hohen Dehngeschwindigkeiten abzubilden.

3. Theoretische Grundlagen

Alle betrachteten Modelle vernachlässigen die Dehnungsabhängigkeit der Dehnviskosität. Darunter versteht man ein Ansteigen der Dehnviskosität mit zunehmender Dehnung. Dies schränkt die Gültigkeit der ermittelten Daten ein. Eine genauere Analyse dieser Problematik findet sich in Kap. 3.6 (S. 51).

Der Einfluss der Viskoelastizität wird in allen betrachteten Modellen vernachlässigt. Es wird davon ausgegangen, dass alle Verformungen irreversibel, also viskos vom Material aufgenommen werden was insbesondere bei Kautschukformmassen eine grobe Vereinfachung darstellt. Die Dissipationserwärmung (durch Scherung und Dehnung) ist ihrer Natur nach ein viskoser Effekt. Die Beeinflussung der Strömungsgeometrie durch die Viskoelastizität wird als wahrscheinlich angesehen.

3.3.2.4.3 Beschreibung des Einlaufs

Die Einlauform der freien Konvergenz ist bei allen Modellen gegeben, da hier eine Düse mit einem Öffnungswinkel von 180° betrachtet wird, wie sie in einem HKR üblich ist. Bei solchen Düsen stellt sich ein definierter Einlauftrichter gemäß den Strömungsverhältnissen ein. Bei den meisten Modellen wird von einem hyperbolischen Verlauf, wie in Abb. 6 (S. 11) und 13 (S. 24) ausgegangen. Diese Annahme muss für Kautschukmischungen überprüft werden. In Kap. 5.3 (S. 81) ist eine Methode zur Visualisierung der Einlaufströmung von Kautschukmischungen aus [49] vorgestellt. Gestützt durch diese wurde die Einlaufgeometrie im Modell nach Perko ermittelt. Cogswell geht in seinem Modell davon aus, dass sich immer die Einlauform mit dem geringsten Druckverbrauch ergibt. Er ermittelt den Einlaufwinkel in jedem Abschnitt über den Minimalwert des Druckabfalls. Binding geht ähnlich vor, er verwendet als Kriterium den minimalen Energieverbrauch. Diese Annahmen können als gleichwertig betrachtet werden, da in einem isothermen System der Druckverbrauch dem Energieverbrauch proportional ist.

Als Randbedingung an der Oberfläche des Einlaufs wird bei allen Modellen Wandhaftungen angenommen. Gleichzeitig gehen die Modelle von freier Konvergenz des Einlaufkonus aus. Die Randbedingung betrifft also den Kontakt vom Einlaufkonus zum Randwirbel. In Realität sind diese aber unbekannt. Cogswell geht nicht weiter auf diese Vereinfachung ein. Binding argumentiert damit, dass die Fließgeschwindigkeit mit Sicherheit in der Mitte des Einlaufs wesentlich größer ist als am Rand, und damit die Annahme des Wandhaftens den wahren Gegebenheiten am nächsten kommt. Trembley [77, 78] bekräftigte seine Annahme in Versuchen zur Visualisierung von Einlaufströmungen. Für das neue Modell wird diese Thematik in Kap. 3.4.3 (S. 35) genauer behandelt.

Ein weiterer Diskussionspunkt ist, dass die verwendeten Geschwindigkeitsprofile (Gl. 21) ohne Einbezug der Dehnung hergeleitet wurden. Diese Annahme wird in der englischsprachigen Literatur als „lubrication approximation“ [53, 74] bezeichnet und gilt strenggenommen nur für Öffnungswinkel kleiner als 20° [35]. Dies bedeutet,

3. Theoretische Grundlagen

dass alle verwendeten Modelle mehr oder minder starke Näherungslösungen darstellen.

Die Strömung der Randwirbel selbst wird bei allen Modellen vernachlässigt. Es wird von Todstellen außerhalb der Strömung ausgegangen, wobei die Randbedingung „Wandhaften“ angenommen wurde.

Das Modell von Cogswell geht von einer gemittelten Dehnviskosität im Einlaufbereich aus. Dies stellt eine grobe Vereinfachung dar, die auch einen der Hauptkritikpunkte an dieser Methode darstellt. Obendrauf schafft in seiner Methode Abhilfe, indem er die Dehnviskosität über die Abschnitte des Einlaufs mit der Dehngeschwindigkeit variiert. In der Methode nach Binding wird die veränderliche Dehnviskosität durch einen Potenzansatz und im neuen Modell (Perko) nach einem selbst entwickelten Ansatz (Gl. 91, S. 49) beschrieben.

Cogswell wählt, ohne es in seiner Analyse explizit zu erwähnen, ein „gebeugtes Koordinatensystem“. Dies bedeutet, dass sich das Koordinatensystem den Strömungslinien anpasst. Dadurch wird allerdings die Strömung in die r - und ϕ -Richtung vernachlässigt. Binding hingegen hält sich in seiner Betrachtung strikt an Zylinderkoordinaten. Dadurch ergibt sich auch eine radiale Strömungskomponente. Die ϕ -Komponente wird allerdings auch hier vernachlässigt. Im Modell Perko werden erstmals alle 3 Raumkomponenten berücksichtigt (siehe Kap. 3.4.2, S. 33).

3.3.3 Gegenüberstellung der Geräte zur Dehnviskositätsmessung

Tab. 3 zeigt eine Gegenüberstellung der Messgeräte zur Bestimmung der Dehnviskosität aus einem praktischen Blickwinkel.

Tabelle 3: SER- und HKR-Methode im Vergleich

	Sentmanat Extensional Rheometer (SER)	HKR-Methoden
Verfügbarkeit	kommerziell erhältlich	mit jedem HKR durchführbar
Dehnungsabhängigkeit der Viskosität	messbar	nicht messbar
Dehngeschwindigkeitsbereich	$0,001-10 \text{ s}^{-1}$	ca. $1-1000 \text{ s}^{-1}$
Versuchsdurchführung und Probenvorbereitung	aufwendig	relativ einfach
Vereinfachungen in analytischer Auswertung	gering	erheblich

Starke Vorteile in der Handhabbarkeit sind in der HKR-Methode zu sehen, wohingegen die SER-Methode wissenschaftlich fundierter ist. Schlussendlich wurde entschieden, in dieser Arbeit hauptsächlich auf Messungen mittels HKR zurückzugreifen. Zu-

3. Theoretische Grundlagen

nächst ist es mit diesem Gerät möglich, praxisrelevante höhere Dehngeschwindigkeiten zu erreichen, was für die Charakterisierung der Dehnerwärmungen in konischen Düsengeometrien unerlässlich ist. Außerdem ist das HKR in seiner Versuchsanordnung dem Anwendungsfall im Spritzgießen viel näher.

3.4 Berechnungsmodell für Einlaufströmungen und konische Düsen

Die mathematische Lösung in diesem Kapitel basiert grob auf dem von Binding [13] entwickelten Strömungsbild mit einigen Änderungen und stellt eine Weiterentwicklung des in [27] vorgestellten Modells dar.

3.4.1 Düsengeometrie

Abb. 15 zeigt die zur Erstellung des Berechnungsmodells betrachtete Düsengeometrie.

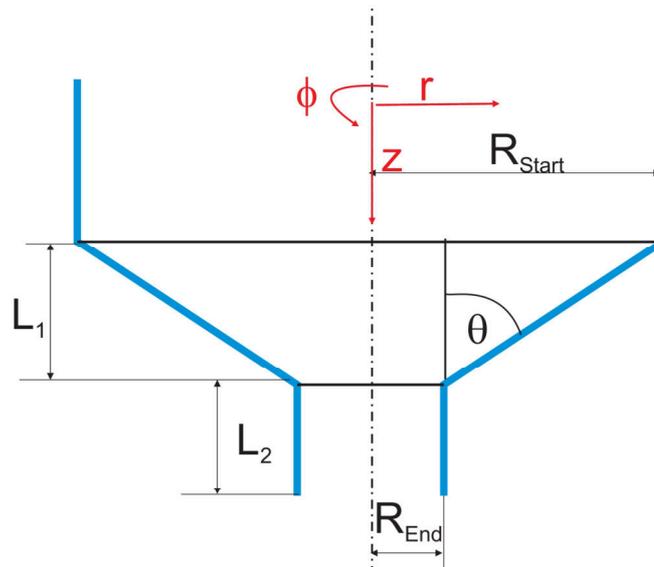


Abbildung 15: Geometrie der betrachteten konischen Düse (analog zu Abb. 14)

θ halber Düsenöffnungswinkel in $^\circ$

L_1 Länge des Einlaufkonus in m

L_2 Länge der Düsenkapillare in m

Dabei ist zu beachten, dass L_1 und θ keine voneinander unabhängigen Größen darstellen. In dieser Arbeit wird der Winkel festgesetzt und die Länge L_1 ergibt sich aus den geometrischen Zusammenhängen.

3. Theoretische Grundlagen

3.4.2 Strömungsfeld

Eine analytische Beschreibung des Strömungsfelds der in Abb. 15 dargestellten konischen Düse gestaltet sich nicht trivial. Aus diesem Grunde müssen vereinfachende Annahmen getroffen werden. Es kann davon ausgegangen werden, dass vor der Düse und hinter der Düse ein ausgeprägtes Strömungsprofil [1] mit der in Gl. 21 (S. 27) beschriebenen Geschwindigkeitsverteilung herrscht. Diese Annahme setzt voraus, dass sich die Scherviskosität des Fluids gemäß dem Potenzgesetz nach Oswald und de Waele (Gl. 28; analog zu Gl. 19, S. 26) verhält.

$$\eta_S = a_{TS} \cdot K_S \cdot \dot{\gamma}^{n_S-1} \quad (28)$$

Die Temperaturverschiebung wird mittels Arrheniusansatz (Gl. 8, S. 19) durchgeführt. Der konische Teil der Düse wird in infinitesimal kleine Segmente unterteilt (vgl. Abb. 16).

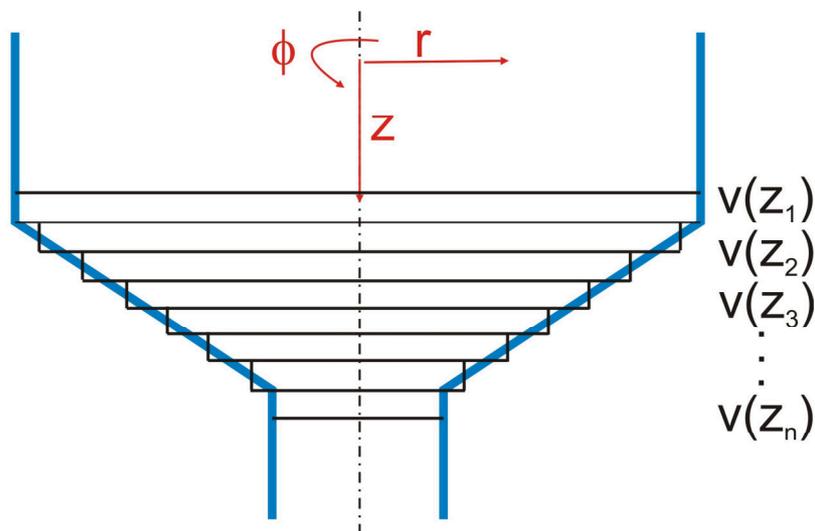


Abbildung 16: Diskretisierung der Düse in unterschiedlich große Scheibchen über die Düsenlänge

Innerhalb dieser Segmente wird wiederum eine Rohrströmung, wie in Gl. 21 (S. 27) angenommen. Diese Annahme wird, wie schon erwähnt, als „lubrication approximation“ bezeichnet. Streng genommen gilt diese nur bei kleinen Düsenwinkeln. Der Grund dafür ist, dass Dehneffekte bei größeren Winkeln Einfluss auf das Geschwindigkeitsprofil haben. Da es sich bei dem hier entwickelten Modell um eine ingenieurtechnische Näherungslösung handelt, wird sie dennoch verwendet. Um das vollständige Geschwindigkeitsprofil aufstellen zu können, wird die Masseerhaltung [14] in Zylinderkoordinaten herangezogen.

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \frac{1}{r} \cdot \frac{\partial}{\partial r} \cdot (\rho \cdot r \cdot v_r) + \frac{1}{r} \cdot \frac{\partial}{\partial \phi} \cdot (\rho \cdot v_\phi) + \frac{\partial}{\partial z} \cdot (\rho \cdot v_z) = 0 \quad (29)$$

Folgende Vereinfachungen können hier getroffen werden:

3. Theoretische Grundlagen

- Stationäre Strömung ($\frac{\partial \rho}{\partial t} = 0$)
- Inkompressibilität $\rho = \text{konstant}$
- $v_\theta = 0$, Die Strömung zirkuliert im Einlauf nicht.

Damit vereinfacht sich Gl. 29 zu

$$\frac{1}{r} \cdot \frac{\partial}{\partial r} \cdot (r \cdot v_r) + \frac{\partial}{\partial z} \cdot (v_z) = 0 \quad (30)$$

Aus diesem Zusammenhang kann nun die radiale Geschwindigkeitskomponente (Gl. 31) bestimmt werden.

$$v_r = \frac{1 + 3 \cdot n_s}{1 + n_s} \cdot \frac{\dot{V} \cdot r}{R^3 \cdot \pi} \cdot \left(1 - \left(\frac{r}{R} \right)^{\frac{1+n_s}{n_s}} \right) \cdot \frac{dR}{dz} \quad (31)$$

Die Geometrie der Düse wird mit Gl. 32 beschrieben.

$$R(z) = R_{\text{Start}} - \tan(\theta) \cdot z \quad (32)$$

Davon kann die erste Ableitung gebildet werden.

$$\frac{dR(z)}{dz} = -\tan(\theta) \quad (33)$$

Somit ist das radiale Geschwindigkeitsprofil mit Gl. 34 gegeben.

$$v_r = -\frac{1 + 3 \cdot n_s}{1 + n_s} \cdot \frac{\dot{V} \cdot r \cdot \tan \theta}{R^3 \cdot \pi} \cdot \left(1 - \left(\frac{r}{R} \right)^{\frac{1+n_s}{n_s}} \right) \quad (34)$$

Als nächster Schritt wird der Deformationstensor aufgestellt

$$\underline{\underline{D}} = \frac{1}{2} \cdot (\nabla v + \nabla v^T) \quad (35)$$

D Deformationstensor in s^{-1}

Mit

$$v = \begin{pmatrix} v_r \\ v_\phi \\ v_z \end{pmatrix}, \nabla = \left(\frac{\partial}{\partial r} \quad \frac{1}{r} \cdot \frac{\partial}{\partial \phi} \quad \frac{\partial}{\partial z} \right) \text{ und } v_\phi = 0 \quad (36)$$

ergibt sich der Deformationstensor zu Gl. 37.

3. Theoretische Grundlagen

$$\underline{\underline{D}} = \begin{pmatrix} \frac{\partial v_r}{\partial r} & 0 & \frac{1}{2} \cdot \left(\frac{\partial v_r}{\partial z} + \frac{\partial v_z}{\partial r} \right) \\ 0 & \frac{v_r}{r} & 0 \\ \frac{1}{2} \cdot \left(\frac{\partial v_r}{\partial z} + \frac{\partial v_z}{\partial r} \right) & 0 & \frac{\partial v_z}{\partial z} \end{pmatrix} \quad (37)$$

Der Spannungstensor ist in Gl. 38 dargestellt.

$$\underline{\underline{T}} = \begin{pmatrix} \tau_{rr} & 0 & \tau_{rz} \\ 0 & \tau_{\phi\phi} & 0 \\ \tau_{rz} & 0 & \tau_{zz} \end{pmatrix} \quad (38)$$

$\underline{\underline{T}}$ Spannungstensor in $N \cdot m^{-2}$

Um den Deformationstensor (Gl. 37) zu vervollständigen, müssen die jeweiligen Ableitungen der Geschwindigkeitsfunktionen gebildet werden (Gl. 39 bis 43).

$$\frac{\partial v_z}{\partial r} = \dot{\gamma}_{zr} = \frac{3 \cdot n_s + 1}{n_s} \cdot \frac{\dot{V}}{\pi \cdot R^3} \cdot \left(\frac{r}{R} \right)^{\frac{1}{n_s}} \quad (39)$$

$$\frac{\partial v_r}{\partial z} = \dot{\gamma}_{rz} = 0, \text{ weil } \frac{d^2 R}{dr^2} = 0 \quad (40)$$

$$\frac{\partial v_r}{\partial r} = \dot{\epsilon}_{rr} = \frac{3 \cdot n_s + 1}{n_s + 1} \cdot \frac{\dot{V}}{\pi \cdot R^3} \cdot \left[1 - \left(\frac{2 \cdot n_s + 1}{n_s} \right) \cdot \left(\frac{r}{R} \right)^{\frac{1+n_s}{n_s}} \right] \cdot (-\tan \theta) \quad (41)$$

$$\frac{v_r}{r} = \dot{\epsilon}_{\phi\phi} = \frac{1 + 3 \cdot n_s}{1 + n_s} \cdot \frac{\dot{V}}{R^3 \cdot \pi} \cdot \left(1 - \left(\frac{r}{R} \right)^{\frac{1+n_s}{n_s}} \right) \cdot (-\tan \theta) \quad (42)$$

$$\frac{\partial v_z}{\partial z} = \dot{\epsilon}_{zz} = \frac{3 \cdot n_s + 1}{n_s + 1} \cdot \frac{\dot{V}}{R^3 \cdot \pi} \cdot \left[\frac{3 \cdot n_s + 1}{n} \cdot \left(\frac{r}{R} \right)^{\frac{1+n_s}{n_s}} - 2 \right] \cdot (-\tan \theta) \quad (43)$$

3.4.3 Randbedingungen des Strömungsfelds

Abb. 17 zeigt eine Visualisierung der Einlaufströmung der Kautschukmischung NBR 2 (Zusammensetzung siehe Kap. 5.1, S. 68) in das Hochdruckkapillarrheometer bei drei unterschiedlichen Kolbengeschwindigkeiten (v_K). Der beobachtete Strömungslinienverlauf war dem Typus nach in dem mittels HKR untersuchten Bereich unabhängig von der Strömungsgeschwindigkeit [49]. Die Arbeitsanweisung für die Erstellung entsprechender Strömungsbilder ist in Kap. 5.3 (S. 81) beschrieben.

3. Theoretische Grundlagen



Abbildung 17: Visualisierung der Einlaufströmung ins HKR für die Mischung NBR 2, Links: $v_K = 2,5 \text{ mm/s}$, Mitte: $v_K = 10 \text{ mm/s}$, Rechts: $v_K = 17,5 \text{ mm/s}$ [49]

In Abb. 18 sind weitere Visualisierungen dargestellt, wobei unterschiedliche Einlaufwinkel untersucht wurden. Auf der rechten Seite des Bilds ist zu sehen, wie sich die Strömungslinien der Düsengeometrie anpassen, und es bei 30° zu so gut wie keinen Todstellen kommt. In diesem Fall kann zur Beschreibung der Strömungslinien der Öffnungswinkel der Diskretisierung (in Abb. 15, S. 32) gleich dem Düsenwinkel gesetzt werden. Bei größeren Öffnungswinkeln, wie z.B. auf der linken Seite von Abb 18, kann so nicht vorgegangen werden, da sich in den Ecken klar sichtbare Todstellen ergeben. Würde man den Düsenwinkel rechnerisch auf 90° setzen, entstünde eine unendlich hohe Dehngeschwindigkeit kurz vor Beginn der Kapillare. Dies würde die Realität nicht richtig abbilden.

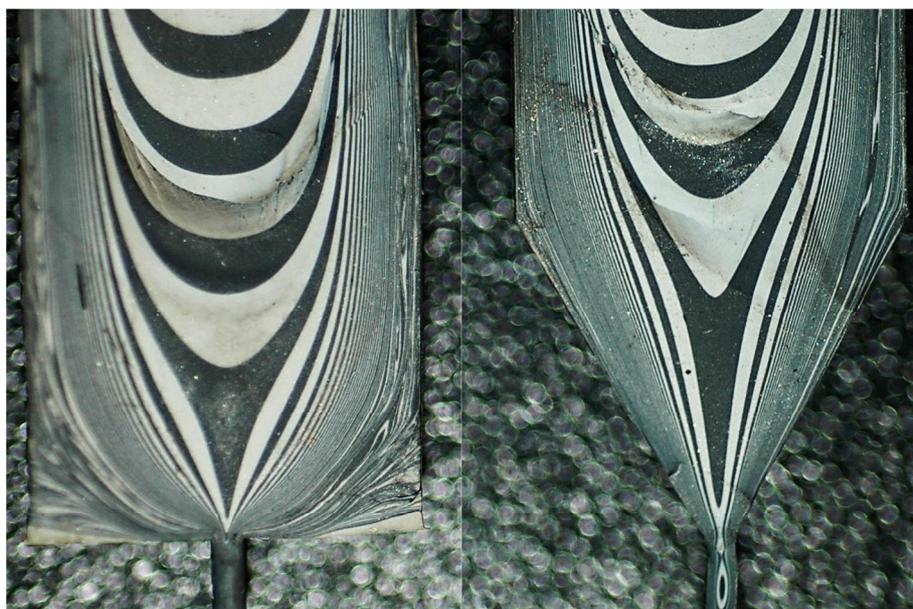


Abbildung 18: Visualisierung der Einlaufströmung ins HKR für die Mischung NBR 2, Links: $\theta=90^\circ$, Rechts: $\theta=30^\circ$, $v_K 10 \text{ mm/s}$, [49]

3. Theoretische Grundlagen

Somit muss zunächst der Winkel bestimmt werden, bis zu dem sich die Strömung der Düse anpasst, ohne Todstellen zu bilden. Dieser Winkel wird in Folge als „Grenzwinkel“ bezeichnet. In Abb. 19 ist ein optischer Vergleich des Grenzwinkels von 45° mit der entsprechenden Strömungsvisualisierung dargestellt. Ein deutlicher Anstieg der Konturliniendichte außerhalb des gewählten Winkels ist erkennbar, was auf ein Abnehmen der Fließgeschwindigkeit schließen lässt. In der Mitte des Querschnitts zeigen sich hohe Fließgeschwindigkeiten durch hohe Schichtdicken.

Das hier gezeigte Strömungsbild ist repräsentativ für gefüllte Kautschukmischungen. Ist Wandhaftung gegeben, wie in [49] für die meisten untersuchten Mischungen vorliegend, wurde ein Strömungsbild analog zu Abb. 19 festgestellt.

Aufgrund der gebogenen Strömungslinien ist die Annahme eines Grenzwinkels von 45° eine grobe Vereinfachung des Strömungsbilds, die sich jedoch in der rechnerischen Anwendung bewährt hat (vgl. Kap. 6.2.1, S. 137). Weiters stützen auch die Ergebnisse der Massetemperatur- und Druckverlustmessung (Kap. 6.2, S. 133) diese These. Man sieht hier eine Änderung des Druckverlusts und der Temperaturerhöhung über den Düsenwinkel, jedoch nur für Winkel $< 45^\circ$. Bei höheren Winkeln ändert sich der gemessene Wert nicht mehr. Dies deutet darauf hin, dass sich die Strömung in der Düse der Düsenform anpasst, sich jedoch ab einem Düsenwinkel von 45° erste kleine Todstellen bilden dürften. Damit dürfte mit diesem Einlaufwinkel der energetisch günstigste Strömungsverlauf für das Material erreicht werden.

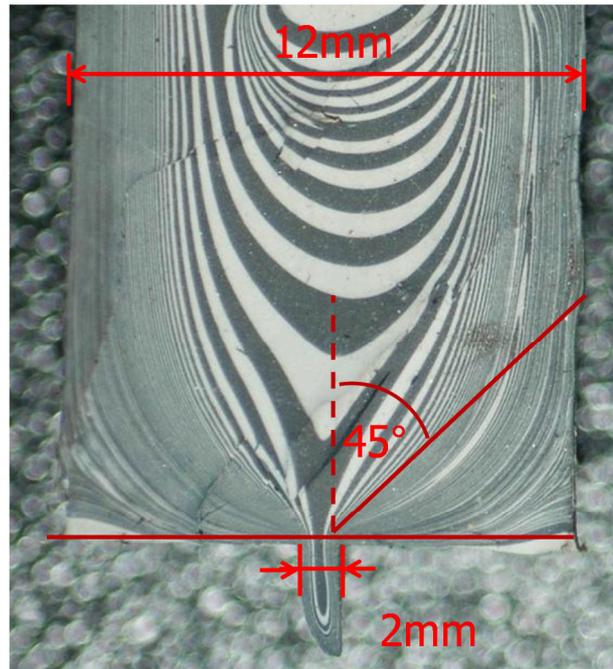


Abbildung 19: Bestimmung des Grenzwinkels aus dem Visualisierungsversuch [49], Material: NBR 2, Stempelgeschwindigkeit: 2,5 mm/s

3. Theoretische Grundlagen

3.4.3.1 Physikalische Erklärung für den Grenzwinkel von 45°

Eine mögliche Interpretation des erhaltenen Grenzwinkels kann über den Mohr'schen Spannungskreis (Abb. 20) erfolgen. Dieser beschreibt den Zusammenhang von Schub- und Normalspannungen im ebenen Spannungszustand über die Hauptspannungen. Der formelmäßige Zusammenhang ist in Gl. 44 beschrieben.

$$\sigma_{1,2} = \frac{1}{2}(\sigma_{xx} + \sigma_{yy}) \pm \sqrt{\left(\frac{\sigma_{xx} - \sigma_{yy}}{2}\right)^2 + \tau_{xy}^2} \quad (44)$$

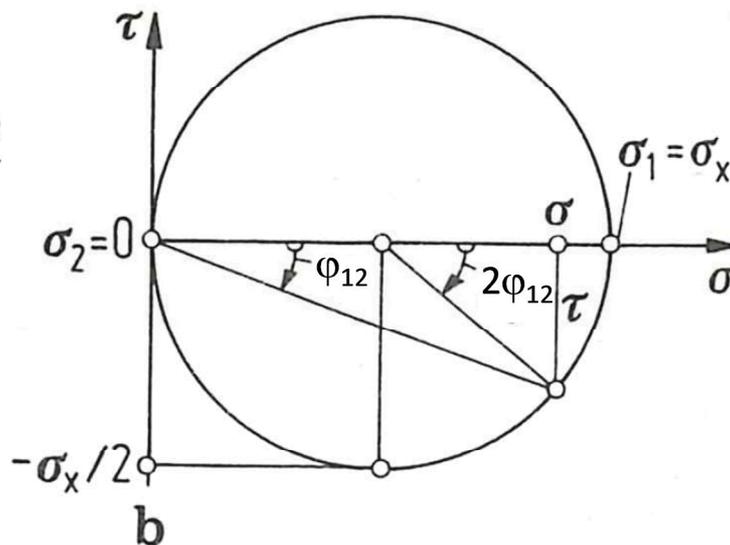


Abbildung 20: Mohr'scher Spannungskreis [24]

Für den Winkel ($\varphi_{1,2}$) zwischen der Hauptspannung und der betrachteten Spannung ist der formelmäßige Zusammenhang in Gl. 45 beschrieben.

$$\tan(2 \cdot \varphi_{1,2}) = \frac{2 \cdot \tau_{xy}}{\sigma_{xx} - \sigma_{yy}} \quad (45)$$

Bei der Betrachtung der Strömungssituation in der konischen Düse kann man die Schubspannungen als Scherspannungen, sowie die Normalspannungen als Dehnspannungen interpretieren. Betrachtet man nun Gl. 45 erneut, so sieht man, dass die auftretenden Spannungen bei einem Winkel von $\varphi_{1,2} = 45^\circ$ ein Maximum erreichen. An dieser Stelle tritt eine Singularität der Spannungen auf. Dies ist gleichbedeutend mit der Randbedingung „Wandhaften“. Aus dieser Überlegung heraus wurde die in Abb. 21 angedeutete Diskretisierung des Einlaufbereichs gewählt. Der Grenzwinkel entspricht dem Düsenwinkel, darf jedoch nicht größer als 45° werden.

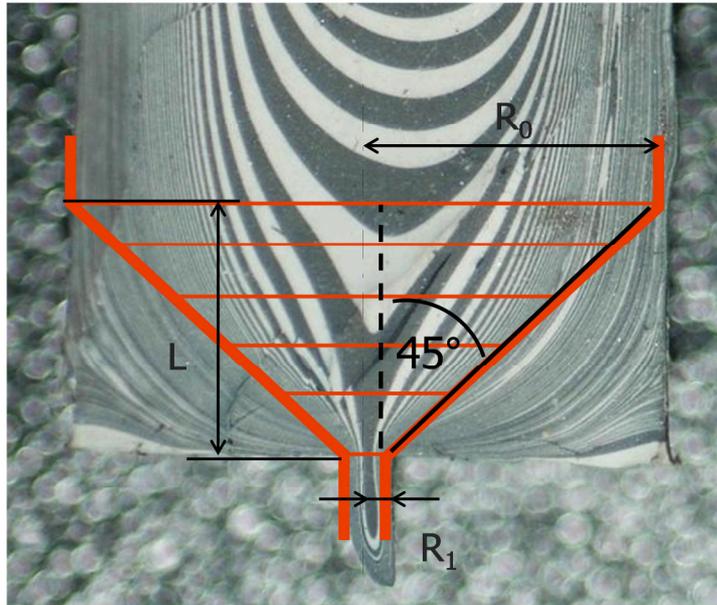


Abbildung 21: Diskretisierung der Einlaufströmung (Foto aus [49])

3.4.4 Thermische Randbedingungen

Die thermischen Rahmenbedingungen zwischen dem strömenden Material und der Düsenwand sind wesentlich für die Temperaturentwicklung entlang der Düse. Als strömungstechnische Kennzahl dient hier die Graetzzahl für den Kreisquerschnitt Gl. 46 (entspricht der Inversen der Cameronzahl aus [1]).

$$\text{Gr} = \frac{\rho \cdot c_p \cdot \bar{v} \cdot R^2}{\lambda \cdot L} \quad (46)$$

Gr Graetzzahl, dimensionslos

\bar{v} Durchschnittliche Geschwindigkeit in $\text{m} \cdot \text{s}^{-3}$

Diese Kennzahl beschreibt das Verhältnis des konvektiven Wärmetransports zur Wärmeleitung quer zur Fließrichtung.

Für die Länge L kann die Konuslänge L_1 eingesetzt werden. Die Materialkennwerte für das Versuchsmaterial SBR (Kap. 6.1, S. 115) wurden in dieser Berechnung eingesetzt. Der Radius ist durch den Verlauf des Konus variabel. Unter Einsetzen der durchschnittlichen Geschwindigkeit (Gl. 47)

$$\bar{v} = \frac{\dot{V}}{R^2 \cdot \pi} \quad (47)$$

kann der Radius aus der Gleichung für die Graetzzahl eliminiert werden.

$$\text{Gr} = \frac{\rho \cdot c_p \cdot \dot{V}}{\lambda \cdot L_1 \cdot \pi} \quad (48)$$

3. Theoretische Grundlagen

Die Ergebnisse der Graetzzahl können wie in Tab. 4 dargestellt interpretiert werden.

Tabelle 4: Bereiche der unterschiedlichen thermischen Zustände einer Strömung anhand der Graetzzahl

$Gr > 100$	adiabater Bereich
$100 > Gr > 1$	Übergangsbereich
$Gr < 1$	voll entwickeltes Temperaturprofil

Von den in praktischen Versuchen (vgl. Kap. 5.4, S. 83; Kap. 5.5, S. 95) untersuchten Düsen ist anzunehmen, dass die Düse mit 20° Düsenwinkel im Verhältnis zu den übrigen Düsen den größten Anteil an Wärmeleitung aufweist. Sie ist am längsten und weist die größte Kontaktfläche zur Kautschukmischung auf. Aus diesem Grund wird sie zur Überprüfung der thermischen Verhältnisse herangezogen. Die Volumenströme für die Berechnung der Graetzzahl wurden den in Abb. 93 (S. 134) dargestellten Versuchen entnommen. Diese Werte entsprechen dem unteren bis mittleren Spritzgeschwindigkeitsbereich der verwendeten Kautschukspritzgießmaschine.

Tabelle 5: Graetzzahlen der Düse bei den in Abb. 93 (S. 134) dargestellten Versuchen

Volumenstrom ($\text{cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}$)	Graetzzahl
6,63	682
11,04	1136
15,46	1590
17,67	1818
22,09	2272

Die Berechnungen in Tab. 5 zeigen, dass für die Bildung eines Modells für die Temperaturentwicklung einer konischen Düse im Spritzgießbereich von adiabaten Verhältnissen ausgegangen werden kann.

3.4.5 Lösung der Energiegleichung

Zur Ermittlung der Temperaturerhöhung wird die Energiegleichung (Gl. 1) für die im Material dissipierte Energie aufgestellt.

Folgende Vereinfachungen werden weiters getroffen:

- Es wird von einer stationären Strömung ausgegangen. Damit wird das Anfahren und Abstoppen der Spritzeinheit vernachlässigt.
- Die Kompressionserwärmung wird vernachlässigt, da sie zwar vor der Düse bei der Kompression des Materials eingebracht wird, jedoch bei Verlassen der Düse infolge des Druckabbaus wieder verloren geht.

3. Theoretische Grundlagen

- Während des Einspritzvorgangs wird von adiabaten Verhältnissen ausgegangen (vgl. Kap. 3.4.4, S. 39). Damit kann der Wärmeleitungsterm null gesetzt werden.
- Die Exothermie der chemischen Vernetzung kann bei der Verarbeitung von Kautschukmischungen eine Rolle spielen. Jedoch darf während des Einspritzens noch keine Vernetzung des Materials auftreten, da sonst die Prozessstabilität nicht gegeben ist. Somit werden die inneren Wärmequellen vernachlässigt.
- Die Wärmekapazität bei konstantem Volumen (c_v) wird durch die Wärmekapazität bei konstantem Druck (c_p) ersetzt. Diese Vorgangsweise ist üblich, da die volumenskonstante Wärmekapazität messtechnisch schwer zugänglich ist. Der durch diese Vereinfachung verursachte Fehler wird allgemein auf ca. 10% geschätzt.

Somit ergibt sich die vereinfachte Energiegleichung zu Gl. 49.

$$\underbrace{\rho c_p \left(\frac{\partial T}{\partial t} \right)}_{(1) \text{ Energieinhalt der betrachteten Masse}} = \underbrace{\tau_{zr} \left(\frac{\partial v_z}{\partial r} + \frac{\partial v_r}{\partial z} \right)}_{(2) \text{ Schererwärmung}} + \underbrace{\tau_{rr} \frac{\partial v_r}{\partial r}}_{(3) \text{ Dehnerwärmung in r}} + \underbrace{\tau_{\phi\phi} \frac{v_r}{r}}_{(4) \text{ Dehnerwärmung in } \phi} + \underbrace{\tau_{zz} \frac{\partial v_z}{\partial z}}_{(5) \text{ Dehnerwärmung in z}} \quad (49)$$

In Folge werden die Terme auf der rechten Seite der Gleichung einzeln behandelt. Die Beiträge zur Temperaturerhöhung können am Ende wieder addiert werden.

Term 2: Schererwärmung

Die Gleichung für die Schererwärmung (Gl. 50)

$$\rho \cdot c_p \cdot \left(\frac{\partial T}{\partial t} \right) = \tau_{zr} \left(\frac{\partial v_z}{\partial r} + \frac{\partial v_r}{\partial z} \right) \quad (50)$$

vereinfacht sich durch Gl. 40 (S. 35) und mit der Einführung des Potenzansatzes für die Scherviskosität (Gl. 51).

$$\tau_{zr} = \eta_s \cdot \dot{\gamma}_{zr} \quad \text{und} \quad \eta_s = a_{TS} \cdot K_s \cdot \dot{\gamma}_{zr}^{n_s-1} \quad (51)$$

Für den Schererwärmungsanteil der Energiegleichung ergibt sich unter Umwandlung der Differenziale in Differenzen Gl. 52.

$$\rho \cdot c_p \cdot \left(\frac{\Delta T_{\text{Scher}}}{\Delta t} \right) = a_{TS} \cdot K_s \cdot \dot{\gamma}_z^{n_s+1} \quad (52)$$

ΔT_{Scher}

Schererwärmung in K

Weiters werden die Gl. 39 und 40 (S. 35) eingesetzt.

3. Theoretische Grundlagen

$$\Delta T_{\text{Scher}} = \frac{\Delta t \cdot a_{\text{TS}} \cdot K_S}{\rho \cdot c_p} \cdot \left(\frac{3 \cdot n_s + 1}{n_s} \right)^{n_s+1} \cdot \left(\frac{\dot{V}}{\pi \cdot R^2} \right)^{n_s+1} \cdot \left(\frac{r}{R} \right)^{\frac{n_s+1}{n_s}} \quad (53)$$

Term 3: Dehnerwärmung in r-Richtung

Zunächst wird der Potenzansatz für die Dehnaviskosität eingeführt,

$$\tau_{rr} = \eta_E \cdot \dot{\epsilon}_{rr} \quad \text{und} \quad \eta_E = a_{\text{TE}} \cdot K_E \cdot \dot{\epsilon}_{rr}^{n_E-1} \quad (54)$$

$$\rho \cdot c_p \cdot \left(\frac{\Delta T_{r\text{-Dehn}}}{\Delta t} \right) = a_{\text{TE}} \cdot K_E \cdot \dot{\epsilon}_{rr}^{n_E+1} \quad (55)$$

$\Delta T_{r\text{-Dehn}}$ Dehnerwärmung in r-Richtung in K

a_{TE} Temperaturverschiebungsfaktor für die Dehnaviskosität, dimensionslos

und umgeformt. Dadurch ergibt sich die Gleichung für die Dehnerwärmung in r-Richtung.

$$\Delta T_{r\text{-Dehn}} = \frac{\Delta t \cdot a_{\text{TE}} \cdot K_E}{\rho \cdot c_p} \cdot \left(\frac{3 \cdot n_s + 1}{n_s + 1} \right)^{n_E+1} \cdot \left(\frac{\dot{V}}{\pi \cdot R^3} \right)^{n_E+1} \cdot \left[1 - \left(\frac{2 \cdot n_s + 1}{n_s} \right) \cdot \left(\frac{r}{R} \right)^{\frac{n_s+1}{n_s}} \right]^{n_E+1} \cdot (-\tan \theta)^{n_E+1} \quad (56)$$

Term 4: Dehnerwärmung in ϕ -Richtung

In ϕ -Richtung wird analog verfahren.

$$\tau_{\phi\phi} = \eta_E \cdot \dot{\epsilon}_{\phi\phi} \quad \text{und} \quad \eta_E = a_{\text{TE}} \cdot K_E \cdot \dot{\epsilon}_{\phi\phi}^{n_E-1} \quad (57)$$

$$\rho \cdot c_p \cdot \left(\frac{\Delta T_{\phi\text{-Dehn}}}{\Delta t} \right) = a_{\text{TE}} \cdot K_E \cdot \dot{\epsilon}_{\phi\phi}^{n_E+1} \quad (58)$$

$$\Delta T_{\phi\text{-Dehn}} = \frac{\Delta t \cdot a_{\text{TE}} \cdot K_E}{\rho \cdot c_p} \cdot \left(\frac{3 \cdot n_s + 1}{n_s + 1} \right)^{n_E+1} \cdot \left(\frac{\dot{V}}{\pi \cdot R^3} \right)^{n_E+1} \cdot \left[1 - \left(\frac{r}{R} \right)^{\frac{n_s+1}{n_s}} \right]^{n_E+1} \cdot (-\tan \theta)^{n_E+1} \quad (59)$$

$\Delta T_{\phi\text{-Dehn}}$ Dehnerwärmung in ϕ -Richtung in K

3. Theoretische Grundlagen

Term 5: Dehnerwärmung in z-Richtung

In z-Richtung wird ebenfalls analog vorgegangen.

$$\tau_{zz} = \eta_E \cdot \dot{\epsilon}_{zz} \text{ und } \eta_E = a_{TE} \cdot K_E \cdot \dot{\epsilon}_{zz}^{n_E-1} \quad (60)$$

$$\rho \cdot c_p \cdot \left(\frac{\Delta T_{z\text{-Dehn}}}{\Delta t} \right) = a_{TE} \cdot K_E \cdot \dot{\epsilon}_{zz}^{n_E+1} \quad (61)$$

$$\Delta T_{z\text{-Dehn}} = \frac{\Delta t \cdot a_{TE} \cdot K_E}{\rho \cdot c_p} \cdot \left(\frac{3 \cdot n_s + 1}{n_s + 1} \right)^{n_E+1} \cdot \left(\frac{\dot{V}}{\pi \cdot R^3} \right)^{n_E+1} \cdot \left[\left(\frac{3 \cdot n_s + 1}{n_s} \right) \cdot \left(\frac{r}{R} \right)^{\frac{n_s+1}{n_s}} - 2 \right]^{n_E+1} \cdot (-\tan \theta)^{n_E+1} \quad (62)$$

$\Delta T_{z\text{-Dehn}}$ Dehnerwärmung in ϕ -Richtung in K

Daraus ergibt sich die Gesamterwärmung zu

$$\Delta T_{\text{Gesamt}} = \Delta T_{\text{Scher}} + \Delta T_{r\text{-Dehn}} + \Delta T_{\phi\text{-Dehn}} + \Delta T_{z\text{-Dehn}} \quad (63)$$

ΔT_{Gesamt} Gesamte Temperaturerhöhung in der Düse in K

3.4.6 Vereinfachte Formeln zur Verwendung im Berechnungsprogramm

Zur Verwendung im Berechnungsprogramm werden vereinfachte Formeln für jedes einzelne Scheibchen der in Abb. 21 (S. 39) dargestellten Diskretisierung benötigt. Dazu muss eine Mittelung der auftretenden Scher- und Dehngeschwindigkeit in die r-Richtung durchgeführt werden, da eine Unterteilung der Düse in eine weitere Raumrichtung die Möglichkeiten der Umsetzung in Microsoft Excel übersteigt. In einem nächsten Entwicklungsschritt wäre es möglich, das Berechnungsmodell in einer 3D-Strömungssimulation wie beispielsweise OpenFoam geschlossen, ohne Mittelung, umzusetzen.

3.4.6.1 Schererwärmung

Zunächst wird die Schergeschwindigkeit über die r-Koordinate gemittelt. Dies ergibt für die Gl. 39 und 40 (S. 35):

$$\bar{\dot{\gamma}}_{zr} = \frac{3 \cdot n_s + 1}{2 \cdot n_s + 1} \cdot \frac{2 \cdot \dot{V}}{\pi \cdot R^3} \quad (64),$$

$$\bar{\dot{\gamma}}_{rz} = 0 \quad (65)$$

3. Theoretische Grundlagen

Die aktuelle Scherviskosität ist durch den Potenzansatz (Gl. 51, S. 41) unter Kenntnis der aktuellen Temperatur und Schergeschwindigkeit beschrieben.

Die Temperaturerhöhung kann aus dem Schererwärmungsterm in Gl. 49 unter Einsetzen der Gl. 39 und 51 und der Substitution von Differenzialen durch Differenzen ermittelt werden (Gl. 66). Dabei ergibt sich der Zeitabschnitt Δt aus der Scheibchenlänge und der aktuellen Fließgeschwindigkeit.

$$\Delta T_{\text{Scher}} = \frac{\eta_s \cdot \dot{\gamma}^2}{\rho \cdot c_p} \cdot \Delta t \quad (66)$$

Δt Zeitabschnitt zwischen 2 Elementen in s

Der Druckverlust kann mit Gl. 67 unter Annahme adiabater Verhältnisse (analog zu Gl. 2) berechnet werden.

$$\Delta p_{\text{Scher}} = \eta_s \cdot \dot{\gamma}^2 \cdot \Delta t \quad (67)$$

3.4.6.2 Dehnerwärmung in r-Richtung

Die Mittelung der Dehngeschwindigkeit in die r-Richtung ($\dot{\epsilon}_{rr}$, Gl. 41, S. 35) gestaltet sich etwas schwieriger, da hier auch negative Dehnungen auftreten (vgl. Abb. 22). Diese würden sich bei einer Mittelung mit den positiven Werten aufheben und zu einer Unterschätzung der Dissipation führen. Somit muss der Betrag der Dehngeschwindigkeit in der Berechnung verwendet werden. Zu diesem Zweck werden die Bereiche vor und nach dem Nulldurchgang der Dehngeschwindigkeit getrennt gemittelt.

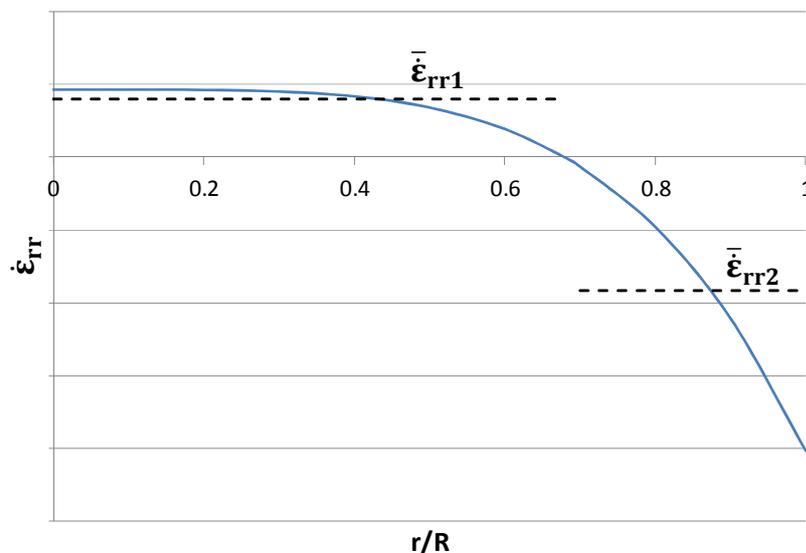


Abbildung 22: Verlauf der Dehngeschwindigkeit in r-Richtung über den normierten Radius; gestrichelte Linien: in zwei Abschnitten gemittelte Dehngeschwindigkeit

3. Theoretische Grundlagen

Der Nulldurchgang ist nach Gl. 68 gegeben.

$$\dot{\varepsilon}_{rr} = 0 \text{ bei } \frac{r}{R} = \left(\frac{n_s}{2 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{n_s}{1+n_s}} \quad (68)$$

Damit kann die Dehngeschwindigkeit $\dot{\varepsilon}_{rr}$ in 2 getrennten Abschnitten gemittelt werden (Gl. 69 bis 74). Zunächst wird der innere Bereich betrachtet (Gl. 69).

$$\begin{aligned} \bar{\dot{\varepsilon}}_{rr1} \cdot R^2 \cdot \left(\frac{n_s}{2 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{2 \cdot n_s}{1+n_s}} \cdot \pi = \\ \int_0^{R \cdot \left(\frac{n_s}{2 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{n_s}{1+n_s}}} \frac{3 \cdot n_s + 1}{n_s + 1} \cdot \frac{\dot{V} \cdot (-\tan \theta)}{\pi \cdot R^3} \cdot \left[1 - \left(\frac{2 \cdot n_s + 1}{n_s} \right) \cdot \left(\frac{r}{R} \right)^{\frac{1+n_s}{n_s}} \right] \cdot 2 \cdot \pi \cdot r \cdot dr \end{aligned} \quad (69)$$

Das Ergebnis ist in Gl. 70 gegeben und gilt im inneren Bereich (Definition in Gl. 71).

$$\bar{\dot{\varepsilon}}_{rr1} = \frac{\dot{V} \cdot (-\tan \theta)}{\pi \cdot R^3} \quad (70)$$

$$\bar{\dot{\varepsilon}}_{rr1} \text{ gilt für } r = 0 \text{ bis } r = R \cdot \left(\frac{n_s}{2 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{n_s}{1+n_s}} \quad (71)$$

Analog dazu wird im äußeren Abschnitt vorgegangen (Gl. 72 bis 74).

$$\begin{aligned} \bar{\dot{\varepsilon}}_{rr2} \cdot \left(R^2 - R^2 \cdot \left(\frac{n_s}{2 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{2 \cdot n_s}{1+n_s}} \right) \cdot \pi = \\ \int_{R \cdot \left(\frac{n_s}{2 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{n_s}{1+n_s}}}^R \frac{3 \cdot n_s + 1}{n_s + 1} \cdot \frac{\dot{V} \cdot (-\tan \theta)}{\pi \cdot R^3} \cdot \left[1 - \left(\frac{2 \cdot n_s + 1}{n_s} \right) \cdot \left(\frac{r}{R} \right)^{\frac{1+n_s}{n_s}} \right] \cdot 2 \cdot \pi \cdot r \cdot dr \end{aligned} \quad (72)$$

$$\bar{\dot{\varepsilon}}_{rr2} = \frac{\dot{V} \cdot \tan \theta}{\pi \cdot R^3} \cdot \frac{1 + \left(\frac{n_s}{2 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{2 \cdot n_s}{1+n_s}}}{\left(1 - \left(\frac{n_s}{2 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{2 \cdot n_s}{n_s + 1}} \right)} \quad (73)$$

$$\bar{\dot{\varepsilon}}_{rr2} \text{ gilt für } r = R \cdot \left(\frac{n_s}{2 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{n_s}{1+n_s}} \text{ bis } r = R \quad (74)$$

3. Theoretische Grundlagen

Die Zusammenführung der beiden Abschnitte wird in Gl. 75 vorgenommen. Dies führt zu einem verhältnismäßig einfachen Ausdruck für die Dehngeschwindigkeit in die r-Richtung (Gl. 76).

$$\bar{\dot{\epsilon}}_{rrges} \cdot R^2 \cdot \pi = |\bar{\dot{\epsilon}}_{rr1}| \cdot R^2 \cdot \left(\frac{n_s}{2 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{2 \cdot n_s}{1+n_s}} \cdot \pi + |\bar{\dot{\epsilon}}_{rr2}| \cdot \left(R^2 - R^2 \cdot \left(\frac{n_s}{2 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{2 \cdot n_s}{1+n_s}} \right) \cdot \pi \quad (75)$$

$$\bar{\dot{\epsilon}}_{rrges} = \frac{\dot{V} \cdot \tan \theta}{\pi \cdot R^3} \cdot \left(1 + 2 \cdot \left(\frac{n_s}{2 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{2 \cdot n_s}{1+n_s}} \right) \quad (76)$$

Die entsprechende Dehnaviskosität im jeweiligen Abschnitt kann aus dem selbst entwickelten Stoffgesetz (Gl. 91, S. 129) unter Kenntnis der aktuellen Temperatur und der Dehngeschwindigkeit bestimmt werden. Analog zu den Gl. 66 und 67 können die Temperaturerhöhung und der Druckabfall berechnet werden (Gl. 77 und 78).

$$\Delta T_{\text{Dehn-r}} = \frac{\eta_E \cdot \bar{\dot{\epsilon}}_{rrges}^2}{\rho \cdot c_p} \cdot \Delta t \quad (77)$$

$$\Delta p_{\text{Dehn-r}} = \eta_E \cdot \bar{\dot{\epsilon}}_{rrges}^2 \cdot \Delta t \quad (78)$$

3.4.6.3 Dehnerwärmung in ϕ -Richtung

Die mittlere Dehngeschwindigkeit ergibt sich aus Gl. 42 (S. 35).

$$\bar{\dot{\epsilon}}_{\phi\phi} = -\frac{\dot{V} \cdot \tan \theta}{\pi \cdot R^3} \quad (79)$$

Die weitere Berechnung des Druckverlusts ($\Delta p_{\text{Dehn-}\phi}$) und der Temperaturerhöhung ($\Delta T_{\text{Dehn-}\phi}$) erfolgt analog zu den Gl. 77 und 78.

3.4.6.4 Dehnerwärmung in z-Richtung

Wie bei $\dot{\epsilon}_r$ treten bei $\dot{\epsilon}_{zz}$ ebenfalls negative Werte auf. Zunächst wird auch hier der Nulldurchgang bestimmt. Es gilt:

$$\dot{\epsilon}_{zz} = 0 \text{ bei } \frac{r}{R} = \left(\frac{2 \cdot n_s}{3 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{n_s}{1+n_s}} \quad (80)$$

Die Funktion wird wieder in zwei Abschnitten gemittelt (Gl. 81 bis 86). Der innere Bereich (Grenzen in Gl. 82) ergibt:

3. Theoretische Grundlagen

$$\begin{aligned} \bar{\dot{\epsilon}}_{zz1} \cdot R^2 \cdot \left(\frac{2 \cdot n_s}{3 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{2 \cdot n_s}{1+n_s}} \cdot \pi = \\ \int_0^R \left(\frac{2 \cdot n_s}{3 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{n_s}{1+n_s}} \frac{3 \cdot n_s + 1}{n_s + 1} \cdot \frac{\dot{V} \cdot (-\tan \theta)}{\pi \cdot R^3} \cdot \left[\frac{3 \cdot n_s + 1}{n_s} \cdot \left(\frac{r}{R} \right)^{\frac{1+n_s}{n_s}} - 2 \right] \cdot 2 \cdot \pi \cdot r \cdot dr \end{aligned} \quad (81)$$

Mit dem Ergebnis in Gl. 82.

$$\bar{\dot{\epsilon}}_{zz1} = \frac{2 \cdot \dot{V} \cdot \tan \theta}{\pi \cdot R^3} \quad (82)$$

$$\bar{\dot{\epsilon}}_{zz1} \text{ gilt für } r = 0 \text{ bis } r = R \cdot \left(\frac{2 \cdot n_s}{3 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{n_s}{1+n_s}} \quad (83)$$

Analog dazu wird im äußeren Abschnitt vorgegangen (Gl. 84 bis 86).

$$\begin{aligned} \bar{\dot{\epsilon}}_{zz2} \cdot \left(R^2 - R^2 \cdot \left(\frac{2 \cdot n_s}{3 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{2 \cdot n_s}{1+n_s}} \right) \cdot \pi = \\ \int_{R \cdot \left(\frac{2 \cdot n_s}{3 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{n_s}{1+n_s}}}^R \frac{3 \cdot n_s + 1}{n_s + 1} \cdot \frac{\dot{V} \cdot (-\tan \theta)}{\pi \cdot R^3} \cdot \left[\frac{3 \cdot n_s + 1}{n_s} \cdot \left(\frac{r}{R} \right)^{\frac{1+n_s}{n_s}} - 2 \right] \cdot 2 \cdot \pi \cdot r \cdot dr \end{aligned} \quad (84)$$

$$\bar{\dot{\epsilon}}_{zz2} = \frac{2 \cdot \dot{V} \cdot (-\tan \theta)}{\pi \cdot R^3} \frac{\left(\frac{2 \cdot n_s}{3 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{2 \cdot n_s}{1+n_s}}}{\left(1 - \left(\frac{2 \cdot n_s}{3 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{2 \cdot n_s}{1+n_s}} \right)} \quad (85)$$

$$\bar{\dot{\epsilon}}_{zz2} \text{ gilt für } r = 0 \text{ bis } r = R \cdot \left(\frac{2 \cdot n_s}{3 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{n_s}{1+n_s}} \quad (86)$$

Durch Gewichtung der beiden Bereiche erhält man eine einfache Formel für die durchschnittliche Dehngeschwindigkeit in z-Richtung (Gl. 88; Zwischenschritt in Gl. 87).

$$\bar{\dot{\epsilon}}_{zzges} \cdot R^2 \cdot \pi = |\bar{\dot{\epsilon}}_{rr1}| \cdot R^2 \cdot \left(\frac{2 \cdot n_s}{3 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{2 \cdot n_s}{1+n_s}} \cdot \pi + |\bar{\dot{\epsilon}}_{rr2}| \cdot \left(R^2 - R^2 \cdot \left(\frac{2 \cdot n_s}{3 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{2 \cdot n_s}{1+n_s}} \right) \cdot \pi \quad (87)$$

3. Theoretische Grundlagen

$$\bar{\varepsilon}_{zzges} = \frac{4 \cdot \dot{V} \cdot \tan \theta}{\pi \cdot R^3} \cdot \left(\frac{2 \cdot n_s}{3 \cdot n_s + 1} \right)^{\frac{2 \cdot n_s}{1 + n_s}} \quad (88)$$

Die Ermittlung des Druckverlusts ($\Delta p_{\text{Dehn-z}}$) und der Temperaturerhöhung ($\Delta T_{\text{Dehn-z}}$) erfolgt analog zu den Gl. 77 und 78 (S. 46).

3.4.6.5 Gesamterwärmung in einem Düsenabschnitt

Analog zu Gl. 63 (S. 43) kann auch die Temperaturerhöhung in jedem einzelnen Düsenabschnitt (i) bestimmt werden.

$$\Delta T_i = \Delta T_{\text{Scher-i}} + \Delta T_{\text{r-Dehn-i}} + \Delta T_{\text{\phi-Dehn-i}} + \Delta T_{\text{z-Dehn-i}} \quad (89)$$

Die Temperaturerhöhung im gesamten Konus wird durch Aufsummierung der Abschnitte ermittelt.

$$\Delta T_{\text{Gesamt}} = \sum_{i=0}^{i=m} T_i \quad (90)$$

3.5 Bestimmung der Dehnviskosität am Hochdruckkapillarrheometer

Basierend auf dem im letzten Abschnitt (Kap. 3.4, S. 32) vorgestellten analytischen Modell wurde eine neue Auswertemethode für die HKR-Messung entwickelt. Zur Auswertung wird die Einlaufgeometrie, wie in Abb. 15 (S. 32) dargestellt, mit einem Grenzwinkel von 45° diskretisiert. Der Einlaufkegel wird in 1.000 Abschnitte der Länge nach unterteilt. Abb. 23 illustriert die Durchführung der Berechnungsmethode. Die einzelnen Schritte sind im Text erläutert.

Abschnitt 1: Startwert für Scherviskosität

Um die rechnerische Auswertung des HKR-Versuchs zu beginnen, wird die Scherviskositätsfunktion des Materials, beschrieben mit dem Potenzansatz, vorausgesetzt. Diese Daten wurden vorher mit der in Kap. 3.2 (S. 14) beschriebenen Methode auf die korrekte Massetemperatur hin korrigiert. Es empfiehlt sich, hier als Startwert für die Dehnviskosität die Scherviskosität anzugeben.

3. Theoretische Grundlagen

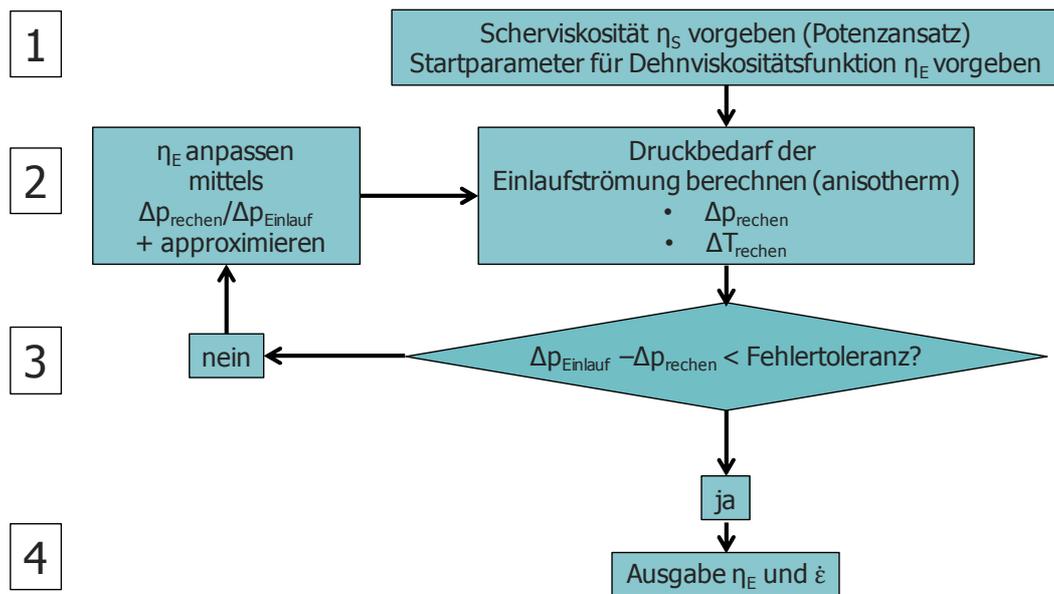


Abbildung 23: Ablaufdiagramm für die Ermittlung der Dehnviskosität; Nummerierung wird im Text erläutert

Die Dehnviskosität wird mit dem selbst gewählten additiven Potenzansatz nach Gl. 91 beschrieben.

$$\eta_E = a_{TE1} \cdot K_{E1} \cdot \dot{\epsilon}^{n_{E1}-1} + a_{TE2} \cdot K_{E2} \cdot \dot{\epsilon}^{n_{E2}-1} \quad (91)$$

$a_{TE1,2}$ Temperaturverschiebungsfaktoren für die Dehnviskosität, Index 1 für den abfallenden Bereich der Dehnviskosität, Index 2 für den ansteigenden Bereich der Dehnviskosität, dimensionslos

$K_{E1,2}$ Parameter des neuen additiven Potenzansatzes für die Dehnviskosität in Pa·sⁿ

$n_{E1,2}$ Parameter des neuen additiven Potenzansatzes für die Dehnviskosität, dimensionslos

Abb. 24 zeigt den schematischen Verlauf des additiven Potenzansatzes im Vergleich zu den einzelnen Ansätzen. Im Bereich niedrigerer Dehngeschwindigkeiten dominiert der erste Potenzansatz, welcher ein strukturviskoses Abfallen der Viskositätswerte beschreibt. Im Übergangsbereich kommt es zu einem Minimum. Durch die Überlappung der beiden Ansätze erreicht man eine Krümmung der Funktion, wodurch eine Unstetigkeit verhindert wird. Bei höheren Dehngeschwindigkeiten dominiert der zweite Potenzansatz und beschreibt einen Viskositätsanstieg oder die Bildung eines Newton'schen Plateaus. Weiters strebt der Kurvenverlauf bei sehr niedrigen und sehr hohen Dehngeschwindigkeiten dem Wert „Unendlich“ zu, wodurch es zu einer Überschätzung der Viskositätswerte kommen könnte, sollte eine Extrapolation aus unzureichenden Messdaten vorgenommen werden.

3. Theoretische Grundlagen

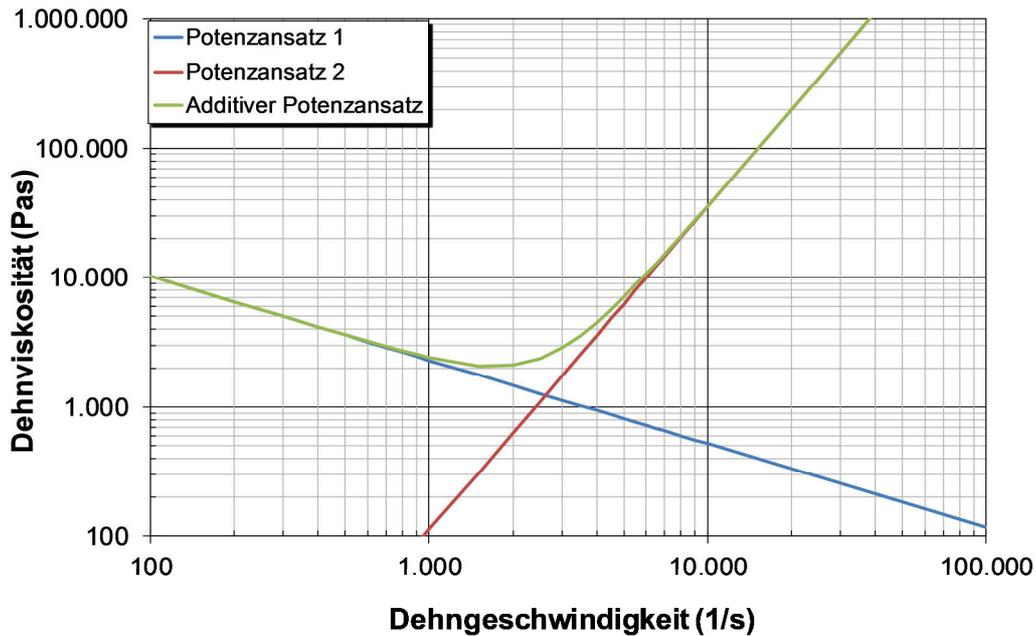


Abbildung 24: Schematischer Verlauf des additiven Potenzansatzes im Vergleich zu den einzelnen Potenzansätzen

Mit dem hier gewählten Ansatz ist es somit möglich, den strukturviskosen Abfall der Viskosität mit steigender Dehngeschwindigkeit sowie einen erneuten Anstieg zu beschreiben (vgl. Ergebnisse der Dehnviskositätsmessung in Kap. 6.1.2, S. 121). Weiters ermöglicht dieser Ansatz auch die Beschreibung eines Plateaus, wie es bei hohen Schergeschwindigkeiten auftreten kann [34, 76]. Die Temperaturverschiebung erfolgt mittels Arrheniusansatz analog zu Gl. 8 (S. 19) separat für beide Potenzbereiche.

$$a_{TE1,2} = e^{\left(\frac{E_{AE1,2}}{R_G} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right) \right)} \quad (92)$$

Abschnitt 2: Druckbedarf der Einlaufströmung

Mithilfe der in Kap. 3.4.6 (S. 43) angegebenen Formeln wird der Druckverlust im Einlauf auf Basis der vorgegebenen Stoffgesetze berechnet. Da die Strömung im Einlauf für zähe Kautschukmischungen nicht als isotherm betrachtet werden kann, wird die Temperaturerhöhung in den einzelnen Abschnitten ebenfalls in der Berechnung berücksichtigt.

Abschnitt 3: Abbruchkriterium

Die rechnerisch erhaltenen Einlaufdruckverluste bei den unterschiedlichen Bedingungen (Kolbengeschwindigkeit und Temperatur) werden mit dem real in den Viskositätsmessungen ermittelten Punkten verglichen. Ziel der Optimierung ist ein Minimum der Abweichung zwischen den errechneten Werten und den Messpunkten der Einlaufdruckverluste. Die Iteration wird abgebrochen, wenn die Verringerung der mittlere-

3. Theoretische Grundlagen

ren Abweichung an allen Messpunkten unter 0,1% ist. Andernfalls wird die Iteration weitergeführt, bis das erwähnte Kriterium erreicht ist.

Auf Basis der ermittelten Abweichung wird der erste Näherungswert der Dehnviskosität am jeweiligen Messpunkt berechnet. Die mit diesem Dehnviskositätswert neu ermittelten Dehnviskositätskurven werden wiederum erneut approximiert und die Iteration bei Abschnitt 2 weitergeführt.

Abschnitt 4: Ausgabe

Die Iteration wird abgebrochen sobald die Genauigkeit der Berechnung der gemessenen Einlaufdruckverluste nicht um mehr als durchschnittlich 0,1% im letzten Iterationsschritt verbessert wurde.

3.6 Geltungsbereiche der Messmethoden und Berechnungsmo- delle für die Dehnviskosität

Für die Verwendung von Dehnviskositätsdaten in der Simulation von Kunststoffverarbeitungsprozessen werden üblicherweise Viskositätskurven (Viskosität als Funktion der Deformationsgeschwindigkeit) verwendet. Jedoch weist die Dehnviskosität zusätzlich zur Abhängigkeit von der Dehngeschwindigkeit noch eine Abhängigkeit von der Dehnung selbst auf. Abb. 25 zeigt Dehnviskositätskurven der Versuchsmischung SBR (Zusammensetzung in Kap. 5.1, S. 68), gemessen am Sentmanat Extensional Rheometer (SER) (vgl. Kap. 3.3.1, S. 20).

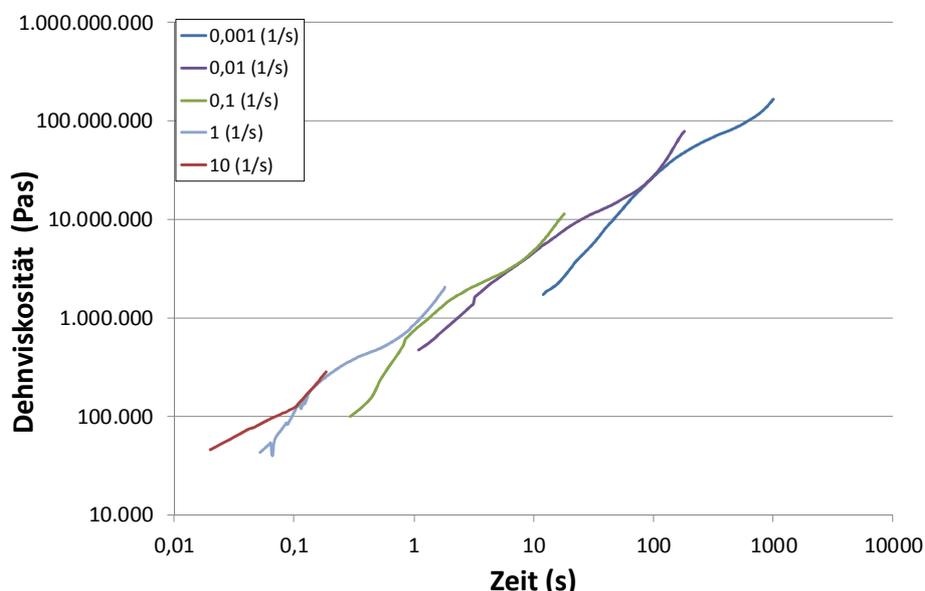


Abbildung 25: SER-Messergebnisse des SBR bei 80°C, aufgetragen über die Messzeit [63]

Die gezeigte Auftragung „Dehnviskosität als Funktion der Zeit“ ist für diese Messmethode üblich. Rechnet man die Zeit über die Dehngeschwindigkeit in Dehnung um

3. Theoretische Grundlagen

(G. 93), ergibt sich die Darstellung in Abb. 26 („Dehnviskosität als Funktion der Hencky-Dehnung“).

$$\varepsilon = \mathbf{t} \cdot \dot{\varepsilon} \quad (93)$$

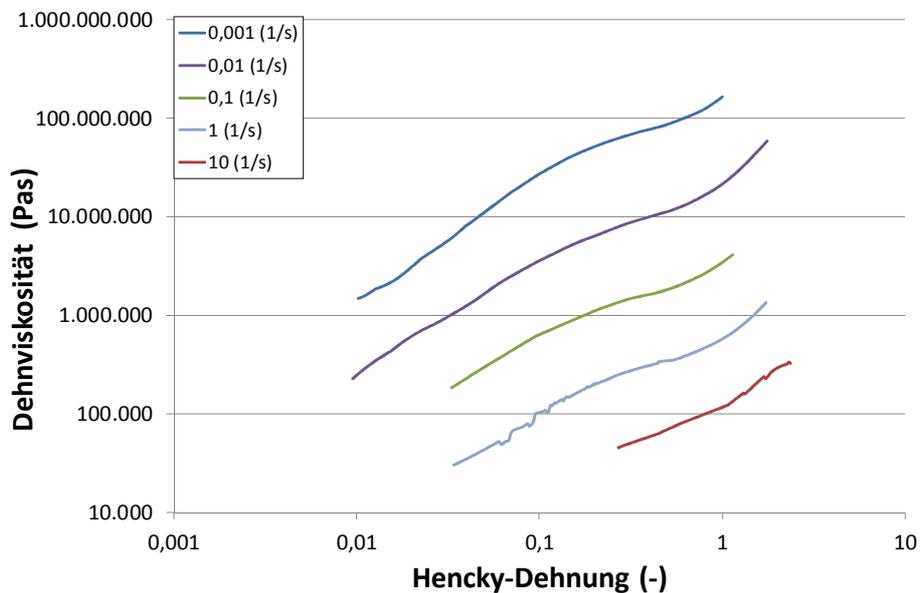


Abbildung 26: SER-Messergebnisse des SBR bei 80°C aufgetragen über die Hencky-Dehnung

Jede der gezeigten Kurven wurde bei einer definierten Dehngeschwindigkeit aufgenommen. Die Steigung und Form der einzelnen Kurven zeigt die Abhängigkeit der Dehnviskosität von der Dehnung. Diese Auftragung charakterisiert das Spannungs-Dehnungsverhalten des jeweiligen Materials, und Effekte wie Dehnverfestigung werden sichtbar. Weiters kann die Abhängigkeit der Dehnviskosität von der Dehngeschwindigkeit in der Verschiebung von einer Kurve auf die nächste beobachtet werden. Leider können die SER-Daten selbst nur in sehr geringem Ausmaß für die Simulation und Strömungsberechnung im Spritzgießbereich verwendet werden, da sie nur bei sehr geringen Dehngeschwindigkeiten gemessen werden können. Deutlich höhere Dehngeschwindigkeiten können gut am HKR erzeugt werden. Der Dehnungszustand des Versuchsmaterials ist dabei allerdings nicht festgehalten, sondern ändert sich entlang des Einlaufs. Allein die absolute Dehnung kann aus dem Anfangs- und Enddurchmesser mit der Gl. 94 bestimmt werden.

$$\varepsilon = \ln \left(\frac{R_{\text{start}}^2}{R_{\text{End}}^2} \right) \quad (94)$$

Abb. 27 zeigt eine Abschätzung der Dehnviskositätsbereiche der beiden gängigsten Verfahren zur Kunststoffverarbeitung und der beiden Messgeräte SER und HKR. Im

3. Theoretische Grundlagen

Fälle des HKR wurde von der am Lehrstuhl für Spritzgießen verfügbaren Düsenausstattung ausgegangen.

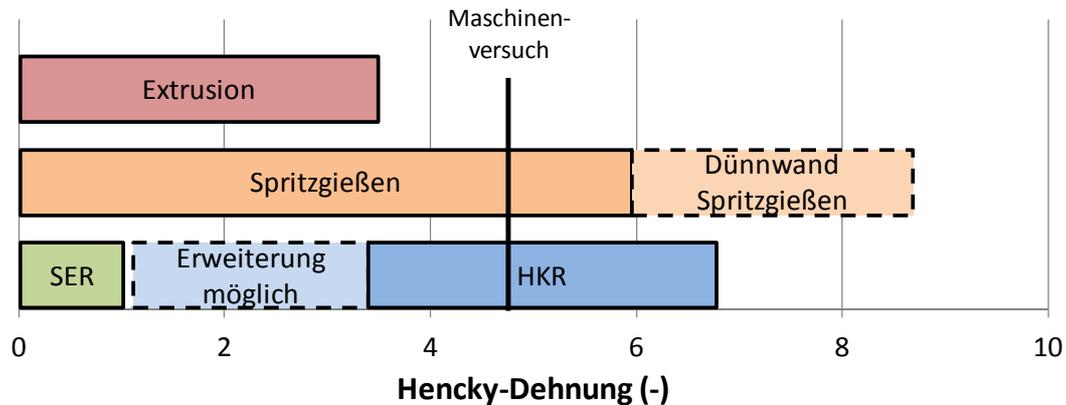


Abbildung 27: Übersicht der relevanten Dehnungsbereiche der üblichen Kunststoffverarbeitungsprozesse, verglichen mit jenen der Messmethoden für die Dehnviskositätsmessung

Der Unterschied in der Dehnung bei der SER- und HKR-Messung ist sehr gut ersichtlich. Die Begrenzung für die erstere liegt in der Reißdehnung der Probe und der Rotation der Walzen. Mehr als eine Umdrehung dürfen diese nicht durchführen, da sonst eine doppelte Wicklung erfolgt und somit die Auswertung wegen der Walzenradiusänderung nicht mehr gültig ist. Der Bereich des Spritzgießens kann mit beiden vorhandenen Messmethoden großteils abgebildet werden. Es ergibt sich ein nicht abgedeckter Bereich bei Hencky-Dehnungen zwischen $\epsilon=1$ und $3,5$. Eine Erweiterung der HKR-Messung in niedrigere Dehnungsbereiche ist prinzipiell denkbar. Es müssten hierzu entsprechende Düsen mit großem Kapillardurchmesser im Durchmesserbereich von 7 mm bis 2 mm gefertigt werden. Die Auslegung für die jeweilige Dehnung kann mit Gl. 94 erfolgen.

Die in dieser Arbeit durchgeführten Versuche zur Messung der Massetemperatur an der Kautschukspritzgießmaschine (Kap. 5.4, S. 83) erfolgen mit einer maximalen Dehnung von $\epsilon=4,6$. Dies entspricht annähernd dem Dehnungsbereich bei den zur Vorhersage der Temperaturerhöhung und des Druckverlusts verwendeten HKR-Daten (ca. $\epsilon=5$). Wird das entwickelte Berechnungsmodell (Kap. 3.4) für die Vorhersage von Druckverlusten und Temperaturerhöhungen in praktischen Anwendungen verwendet, muss sichergestellt sein, dass die zugrundeliegenden HKR-Daten bei vergleichbaren absoluten Dehnungen gemessen wurden. Für Stangenangüsse im Bereich von $\varnothing = 4$ bis 12 mm mit Anschnitten im Bereich von $\varnothing = 1$ bis 2 mm ist man mit einem klassischen HKR-Versuch (Zylinderradius $R_{\text{Start}} = 12$ mm; Kapillardurchmesser $R_{\text{End}} = 1$ mm) in einem gut vergleichbaren Bereich.

3.7 Kompressionserwärmung

Der vierte Term in der Energiegleichung (Gl. 1) beschreibt die adiabate Temperaturerhöhung infolge Kompression, in der Literatur auch Joule-Thompson-Effekt [27] genannt. Die dazugehörige Berechnungsformel ist in Gl. 95 dargestellt.

$$\Delta T_{\text{Komp}} = \frac{\alpha \cdot v_{\text{spez}}}{c_p} \cdot \bar{T}_{\text{Masse}} \cdot \Delta p \quad (95)$$

ΔT_{Komp} Kompressionserwärmung in K

α Volumetrischer thermischer Ausdehnungskoeffizient in K^{-1}

v_s spezifisches Volumen in $\text{m}^3 \cdot \text{kg}^{-1}$

Das spezifische Volumen (v_s) bei unterschiedlichen Temperaturen und Drücken ist mittels pVT Messungen messtechnisch erfassbar. Der volumetrische thermische Ausdehnungskoeffizient kann mittels Gl. 96 aus eben diesen pVT Daten errechnet werden.

$$\alpha = \left. \frac{1}{v} \cdot \left(\frac{\partial v}{\partial T} \right) \right|_p \quad (96)$$

3.8 Vernetzungsreaktionen bei Kautschukmischungen

Die Grundlagen in diesem Kapitel stammen, falls nicht anders angegeben aus [66], und werden auszugsweise wiedergegeben.

Die Vulkanisationsreaktion zur Herstellung von Gummi aus Naturkautschuk (NR) wurde erstmals im Jahr 1843 parallel von Charles Goodyear und Thomas Hancock patentiert. Mit dieser Erfindung wurden die Elastomere als neue Werkstoffgruppe erstmals erschlossen. Neben der ursprünglichen Form der Schwefelvernetzung haben sich weitere Vernetzungsreaktionen (z.B. Peroxidvernetzung) etabliert. Das erforderliche Vernetzungssystem wird je nach Kautschuktype und Verarbeitungsverfahren ausgewählt und beeinflusst die Materialeigenschaften des Vulkanisats wesentlich.

Die fortschreitende Vernetzungsreaktion, bzw. die ansteigende Vernetzungsdichte äußert sich in einer Änderung diverser Materialeigenschaften. Ein Überblick des Zusammenhangs zwischen dem Vernetzungsgrad und einigen wichtigen mechanischen Kennwerten kann Abb. 28 entnommen werden.

Die Moduli (dynamisch, statisch) nehmen mit steigendem Vernetzungsgrad zu, die Härte steigt bis auf ein Plateau und der Druckverformungsrest nimmt kontinuierlich ab. Werte wie Reißfestigkeit und Weiterreißwiderstand durchlaufen ein Maximum, um anschließend wieder abzufallen. Aus diesen Zusammenhängen ist ersichtlich, dass es oft nicht allein ausreicht, einen Vernetzungsgrad von 100% zu erreichen, sondern ein

3. Theoretische Grundlagen

Optimum ermittelt werden muss. Durch die niedrige Wärmeleitfähigkeit von Kautschukmischungen ist es eine weitere Herausforderung, einen homogenen Vernetzungsgrad über das gesamte Bauteil zu erzielen.

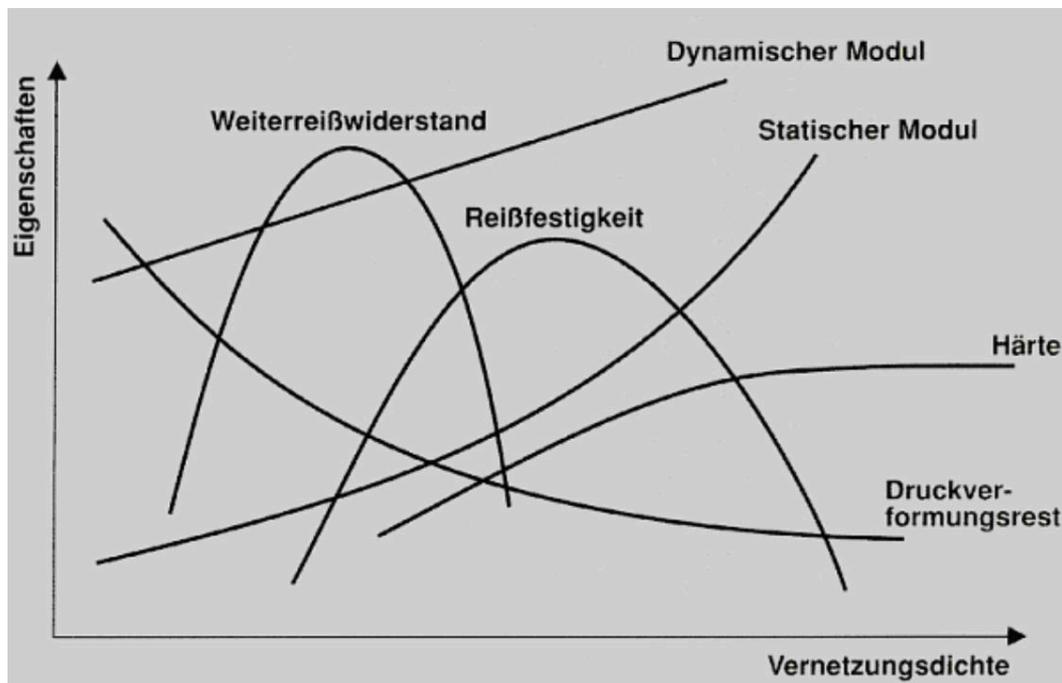


Abbildung 28: Materialeigenschaften von Kautschukmischungen als Funktion der Vernetzungsdichte [40]

3.8.1 Reaktionsarten

Es gibt unterschiedliche Arten von Vernetzungsmethoden und diese sind nach wie vor Inhalt aktueller Forschungsarbeiten [50, 69]. Schwefel- und Peroxidvernetzung sind die im Spritzguss am häufigsten eingesetzten Systeme.

3.8.1.1 Schwefelvernetzung

Die Schwefelvernetzung ist, wie schon erwähnt, die älteste und am meisten verbreitete Vernetzungsart. Grundvoraussetzung ist eine Doppelbindung in der Haupt- oder Nebenkette des Kautschuks. Um eine wirtschaftliche Umsatzgeschwindigkeit sowie die gewünschten Eigenschaften des Vulkanisats zu erzielen, ist der Einsatz von Beschleunigern und Aktivatorern unerlässlich. Über die zugegebene Menge an Schwefel können die Vernetzungsdichte, die Härte und die Elastizität des Gummis beeinflusst werden. Üblicherweise wird für die Herstellung von Elastomerprodukten Schwefel in der elementaren Form (S_8 -Ringe) verwendet. Nach Aufbrechen der Ringstruktur bildet der Schwefel Brücken unterschiedlicher Länge zwischen den Polymerketten des Kautschuks (siehe Abb. 29).

3. Theoretische Grundlagen

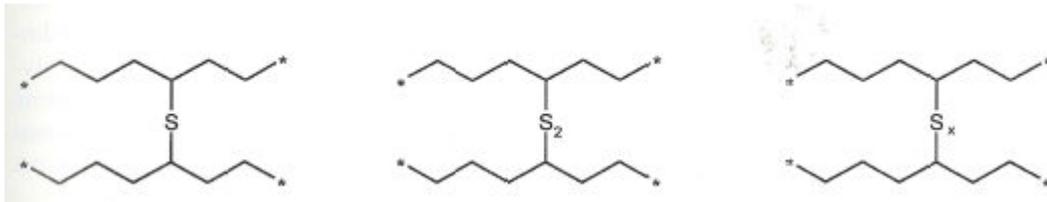


Abbildung 29: Schwefelbrücken zwischen Polymerketten; a) monosulfidisch, b) disulfidisch, c) polysulfidisch; [66]

Die Länge der Schwefelverbindungen wird durch das Verhältnis von Schwefel zu Beschleuniger und vor allem durch die Reaktionstemperatur bestimmt. Je höher die Temperatur ist, desto kürzer sind die Schwefelbrücken. Die gebildeten Brücken beeinflussen die dynamischen Eigenschaften des Vulkanisats.

Der Mechanismus der Schwefelvernetzung ist nach wie vor nicht eindeutig geklärt, wobei das Auftreten sowohl von ionischen, als auch von radikalischen Zwischenstufen nachgewiesen wurde [38]. Viele wissenschaftliche Untersuchungen wurden an beschleunigerfreien Schwefelsystemen durchgeführt. Diese haben für die Anwendung aufgrund der langsamen Reaktionsgeschwindigkeiten jedoch nur eingeschränkte Bedeutung. Aufgrund der höheren Praxisrelevanz wird in dieser Arbeit nur die Schwefelvernetzung unter Einwirkung von Beschleunigern behandelt. Die wesentlichen Schritte der Reaktion sind in Abb. 30 dargestellt. Zunächst bildet sich ein aktiver Beschleuniger-Komplex, der maßgeblich für die Dauer der Inkubationszeit (t_i) verantwortlich ist. Weiters reagiert dieser mit dem Schwefel und bildet wiederum den so genannten Schwefelübertragungskomplex. Von diesem wird der Schwefel an die Polymerkette des Kautschuks übertragen. Anschließend kann diese mit weiteren Ketten vernetzen. Gegenläufig findet eine Abbaureaktion der Schwefelbrücken statt. Somit durchläuft der Vernetzungsgrad ein Maximum, das es zu erreichen gilt. Die anschließende Reduktion der Vernetzungsstellen wird als Reversion bezeichnet.

Die Erscheinungsform eines Beschleuniger-Komplexes ist schematisch in Abb. 31 links dargestellt. Dieser besteht aus einem Zink-Ion, Beschleunigerresten (B) und Liganden (L). Ein praktisches Beispiel dafür ist in Abb. 31 rechts dargestellt. Hier treten eine Fettsäure und ein Amin als Liganden auf. Der Beschleunigerrest könnte von Mercaptobenzothiazol (MBT) oder Dibenzothiazylsulfid (MBTS) stammen.

3. Theoretische Grundlagen

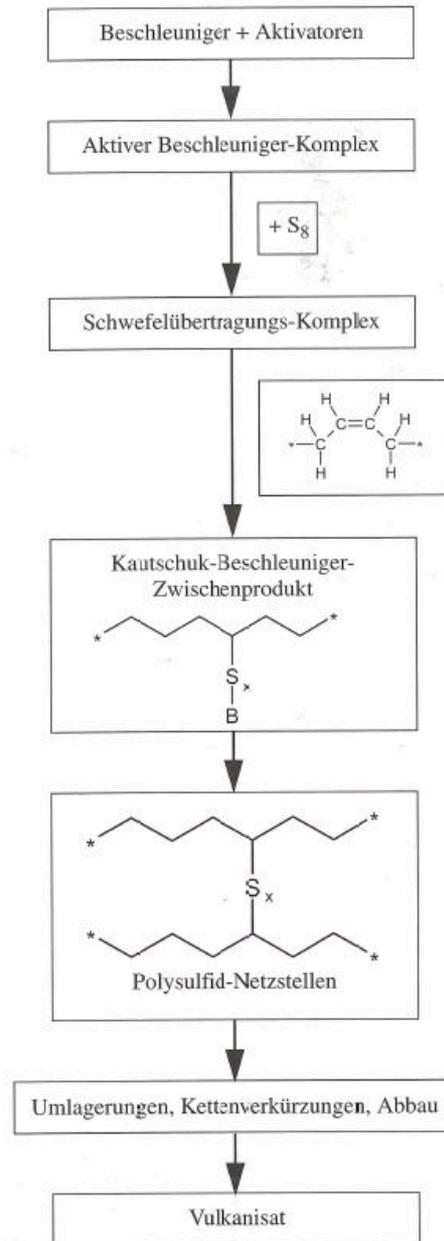


Abbildung 30: Übersicht der einzelnen Stufen der Vernetzungsreaktion [58]

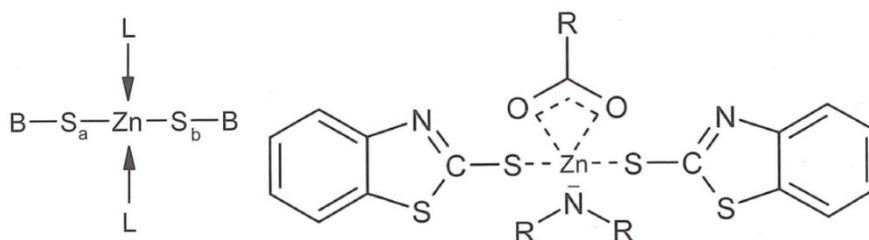


Abbildung 31: Beschleunigerkomplex für Schwefelvernetzung; links: schematische Darstellung des Komplexes, L: Liganden, B: Beschleunigerreste; rechts: Zink-Komplex mit Mercaptobenzothiazolrest und Fettsäure sowie Amin als Liganden [66]

3. Theoretische Grundlagen

3.8.1.2 Peroxidische Vernetzung

Im Unterschied zu Schwefelvernetzungssystemen eignen sich Peroxide auch zur Vernetzung von Kautschuken mit gesättigter Hauptkette. Die Vulkanisate zeichnen sich durch gute Wärmebeständigkeit und niedrigen Druckverformungsrest im Vergleich zu Schwefelvulkanisaten aus. Die Reiß- und Weiterreißfestigkeit ist jedoch in der Regel niedriger. Der Ablauf der peroxidischen Vernetzung gliedert sich in Initiierung, Radikalübertragung, Vernetzung und Abbruch. Die einzelnen Schritte werden in Folge erläutert.

Schritt 1: Initiierung

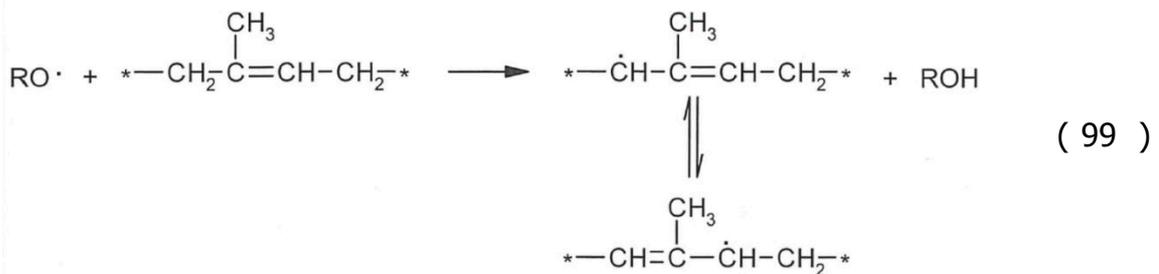
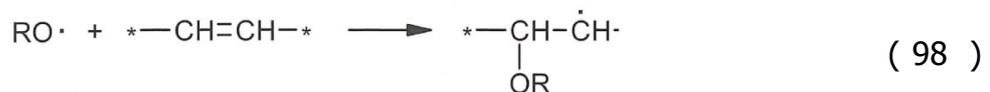
Zunächst zerfallen die Peroxide in freie Radikale (Reaktionsgl. 97).



Es handelt sich hierbei um den für die gesamte Vernetzung zeitbestimmenden Schritt.

Schritt 2: Radikalübertragung

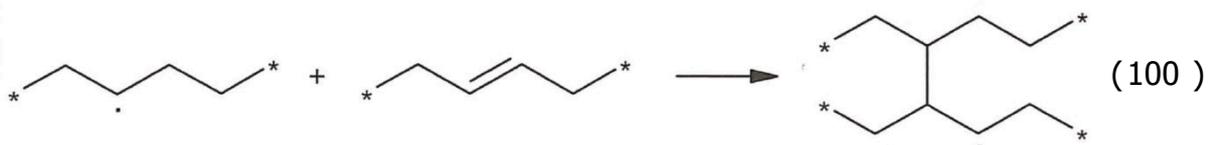
Die Radikalübertragung kann entweder durch Addition (Reaktionsgl. 98) oder Wasserstoff-Abstraktion (Reaktionsgl. 99) stattfinden.



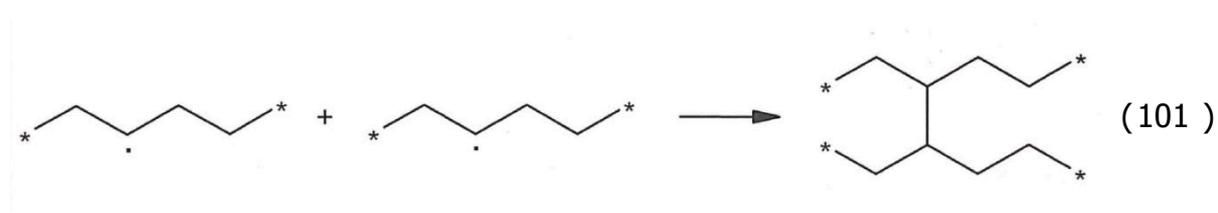
Welche der beiden Reaktionen bevorzugt abläuft, hängt von der verwendeten Kautschuktype ab.

Schritt 3: Vernetzung

Je nach Anzahl der freien Radikale läuft die Vernetzung wie in Reaktionsgl. 100 oder 101 ab.

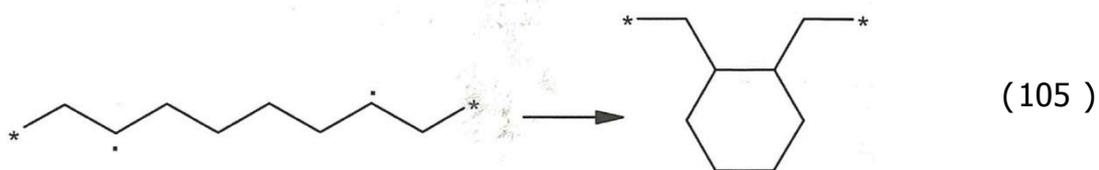
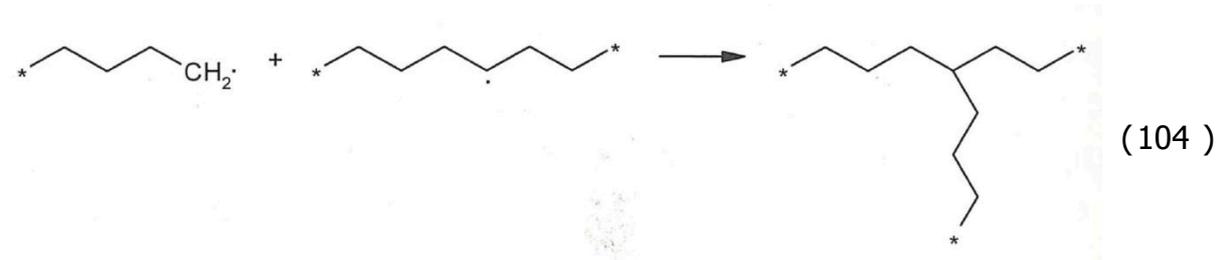


3. Theoretische Grundlagen



Schritt 4: Reaktionsabbruch

Die Abbruchreaktionen konkurrieren mit den Vernetzungsreaktionen. Auftreten können Kettenspaltungen (Reaktionsgl. 102), Radikalkombinationen (Reaktionsgl. 103), Seitenkettenbildung (Reaktionsgl. 104) und Zyklisierung (Reaktionsgl. 105).



Die dargestellten Reaktionen führen zu einer Deaktivierung der Radikale und damit einem Abbruch der laufenden Vernetzungsreaktion.

3.8.2 Reaktionskinetik

Unabhängig vom verwendeten Vernetzungssystem kann der zeitliche Verlauf der Vernetzungsreaktion mittels Vulkametrie [22] bestimmt werden. Eine auf diese Art gemessene Vulkameterkurve ist in Abb 32 zu sehen.

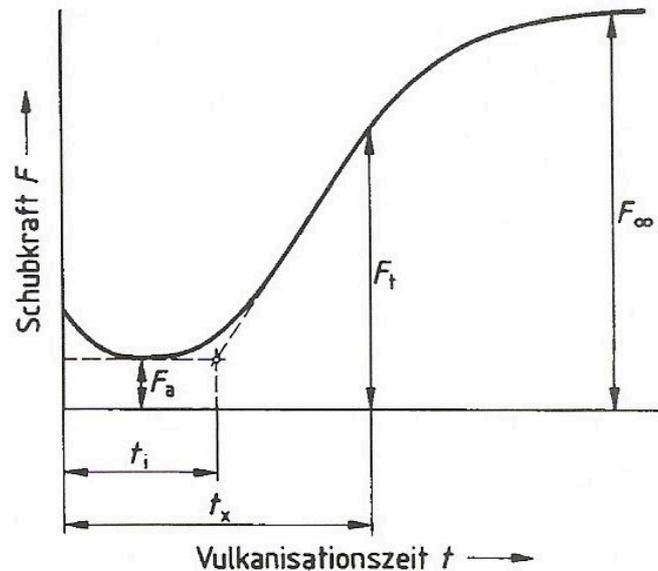


Abbildung 32: Schematischer Verlauf der Vernetzungsreaktion anhand einer Vulkameterkurve [22]

F_a	Minimalkraft in N
F_∞	Maximalkraft in N
F_t	Schubkraft zum Zeitpunkt t_x in N
t_i	Inkubationszeit in s
t_x	Umsatzzeit in s

Der gezeigte Verlauf lässt sich in Inkubations- und Reaktionsphase einteilen.

3.8.2.1 Inkubationsphase

Bei Schwefelvernetzung ist dies jene Zeit, die benötigt wird, um die Schwefel-Beschleuniger-Komplexe zu bilden. Bei Peroxid-Vernetzung werden die beigesetzten Radikalfänger (Stabilisatoren) verbraucht. Dies sind in der Regel sterisch gehinderte Phenole wie Butylhydroxytoluol (BHT, Abb. 33).

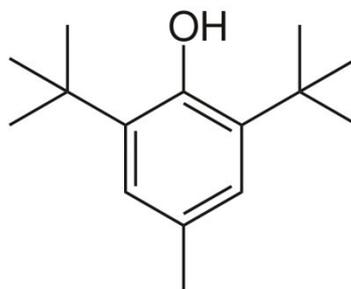


Abbildung 33: Strukturformel von Butylhydroxytoluol

3. Theoretische Grundlagen

Aus Sicht der Verarbeitung ist die Inkubationszeit wesentlich, da in diesem Zeitraum alle formgebenden Prozesse stattfinden müssen. Mathematisch wird diese Phase mit dem Scorch-Index (Gl. 106) beschrieben.

$$S = \int_t \frac{dt}{t_i(T)} \quad (106)$$

S Scorch-Index

Dieser Index ist zwischen 0 und 1 definiert und beschreibt den Abbau der Inkubationszeit. Diese zeigt eine starke Abhängigkeit von der jeweils herrschenden Temperatur. Dieser Zusammenhang wird mittels Arrheniusansatz (Gl. 107) beschrieben.

$$t_i(T) = t_i(T_{0V}) \cdot e^{\left(\frac{E_{Ati}}{R_G} \cdot \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{0V}}\right)\right)} \quad (107)$$

E_{Ati} Aktivierungsenergie der Inkubationszeit in $J \cdot mol^{-1}$

T_{0V} Referenztemperatur für die Vernetzung in K

3.8.2.2 Reaktionsphase

Die Umsatzvariable beziehungsweise der Vernetzungsgrad der Vernetzungsreaktion können mittels Gl. 108 beschrieben werden.

$$X = \frac{c_t}{c_\infty} = \frac{F_t - F_a}{F_\infty - F_a} \quad (108)$$

X Vernetzungsgrad, dimensionslos

c_t Konzentration der Netzstellen zur Zeit t in $mol \cdot l^{-1}$

c_∞ Endkonzentration der Netzstellen in $mol \cdot l^{-1}$

Obwohl die Vernetzungsreaktion selbst oft eine Kombination aus mehreren Reaktionen ist, wird sie zumeist als Reaktion erster Ordnung beschrieben [22] (siehe Gl. 109).

$$X = 1 - (1 - X_{alt}) \cdot e^{-k \cdot dt} \quad (109)$$

X_{alt} alter Vernetzungsgrad, dimensionslos

k Vernetzungsgeschwindigkeitskonstante in s

Eine Alternative dazu bietet die Gleichung für eine Reaktion der Ordnung n_0 .

$$X = 1 - \sqrt[1-n_0]{(1 - X_{alt})^{1-n_0} - k \cdot (1 - n_0) \cdot dt} \quad (110)$$

k Vernetzungsgeschwindigkeitskonstante in s

n_0 Reaktionsordnung, dimensionslos

3. Theoretische Grundlagen

Wobei die Vernetzungsgeschwindigkeitskonstante ebenfalls eine Abhängigkeit von der Temperatur zeigt, welche mittels Arrheniusansatz beschrieben wird (Gl. 111).

$$k(T) = k(T_{0V}) \cdot e^{\left(\frac{E_{AK}}{R_G} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_{0V}}\right)\right)} \quad (111)$$

E_{AK} Aktivierungsenergie der Vernetzungsgeschwindigkeitskonstante in $J \cdot mol^{-1}$

Es bleibt noch zu erwähnen, dass diese einfache mathematische Beschreibung der Vernetzung Phänomene wie Reversion (Abbau der Vernetzungsstellen) oder den „marching modulus“ (weiterer Modulanstieg nach Erreichen 100%iger Vernetzung) nicht abbildet.

Ein typischer Wert für die Aktivierungsenergie ist $E_{AK}=97.000 J \cdot mol^{-1}$. Damit ergibt sich Gl. 112, mit der gezeigt werden kann, dass die Erhöhung der Temperatur um $10^\circ C$ eine Erhöhung der Reaktionsgeschwindigkeit um den Faktor 1,89 bringt.

$$k(T) = k(T_{0V}) \cdot e^{\frac{97000}{8,31} \left(\frac{1}{433} - \frac{1}{423}\right)} = k_0 \cdot 1,89 \quad (112)$$

Es gilt die Faustregel, dass „ 10° Temperaturerhöhung die Vulkanisationszeit halbiert.“

4 Berechnungsprogramme

4.1 Programm zur Berechnung der Temperaturerhöhung in konischen Düsen

Die Umsetzung des in Kap. 3.4 (S. 32) beschriebenen Berechnungsmodells erfolgte in Excel 14.0, Microsoft, Redmond, USA. Verwendet wurde die beschriebene Diskretisierung mit 1.000 Elementen über die Länge des Einlaufs und mit 10 Elementen über die Länge der angrenzenden Kapillare (L_1 und L_2 in Abb. 15, S. 32).

- **Eingabewerte für die Berechnung**

Zunächst wird die Düsengeometrie (Abb. 15, S. 32) durch die Werte in Tab. 6 beschrieben. Die Länge L_1 ergibt sich aus den Angaben und muss nicht eingegeben werden.

Tabelle 6: Eingabewerte zur Beschreibung der Düsengeometrie

Abkürzung	Bezeichnung	Einheit
R_{Start}	Anfangsradius	m
R_{End}	Endradius, Kapillarradius	m
θ	halber Düsenwinkel	°
L_2	Kapillarlänge	m

Die benötigten Angaben zur Strömung selbst sind in Tab. 7 aufgelistet und die Materialdaten in Tab. 8. Zur Beschreibung der Scherviskosität wird der Potenzansatz (Gl. 28, S. 33), zur Beschreibung der Dehnaviskosität ein eigener Ansatz (Gl. 91, S. 49) verwendet.

Tabelle 7: Eingabewerte zur Beschreibung der Strömung

Abkürzung	Bezeichnung	Einheit
T_{Start}	Starttemperatur	°C
\dot{V}	Volumenstrom	$\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$

Nach Eingabe aller angeführten Materialdaten werden die Temperaturerhöhung und der Druckverlust entlang der Düsenlänge für jedes Scheibchen der Diskretisierung berechnet. Verwendet werden dabei die in Kap. 3.4.6 (S. 43) angeführten Formeln.

4. Berechnungsprogramme

Tabelle 8: Eingabewerte zur Beschreibung der Kautschukmischung

Abkürzung	Bezeichnung	Einheit
Scherviskosität		
K_S	Parameter des Potenzansatzes zur Beschreibung der Scherviskosität	$\text{Pa}\cdot\text{s}^n$
n_S	Parameter des Potenzansatzes zur Beschreibung der Scherviskosität	-
E_{AS}	Aktivierungsenergie für die Scherviskosität	$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$
T_{0S}	Bezugstemperatur für die Scherviskosität	K
Dehnviskosität		
K_{E1}	Parameter des additiven Potenzansatzes zur Beschreibung der Dehnviskosität	$\text{Pa}\cdot\text{s}^n$
n_{E1}	Parameter des additiven Potenzansatzes zur Beschreibung der Dehnviskosität	-
K_{E2}	Parameter des additiven Potenzansatzes zur Beschreibung der Dehnviskosität	$\text{Pa}\cdot\text{s}^n$
n_{E2}	Parameter des additiven Potenzansatzes zur Beschreibung der Dehnviskosität	-
E_{AE1}	Aktivierungsenergie für die Scherung	$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$
E_{AE2}	Aktivierungsenergie für die Scherung	$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$
T_{0E}	Bezugstemperatur	K
Weitere Stoffdaten		
c_p	Wärmekapazität	$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
ρ	Dichte	$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$

Ausgegeben werden jeweils die Temperaturerhöhungen und Druckverluste:

- ΔT und Δp gesamt
- ΔT und Δp zufolge Scherung im Konus
- ΔT und Δp zufolge Dehnung im Konus
 - in r-Richtung
 - in Φ -Richtung
 - in z-Richtung
- ΔT und Δp in der Kapillare

4.2 Programm zur Berechnung der Vernetzung eines plattenförmigen Formteils

Im Rahmen von [15] wurde ein Programm zur Berechnung des Vernetzungsgrads eines Bauteils entwickelt. Die benötigte Heizzeit kann mit diesem Programm ebenfalls abgeschätzt werden. Die Berechnung beginnt mit dem Ende der Einspritzzeit. Die zu erwartende Temperatur nach Beendigung des Einspritzens kann entweder mit dem in Kap. 4.1 (S. 63) vorgestellten Programm berechnet oder aber an der ausgespritzten Kautschukmasse gemessen werden.

4. Berechnungsprogramme

4.2.1 Berechnung des Temperaturprofils mittels Finite Differenzen Methode (FDM)

Die Wärmeleitung von der Werkzeugwand auf die Kautschukmischung wird mittels eindimensionaler Finiter Differenzen zur Lösung der Energiegleichung ermittelt. Dazu wird die in Abb. 34 dargestellte Diskretisierung verwendet.

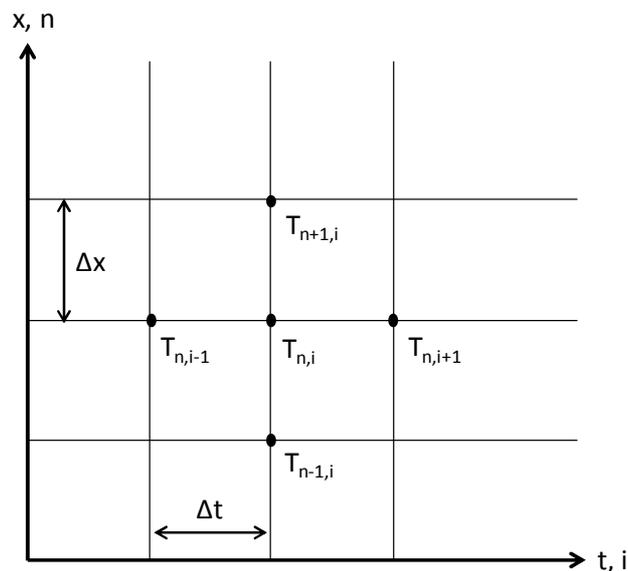


Abbildung 34: Gitter zur Lösung des Wärmeleitproblems mittels der Finite Differenzen Methode FDM

Das Formteil wird über die Dicke in Abschnitte geteilt, wobei die Temperatur in den Knotenpunkten über die Zeit (t) betrachtet wird. Die Wärmeleitung wird mit der vereinfachten eindimensionalen Energiegleichung (Gl. 113) beschrieben.

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\lambda}{\rho \cdot c_p} \cdot \left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \right) \quad (113)$$

λ Wärmeleitfähigkeit in $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$

Unter Verwendung der Lösungsformel für zentrale Differenzen wird diese zu Gl. 114.

$$T_{n,i+1} = T_{n,i} + \frac{\lambda \cdot \Delta t}{\rho \cdot c_p} \cdot \frac{T_{n+1,i} - 2 \cdot T_{n,i} + T_{n-1,i}}{\Delta x^2} \quad (114)$$

$T_{n,i}$ Temperatur an der Stelle n zum Zeitpunkt i in K

Somit kann die Temperatur in den unterschiedlichen Dickenabschnitten des Formteils berechnet werden. Als Randbedingung wird der Übergang zwischen Werkzeugwand und Formteiloberfläche mittels der so genannten Kontakttemperatur (Gl. 115) unter Verwendung der Materialkonstanten b (Gl. 116) jeweils für die Kautschukmischung und den Werkzeugstahl beschrieben [55].

4. Berechnungsprogramme

$$T_K = \frac{T_{K_m} \cdot b_{K_m} + T_{W_z} \cdot b_{W_z}}{b_{K_m} + b_{W_z}} \quad (115)$$

$$b = \sqrt{\lambda \cdot \rho \cdot c_p} \quad (116)$$

T_K	Kontakttemperatur in K
T_{K_m}	Temperatur der Kautschukmischung in K
T_{W_z}	Temperatur der Werkzeugoberfläche in K
b_{K_m}	Wärmeeindringfähigkeit der Kautschukmischung in $\text{kg}^2 \cdot \text{s}^{-5} \cdot \text{K}^{-2}$
b_{W_z}	Wärmeeindringfähigkeit des Werkzeugstahls in $\text{kg}^2 \cdot \text{s}^{-5} \cdot \text{K}^{-2}$

4.2.2 Berechnung der Inkubationszeit

Die Inkubationsphase wird mittels der Gleichung für die Änderung des Scorch-Index (Gl. 117) beschrieben. Dafür wird Gl. 106 (S. 61) in die Differenzenform umgewandelt.

$$\Delta S = \frac{1}{t_i(T)} \cdot \Delta t \quad (117)$$

ΔS Scorch-Index-Änderung, dimensionslos

Der Scorch-Wert zu Beginn der Berechnung kann vom Benutzer im Bereich von null bis eins, entsprechend dem jeweils berechneten Prozess, gewählt werden. Ist der Scorch-Wert 1 erreicht beginnt die Vernetzung.

4.2.3 Berechnung der Vernetzungsreaktion

Die Vernetzungsreaktion kann, je nach Wahl des Benutzers, als Reaktion erster (Gl. 109, S. 61) oder höherer Ordnung (Gl. 110, S. 61) beschrieben werden.

4.2.4 Eingabewerte für die Berechnung

Der Benutzer kann wählen, ob die Heizzeit zur Erreichung eines bestimmten Vernetzungszustands, oder der Vernetzungszustand nach einer bestimmten Heizzeit berechnet werden soll. Als nächster Schritt werden die Prozessparameter vorgegeben (Tab. 9).

4. Berechnungsprogramme

Tabelle 9: Eingabewerte zur Festlegung der Prozessparameter

Bezeichnung	Einheit
durchschnittliche Massetemperatur nach Beendigung des Einspritzens	°C
Werkzeugtemperatur	°C
Bauteildicke	mm
Berechnungspunkte	-
Scorch-Wert	-
Berechnungsende (für die Berechnung des Vernetzungsgrads)	s
Vernetzungsgrad Rand (für die Berechnung der Heizzeit)	%
Vernetzungsgrad Mitte (für die Berechnung der Heizzeit)	%

Tab. 10 zeigt die für die Berechnung benötigten Materialparameter.

Tabelle 10: Eingabewerte der Materialparameter

Abkürzung	Bezeichnung	Einheit
Vulkanisationsverhalten		
T_{0V}	Bezugstemperatur	K
k	Vernetzungsgeschwindigkeitskonstante	s
t_i	Inkubationszeit	s
n_O	Reaktionsordnung (falls berücksichtigt)	-
E_{Ak}	Aktivierungsenergie für die Vernetzungsgeschwindigkeit k	$J \cdot mol^{-1}$
E_{Ati}	Aktivierungsenergie für die Inkubationszeit	$J \cdot mol^{-1}$
E_{An}	Aktivierungsenergie für die Reaktionsordnung	$J \cdot mol^{-1}$
Thermodynamische Eigenschaften der Kautschukmischung		
λ_K	Wärmeleitfähigkeit der Kautschukmischung	$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$
ρ_K	Dichte der Kautschukmischung	$kg \cdot m^{-3}$
c_{pK}	Wärmekapazität der Kautschukmischung	$J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$
Thermodynamische Eigenschaften des Werkzeugstahls		
λ_{St}	Wärmeleitfähigkeit des Werkzeugstahls	$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$
ρ_{St}	Dichte des Werkzeugstahls	$kg \cdot m^{-3}$
c_{pSt}	Wärmekapazität des Werkzeugstahls	$J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$

Nach dem Starten läuft die Berechnung, je nach Vorgabe, bis die gewählte Heizzeit abgelaufen ist, oder bis der gewünschte Vernetzungsgrad erreicht wird. Ausgegeben wird das Temperatur-, Scorch- und Vulkanisationsgradprofil zum Ende der Berechnung. Der zeitliche Verlauf dieser Größen ist in den Ergebnisdateien ebenfalls ersichtlich. Im „Heizzeitmodus“ wird die geschätzte minimale Heizzeit zur Erreichung des gewünschten Vulkanisationsgrads ausgegeben.

5 Experimentelles

5.1 Verwendete Materialien

Die verwendeten Materialien sind in Tab. 11 dargestellt.

Tabelle 11: Für die Versuche verwendete Materialien, Angaben in Gewichtsteilen

Kautschuk-typ	Füllstoffe	Vernetzungs-system	Hersteller	Verwendet in Kapitel
SBR	100 Teile SBR 52 Teile Ruß, 62 Teile weißer Füllstoff	Schwefel-Vernetzung	Semperit, Wimpassing, Österreich	5.4, 5.5, 5.6, 5.7
NBR 1	100 Teile NBR 61 Teile Ruß 34 Teile weißer Füllstoff	Schwefel-Vernetzung	Kraiburg, Waldkraiburg, Deutschland	5.4, 5.5
NBR 2	100 Teile NBR weiße Variante: 73 Teile weißer Füllstoff schwarze Variante: 19 Teile Ruß zusätzlich	Schwefel-Vernetzung	Semperit, Wimpassing, Österreich	5.3
EPDM	100 Teile EPDM 60 Teile Ruß	Peroxid-Vernetzung	Kraiburg, Waldkraiburg, Deutschland	5.6, 5.7

Die Mischungen wurden bei der jeweils im industriellen Maßstab in insgesamt drei unterschiedlichen Innenmischern (Harburg Freudenberg Maschinenbau GmbH, Freudenberg, Deutschland) hergestellt. Die Mischparameter sind in Tab. 12 aufgelistet.

5. Experimentelles

Tabelle 12: Mischbedingungen der Versuchsmaterialien

	SBR	NBR	EPDM
Mischertyp	GK 190E	GK 320E	GK 190E
Mischzeit (s)	300	540	240
Maximale Masstemperatur (°C)	150	100	130

In Folge werden die in den Mischungen verwendeten Polymere kurz vorgestellt.

5.1.1 Styrol-Butadien-Kautschuk (SBR)

SBR ist einer der ältesten Synthesekautschuke und wird entweder in radikalischer Emulsions- (E-SBR) oder anionischer Lösungspolymerisation (S-SBR) hergestellt. Je nach Herstellungsart sind die Monomereinheiten Styrol und Butadien statistisch oder in Blöcken angeordnet. Die Mikrostruktur der Butadieneinheiten wird über die Temperaturführung bei der Polymerisation eingestellt. Die Strukturformel von SBR ist in Abb. 35 dargestellt.

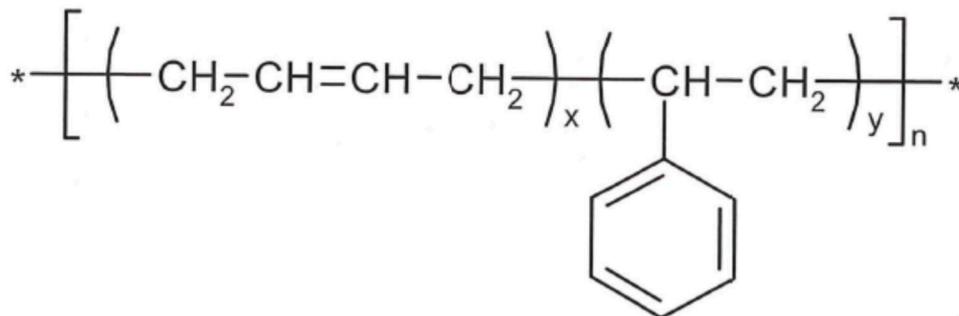


Abbildung 35: Strukturformel von SBR (vereinfachte Darstellung) [66]

SBR ist mengenmäßig der am meisten produzierte Synthesekautschuk. Sein häufigstes Anwendungsgebiet ist die Reifenproduktion. Weiters werden Förderbänder, Platten, Schläuche, Formartikel im Kfz-Bereich, Bauprofile und Schuhsohlen aus diesem Kautschuk hergestellt [66].

5.1.2 Acrylnitril-Butadien-Kautschuk (NBR)

NBR wird in radikalischer Copolymerisation aus Butadien und Acrylnitril synthetisiert. Der Acrylnitril-Gehalt der handelsüblichen Kautschuke liegt zwischen 15 und 50 Gewichtsprozent. Über diesen werden viskoelastische Eigenschaften und die chemische Beständigkeit gezielt beeinflusst. Die Strukturformel findet sich in Abb. 36. NBR wird zur Herstellung von Produkten für die Kfz- und Lebensmittelindustrie sowie für Schläuche und Förderbänder verwendet [66].

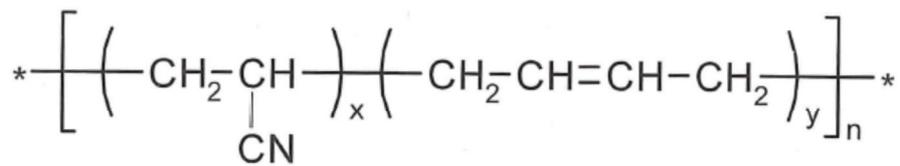


Abbildung 36: Strukturformel von NBR (vereinfachte Darstellung) [66]

5.1.3 Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk (EPDM)

EPDM ist ebenfalls einer der am häufigsten eingesetzten Synthetikgummiarten. Die Herstellung wurde durch die Entwicklung der Ziegler-Natta-Katalysatoren erschlossen. Die Synthese erfolgt durch Polymerisation von Ethylen, Propylen und einem dritten Monomer, wie z.B. Ethylen-Norbornen, an dem bei der Vulkanisation Vernetzungsstellen gebildet werden. Die Strukturformel ist in Abb. 37 gegeben.

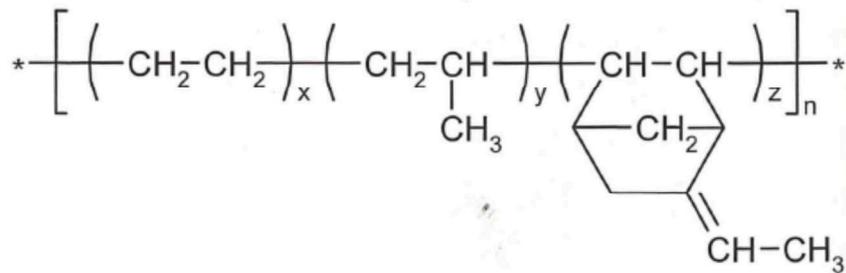


Abbildung 37: Strukturformel von EPDM [66]

EPDM zeichnet sich durch seine gute Hitze- und Witterungsbeständigkeit aus und wird deswegen häufig in Dichtungen eingesetzt [66]. Die Vernetzung von EPDM erfolgt meist peroxidisch.

5.2 Verwendete Geräte

5.2.1 Hochdruckkapillarrheometer (HKR)

Im Rahmen dieser Arbeit kamen insgesamt 2 Hochdruckkapillarrheometer der Firma Göttfert, Buchen, Deutschland, zum Einsatz. Der Großteil der Messungen wurde mit dem Rheograph 2002 (Abb. 38, links) durchgeführt. Nur die Bestimmung der Scher- und Dehnviskosität des SBR A2452 (Kap. 6.1.1, S. 115) erfolgte am Rheograph 75 (Abb. 38, rechts). Grund dafür war die Möglichkeit, mit dem neueren Gerät höhere Scher- und Dehngeschwindigkeiten zu erreichen.

5. Experimentelles



Abbildung 38: Hochdruckkapillarrheometer, links: Rheograph 2002, rechts: Rheograph 75 [6]

Die in der Arbeit verwendeten Geräte- und Düsenkonfigurationen sind für beide Rheographen in Tab. 13 und 14 aufgelistet.

Tabelle 13: Spezifikationen des Rheographen 2002

Kanäle	1
Zylinderdurchmesser	12 mm
Temperierung	3 Zonen über Zylinder
Düsendurchmesser	1 mm
Düsenlängen	0,2; 10; 20; 30 mm
Massedruckaufnehmer	1400 bar

Tabelle 14: Spezifikationen des Rheographen 75

Kanäle	3
Zylinderdurchmesser	15 mm
Temperierung	3 Zonen über Zylinder
Düsendurchmesser	1 mm
Düsenlängen	0,2; 10 mm
Massedruckaufnehmer	2000 bar

5.2.1.1 Versuchsanordnung zur Messung der Kompressionserwärmung

In den Versuchen zur Messung der Kompressionserwärmung (Kap. 5.6, S. 103) wurde die in Abb. 39 gezeigte Versuchsanordnung am HKR (Rheograph 2002 Kap. 5.2.1, S. 70) verwendet. Zum Verschluss des Zylinders dient eine mit einem Thermoele-

5. Experimentelles

ment des Typs J ausgestattete Düse. Der Druck innerhalb des Zylinders wird mittels Drucksensor, die Temperatur mit dem Thermoelement gemessen.

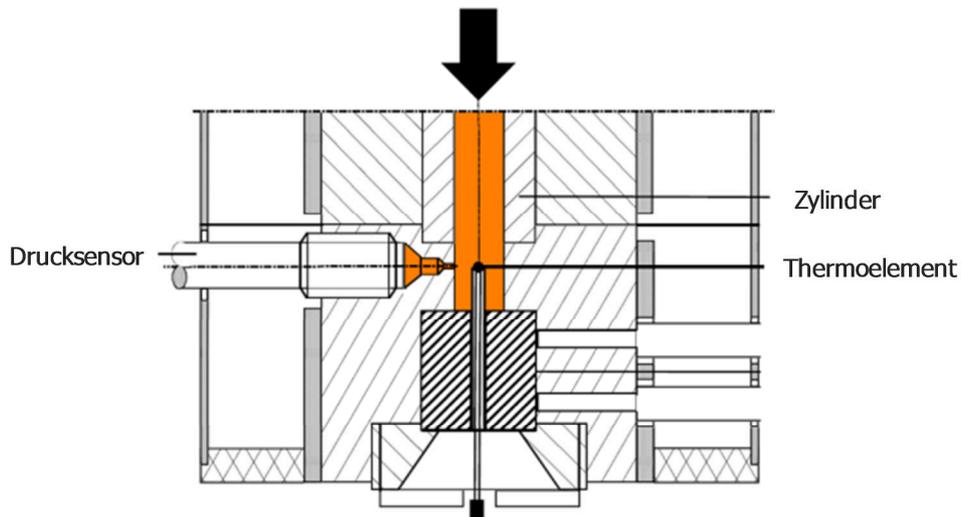


Abbildung 39: Versuchsaufbau zur Messung der Kompressionserwärmung am HKR [41]

5.2.2 Rubber Process Analyser (RPA)

Zur Messung des Vernetzungsverhaltens der Versuchsmischungen (Kap. 6.1.6, S. 131) kam ein Rubber Process Analyser (RPA), Typ D-RPA-3000 der Firma MonTech, Buchen, Deutschland (Abb 40), zum Einsatz. Dies ist ein rotorloses Rotations-schub-Vulkameter mit bikonischer genuteter Prüfkammer (Abb 41), die elektrisch beheizt oder pneumatisch gekühlt werden kann.



Abbildung 40: Rubber Process Analyser (RPA) Foto aus [64]

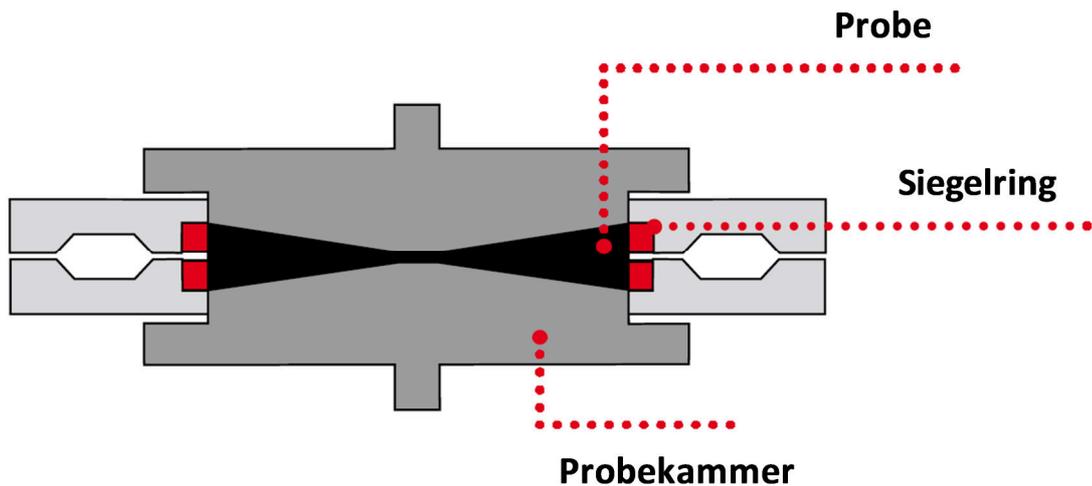


Abbildung 41: Prüfkammer des Rubber Process Analysers (RPA) [2]

5.2.3 pvT-Gerät

Die in dieser Arbeit verwendeten pvT-Messungen wurden an einem PVT100 (Firma SWO Polymertechnik, Krefeld, Deutschland) durchgeführt. Es handelt sich dabei um ein Kolben-pvT-Gerät. Das Messprinzip ist in Abb. 42 veranschaulicht. Eine Materialprobe ist in einer Kammer eingeschlossen und wird mittels Stempel mit einer definierten Kraft (bzw. einem definierten Druck) beaufschlagt. Die Bewegung des Kolbens wird mittels Wegaufnehmer gemessen. Aus dieser Information wird das aktuelle Volumen der Probe errechnet. Das Probengewicht wird durch Wiegen ermittelt, wodurch weiters das spezifische Volumen bei den jeweiligen Druck- und Temperaturverhältnissen errechnet werden kann (G. 118).

$$v_s(p, T) = \frac{l \cdot \pi \cdot r^2}{m} \quad (118)$$

v_s	spezifisches Volumen in $\text{m}^3 \cdot \text{kg}^{-1}$
l	Länge der Probe in m
r	Radius des Zylinders in m
m	Masse der Probe in kg

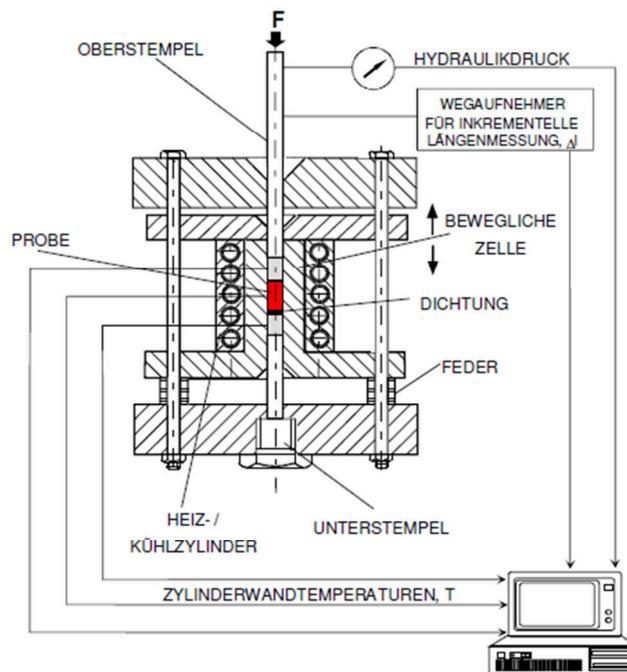


Abbildung 42: Veranschaulichung des Messprinzips des Kolben-pvT-Geräts [5]

5.2.4 Differential Scanning Calorimeter (DSC)

Zur Messung der spezifischen Wärmekapazität (c_p) wird ein DSC1-Gerät der Firma Mettler Toledo, Greifensee, Schweiz, verwendet. Die Messung erfolgt an einer kleinen Probe in der Größe eines Granulatkorns. Diese wird in einem Tiegel einem definierten Temperaturprogramm unterworfen und die aufgenommene Wärmemenge gemessen. Als Referenz dient ein Saphir mit bekannter Wärmekapazität.

Durch die verhältnismäßig kleine Prüfungsmenge der DSC-Messung wurde bei der Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität von Kautschukmischungen häufig eine hohe Streuung beobachtet. Dies dürfte auf örtliche Konzentrationsunterschiede in der Mischung zurückzuführen sein. Aus diesem Grund wurde die Messung jeweils dreimal durchgeführt und ggf. ein Mittelwert über die erhaltenen Messpunkte gebildet.

5.2.5 Spritzgießmaschine

Alle in dieser Arbeit vorgestellten Spritzgießversuche erfolgten mit einer Maplan Kautschukspritzgießmaschine, Type MTF 750/160 edition (Abb. 43).

5. Experimentelles



Abbildung 43: Kautschukspritzgießmaschine Maplan MTF 750/160 edition ohne eingebautes Werkzeug

Es handelt sich dabei um eine Kautschukspritzgießmaschine mit vertikaler Schließ- und Spritzeinheit. Die technischen Daten der Maschine können Tab. 15 entnommen werden.

Tabelle 15: Technische Daten der Kautschukspritzgießmaschine MTF 750/160 edition [27]

Eigenschaft	Einheit	Wert
maximale Schließkraft	kN	1600
maximales Hubvolumen	cm ³	750
maximaler Einspritzvolumenstrom	cm ³ /s	78
maximaler Einspritzdruck	bar	1900
Schneckendurchmesser	mm	32
Außendurchmesser Zylinder	mm	75
maximaler Öffnungshub	mm	450

Weiters verfügt die Maschine über ein so genanntes FIFO-Aggregat (First-in, First-out). Dieses ermöglicht ein nahezu rückstandsfreies Einspritzen des dosierten Schussvolumens. Dies ist bei der Verarbeitung von Kautschukmassen essenziell, da

5. Experimentelles

zu lange Verweilzeiten des Materials in der Spritzeinheit zu einem punktuellen Anvulkanisieren des Materials führen können. Abb. 44 zeigt ein FIFO-Aggregat nach der Bauart der Firma Maplan. Die Besonderheit an dieser Konstruktion ist, dass die Einspritzkammer baulich von Schnecke und Zylinder getrennt ist und sich nicht, wie bei anderen Maschinenherstellern üblich, im Zylinder vor der Schneckenspitze befindet. Der Zylinder selbst taucht als Kolben in die Einspritzkammer ein und spritzt die plastifizierte Masse in das Werkzeug. Diese Konstruktionsweise bedingt, dass die Spritzeinheit nicht vom Werkzeug abgehoben werden kann.

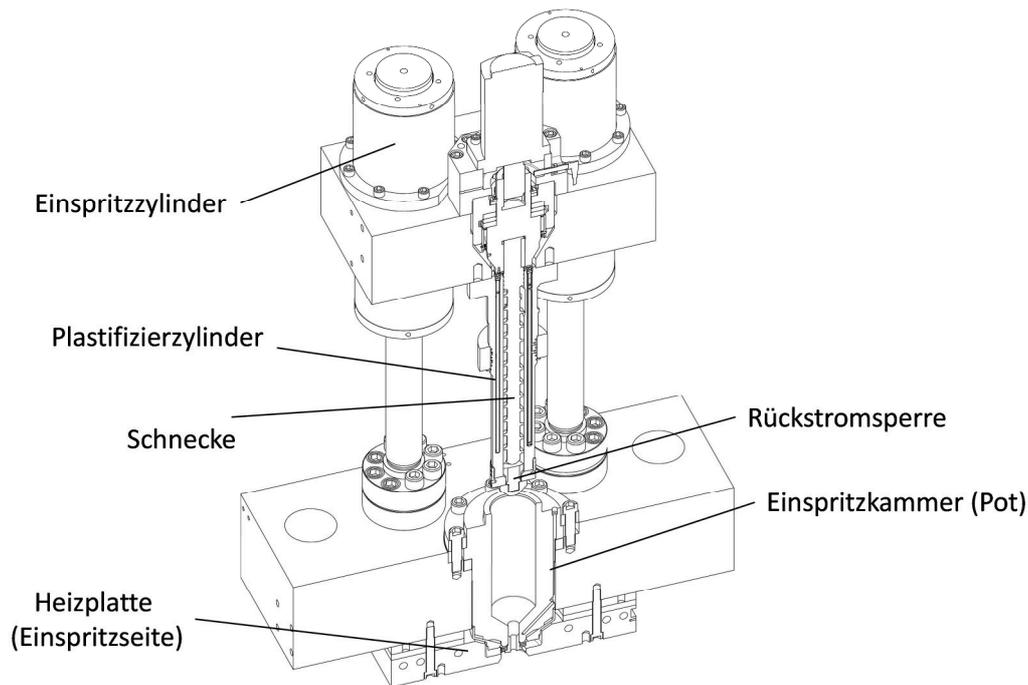


Abbildung 44: FIFO Aggregat, Zylinder in oberster Position dargestellt [9]

5.2.6 Versuchswerkzeuge

Bei allen verwendeten Werkzeugen erfolgte die Datenerfassung mit dem System Spider 8 und dessen Software Catman Easy, Firma Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, Darmstadt, Deutschland.

5.2.6.1 Versuchswerkzeug für die Massetemperaturmessung

Die Anforderung an dieses Werkzeug war eine einfache Messung der Massetemperatur im Spritzgießzyklus zu ermöglichen. Zu diesem Zweck wurde das in Abb. 45 dargestellte Versuchswerkzeug konstruiert. Abb. 46 zeigt die Schnittansicht des Werkzeugs. Das Werkzeug ermöglicht das Ausspritzen durch eine wechselbare Düse ins Freie und eine Messung des Drucks vor der Düse.

5. Experimentelles

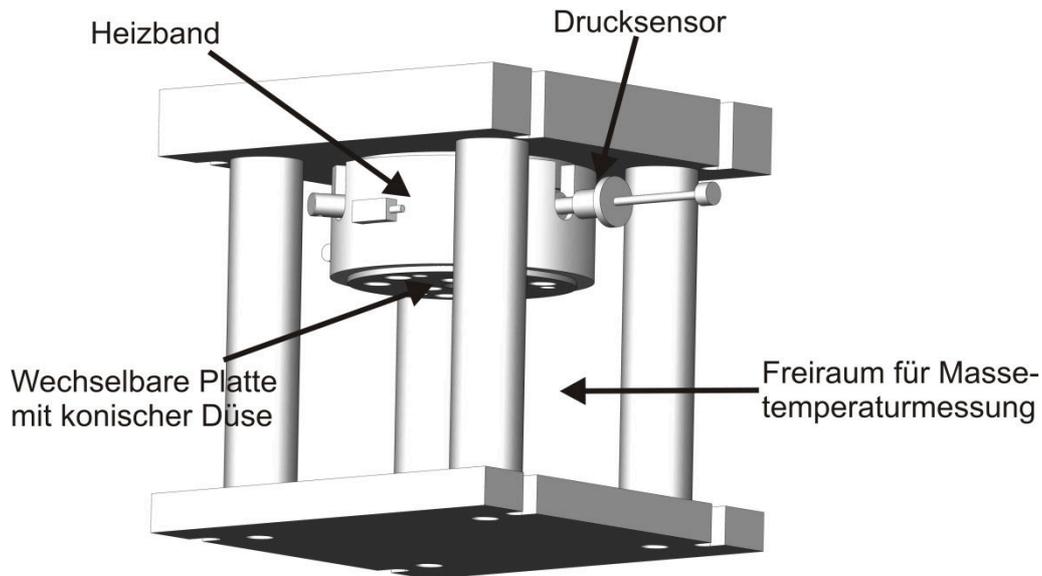


Abbildung 45: Versuchswerkzeug zur Messung der Massetemperatur [37]

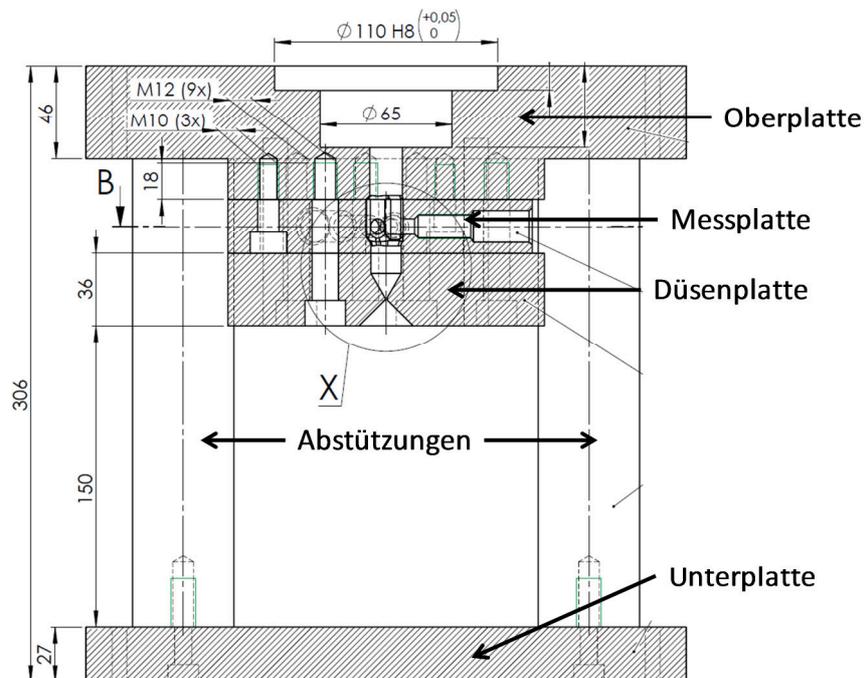


Abbildung 46: Schnittansicht des Versuchswerkzeugs zur Messung der Massetemperatur [37]

Die Oberseite ist gegen die Unterseite durch vier runde Bolzen abgestützt, um die beim Einspritzen entstehenden Kräfte aufzunehmen. Wäre diese Abstützung nicht gewährleistet, könnte es passieren, dass die Oberseite des Werkzeugs aufgrund der hohen Einspritzdrücke von der Aufspannplatte herunter gerissen wird. Wie in den Abbildungen ersichtlich, verfügt das Werkzeug über keine Kavität. Der Freiraum zwischen den 4 Bolzen kann genutzt werden, um Massetemperaturmessungen mittels Einstichfühler oder Infrarotkamera durchzuführen. Weitere Bohrungen in der Messplatte ermöglichen über die Druckmessung hinausgehend den Einsatz weiterer Sen-

5. Experimentelles

soren, wie z.B. eines IR-Temperatursensors (FOS-Messtechnik GmbH, Schlacht-Audorf, Deutschland). Diese und andere Messmethoden werden in Kap. 5.4.4 (S. 90) behandelt. Die Druckmessung erfolgt mit einem Sensor des Typs MDA422-1/2-2M, Dynisco, Franklin, Massachusetts, USA. Die Temperierung erfolgt über die Heizplatten der Maschine und einem eigens konstruierten Keramikheizband. In Tab. 16 sind die für dieses Werkzeug verfügbaren Düsen aufgelistet.

Tabelle 16: Maße der verfügbaren Düsen (vgl. Abb. 15, S. 32)

Düse (-)	R _{Start} (mm)	R _{End} (mm)	L ₂ (mm)	θ (°)
1	7,5	0,75	1	20
2	7,5	0,75	1	30
3	7,5	0,75	1	45
4	7,5	0,75	1	60
5	7,5	0,75	1	75
6	7,5	0,75	1	90
7	7,5	1	1,13	60
8	7,5	1	16	60

5.2.6.2 Versuchswerkzeug zur Heizeitverkürzung mittels Scher- und Dehnerwärmung

Zur Durchführung von Versuchen zur Charakterisierung der Auswirkung der Dehnerwärmung auf die Heizeit und der resultierenden Formteilqualität wurde das gleiche Versuchswerkzeug wie in Kap. 5.2.6.4 (S. 80) in leicht adaptierter Form verwendet. Eine Darstellung dieser Variante findet sich in Abb. 47.

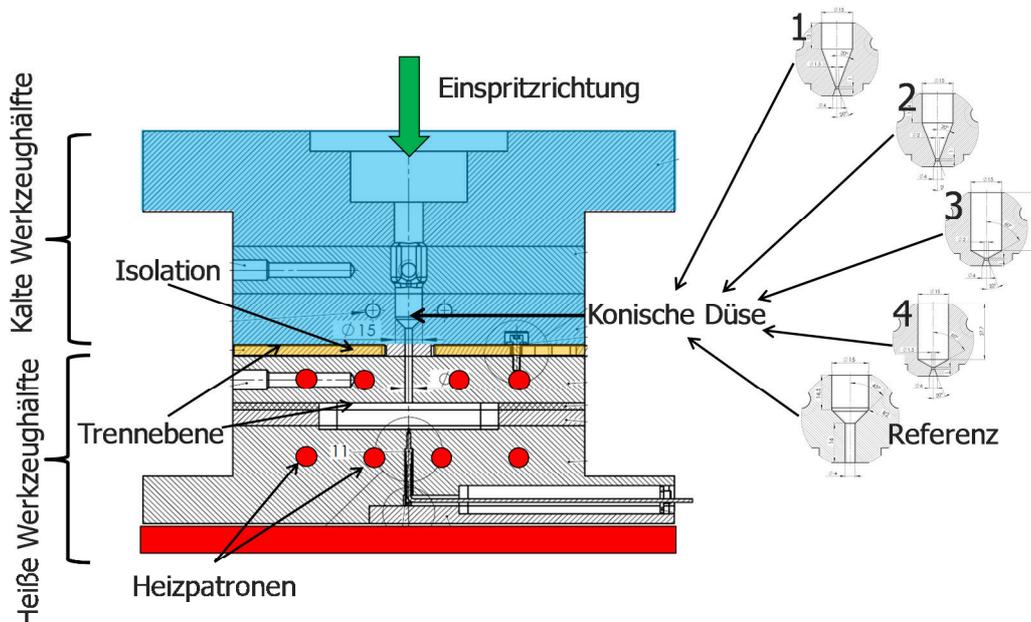


Abbildung 47: Schnittdarstellung des Versuchswerkzeugs zur Heizeitverkürzung mittels Dehnerwärmung [37]

5. Experimentelles

Das Werkzeug besteht aus einer kalten und einer heißen Hälfte. Der obere Teil kann als Verlängerung der Spritzeinheit betrachtet werden. Hier befindet sich eine Messplatte zur Massedruckmessung und eine austauschbare konische Düse (siehe Tab. 17) zur Einbringung der Scher- und Dehnerwärmung. Die untere Hälfte weist eine rechteckige Kavität (Platte 100x100x15) auf. Diese wird durch 8 Heizpatronen geheizt.

Tabelle 17: Maße der verfügbaren Düsen (vgl. Abb. 15, S. 32)

Düse (-)	R _{Start} (mm)	R _{End} (mm)	L ₂ (mm)	θ (°)
0	15	2	1	45
1	15	0,75	1	20
2	15	1	1	20
3	15	0,75	1	60
4	15	1	1	60
5	15	1	16	60

5.2.6.3 Versuchswerkzeug für die Messung der Kompressionserwärmung

Es handelt sich hier um eine Modifikation des im Kap. 5.2.6.1 (S. 76) beschriebenen Versuchswerkzeugs. Um die dosierte Masse mit Druck beaufschlagen zu können, wurde eine Düse ohne Öffnungsbohrung verwendet. Diese war mit einem Thermo- element des Typs J zur Messung der Massetemperatur ausgestattet (vgl. Abb. 48), wobei der Druckanstieg mit dem vorhandenen Drucksensor gemessen wird.

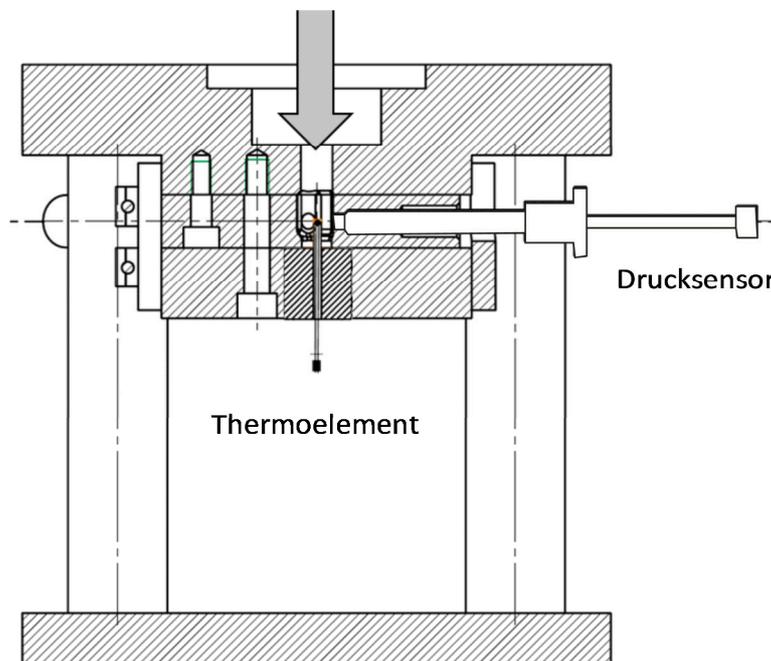


Abbildung 48: Schnittansicht des Versuchswerkzeugs zur Messung der Kompressionserwärmung [37]

5.2.6.4 Versuchswerkzeug zur Heizzeitverkürzung mittels Kompressionserwärmung

Das verwendete Werkzeug ist in [28] ausführlich erläutert, hier wird eine gekürzte Fassung wiedergegeben. Das Ziel bei der Konstruktion des Werkzeugs war es, eine Kompressionsphase zum Abbau der Inkubationszeit direkt in den Spritzgießprozess zu integrieren. Abb. 49 zeigt eine Schnittansicht durch das Werkzeug.

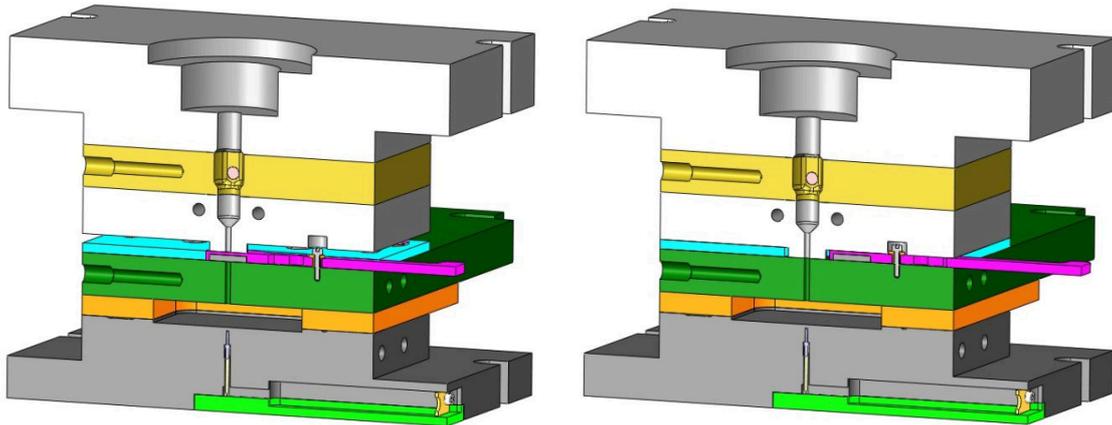


Abbildung 49: Schnitt durch das Versuchswerkzeug; links: geschlossener Fließkanal während der Kompressionsphase; rechts: offener Fließkanal in der Einspritzphase [37]

Wie auch bei den anderen Versuchswerkzeugen wird von oben eingespritzt. Dann gelangt das Material durch die Messplatte und den Anguss in die Kavität. Auf der linken Seite ist das Werkzeug in der Kompressionsphase dargestellt. Der Anguss ist in dieser Phase durch ein Schieberelement verschlossen. Auf der rechten Abbildung, welche die Einspritzphase zeigt, ist der Durchgang in die Kavität geöffnet und es kann eingespritzt werden. Als Formteil wird eine 100x100x15 mm große Platte hergestellt. Im Werkzeug sind zwei unterschiedliche Temperaturbereiche vorgesehen (vgl. Abb. 50). Die obere Hälfte kann wieder als ein Teil der Spritzeinheit betrachtet werden. Sie wurde entsprechend auf der Temperatur der Spritzeinheit gehalten. Dies geschieht durch Öl-Temperierung rund um den Einspritzkanal und durch eine Isolierung gegenüber dem unteren Teil. Die untere Werkzeughälfte bildet die Kavität. Das Formteil wird von unten über die Heizplatte und von oben über die eingesetzten Heizpatronen geheizt. Wird in Folge von der „Werkzeugtemperatur“ gesprochen, so ist damit immer die untere Hälfte gemeint.

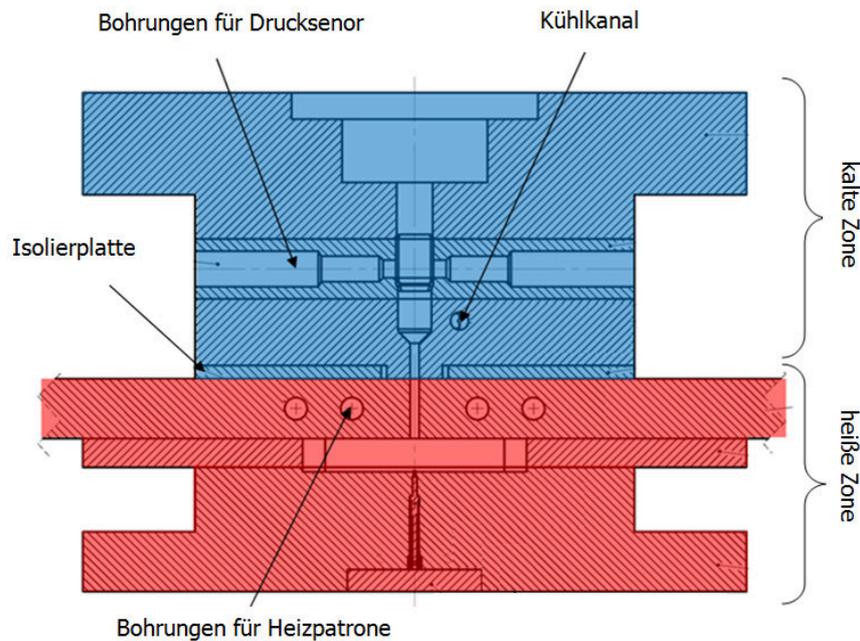


Abbildung 50: Schnittdarstellung des Versuchswerkzeugs und der unterschiedlichen Temperaturzonen [37]

Die Temperierung des hier präsentierten Werkzeugs zeigte in der praktischen Verwendung einige konstruktionsbedingte Schwächen. In der oberen Hälfte der „heißen Zone“ sind Heizpatronen vorgesehen, die das Formteil von oben her beheizen. Die untere Hälfte wird mittels der über 10 cm entfernten Heizplatte der Maschine beheizt. Durch diese Anordnung ergibt sich eine asymmetrische Beheizung des Formteils, welche auch in den DVR-Ergebnissen in Abb. 120 (S. 159) ersichtlich ist. Der DVR der Oberseite des Formteils ist durch die direkte Beheizung durch die Heizpatronen niedriger als an der Unterseite. In der Modifikation des Werkzeugs für die Versuche zur Heizzeitverkürzung mittels Scher- und Dehnerwärmung konnte diese Schwäche durch weitere Heizpatronen in der untersten Werkzeugplatte behoben werden (vgl. Abb. 47, S. 78).

5.3 Visualisierung der Einlaufströmung

Die in Kap. 3.4.3 (S. 35) verwendeten Bilder der Einlaufströmung einer Gummimischung wurden mit der folgenden Arbeitsanweisung, die im Rahmen von [49] erarbeitet wurde, erstellt. Als Versuchsmaterial diente das NBR 2. Die Versuche wurden am Hochdruckkapillarrheometer Rheograph 2002 (Kap. 5.2.1, S. 70) bei einer Zylindertemperatur von 130°C durchgeführt. Das Ablaufdiagramm der Versuche kann Abb. 51 entnommen werden.

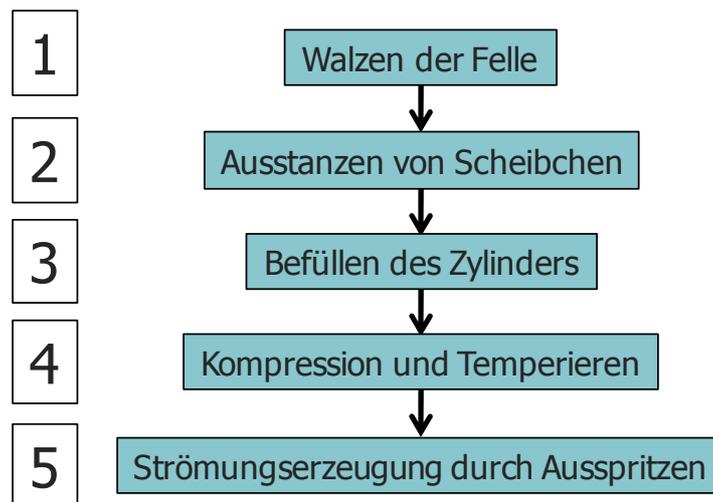


Abbildung 51: Ablaufdiagramm der Versuche zur Visualisierung der Einlaufströmung im HKR, Schritte 1 bis 5 im Text erläutert

Schritt 1: Walzen der Felle

Das Versuchsmaterial lag in Form eines Walzfells in zwei Farben (schwarz und weiß) vor und wurde weiter auf eine Dicke von ca. 1 mm gewalzt.

Schritt 2: Ausstanzen von Scheibchen

Aus dem Fell wurden Scheibchen mit einem Durchmesser von etwa 10 mm mittels Stanzeisen ausgestanzt (Abb. 52). Dabei wurde durch Übereinanderlegen der Felle bereits eine alternierende Anordnung von schwarzen und weißen Plättchen erzeugt.



Abbildung 52: Ausstanzen von Scheibchen mittels Stanzeisen und Bilden von farblich alternierenden Stapeln [49]

Schritt 3: Befüllen des Zylinders

Beim Einfüllen der Scheibchenstapel in den Zylinder musste darauf geachtet werden, dass die Stapel gerade eingeführt werden und die Anordnung der Schichten erhalten bleibt. Anschließend wurden diese mittels Messingstößel im Füllraum des HKR festgedrückt.

Schritt 4: Kompression und Temperieren

Der Stempel des HKR wurde montiert und in den Zylinder gefahren, bis das Material leicht mit Druck beaufschlagt und die Restluft ausgepresst war. Anschließend wurde noch etwa 5 Minuten gewartet, bis die Probe temperiert war.

Schritt 5: Strömungserzeugung durch Ausspritzen

Das Ausspritzen zur Erzeugung einer stationären Strömung für eine Dauer von 20 bis 240 Sekunden, je nach Kolbengeschwindigkeit, wurde manuell durchgeführt, bis etwa 75% des Mischungsvolumens aus der Düse getreten waren. Dann wurde abrupt abgestoppt und das Ausvulkanisieren der Probe abgewartet.

Schritt 6: Entformen und Spalten der Probe

Nach erfolgter Vernetzung wird die Probe mittels Maschinenstempel aus dem Zylinder gedrückt und mittels einer Schneideeinrichtung der Länge nach gespalten. Beispiele der so erhaltenen Schnittbilder sind in Abb. 18 (S. 36) dargestellt.

5.4 Massetemperatur- und Druckverlustmessungen

Die Massetemperaturmessungen wurden an der Kautschukspritzgießmaschine Maplan MTF750/160edition (Kap. 5.2.5, S. 74) mit dem in Kap. 5.2.6.1 (S. 76) beschriebenen Werkzeug durchgeführt. Die Versuchsmaterialien SBR und NBR sind in Kap. 5.1 (S. 68) erläutert.

5.4.1 Versuchspläne

Die durchgeführten Versuchspläne sind in Tab. 18 für das SBR und in Tab. 19 für NBR 1 dargestellt.

5. Experimentelles

Tabelle 18: Versuchsplan zur Massetemperaturmessung an SBR

Nr.	Start-Temperatur (°C)	Düsenwinkel (°)	Einspritzgeschwindigkeit (mm·s ⁻¹)	Volumenstrom (cm ³ ·s ⁻¹)
1	80	keine Düse	1,5	6,63
2			4,0	17,67
3		20	1,5	6,63
4			2,5	11,04
5			4,0	17,67
6			5,0	22,09
7		30	1,5	6,63
8			2,5	11,04
9			4,0	17,67
10			5,0	22,09
11		45	1,5	6,63
12			2,5	11,04
13			4,0	17,67
14		60	1,5	6,63
15			2,5	11,04
16			3,5	15,46
17		75	1,5	6,63
18			2,5	11,04
19			3,5	15,46
20		90	1,5	6,63
21			2,5	11,04
22			3,5	15,46

5. Experimentelles

Tabelle 19: Versuchsplan zur Massetemperaturmessung an NBR 1

Nr.	Start-Temperatur (°C)	Düsenwinkel (°)	Einspritzgeschwindigkeit (mm·s ⁻¹)	Volumenstrom (cm ³ ·s ⁻¹)
1	80	keine Düse	4	17,67
2			14	61,85
3		20	4	17,67
4			8	35,34
5			14	61,85
7		30	4	17,67
8			8	35,34
9			14	61,85
11		45	4	17,67
12			8	35,34
13			13	57,43
14		60	4	17,67
15			8	35,34
16			13	57,43
17		75	4	17,67
18			8	35,34
19			13	57,43
20		90	4	17,67
21			8	35,34
22			13	57,43

5.4.2 Thermoelement

Für die erfolgreiche Durchführung der Messungen in einem kontinuierlichen Zyklus war ein schnell messendes Thermoelement vonnöten. Die besten Ergebnisse wurden nach umfangreichen Voruntersuchungen mit einem selbst hergestellten Thermoelement des Typs K (Abb. 53) erzielt. Dafür wurde eine Thermoelement-Ausgleichsleitung abgeschnitten und die unisolierten Drähte an beiden Enden auf einer Länge von ca. 2 cm fest ineinander verdrillt. Die Verbindung der beiden Drähte aus unterschiedlichen Metallen ergab ein neues schnell ansprechendes Thermoelement. Der geringe Durchmesser der verdrillten Drähte von etwa einem Millimeter bewirkt ein rasches Ansprechverhalten ($\tau = 7,8$ s; nach der Halbzeitmethode Gl. 119) des Elements. Dieses wurde in einem Kalibriergerät der Type ProfiCaII Firma Gräff, Troisdorf, Deutschland, bei einem Temperatursprung von Raumtemperatur auf 200°C bestimmt.

$$\tau = \frac{t_H}{\ln(2)} \quad (119)$$

τ Zeitkonstante in s

t_H Halbwertszeit in s

Bei einem neuen Element dieser Art ist sehr wichtig, die Kalibrierung zu überprüfen. In diesem Fall hatte das erzeugte Thermoelement exakt die Charakteristika eines Thermoelements des Typs K. Wird der Temperaturfühler nach längerem Gebrauch abgenutzt oder beschädigt, kann der Draht abgeschnitten und an einer anderen Stelle erneut verdrillt werden.

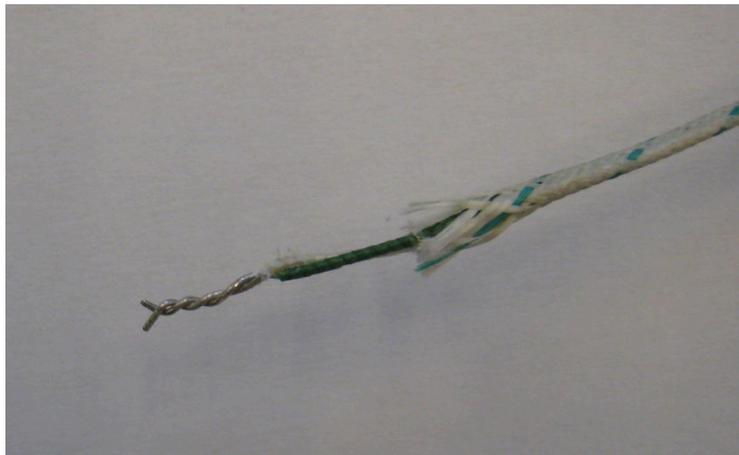


Abbildung 53: Selbst hergestelltes Thermoelement Typ K

5.4.3 Versuchsdurchführung

Das Versuchswerkzeug (Abb. 45, S. 76) inklusive Messsensorik und Regelthermoelement für die Werkzeugtemperierung wurde in die Schließeinheit der Spritzgießmaschine (vgl. Kap. 5.2.5, S. 74) eingebaut.

5.4.3.1 Prozessparameter

Die verwendeten Prozessparameter können Tab. 20 entnommen werden.

Tabelle 20: Prozessparameter für die Messung der Massetemperatur

Parameter	Wert	Einheit
Schussvolumen	200	cm ³
Schließkraft	500	kN
Einspritzgeschwindigkeit	variabel	mm/s
Temperatur der Spritzeinheit	80°C	°C
Werkzeugtemperatur	80°C	°C

5. Experimentelles

5.4.3.2 Messablauf

Abb. 54 zeigt an Hand der Spritzgießmaschinensymbolik den Zyklusablauf, der bei den Experimenten zur Massetemperaturmessung verwendet wurde. Um die Messung zu starten, wird zunächst das Material in die Spritzeinheit gefüttert und aufdosiert. Das Werkzeug muss geöffnet sein, damit der Zyklus im halbautomatischen Modus gestartet werden kann.

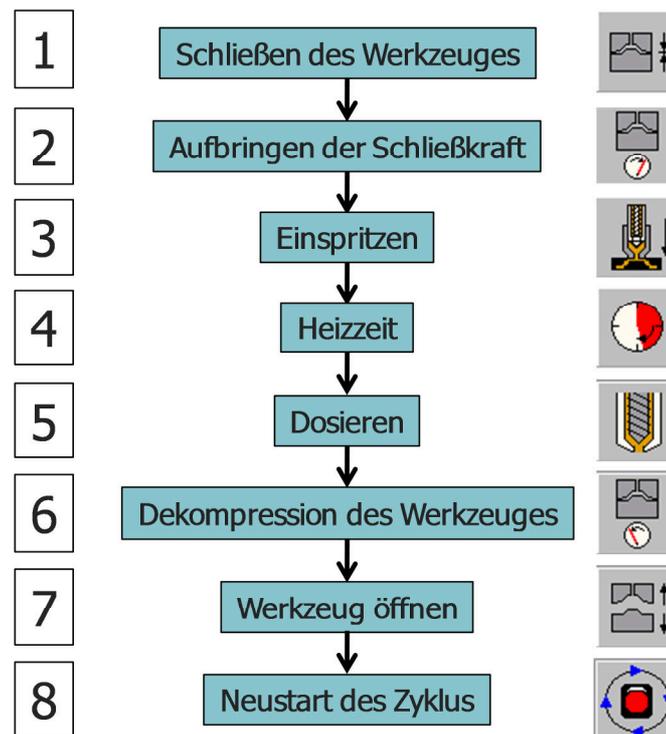


Abbildung 54: Ablaufdiagramm der Temperaturmessung; Phasen 1 bis 8 im Text erläutert

Phase 1: Schließen des Werkzeuges

Phase 2: Aufbringen der Schließkraft

Bei der gewählten Konstruktion des Werkzeuges ist es wichtig, dass nur ausgespritzt wird, wenn das Werkzeug geschlossen ist. Andernfalls kann es passieren, dass die obere Hälfte aufgrund des Spritzdrucks von der Aufspannung gerissen wird.

Phase 3: Einspritzen

Das Material beginnt aus der Düse zu fließen. Wenn der halbe Schuss (ca. 100 cm³ Schussvolumen) ausgespritzt ist, wird das Thermoelement in den sich bildenden Massekuchen gelegt, woraufhin das noch folgende Material den Messfühler einschließt. Nach erfolgtem Ausspritzen wird die Masse mitsamt dem Thermoelement aus dem Werkzeug genommen und zu einem Ball geformt. Es ist darauf zu achten, einen dichten Ball mit der Spritze des Thermoelements in der Mitte zu formen.

5. Experimentelles

Anschließend wird das Thermoelement in der Mischung leicht bewegt, um zu überprüfen, ob sich im Material noch weitere heiße Punkte befinden. Abb. 55 zeigt eine exemplarische Temperaturkurve für einen Schuss. Am Punkt A wurde das Thermoelement in die Masse gesteckt, an Punkt B herausgezogen. Dazwischen erreicht es ein Temperaturmaximum und bleibt auf diesem Niveau für einige Minuten. Die rote Linie zeigt die ausgewertete Massetemperatur von 137,5°C. Die dargestellte Kurve ergibt eine Zeitkonstante von $\tau = 5,3$ s (nach Gl. 119, S. 86), was eine Verbesserung des Ansprechverhaltens im Vergleich zur Aufheizung im Kalibriergerät $\tau = 7,8$ s darstellt. Dies bedeutet, dass zwischen Kautschukmischung und Thermoelement ein rascherer Wärmeaustausch als im Kalibriergerät stattfindet.

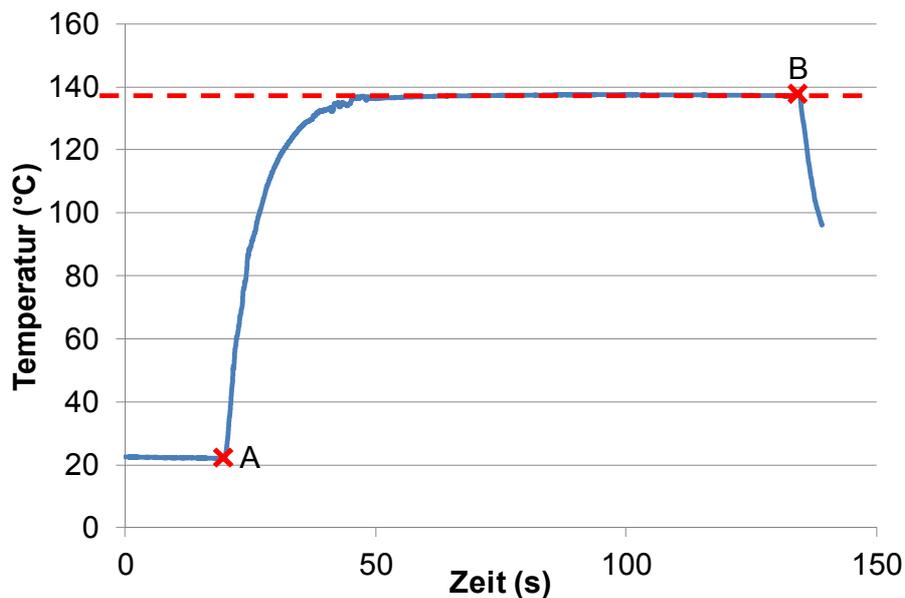


Abbildung 55: Temperaturkurve, gemessen am Thermoelement während eines Ausspritzvorgangs; Düse: $\theta = 75^\circ$ $d = 1,5$ mm; Einspritzgeschwindigkeit = 1,5 mm/s; Material: SBR; A und B sind im Text erklärt

Phase 4: Heizzeit:

Die Heizzeit ist im vorliegenden Zyklus nur ein fiktiver Begriff in der Maschinensteuerung, da das Versuchswerkzeug keine Kavität besitzt. Ein Zeitraum von 60 Sekunden wurde gewählt, um Zeit für die Durchführung der Messung zu schaffen.

Phase 5: Dosieren

Phase 6: Dekompression des Werkzeugs

Phase 7: Werkzeug öffnen

Phase 8: Neustart des Zyklus

Zwischen den Zyklen wurde eine Wartezeit von einer Minute eingehalten, um sicherzustellen, dass das Maximum der Temperaturkurve (vgl. Abb. 55) erreicht

5. Experimentelles

wurde. Üblicherweise stellte sich dieser Wert 30 Sekunden nach dem Formen des Balls ein.

5.4.3.3 Messung der Starttemperatur

Mit der beschriebenen Arbeitsanweisung konnte die Massetemperatur nach dem Passieren der Düse bestimmt werden. Um die Temperaturerhöhung durch die Düse zu ermitteln, muss die Starttemperatur vor der Düse bekannt sein. Zur Messung derselben wurde die Düse vom Werkzeug entfernt und der gleiche Messablauf, wie im obigen Kapitel beschrieben, durchgeführt. Beim Ausspritzen des Materials aus der oberen Werkzeughälfte formte es einen dicken Strang von mindestens 16 mm Durchmesser. Aus diesem Grund konnte kein Ball geformt werden. Stattdessen wurde die Temperatur des Strangs an mindestens 3 Positionen über die Länge gemessen. Dabei sollte sich die Spitze des Thermoelements immer in der Mitte des Strangquerschnitts befinden. Ausgewertet wurde die jeweils höchste gemessene Temperatur.

5.4.3.4 Auswertung der Druckkurven

Der am Drucksensor im Werkzeug (Abb. 45, S. 77) gemessene Druckverlust ist exemplarisch in Abb. 56 dargestellt.

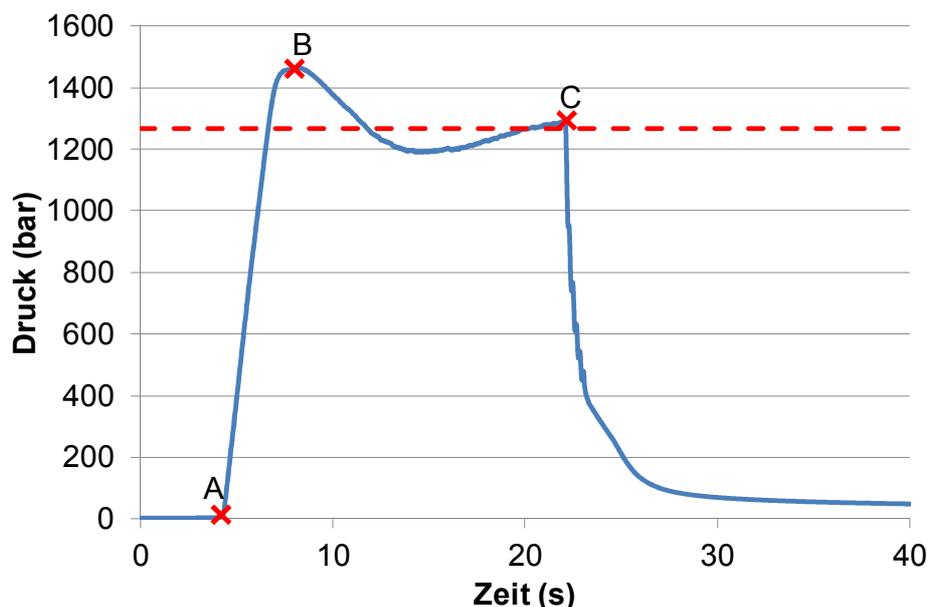


Abbildung 56: Druckkurve, gemessen vor der Düse während eines Ausspritzvorgangs; Düse: $\theta = 60^\circ$ $d = 1,5$ mm; Einspritzgeschwindigkeit = 2,5 mm/s; Material: SBR; A, B und C sind im Text erklärt

An Punkt A startet der Schuss. Aufgrund der Kompressibilität der Kautschukmischung braucht der Druck eine kurze Zeit, um sich aufzubauen. Punkt B markiert das Erreichen der vollen Einspritzgeschwindigkeit. Am Ende des Schusses (Punkt C) trat ein zweites Maximum auf. Leider konnte kein gleichbleibender Druckverlauf über den

5. Experimentelles

gesamten Ausspritzvorgang erreicht werden. Dies dürfte an der dissipationsbedingten Temperaturinhomogenität über dem Dosierweg bzw. an der Regelung der Einspritzgeschwindigkeit liegen. Aus diesem Grund wurde das arithmetische Mittel zwischen Punkt B und C für die Auswertung herangezogen (gestrichelte Linie).

5.4.4 Diskussion der Messmittel

In diversen Vorarbeiten [27] und Vorversuchen wurde das am besten geeignete Messequipment bestimmt. Dieses Kapitel zeigt, welche Messmittel nicht den erwünschten Erfolg gebracht haben, um Irrwegen und Irrtümern in anderen Arbeiten vorzubeugen.

5.4.4.1 Dickeres Thermoelement

In ersten Experimenten kam ein dickeres Thermoelement ($d=4$ mm) der Type J aus dem Eigenbau der IWZ Industriebedarf Wilhelm Zastera GmbH, Wien, Österreich, zum Einsatz (Abb. 57). Dieses wurde zunächst aufgrund seiner Robustheit ausgewählt. Es ist dazu gebaut, in einen festeren Massekuchen hineinzustecken. Der Vergleich zum Ansprechverhalten des dünnen Thermoelements (Abb. 53, S. 86) erfolgte in einem Kalibriergerät Type ProfiCaII Firma Gräff, Troisdorf, Deutschland. Dieses wurde auf 200°C temperiert, beide Thermoelemente gleichzeitig eingeführt und die Ansprechkurven aufgezeichnet. Das Ergebnis ist in Abb. 58 dargestellt. Zum direkten Vergleich wurde die Ansprechzeit der beiden Thermoelemente mit der Halbwertszeitmethode (Gl. 119, S. 86) berechnet. Diese ergibt Zeitkonstanten von $\tau = 7,8$ s für das dünne und $\tau = 75,7$ s für das dicke Thermolement. Der Unterschied im Ansprechverhalten bewirkt, dass das dünne Thermoelement den Zielwert innerhalb weniger Sekunden erreicht, wohingegen das dicke Thermoelement dafür mehr als 800 Sekunden benötigt. Da die Messung somit nicht innerhalb der Zykluszeit abgeschlossen werden kann, ist das dicke Thermoelement nicht für die Bestimmung der Masse-temperatur geeignet. Außerdem kann es passieren, dass der zu messende Massekuchen bereits auszukühlen beginnt, bevor die Temperaturmessung abgeschlossen ist.

5. Experimentelles



Abbildung 57: Dickes Thermoelement, Eigenbau IWZ Industribedarf Wilhelm Zastera GmbH

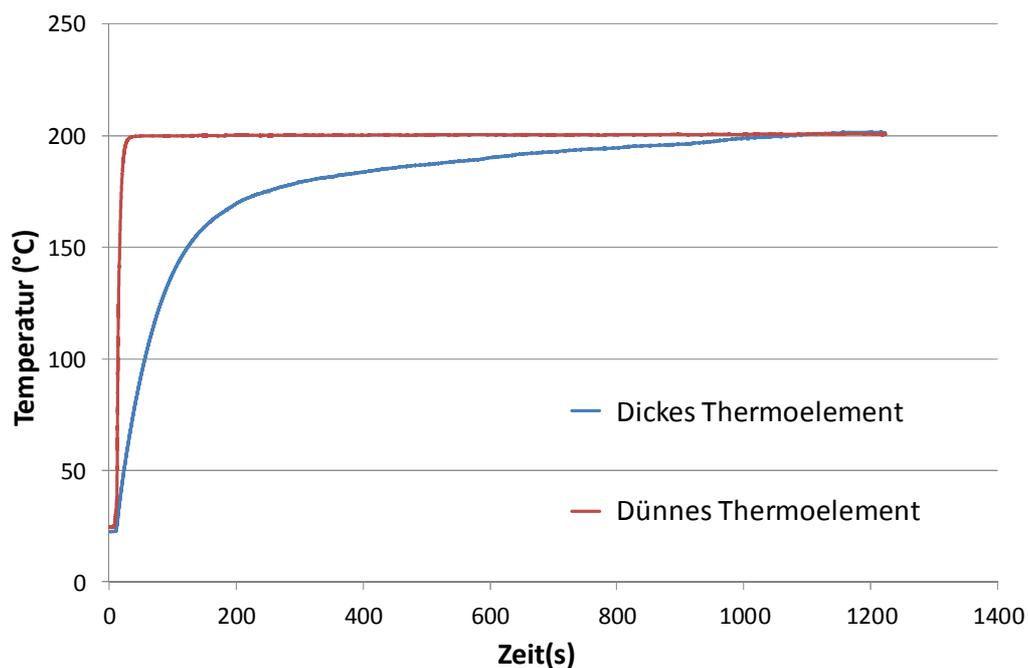


Abbildung 58: Vergleich der Ansprechzeit des dicken und dünnen Thermoelements

5.4.4.2 Infrarot-Kamera

Weiters wurden Messungen der Massetemperatur mit einer Infrarot-Kamera der Type Thermacam SC500, Flir Systems, Wilsonville, Oregon, USA, durchgeführt (vgl. Abb. 59).

5. Experimentelles



Abbildung 59: Auf das Testwerkzeug gerichtete Infrarot-Kamera [27]

Der ausgespritzte Massekuchen wurde mit einem Messer in zwei Hälften geschnitten und die Schnittfläche gefilmt (Abb. 60). Die Auswertung der Durchschnittstemperatur erfolgte durch Mittelung der Pixel auf der Oberfläche der Formmasse (blau eingerahmtes Feld).

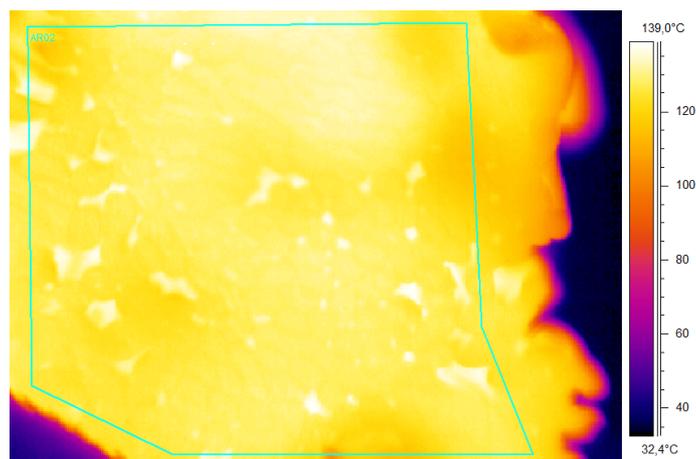


Abbildung 60: Infrarot-Aufnahme vom Schnittbild des ausgespritzten Massekuchens [27], blau eingeramtes Feld: Bereich für die Auswertung der Massetemperatur

Abb. 61 zeigt einen Vergleich zwischen Messungen mit dem dünnen Thermoelement und der Infrarot-Kamera.

5. Experimentelles

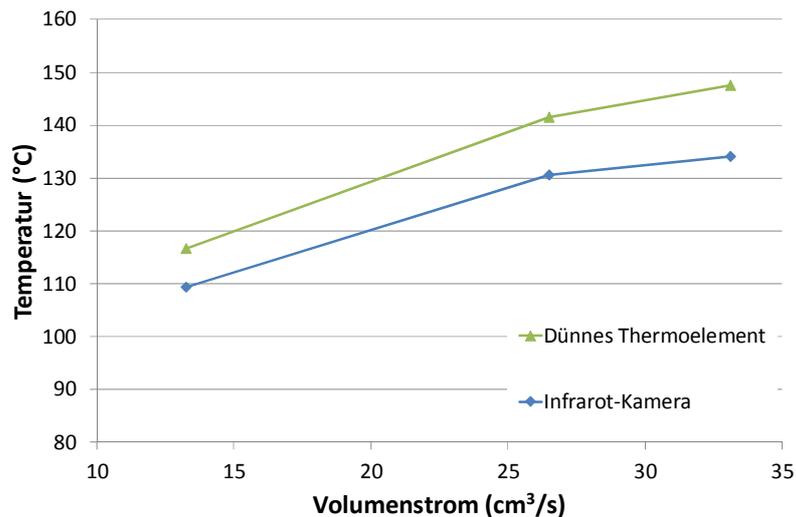


Abbildung 61: Vergleich der gemessenen Massetemperaturen mit dem dünnen Thermoelement und der Infrarot-Kamera; Material: EPDM; Starttemperatur 80°C; Düse: $\theta = 20^\circ$; $d = 1,5 \text{ mm}$

Die mittels Infrarotkamera bestimmten Massetemperaturen liegen deutlich unter denen des Thermoelements. Der Grund dafür ist, dass sich die Infrarot-Kamera zwar gut für die Visualisierung der Temperaturverteilung eignet, jedoch die exakte quantitative Bestimmung der Temperatur oft Schwierigkeiten bereitet. Der gemessene Temperaturwert hängt von der Emissivität des Materials ab. Für die verwendeten Versuchsmaterialien wurde ein Wert von 0,94 mittels UV-VIS-Spektroskopie für den versuchsrelevanten Temperaturbereich bestimmt. Dieser Wert bildete die Grundlage für die Berechnung der Temperatur in Abb. 60. Es konnte jedoch keine Übereinstimmung zwischen der Infrarot-Kamera und dem dünnen Thermoelement gefunden werden. Ein weiterer möglicher Fehlereinfluss ist das Abkühlen der Oberflächentemperatur durch den Schnitt mit dem Messer. Um diesem Effekt vorzubeugen, wurde das Messer durch direkten Kontakt mit der Heizplatte der Spritzgießmaschine vorgewärmt.

5.4.4.3 Infrarot-Sensor

Während erster Messungen wurde ein Infrarot-Sensor (FOS-Messtechnik GmbH, Schlacht-Audorf, Deutschland) im Versuchswerkzeug in der Messplatte (vgl. Abb. 46, S. 92) eingesetzt. Beabsichtigt war die Messung der Massetemperatur vor Eintritt in die Düse. Abb. 62 zeigt den Infrarot-Sensor im eingebauten Zustand.

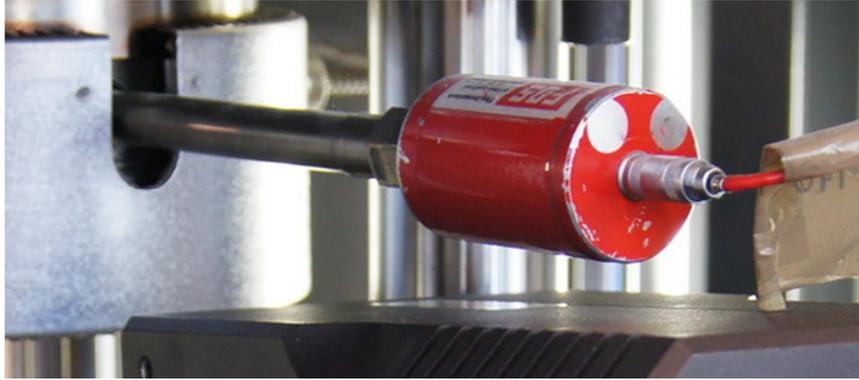


Abbildung 62: Im Versuchswerkzeug montierter Infrarot-Sensor [27]

Abb. 63 zeigt das Temperatursignal des Infrarotsensors während eines Schusses. Zu Beginn detektiert der Sensor eine Starttemperatur von ca. 80°C . Das entspricht der an der Spritzeinheit und der Düse eingestellten Temperatur. Setzt der Massefluss ein, beginnt die Temperatur anzusteigen. Das Signal erreicht ein Maximum von ca. 150°C . Dann stoppt der Fluss und die angezeigte Temperatur geht wieder auf 80°C zurück. Der Grund für das Auftreten dieses Temperaturverlaufes ist nicht vollkommen klar. Der Sensor wurde vor der Düse eingebaut und zeigte dennoch teilweise höhere Temperaturen als nach dem Austritt aus der Düse gemessen wurden. Der Kanal im Bereich von der Spritzeinheit zum Sensor weist einen Durchmesser von 16 mm auf. Durch bewusst großzügig gewählte Dimensionierung ist eine Schererwärmung von 70°C , wie aus Abb. 63 fälschlicherweise herausgelesen werden könnte, höchst unwahrscheinlich. Aufgrund des hohen Absorptionskoeffizienten von rußgefüllten Kautschukmischungen ist eine Eindringtiefe der Infrarotstrahlung im Bereich von 0,1 mm [59] zu erwarten. Es kann somit davon ausgegangen werden, dass die in Abb. 63 dargestellte Temperatur die Grenzflächentemperatur der Mischung an der Wand repräsentiert. Diese Grenzschicht scheint aufgrund von Dissipations- und Reibungseffekten sehr heiß zu sein.

Faktum ist, dass es nicht möglich war, mit diesem Sensor die mittlere Massetemperatur vor der Düse zu bestimmen. Dies machte den Infrarotsensor für diesen Zweck nicht anwendbar.

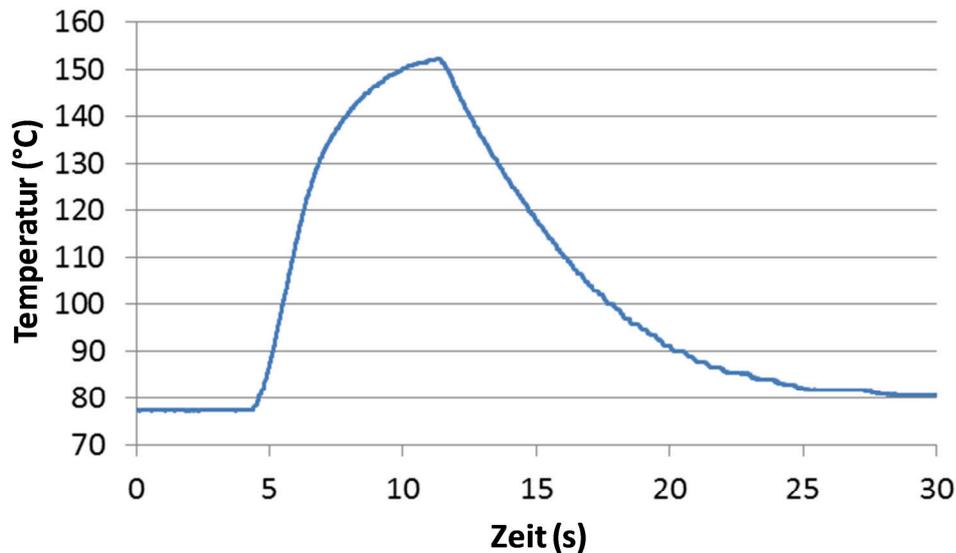


Abbildung 63: Vor der Düse mit dem Infrarotsensor gemessene Temperatur; Material EPDM, $\dot{V} = 26,51 \text{ cm}^3/\text{s}$; Starttemperatur=80°C [27]

5.5 Heizzeitverkürzung mittels Scher- und Dehnerwärmung

Die Versuche zur Untersuchung der Auswirkung der kombinierten Scher- und Dehnströmung auf die Formteilqualität wurden an der in Kap. 5.2.5 (S. 74) vorgestellten Gummispritzgießmaschine mit dem Versuchswerkzeug aus Kap. 5.2.6.2 (Abb. 47, S. 78) durchgeführt. Zwei unterschiedliche Fahrweisen kamen dabei zum Einsatz. Zunächst wurden die Einspritzgeschwindigkeit, später der Einspritzdruck und damit die Einspritzarbeit konstant gehalten. Die produzierten Formteile wurden nach Entformen so rasch wie möglich in einen Kübel mit Eiswasser geworfen, um die Vernetzungsreaktion abubrechen. Damit konnte die Heizzeit exakter eingehalten und der Einfluss der Nachvernetzung minimiert werden. Die anschließende Formteilprüfung ist in Kap. 5.8 (S. 111) erläutert.

5.5.1 Versuche mit konstanter Einspritzgeschwindigkeit

Diese Versuche fanden im Rahmen der Masterarbeit von Buchebner [15] statt. Zur Erstellung des endgültigen Versuchsplanes wurde zunächst die in Tab. 21 dargestellte Heizreihe bei den „mildesten“ Prozessbedingungen (niedrigste Einspritzgeschwindigkeit und Düse mit geringstem Fließwiderstand) durchgeführt, um den Verlauf des Vernetzungsgrads über ein breites Heizzeitspektrum anhand der Materialkennwerte im Formteil zu charakterisieren. Die angeführten Düsen entsprechen der Nomenklatur aus Tab. 17 (S. 79).

5. Experimentelles

Tabelle 21: Versuchsplan der Heizreihe [15]

Vers.Nr. (-)	Masse- temperatur (°C)	Werkzeug- temperatur (°C)	Düse (-)	Einspritz- geschwindigkeit (mm/s)	Heizzeit (s)
1	80	160	0	1,5	280
2					300
3					340
4					370
5					400
6					430
7					460
8					490
9					520
10					550
11					580
12					600

Der volle Versuchsplan ist in Tab. 22 dargestellt. Hier wurde zunächst eine durchgehend gleiche Einspritzgeschwindigkeit von 1,5 mm/s für alle Düsen gewählt. Weiters wurde bei jeder Düse zusätzlich die maximal mögliche Geschwindigkeit gefahren. Diese ist je nach Fließwiderstand der Düse unterschiedlich groß. Bei einzelnen Düsen erfolgten Versuche bei zusätzlichen Geschwindigkeiten, um ein größeres Spektrum abzudecken.

5. Experimentelles

Tabelle 22: Versuchsplan der Versuche mit konstanter Einspritzgeschwindigkeit [15]

Vers.Nr. (-)	Masse- temperatur (°C)	Werkzeug- temperatur (°C)	Düse (-)	Einspritz- geschwindigkeit (mm/s)	Heizzeit (s)
1	80	160	0	1,5	580
2					550
3					490
4					430
5					370
6				3	580
7					550
8					490
9					430
10					370
11				5	580
12					550
13					490
14					430
15					370
16				8	580
17					550
18					490
19					430
20					370
21				15	580
22					550
23					490
24					430
25					370
26			1	1,5	580
27					550
28					490
29					430
30					370
31				3	580
32					550
33					490
34					430
35					370

5. Experimentelles

36					580
37					550
38				1,5	490
39					430
40					370
41					580
42				5	550
43			2		490
44					430
45					370
46					580
47					550
48				8	490
49					430
50					370
51					330
52					580
53	80	160			550
54				1,5	490
55					430
56			3		370
57					580
58					550
59				3	490
60					430
61					370
62					580
63					550
64				1,5	490
65					430
66			4		370
67					580
68					550
69				5	490
70					430
71					370

5.5.2 Versuche mit konstanter Einspritzarbeit

Die hier vorgestellten Versuche wurden im Rahmen der Arbeiten von Chaloupka [18] durchgeführt. Die Einspritzarbeit ist als die zum Einspritzen der Kautschukmasse aufgebrauchte Arbeit laut Gl. 120 definiert.

5. Experimentelles

$$W_E = A_Z \cdot \int_{t_1}^{t_2} p_{\text{Spritz}}(t) \cdot v_{\text{Spritz}}(t) \cdot dt \quad (120)$$

W_E	Einspritzarbeit in J
A_Z	Querschnittsfläche der Schnecke (des Zylinders bei FIFO-Aggregat) in m^2
p_{Spritz}	Spritzdruck in Pa
v_{Spritz}	Spritzgeschwindigkeit in $m \cdot s^{-1}$

Ist die Strömung im Zeitraum t_1 bis t_2 in einem stabilen Zustand, kann die Einspritzarbeit wie in Gl. 121 angeschrieben werden.

$$W_E = A_Z \cdot p_{\text{Spritz}} \cdot v_{\text{Spritz}} \cdot \Delta t \quad (121)$$

Mit Gl. 122

$$v_{\text{Spritz}} = \frac{s_{\text{Spritz}}}{\Delta t} \quad (122)$$

und s_{Spritz} als Spritzweg in ergibt sich Gl. 123.

$$W_E = A_Z \cdot p_{\text{Spritz}} \cdot s_{\text{Spritz}} \quad (123)$$

Da die Fläche der Schnecke bzw. des Zylinders (A_Z) sowie der Dosierhub und damit der Spritzweg (s_Z) immer gleich sind, ist die Einspritzarbeit bei stabilen Verhältnissen dem Spritzdruck direkt proportional.

Um zu untersuchen welche Düsengeometrie eine effektivere Einbringung von Energie ermöglicht, werden Versuche zur Herstellung von Formteilen mit konstanter Einspritzarbeit durchgeführt. Diese Fahrweise wird erreicht, indem der Einspritzdruck der Maschine begrenzt und dennoch die maximal mögliche Einspritzgeschwindigkeit mit der jeweiligen Düse gefahren wird. Der Einfluss des Düsenwinkels (θ) und der Kapillarlänge (L_2) auf die Massetemperatur bzw. auf den DVR der produzierten Formteile werden isoliert untersucht.

5. Experimentelles

5.5.2.1 Einfluss des Düsenwinkels auf die Massetemperatur und die Formteilqualität

Für die Untersuchung der Massetemperatur kam das Werkzeug aus Kap. 5.2.6.1 (Abb. 45, S. 77) mit der 20°- und der 75°-Düse zum Einsatz. Die bei den Versuchen zu erzielende Einspritzarbeit wurde mit $W_E=32,1$ kJ hoch angesetzt, um einen deutlichen Dissipationseffekt zu erzielen. Dies entspricht einer Auslastung der zur Verfügung stehenden Maschinenleistung zu etwa 70%. Die dosierte Masse wurde bei unterschiedlichen Düsengeometrien mit gleichem Einspritzdruck und somit gleicher Einspritzarbeit ausgespritzt und die Temperatur des Massekuchens gemessen. Als Versuchsmaterial kam die SBR-Mischung zum Einsatz (siehe Tab. 23).

Tabelle 23: Versuchsplan für die Messung der Massetemperatur mit konstanter Einspritzarbeit und veränderlichem Winkel

Material	Einspritzarbeit (J)	Düsenwinkel (mm)
SBR	32.100	20
		75

Analog zur Bestimmung der Massetemperatur war auch der Einfluss der Einspritzarbeit auf den DVR bzw. auf die erzielbare Heizzeitverkürzung Teil der Untersuchung. Dazu wurden Formteile mit gleicher Einspritzarbeit und unterschiedlichen Heizzeiten mit dem Werkzeug aus Kap. 5.2.6.2 (Abb. 47, S. 78) hergestellt (siehe Tab. 24). Die Temperierung des Einzugs erfolgte mit 60°C, jene des Zylinders mit 70°C und jene der Einspritzkammer mit 80°C. Die Werkzeugtemperatur betrug 160°C für SBR und 170°C für das NBR. An den produzierten Formteilen wurden der DVR, die Härte ShoreA sowie die Reißfestigkeit und Reißdehnung im Zugversuch bestimmt (vgl. Kap. 5.8, S. 111).

5. Experimentelles

Tabelle 24: Versuchsplan für die Formteilversuche mit konstanter Einspritzarbeit und veränderlichem Winkel [18]

Material	Einspritzarbeit (J)	Düsenwinkel (°)	Heizzeit (s)			
SBR	22.500	20°	200			
			260			
			320			
			380			
			440			
			500			
			200			
		60°	260			
			320			
			380			
			440			
			500			
			NBR 1	10.800	20°	260
						300
340						
380						
420						
460						
500						
60°	260					
	300					
	340					
	380					
	420					
	460					
	500					

5.5.2.2 Einfluss der Kapillarlänge auf die Massetemperatur und die Formteilqualität

Wie im letzten Abschnitt kommt das Werkzeug aus Kap. 5.2.6.1 (Abb. 45, S. 77) für die Massetemperaturmessung und das Werkzeug aus Kap. 5.2.6.2 (Abb. 47, S. 78) für die Formteilherstellung zum Einsatz. Als Versuchsmaterial dient SBR. Der Versuchsplan zur Massetemperaturmessung ist in Tab. 25, jener für die Formteilherstellung in Tab. 26 dargestellt. Alle in diesen Versuchen verwendeten Düsen wiesen einen Öffnungswinkel von $\theta=60^\circ$ auf. Dieser Wert wurde gewählt, da er sich etwa im mittleren Bereich des betrachteten Spektrums (20° bis 90°) befindet. Diese Versuche könnten jedoch ebenso gut mit einem anderen Düsenwinkel durchgeführt werden, solange dieser nicht innerhalb der Messungen variiert wird.

5. Experimentelles

Tabelle 25: Versuchsplan für die Messung der Massetemperatur mit konstanter Einspritzarbeit und veränderlicher Kapillarlänge

Material	Einspritzarbeit (J)	Kapillarlänge (mm)
SBR	27.180	1,15
		16

Tabelle 26: Versuchsplan für die Formteilversuche mit konstanter Einspritzarbeit und veränderlicher Kapillarlänge [18]

Material	Einspritzarbeit (J)	Kapillarlänge (mm)	Heizzeit (s)
SBR	25.070	1,15	200
			260
			320
			380
			440
			500
		16	200
			260
			320
			380
			440
			500

5.5.3 Überprüfung der Materialschädigung

Das Einspritzen des Versuchsmaterials durch konische Düsen verursacht extreme Scher- und Dehnspannungen. Es ist zu klären, ob diese Belastungen zu einer Schädigung des Materials führen. Diese kann theoretisch in zwei unterschiedlichen Formen auftreten. Entweder als Molmassenabbau im Polymer oder in Form von anvernetzten Stellen, die in das Formteil eingespritzt werden. Gerade der zweite Fall ist im Elastomerspritzguss sehr kritisch, da diese anvernetzten Stellen punktuell zu einem vorzeitigen Versagen des Formteils führen können. In Folge wird untersucht, ob der Einsatz von konischen Düsen zur Erhöhung der Massetemperatur die Entstehung von Fehlstellen fördert oder die Formteileigenschaften in sonst irgendeiner Weise beeinträchtigt. Dazu wurden gezielt Formteile mit milden und mit scharfen Herstellbedingungen herangezogen und Zugprüfkörper an verschiedenen Stellen der Probekörper entnommen. Die Details zur Probenvorbereitung und Versuchsdurchführung können Kap. 5.8 (S. 111) entnommen werden. Die betrachteten Versuchsparameter sind in Tab. 27 und 28 notiert. Die übrigen Prozessparameter wurden analog zu den übrigen Versuchen dieses Kapitels eingestellt.

5. Experimentelles

Tabelle 27: Herstellparameter der Formteile zur Beurteilung der Materialschädigung durch den Einsatz konischer Düsen bei konstanter Einspritzgeschwindigkeit [18]

Material	Einspritzgeschwindigkeit (mm/s)	Heizzeit (s)	Düsenwinkel (°)	Kapillardurchmesser (mm)
SBR	1,5	490	45	4
		490	60	1,5

Tabelle 28: Herstellparameter der Formteile zur Beurteilung der Materialschädigung durch den Einsatz konischer Düsen bei konstanter Einspritzarbeit [18]

Material	Einspritzarbeit (J)	Heizzeit (s)	Düsenwinkel (°)	Kapillardurchmesser (mm)
SBR	10.800	550	45	4
		550	60	1,5
NBR 1	10.700	500	45	4
		500	60	1,5

5.6 Messung der Kompressionserwärmung

Die Versuche zu diesem Kapitel wurden im Rahmen der Masterarbeit von Fellner [28] durchgeführt. Die Kompressionserwärmung wurde einerseits am HKR (Versuchsordnung siehe Kap. 5.2.1.1, S. 70), und andererseits an der Spritzgießmaschine (Kap. 5.2.5, S. 74) mit einem modifizierten Versuchswerkzeug (Kap. 5.2.6.3, S. 78) gemessen. Grund dafür war, dass die Messung am HKR eine verhältnismäßige einfache und rasche Prüfung darstellt. Um jedoch die Validität der Ergebnisse im praxisnahen Maßstab zu testen, wurden analog auch Messungen an der Spritzgießmaschine bei Drücken bis zu 2000 bar durchgeführt. Die ausgewählten Ausgangstemperaturen und angefahrenen Druckniveaus können Tab. 29 entnommen werden.

Tabelle 29: Versuchsparameter bei der Messung der Kompressionserwärmung

Versuch	Ausgangstemperaturen (°C)	angefahrene Drücke (bar)
HKR	80, 100, 120	200, 400, 600, 1000, 1400
Spritzgießmaschine	80, 100, 120	200, 300, 500, 700, 900, 1000, 1200, 1400, 1600, 1700, 1800

Die Arbeitsanweisungen für die durchgeführten Messungen am Hochdruckkapillareometer sowie der Spritzgießmaschine sind in den folgenden Abschnitten erläutert. Diese stammen aus der Masterarbeit von Fellner [28] und sind in gekürzter und leicht veränderter Form wiedergegeben.

5.6.1 Durchführung der Messung am HKR

Der Ablauf der Messung ist in Abb. 64 veranschaulicht und wird in Folge im Detail erörtert.

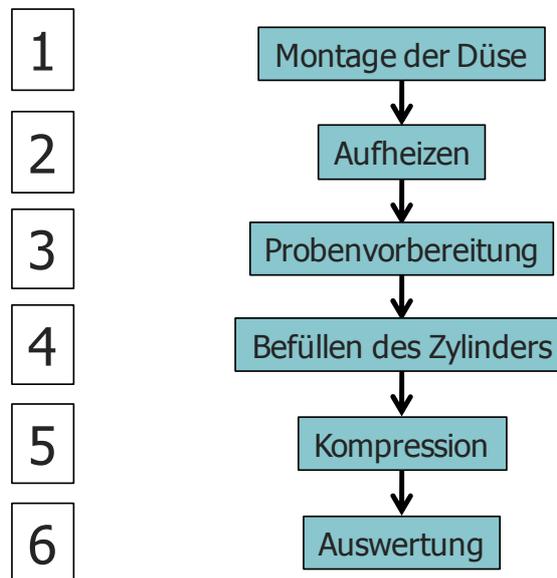


Abbildung 64: Ablaufdiagramm der Messung der Kompressionserwärmung am HKR, Schritte 1 bis 6 sind im Text erklärt

Schritt 1: Montage der Düse

Schritt 2: Aufheizen

Eine Wartezeit von mindestens einer Stunde ist einzuhalten, um sicherzugehen, dass die gewünschte Zylindertemperatur erreicht ist.

Schritt 3: Probenvorbereitung

Die Probe liegt als Streifen mit einer Breite von 30 bis 40 mm vor. Dieser wird mit einer Schere in kleine Stücke von 2 bis 5 mm geschnitten.

Schritt 4: Befüllen des Zylinders

Die Probenstücke werden mit einem Messingstab in die Düse gestopft. Wichtig ist es, bei der Verdichtung Luftpinschlüsse zu vermeiden. Der Vorgang ist beendet, nachdem eine Füllhöhe von 40 bis 50 mm erreicht wurde.

Schritt 5: Kompression

Die Wartezeit nach Füllen der Kammer beträgt etwa zehn Minuten, um eine vollständige Durchwärmung des Materials zu erreichen. Anschließend erfolgt die Kompression. Dabei ist eine niedrige Kolbengeschwindigkeit (0,2 mm/s) zu wählen, da der Druckanstieg sehr rasch erfolgt. Die Bedienung des Rheometers wird während des gesamten Versuchs manuell durchgeführt. Jede Messung erfolgt dreimal und die erhaltenen Ergebnisse werden gemittelt. Anschließend wird das Material aus dem Zylinder entfernt.

5. Experimentelles

Schritt 6: Auswertung

Abb. 65 zeigt exemplarisch den Temperatur- und Druckverlauf in einer einzelnen Messung am HKR.

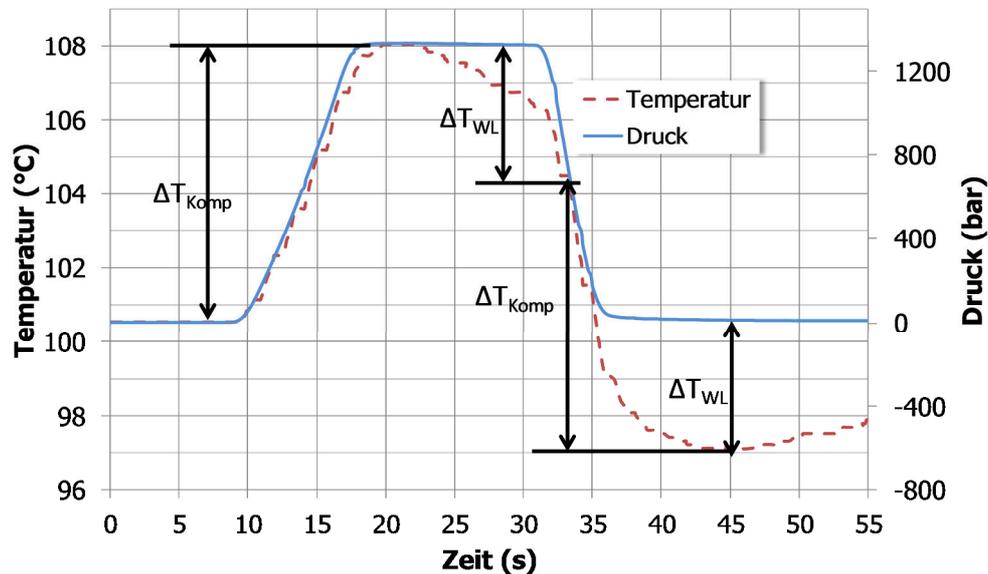


Abbildung 65: Temperatur- und Druckverlauf einer einzelnen Messung am HKR; Material SBR [62]

Der Druck und die Temperatur in der Prüfkammer steigen parallel zueinander an, bis das jeweilige Maximum erreicht ist. Die Kompressionserwärmung (ΔT_{Komp}) kann aus der Differenz zwischen Starttemperatur und Maximaltemperatur abgelesen werden. Anschließend wird der Druck gehalten. Die Temperatur nimmt aufgrund der Wärmeleitung zwischen Zylinder und Kautschukmischung etwas ab (ΔT_{WL}). Wird der Druck wieder auf null reduziert, folgt auch ein weiteres Abkühlen der Masse um genau die zuvor durch Kompression eingebrachte Temperaturerhöhung (ΔT_{Komp}). Dies bewirkt ein Abfallen der Temperatur unter das Ausgangsniveau. Diese Differenz entspricht genau der in der Kompressionsphase durch Wärmeleitung verursachten Temperaturänderung (ΔT_{WL}). Ausgewertet werden jeweils das angesteuerte Druckniveau sowie die maximal erreichte Temperatur. Jede Messung wird dreimal durchgeführt.

5.6.2 Durchführung der Messung an der Spritzgießmaschine

Der Ablauf der Messung ist in Abb. 66 veranschaulicht und wird in Folge im Detail erörtert.

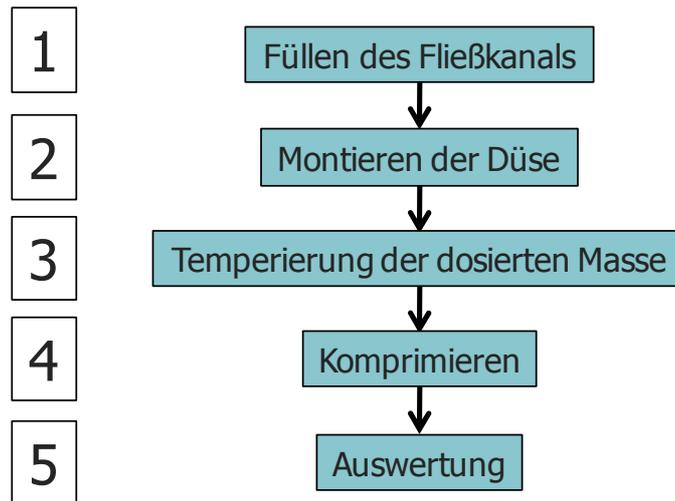


Abbildung 66: Ablaufdiagramm der Messung der Kompressionserwärmung am HKR, Schritte 1 bis 5 sind im Text erklärt

Schritt 1: Füllen des Fließkanals:

Der noch offene Fließkanal des Versuchswerkzeugs wird durch Aufdosieren des Materials bei einer Schneckendrehzahl von 80 min^{-1} gefüllt. Dabei fließt ein Teil des Materials durch die 15 mm große Öffnung ins Freie.

Schritt 2: Montieren der Düse:

Im nächsten Schritt wird der ins Freie stehende Materialstrang mit einem Messingschaber abgestochen und die Düsenplatte mit dem integrierten Thermoelement montiert.

Schritt 3: Temperierung der dosierten Masse:

Zur homogenen Temperierung der zu untersuchenden Masse wird nach Erreichen der eingestellten Temperaturen an der Maschinensteuerung eine Wartezeit von zehn Minuten eingehalten.

Schritt 4: Komprimieren:

Das Komprimieren der eingesperrten Masse erfolgt durch das Betätigen des Einspritzschalters. Das genaue Ansteuern eines bestimmten Druckniveaus wird durch die Begrenzung des Einspritzdrucks erreicht. Die Bestimmung des Temperatur- und Druckanstiegs erfolgt mit der im Werkzeug angebrachten Sensorik. Jede Messung ist dreimal durchzuführen. Nach jeder Temperaturstufe wird die Düse abmontiert und das Material ausgespritzt.

Schritt 5: Auswertung:

Die Auswertung der Messung erfolgt analog zur Messung am HKR (Abb. 65, S. 105). Der Temperatur- und Druckverlauf ist beispielhaft in Abb. 67 zu sehen. Es fallen hier zwei wesentliche Unterschiede zu Abb. 65 (S. 105) auf. Zunächst hinkt die Temperaturerhöhung der Druckerhöhung etwas nach. Dies ergibt sich durch die Trägheit des

5. Experimentelles

Thermoelements. Weiters ist kein Abfall der Temperatur zu erkennen, während Druck aufgebracht wird. Der Grund dafür ist der größere Durchmesser der Messbohrung. Das HKR hat an der Messstelle einen Durchmesser von 12 mm, wohingegen sich im Werkzeug eine Bohrung mit 16 mm befindet. Wie in der Kühlzeitgleichung wirkt sich der Durchmesser quadratisch auf die Kühlzeit aus. Dies bedeutet für die Durchmesser 12 und 16 einen Unterschied in der Auskühlzeit um den Faktor 1,8. Somit dürfte die Zeitspanne, bis das Auskühlen der Mischung vom Thermoelement detektiert wird, im Falle der HKR-Messung (Abb. 65, S. 105) innerhalb und im Falle der Messungen an der Spritzgießmaschine (Abb. 67) außerhalb der Messzeit liegen. Ausgewertet wurde auch bei diesen Messungen das Maximum der gemessenen Temperatur bei der jeweiligen Druckstufe.

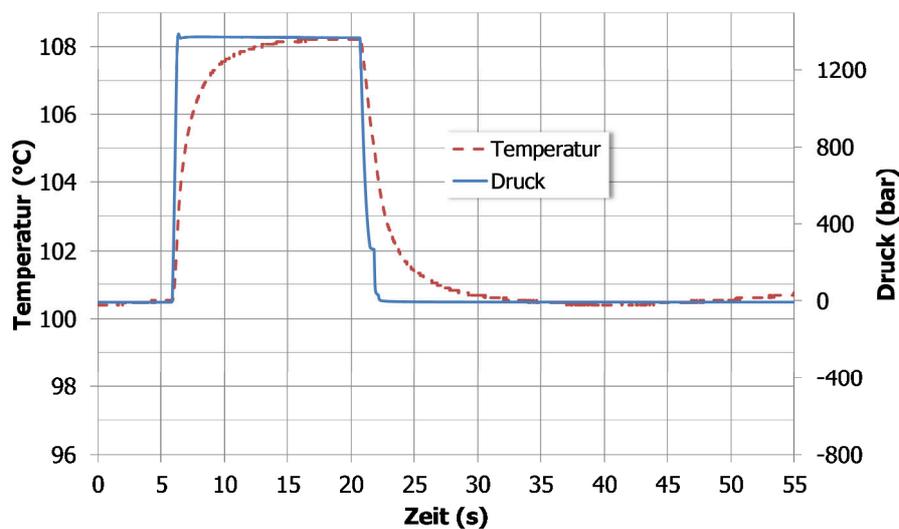


Abbildung 67: Temperatur- und Druckverlauf einer einzelnen Messung an der Spritzgießmaschine; Material SBR [62]

5.7 Heizzeitverkürzung mittels Kompressionserwärmung

Diese Arbeiten fanden im Rahmen der Masterarbeit von Fellner [28] statt und sind hier in gekürzter und leicht veränderter Form wiedergegeben.

Für die Versuche zur Formteilherstellung mittels Kompressionserwärmung wurde das in Kap. 5.2.6.4 (S. 80) beschriebene Versuchswerkzeug eingesetzt. Ziel der durchgeführten Versuche war es, eine Kompressionsphase in den Spritzgießzyklus zu integrieren und zu ermitteln, ob dadurch Verkürzungen der Heizzeit möglich sind. Dazu wurden Formteile mit und ohne Kompression hergestellt und der Formteilprüfung (vgl. Kap. 5.8, S. 111) zugeführt. Die in diesem Bereich durchgeführten Versuchspläne sind für das SBR in Tab. 30 und für das EPDM in Tab. 31 dargestellt.

5. Experimentelles

Tabelle 30: Versuchsparameter bei Versuchsmaterial SBR; schraffierte Felder: nicht durchführbare Versuchsbedingungen [26]

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					260	
12			240			
13			1200	600	220	
14					200	
15					180	
16					260	
17					240	
18					220	
19			200			
20			180			
21			1800	600	260	
22					1200	240
23						220
24						200
25			180			

Tabelle 31: Versuchsparameter bei Versuchsmaterial EPDM; schraffierte Felder: nicht durchführbare Versuchsbedingungen [28]

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			

5. Experimentelles

Die Masstemperatur wurde mit 90°C so hoch wie prozesstechnisch möglich gewählt, da nach Gl. 95 (S. 54) die Kompressionserwärmung von der durchschnittlichen Starttemperatur abhängt. Die Werkzeugtemperaturen von 160°C und 180°C entsprechen der Empfehlung der Materialhersteller. Die Länge der betrachteten Heizzeiten stammen aus einer Heizreihe. Die Kompressionsdrücke entsprechen 50 und 100% der maximalen Leistung der Spritzeinheit. Die Kompressionszeiten liegen bei 600 und 1200 Sekunden. Dies entspricht einem theoretischen Inkubationszeitabbau von 10 bis 30%. Die unveränderten Versuchsparameter sind in Tab. 32 angegeben.

Im Vergleich zu den im Kap. 5.5 (S. 95) vorgestellten Versuchen waren hier deutlich kürzere Heizzeiten zur vollständigen Vernetzung der Formteile notwendig. Dies hat drei wesentliche Gründe:

- Vor dem Einspritzen wurde zusätzlich eine Kompressionsphase bzw. Wartezeiten im Spritzgießzyklus vorgesehen (vgl. Abb. 69, S. 110).
- Bei den Versuchen zur Heizzeitverkürzung mittels Scher- und Dehnerwärmung (S. 95) wurde eine um 10°C niedrigere Temperierung der Spritzeinheit gewählt.
- Zudem wurden bei den hier dargestellten Versuchen die Formteile nach dem Entformen nicht in einen Kübel mit Eiswasser geworfen.

Durch die ersten beiden Maßnahmen ist davon auszugehen, dass der Scorchwert nach dem Einspritzen bereits wesentlich höher war als bei den Versuchen in Kap. 5.5 (S. 95). Außerdem ist bei Abkühlung der Formteile im Wasser prinzipiell eine längere Heizzeit notwendig, da die Nachvernetzung durch das Abkühlen unterbunden wird. Die übrigen Versuchsparameter sind in Tab. 32 angegeben.

Tabelle 32: Eingestellte Maschinenparameter [28]

Schließkraft Kompressionsphase	kN	200
Schließkraft während Spritzen und Heizen	kN	500
Schussvolumen	cm³	155
Einspritzgeschwindigkeit	mm/s	5
Dosiergeschwindigkeit	min⁻¹	80

5.7.1 Zyklusablauf

In Abb. 68 ist der an der Maschine programmierte Spritzgießzyklus mit Kompressionsphase abgebildet.

5. Experimentelles

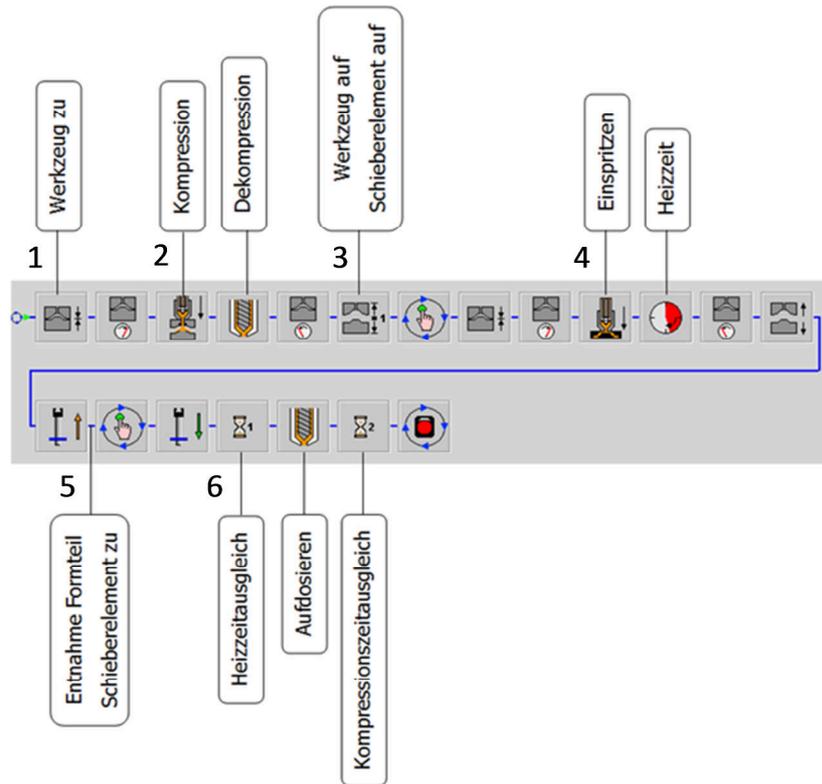


Abbildung 68: Schematischer Ablauf des Spritzgießprozesses mit Kompressionsphase [28], 1-6 im Text erklärt

Ein wichtiger Punkt bei der Versuchsdurchführung war der Ausgleich der Kompressionszeit und der Heizzeit bei Zyklen ohne oder bei kürzerer Kompression. Dieses Prinzip ist in der Abb. 69 veranschaulicht.

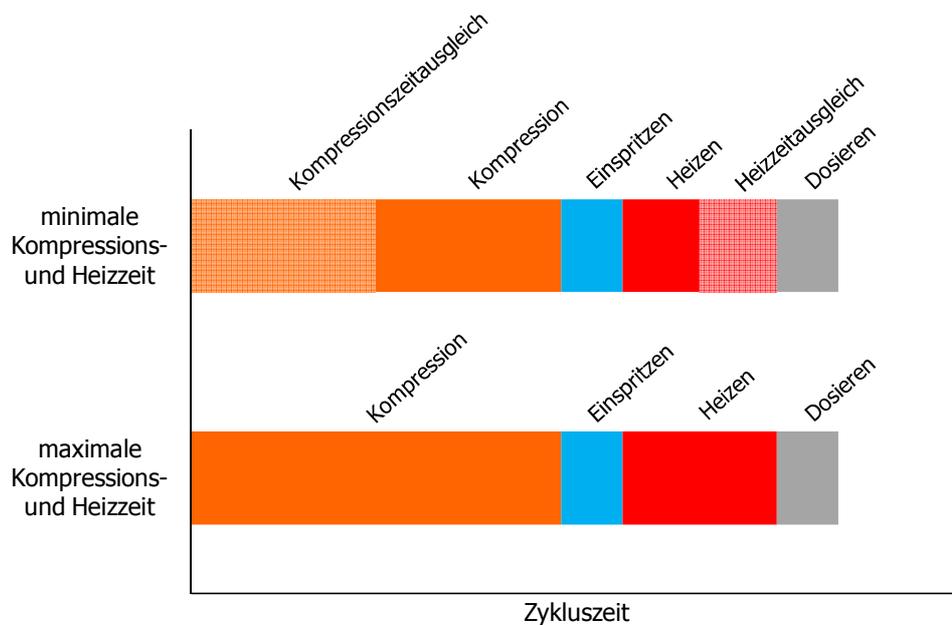


Abbildung 69: Vergleich des Zyklus mit maximaler Kompressions- und Heizzeit mit dem Zyklus mit minimaler Kompressions- und Heizzeit [28]

5. Experimentelles

Die gesamte Zykluszeit muss immer gleich gehalten werden, da sonst der Effekt der Kompressionsphase auf die Formteilvernetzung nicht isoliert werden kann. Andernfalls könnte argumentiert werden, dass allein das Stehen des Materials in der Spritzeinheit die Inkubationszeit abgebaut hätte. In der Abb. 69 ist ersichtlich, wie bei kürzeren Kompressions- und Heizzeiten jeweils eine Wartezeit eingeführt wird, um die Gesamtzeit gleich zu halten. Diese Haltepausen sind auch im Ablauf in Abb. 68 ersichtlich.

Phase 1: Werkzeug schließen:

Das Werkzeug schließt bis auf den Schieber (vgl. Abb. 49, links, S. 80). Die Schließkraft für die Kompressionsphase wird aufgebracht.

Phase 2: Kompression:

Die Masse wird gegen das Schieberelement „eingespritzt“. Somit wird der gewünschte Kompressionsdruck erreicht und über die gewünschte Zeit gehalten.

Phase 3: Öffnen des Fließkanals:

Nach Dekompression des Schussvolumens und einem Entlastungshub der Schließeinheit kann das Schieberelement geöffnet werden.

Phase 4: Einspritzen und Ausheizen:

Das Werkzeug wird erneut geschlossen und die größere Schließkraft aufgebracht. Anschließend wird eingespritzt und die Heizzeit läuft ab.

Phase 5: Entformen

Phase 6: Zeitausgleich und Aufdosieren

5.8 Formteilprüfung

Die Arbeitsanweisung für die Formteilprüfung wurde in der Masterarbeit Fellner [28] entwickelt und bei allen in der vorliegenden Arbeit präsentierten Formteilen angewendet.

Die wichtigste Motivation bei der Formteilprüfung war die Feststellung des Vernetzungsgrads. Bei jeder Parameterkombination wurden 5 Formteile gespritzt. Alle wurden vorerst von außen einer visuellen Prüfung unterzogen. Das Innere des dritten Teils wurde aufgeschnitten und zusätzlich optisch untersucht. Am vierten Formteil erfolgten die übrigen Prüfungen. Bei jeder Einstellung wurden die Härte ShoreA und der Druckverformungsrest (DVR) bestimmt. An ausgewählten Formteilen (siehe Kap. 6.3.3, S. 150) kam auch der Zugversuch zur Bestimmung der Festigkeit und Dehnung zum Einsatz. In der visuellen Überprüfung konnten Teile mit starker Untervernetzung bereits ausgeschlossen werden. Die Härte nach ShoreA gibt Auskunft über die Vernetzung der oberflächennahen Regionen, während der Druckverformungsrest die Vernetzung von tiefer liegenden Schichten des Formteils charakteri-

5. Experimentelles

siert. Mit Hilfe des Zugversuchs wurde untersucht, ob das Material durch die intensive Einwirkung von Scherung bzw. Dehnung bereits geschädigt wurde.

5.8.1 Visuelle Beurteilung

Hier erfolgt eine grobe Einteilung in Gut und Schlechteile. Schlechteile können von außen nur durch Ausbeulen der Oberfläche erkannt werden. Durch Aufschneiden kann zudem festgestellt werden, ob sich im Inneren der Formteile Blasen oder sogar eine unvernetzte plastische Seele befinden. Beispiele für die optische Beurteilung sind in Abb. 70 gegeben.

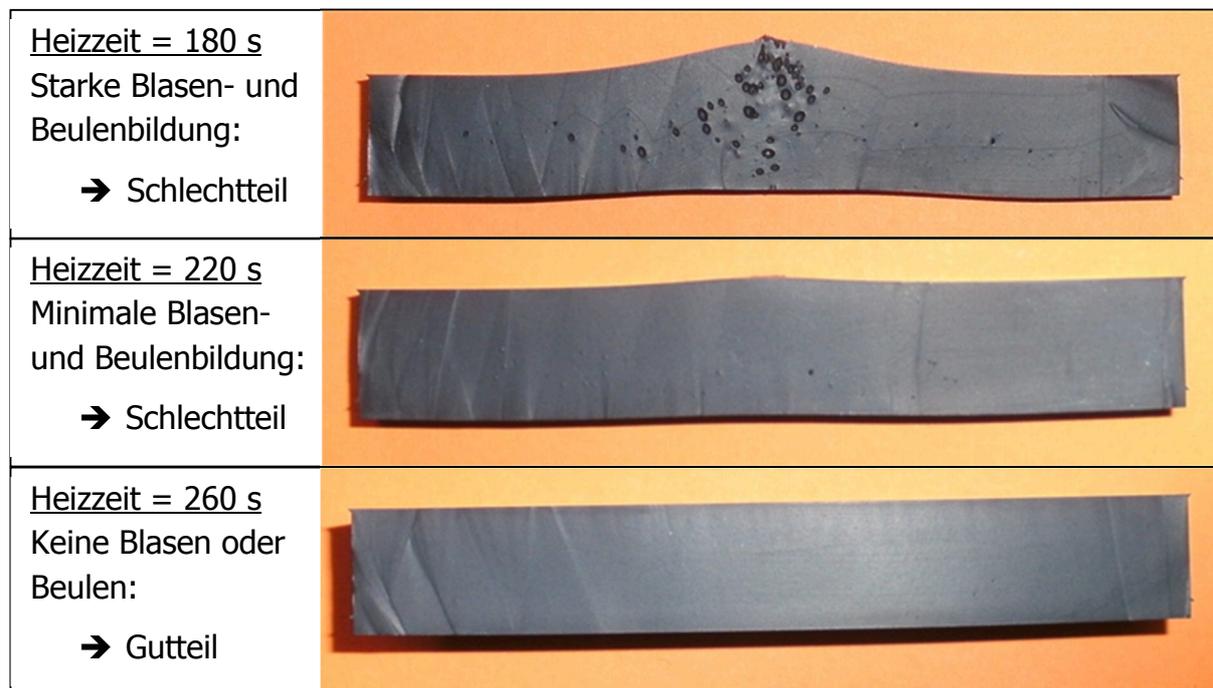


Abbildung 70: Optische Beurteilung der Formteile durch Aufschneiden, Material EPDM, Versuche zu Kompressionserwärmung [28]

5.8.2 Härte ShoreA [21]

Die Härte ShoreA wird üblicherweise bei Elastomeren eingesetzt. Wie in Abb. 28 (S. 55) ersichtlich, ist diese proportional zum Vernetzungsgrad. Allerdings kann mittels Härtemessung nur der Zustand der oberflächennahen Schichten charakterisiert werden. Sind im Inneren des Formteils noch unvernetzte Stellen vorhanden, bleibt dies der Härteprüfung verborgen. Abb. 71 zeigt die an der Oberfläche des Versuchsfomrteils untersuchten Flächenbereiche.

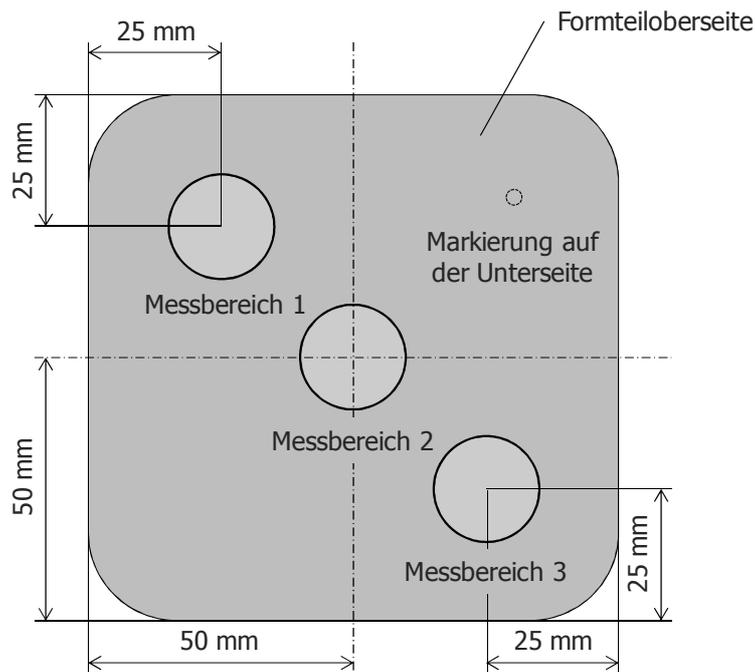


Abbildung 71: Messbereiche der Härteprüfung am untersuchten Formteil [28]

5.8.3 Druckverformungsrest (DVR) [23]

Abb. 28 (S. 55) zeigt den Zusammenhang zwischen Vernetzungsgrad und Druckverformungsrest eines Elastomerformteils. Zur Bestimmung des Druckverformungsrests wird ein zylindrischer Probekörper auf 75% seiner ursprünglichen Höhe zusammengestaucht und unter genormten Bedingungen ausgelagert. Anschließend wird die Probe wieder entlastet und die bleibende Verformung gemessen. Der DVR gibt den prozentuellen Anteil der bleibenden Verformung wieder. In der Charakterisierung der Probekörper wurde der DVR nach einer Lagerung von 24h bei 70°C durchgeführt. Die Probeentnahme ist in Abb. 72 dargestellt. Zunächst wurden die produzierten Formteile in der Dickenrichtung in 3 Platten gespalten. Anschließend wurden die benötigten Prüfkörper aus den Platten ausgestanzt und der DVR-Messung zugeführt. Somit konnte der DVR der Formteile an den 3 Positionen oben, mitte und unten angegeben werden.

5. Experimentelles

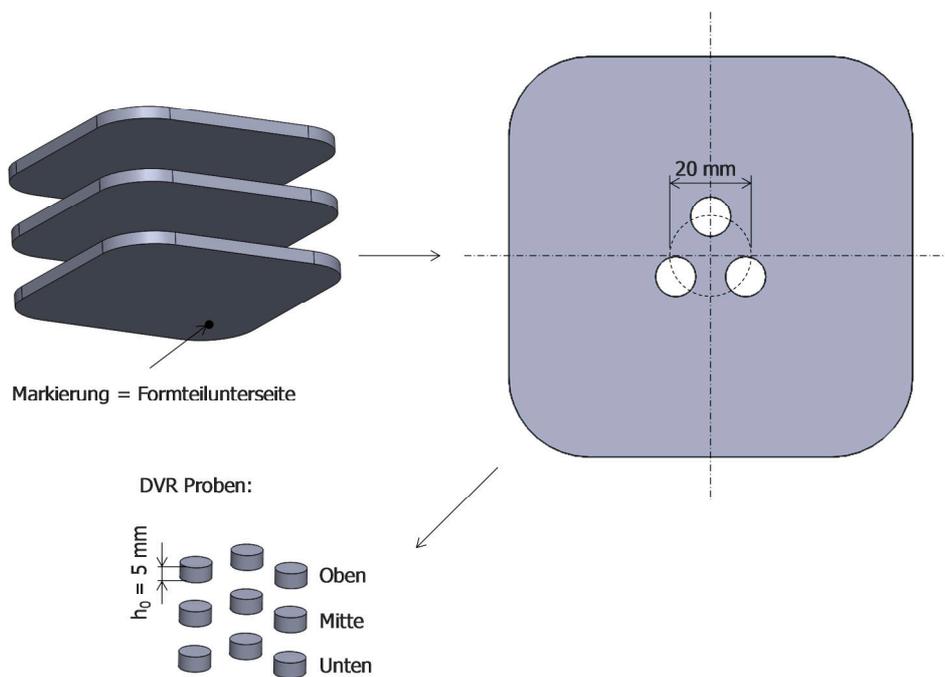


Abbildung 72: Entnahme der 5 mm hohen Proben ($\varnothing = 6 \text{ mm}$) für die DVR-Messung [28]

5.8.4 Zugprüfung [39]

Die Probenentnahme für die Zugprüfung ist in Abb. 73 schematisch dargestellt.

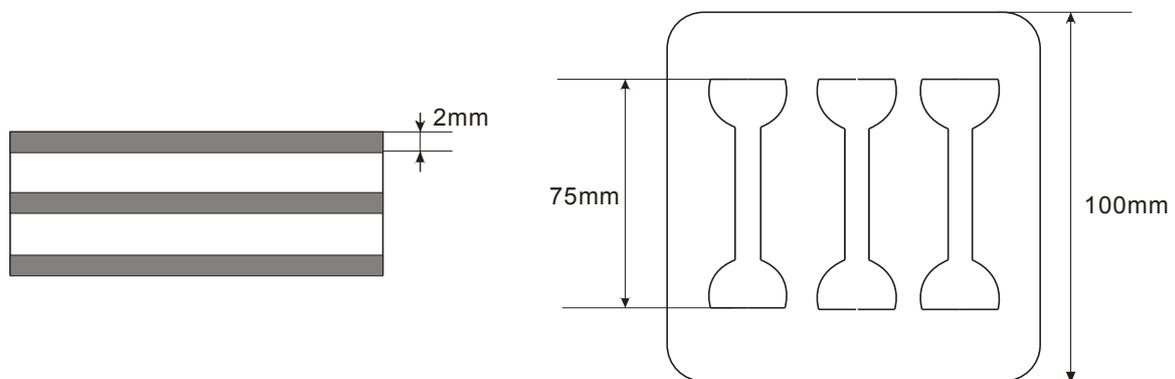


Abbildung 73: Probenentnahme für die Formteilprüfung im Zugversuch (Festigkeit/Dehnung); links: Formteil in Seitenansicht; grau: Schichten für Probenentnahme; rechts: Formteil in Draufsicht, Position der Proben auf der Fläche

Zunächst werden die Platten entsprechend der Abb. 73 in Schichten der korrekten Dicke gespalten. Aus den 3 dunkel gezeichneten Schichten werden je drei Probekörper entnommen (insgesamt 9 Stäbchen). Die einzelnen Zugstäbchen entsprechen dem Typ S2 aus der Norm [39]. Diese weisen eine Gesamtlänge von 75 mm und eine Dicke von 2 mm auf.

6 Ergebnisse und Interpretation

6.1 Materialdatenmessung

Für die Durchführung der Berechnung mit den vorgestellten Programmen (Kap. 4, S. 63) mussten folgende Materialdaten der Versuchsmischungen bestimmt werden:

- Scherviskosität (η_S)
- Dehnviskosität (η_E)
- pvT-Daten
- Volumetrischer thermischer Ausdehnungskoeffizient (α)
- Spezifische Wärmekapazität (c_p)
- Vulkameterdaten
- Wärmeleitfähigkeit (λ)

In Folge ist deren Messung und Auswertung beschrieben.

6.1.1 Scherviskosität (η_S)

Die Scherviskosität der Mischung SBR wurde mittels Hochdruckkapillarrheometer (HKR) Rheograph 75 (Abb. 38, S. 71) unter Verwendung von 2 unterschiedlichen Rundlochdüsen mit einem Durchmesser von $D=1$ mm und den Längen von 0,2 mm (Lochblende) und 10 mm gemessen. Die Messertemperaturen waren 80, 100 und 120°C. Die Lochblende wurde zur exakten Bestimmung des Einlaufdruckverlusts eingesetzt. Die gemessenen Scherviskositätsdaten sind in Abb. 74 dargestellt. Diese Werte wurden bereits mittels Bagley- und Weissenberg-Rabinowitsch-Korrektur ausgewertet, nicht aber der Temperaturkorrektur unterzogen.

Da davon auszugehen ist, dass bei zähen Kautschukmischungen während der Messung erhebliche Temperaturerhöhungen auftreten, sind die dargestellten Messkurven auf Dissipationserwärmung im hohen Schergeschwindigkeitsbereich zu korrigieren. Die dazu verwendete Methode ist in Kap. 3.2 (S. 14) dargestellt. Nach Durchführung der Korrektur erhält man die in Abb. 75 dargestellten Viskositätskurven.

6. Ergebnisse und Interpretation

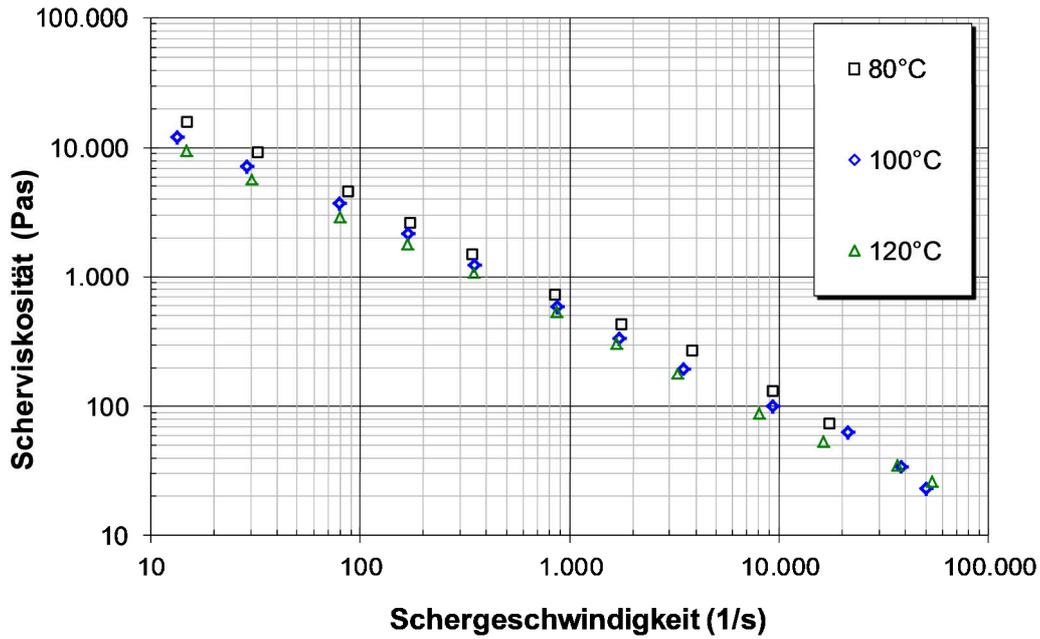


Abbildung 74: Scherviskosität von SBR, gemessen am HKR; korrigiert nach Bagley und Weissenberg-Rabinowitsch; Zylindertemperaturen von 80, 100 und 120°C

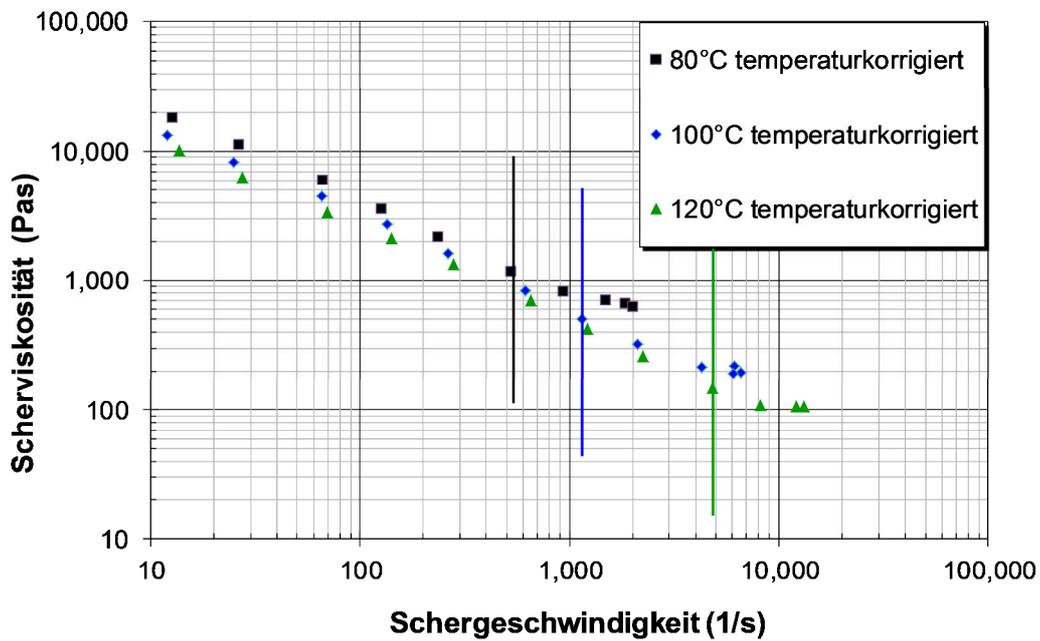


Abbildung 75: Temperaturkorrigierte Scherviskosität von SBR gemessen am HKR; Zylindertemperaturen von 80, 100 und 120°C, vertikale Linien: Beginn der Temperaturverschiebung

6. Ergebnisse und Interpretation

Die Viskosität verschiebt sich in Folge der Temperaturkorrektur vor allem bei höheren Schergeschwindigkeiten nach oben (siehe vertikale Linien in Abb. 75). Die dazugehörigen Temperaturerhöhungen sind in Tab. 33 aufgelistet. $\Delta T_{\text{Einlauf}}$ beschreibt die Massetemperaturerhöhung im Einlaufbereich, $\Delta T_{\text{Kapillare}}$ ist die Temperaturerhöhung der gesamten Kapillare und \bar{T}_{Masse} ist die mittlere Massetemperatur in der Messkapillare. Die Formeln für die Berechnung der erwähnten Größen sind in Kap.3.2 (S. 14) angegeben. Die Temperaturerhöhungen vor allem im Einlauf wirken sich stark auf die Massetemperatur aus. Bei den höchsten Schergeschwindigkeiten beträgt die Temperaturerhöhung bis zu 57°C.

Tabelle 33: Für die Temperaturkorrektur errechnete Temperaturerhöhungen bei den unterschiedlichen Messbedingungen; Material SBR

$\dot{\gamma} (\text{s}^{-1})$	$\Delta T_{\text{Einlauf}} (\text{°C})$	$\Delta T_{\text{Kapillare}} (\text{°C})$	$\bar{T}_{\text{Masse}} (\text{°C})$
80°C			
15	1,3	4,3	83,5
33	1,7	5,6	84,5
88	2,3	7,4	86,0
175	2,8	8,4	87,0
344	3,5	9,4	88,2
864	4,9	11,6	90,6
1.775	7,0	14,2	94,1
3.866	11,7	19,2	101,3
9.396	26,3	22,6	117,6
17.474	40,2	23,5	131,9
100°C			
13	0,9	3,1	102,4
29	1,3	3,9	103,2
79	1,8	5,5	104,5
169	2,2	6,8	105,6
348	2,7	8,0	106,7
867	3,5	9,4	108,2
1.728	4,4	10,8	109,8
3.499	5,9	12,7	112,3
9.315	10,6	17,3	119,3
21.280	19,3	24,9	131,8
38.061	33,8	24,4	146,0
50.487	46,5	21,6	157,3
120°C			
15	0,8	2,7	122,2
31	1,1	3,3	122,8
80	1,5	4,4	123,6
169	1,9	5,6	124,7
349	2,3	7,0	125,8
865	3,1	8,6	127,3
1.677	3,7	9,6	128,5
3.264	4,7	10,9	130,1
8.014	6,9	13,2	133,6
16.335	10,8	16,3	138,9
36.775	19,0	24,0	151,0
54.309	27,8	25,9	160,7

6. Ergebnisse und Interpretation

In den korrigierten Viskositätskurven der untersuchten SBR-Mischung ist eine Abflachung der Viskositätskurve bei hohen Schergeschwindigkeiten für alle untersuchten Temperaturen erkennbar (siehe den Bereich rechts der vertikalen Linien in Abb. 75). Dies deutet auf das Auftreten eines Newton'schen Plateaus hin. Bei Thermoplasten tritt dieses bei weit höheren Schergeschwindigkeiten ($>1.000.000 \text{ s}^{-1}$) auf [34, 43, 70, 76]. Bei Kautschukmischungen scheint sich dieses Verhalten aufgrund der hohen Füllung mit Ruß und den niedrigen Temperaturen bereits deutlich früher einzustellen. Eindeutig könnte das Auftreten des unteren Newton'schen Plateaus für dieses Material bewiesen werden, wenn eine Erweiterung des Messbereichs der HKR-Messung zu höheren Schergeschwindigkeiten hin erfolgt. Dies könnte durch eine weitere Erhöhung des Druckniveaus oder durch alternative Methoden wie die Spritzgießmaschinenrheologie [29, 34] erfolgen.

Für die Verwendung im Berechnungsprogramm zur Berechnung der Temperaturerhöhung in konischen Düsen werden die Viskositätskurven mit dem Potenzansatz (Gl. 28, S. 33) approximiert (Abb 76). Die Approximation ist im höheren Schergeschwindigkeitsbereich nicht sehr gut. Diese Vereinfachung muss allerdings in Kauf genommen werden, da das Berechnungsmodell (Kap. 3.4, S. 32) den Potenzansatz voraussetzt. Die Stoffkonstanten sind in Tab. 34 dargestellt.

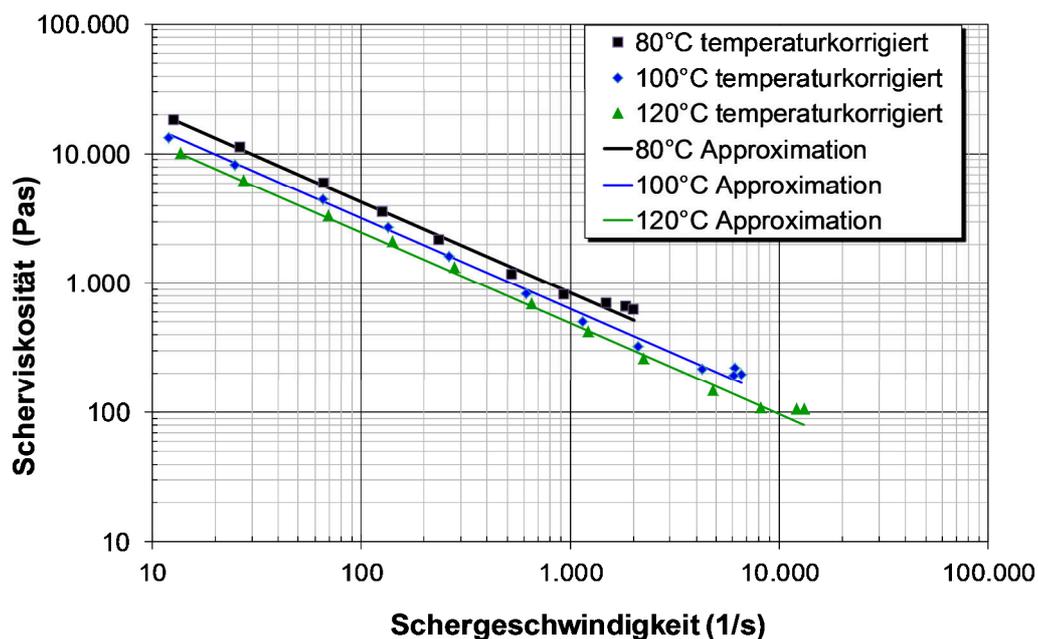


Abbildung 76: Approximation der Scherviskosität von SBR mittels Potenzansatz

6. Ergebnisse und Interpretation

Tabelle 34: Stoffkonstanten des Potenzansatzes zur Beschreibung der Scherviskosität von SBR inklusive Temperaturverschiebung nach Arrhenius

Konstante	Wert	Einheit
K_S	81.567	$\text{Pa}\cdot\text{s}^n$
n_S	0,296	-
E_{0S}	15.713	$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
T_{0S}	100	K

Die Scherviskosität der Mischung NBR 1 wurde mittels Hochdruckkapillarrheometer (HKR) Rheograph 2002 (Abb. 38, S. 71) unter der Verwendung von 3 unterschiedlichen Rundlochdüsen mit einem Durchmesser von $D=1\text{ mm}$ und den Längen 0,2 mm (Lochblende), 10 mm und 20 mm bestimmt. Die Messungen wurden bei drei verschiedenen Massetemperaturen (60, 80 und 100°C) durchgeführt. Die Scherviskositätskurven sind in Abb. 77 dargestellt. Die dargestellten Werte wurden bereits mittels Bagley- und Weissenberg-Rabinowitsch-Korrektur ausgewertet.

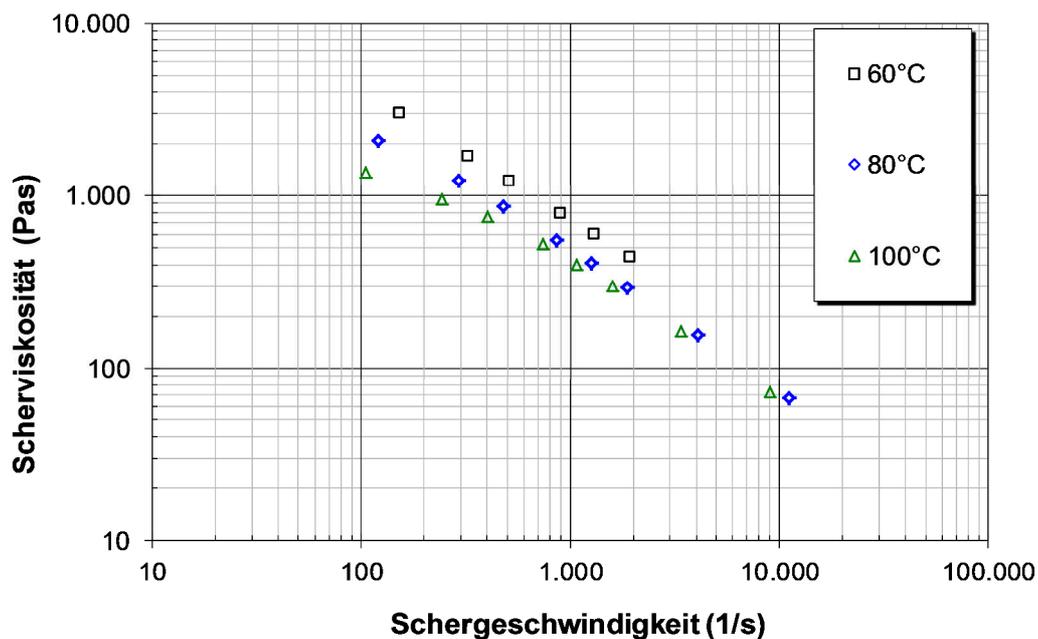


Abbildung 77: Scherviskosität von NBR 1, gemessen am HKR; korrigiert nach Bagley und Weissenberg-Rabinowitsch; Zylindertemperaturen von 60, 80 und 100°C

Analog zu den Materialdaten des SBR wurden die dargestellten Messkurven ebenfalls auf Dissipationserwärmung korrigiert (Methode aus Kap. 3.2, S. 14). So erhält man die in Abb. 78 dargestellten Viskositätskurven. Die dazugehörigen Temperaturerhöhungen entsprechend der Formel aus Kap. 3.2 (S. 14) und sind in Tab. 35 angegeben.

6. Ergebnisse und Interpretation

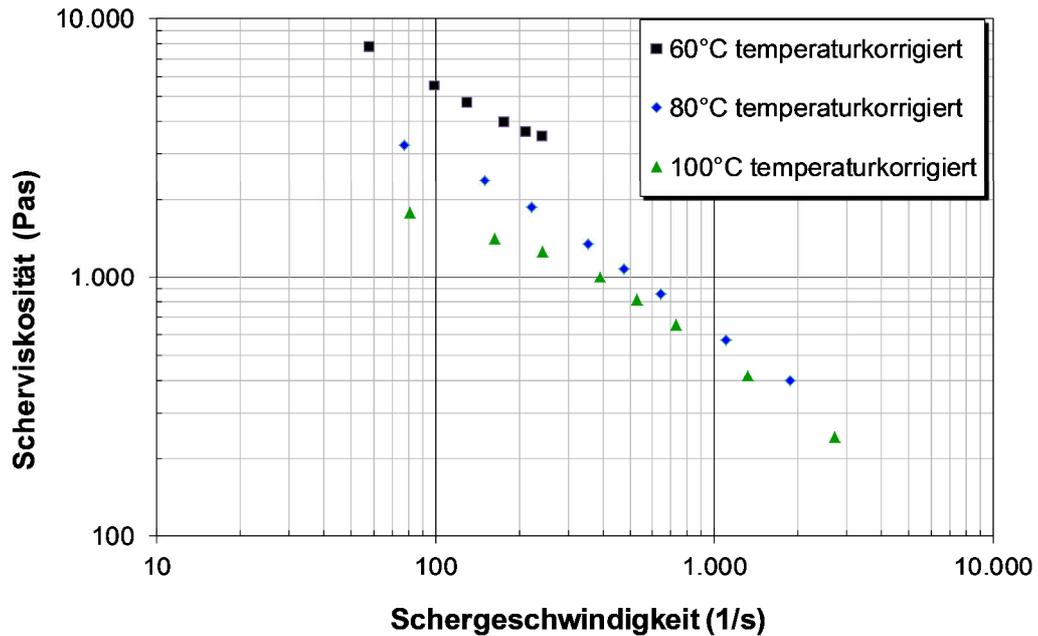


Abbildung 78: Temperaturkorrigierte Scherviskosität von NBR 1, gemessen am HKR; Zylindertemperaturen von 60, 80 und 100°C

Tabelle 35: Für die Temperaturkorrektur errechnete Temperaturerhöhungen bei den unterschiedlichen Messbedingungen; Material NBR

$\dot{\gamma}$ (s ⁻¹)	$\Delta T_{\text{Einlauf}}$ (°C)	$\Delta T_{\text{Kapillare}}$ (°C)	\bar{T}_{Masse} (°C)
60°C			
152	3,1	19,9	73,0
328	4,3	24,0	76,3
513	5,4	27,0	78,8
901	7,1	31,0	82,6
1.302	8,6	33,8	85,5
1.930	10,6	37,5	89,3
80°C			
121	1,1	11,0	86,6
291	2,1	15,6	89,9
476	2,4	18,2	91,5
858	3,0	20,8	93,4
1.255	3,5	22,5	94,8
1.877	4,2	24,3	96,3
4.057	6,3	27,7	100,2
11.174	11,8	32,8	108,1
100°C			
106	1,3	6,3	104,4
244	1,7	10,1	106,7
406	1,9	13,4	108,6
742	2,3	17,1	110,8
1.083	2,6	19,0	112,1
1.607	2,9	20,9	113,4
3.410	4,0	24,3	116,1
9.121	6,5	28,9	120,9

6. Ergebnisse und Interpretation

Für die Verwendung im Berechnungsprogramm werden die Viskositätskurven mit dem Potenzansatz nach Gl. 28 approximiert (Abb. 79). Die Konstanten sind in Tab. 36 dargestellt.

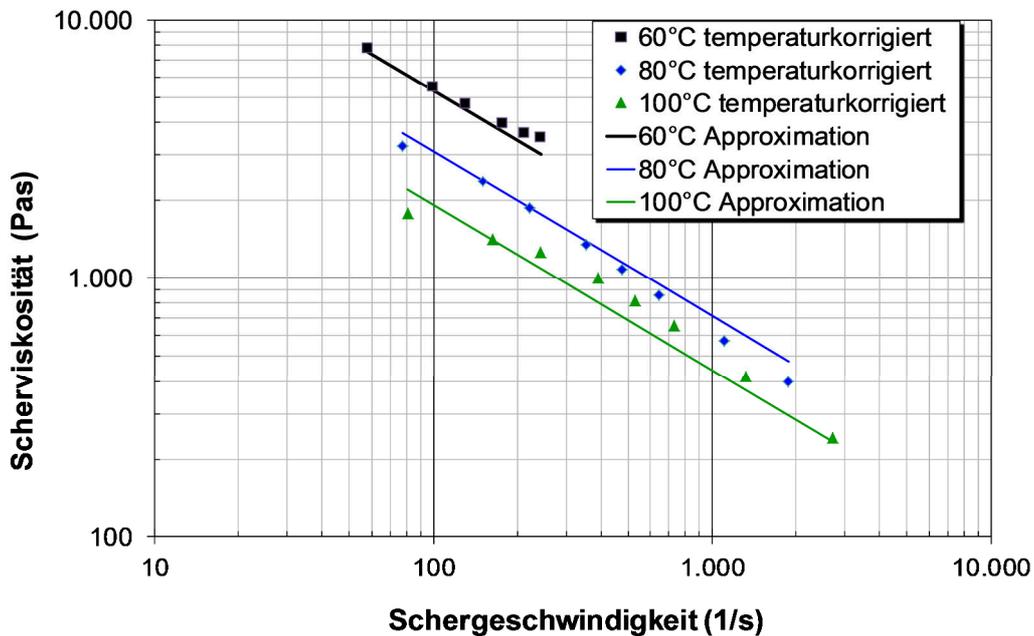


Abbildung 79: Approximation der Scherviskosität von NBR 1 mittels Potenzansatz

Tabelle 36: Konstanten des Potenzansatzes zur Beschreibung der Scherviskosität von NBR 1 inklusive Temperaturverschiebung nach Arrhenius

Konstante	Wert	Einheit
K_S	58.405	$\text{Pa}\cdot\text{s}^n$
n_S	0,363	-
E_{0S}	26.429	$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$
T_{0S}	80	K

Im Vergleich zum SBR weisen die Materialdaten des NBR 1 schlechtere Qualität auf, da einerseits weniger Punkte bei höheren Schergeschwindigkeiten gemessen werden konnten und andererseits keine so gute Übereinstimmung mit dem Potenzgesetz erzielt werden konnte. Dies liegt daran, dass das NBR 1 verglichen zum SBR mit einem älteren Gerät gemessen wurde.

6.1.2 Dehnaviskosität (η_E)

Die Dehnaviskosität der beiden Versuchsmaterialien SBR und NBR 1 wurden mittels der in Kap. 3.5 (S. 48) neu entwickelten Auswertemethode ermittelt. Da die gesamte Strömung bereits als „nicht isotherm“ berechnet wurde, gibt es keine hinsichtlich der Dissipation unkorrigierten Ergebnisse wie im Falle der Scherviskosität. Die Dehnavis-

6. Ergebnisse und Interpretation

kositätskurven sind in Abb. 80 für SBR und Abb. 81 für NBR 1 dargestellt. Die dazugehörigen Konstanten aus der Approximation mit dem neuen additiven Potenzformel-Stoffgesetz für die Dehnviskosität (Gl. 91, S. 49) sind in Tab. 37 und 38 angegeben.

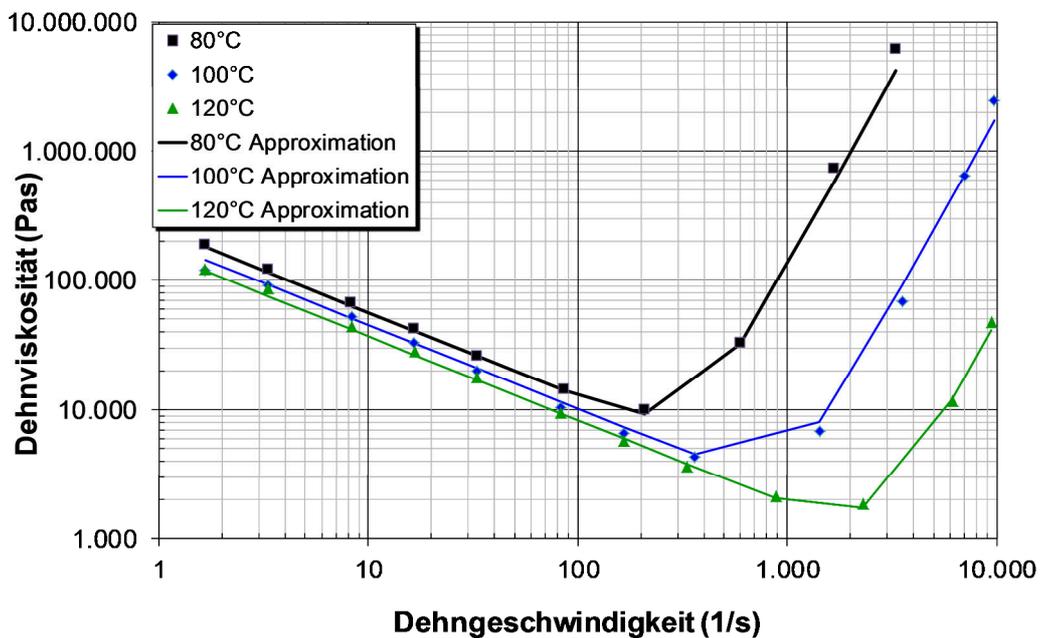


Abbildung 80: Messpunkte und mit dem additiven Potenzformel-Stoffgesetz approximierte Kurven der Dehnviskosität von SBR bei 3 verschiedenen Massetemperaturen

Tabelle 37: Konstanten des neuen additiven Potenzformel-Stoffgesetzes (Gl. 91, S. 49) zur Beschreibung der Dehnviskosität der SBR Mischung inklusive Temperaturverschiebung nach Arrhenius

Konstante	Wert	Einheit
K_{E1}	198.947	$\text{Pa}\cdot\text{s}^n$
n_{E1}	0,354	-
K_{E2}	3,5E-6	$\text{Pa}\cdot\text{s}^n$
n_{E2}	3,93	-
E_{AE1}	12.366	$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$
E_{AE2}	223.070	$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$
T_{0E}	100	K

6. Ergebnisse und Interpretation

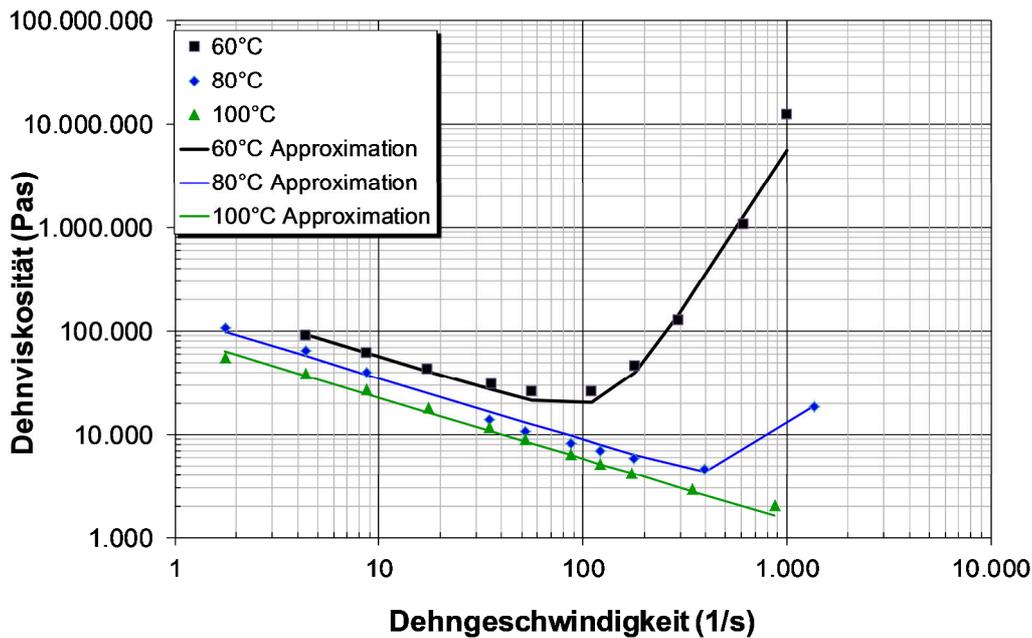


Abbildung 81: Messpunkte und mit dem additiven Potenzformel-Stoffgesetz approximierte Kurven der Dehnviskosität von NBR 1 bei 3 verschiedenen Massetemperaturen

Tabelle 38: Konstanten des neuen additiven Potenzformel-Stoffgesetzes (Gl. 84, S. 50) zur Beschreibung der Dehnviskosität der NBR 1-Mischung inklusive Temperaturverschiebung nach Arrhenius

Konstante	Wert	Einheit
K_{E1}	138.329	$\text{Pa}\cdot\text{s}^n$
n_{E1}	0,407	-
K_{E2}	5,4E-6	$\text{Pa}\cdot\text{s}^n$
n_{E2}	4,031	-
E_{AE1}	23.606	$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$
E_{AE2}	328.923	$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}$
T_{0E}	80	K

Es fällt in Abb. 80 und 81 auf, dass die Dehnviskosität bei höheren Dehngeschwindigkeiten stark ansteigt. Die genaue physikalische Ursache hierfür ist noch nicht geklärt. Diesem Verhalten zugrunde liegt ein überproportionales Ansteigen des Einlaufdruckverlusts bei den Messungen (vgl. Abb. 82). Der Beginn der erhöhten Einlaufdrücke ist in dieser Darstellung mit einer roten Linie gekennzeichnet.

6. Ergebnisse und Interpretation

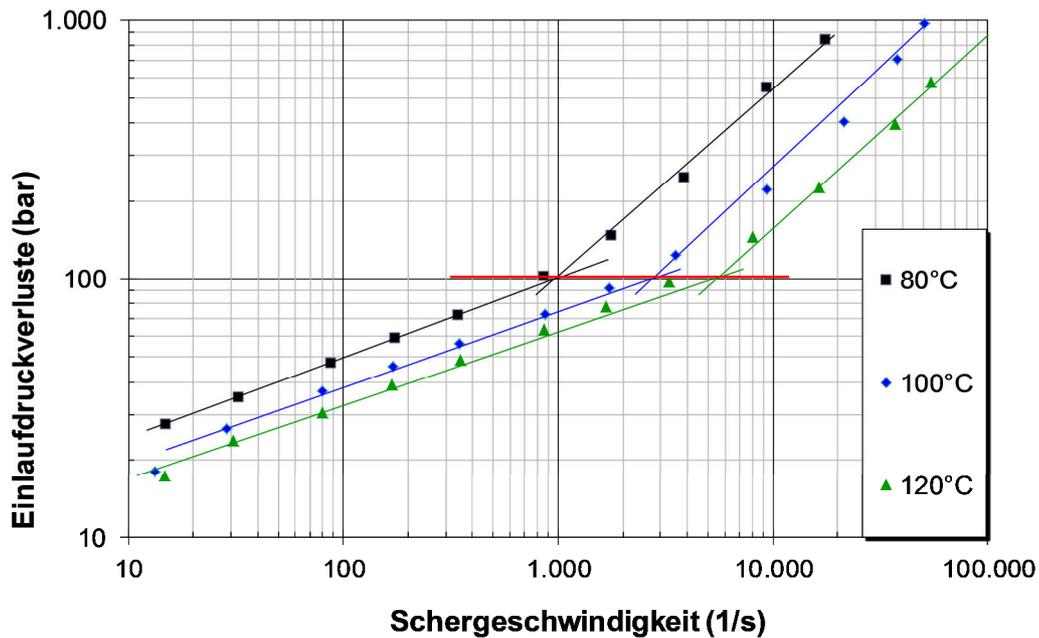


Abbildung 82: Einlaufdruckverluste am HKR bei der Messung des SBR; rote Linie: Grenze für steileren Druckanstieg

Hier findet ein Strömungsphänomen statt, das den Druckverbrauch deutlich erhöht. In der Auswertung der Scherviskosität ist ebenfalls ein entsprechender Anstieg ersichtlich (vgl. Abb. 76, S. 118). Die erhöhte Scherviskosität allein reicht jedoch nicht aus, den Druckanstieg zu erklären. Somit wird dieser von der hier gewählten Auswertung der HKR-Messung als erhöhte Dehnviskosität interpretiert. Diese Vorgehensweise bewährt sich auch in der Vorhersage der Temperaturerhöhungen in den Maschinenversuchen (Kap. 6.2.1, S. 137).

In der Literatur finden sich kaum Berichte über ein ähnliches Verhalten von Kautschukmischungen. Allerdings sind auch keinerlei Daten von Einlaufdruckverlusten bei so hohen Scher- und Dehnraten in der Literatur verzeichnet. Das gleiche Phänomen der ansteigenden Dehnviskosität wurde von Kelly et al. [43] für Thermoplaste berichtet. In dieser Publikation wurde die Scherviskosität mehrerer Thermoplasttypen bei hohen Schergeschwindigkeiten gemessen und die Dehnviskosität mittels Cogswell-Methode ausgewertet. Die physikalischen Ursachen für den Anstieg der Dehnviskosität wurden allerdings nicht geklärt.

Eventuell könnte eine qualitative Erklärung über die Orientierung der Polymerketten gefunden werden. Bei Thermoplasten geht man bei hohen Schergeschwindigkeiten ($\dot{\gamma} > 1.000.000 \text{ s}^{-1}$) von einem Plateau der Scherviskosität aus, da ab hier die Polymerketten optimal orientiert erscheinen und übereinander gleiten können [34, 70, 76]. Ab diesem Zeitpunkt sollte keine Strukturviskosität mehr gegeben sein, da die Molekülketten nicht weiter orientiert werden können. Im Falle einer Dehnströmung dürften sich die in Fließrichtung orientierten Polymerketten durch die Dehnverformung anders verhalten. Bei niedrigerer Dehngeschwindigkeit tritt strukturviskoses

6. Ergebnisse und Interpretation

Verhalten durch die steigende Orientierung der Molekülketten auf. Sind die Molekülketten aufgrund der hohen Verformungsrate annähernd optimal orientiert, können die Ketten nicht mehr übereinander hinweggleiten, sondern die Strömung zieht direkt an den Molekülketten, welche aufgrund der hohen Verformungsrate der Deformation nicht mehr folgen können. Dies äußert sich dann in einer drastischen Erhöhung der Dehnviskosität. Dieses Verhalten ähnelt dem Phänomen der Dehnverfestigung am SER (Abb. 25, S. 51), bevor die Probe versagt. Jedoch kann genau dieses Versagensverhalten in der Einlaufströmung nicht stattfinden. Es kann somit von einer Dehnverfestigung gesprochen werden, die ab einer bestimmten Dehngeschwindigkeit auftritt. Diese Grenze wiederum ist temperaturabhängig, was sich in Abb. 82 darin äußert, dass der Anstieg der Einlaufdruckverluste, je höher die Temperatur ist, bei höheren Dehngeschwindigkeiten erfolgt. Dieser Versuch einer qualitativen Erklärung stellt eine Hypothese dar, die es zukünftig in gezielten Experimenten erst zu beweisen gilt.

6.1.2.1 Gegenüberstellung der unterschiedlichen Dehnviskositätsmodelle

Wie bereits im Kap. 3.3 (S. 20) ausführlich diskutiert gibt es unterschiedliche Methoden, die Dehnviskosität einer Kautschukmischung zu bestimmen. In Abb. 83 sind die Ergebnisse der Scher- und Dehnviskositätsermittlung unter Verwendung der unterschiedlichen Modelle für die SBR-Mischung dargestellt. Zusätzlich ist die Trouton'sche Viskosität (Gl. 124; entspricht der dreifachen Scherviskosität) aufgetragen.

$$\eta_E = 3\eta_s \quad (124)$$

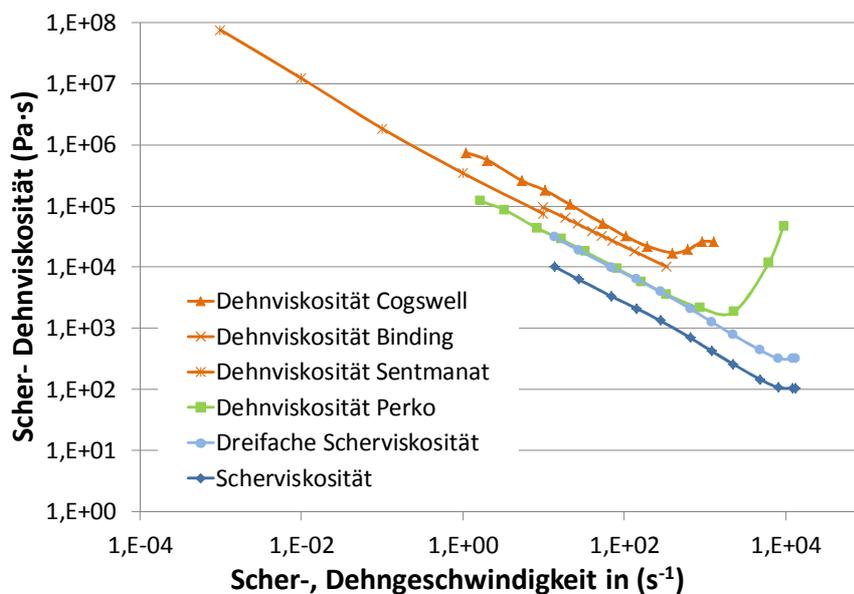


Abbildung 83: Scher- und Dehnviskosität der Mischung SBR bei 120°C; Auswertung mit unterschiedlichen Modellen

6. Ergebnisse und Interpretation

Die höchste Dehnviskosität erhält man unter Verwendung des Modells von Cogswell. Dies liegt mit hoher Wahrscheinlichkeit am von Cogswell gewählten Koordinatensystem, welches die Dehnungen in r - und Φ -Richtung vernachlässigt (vgl. Kap. 3.3.2.4 (S. 28)). Etwas niedrigere Dehnviskositätswerte wurden mit der Methode nach Binding ermittelt. Dehnviskositätswerte bei niedrigen Dehngeschwindigkeiten können gut mit dem SER gemessen werden. Die Werte liegen größenordnungsmäßig zwischen den Werten des Binding-Modells und jenen des Perko-Modells (Kap. 3.4, S. 32). Dieses liegt im mittleren Dehngeschwindigkeitsbereich und deckt sich hervorragend mit der Kurve, die in jenem Punkt der dreifachen Scherviskosität entspricht. Dies dürfte daran liegen, dass erstmals alle drei Raumkomponenten der Dehndeformation berücksichtigt werden. Der Unterschied von Cogswell und Binding zum Modell Perko ergibt sich in der unterschiedlichen Annahme der Strömungsgeometrie und der Beschreibung der Raumkomponenten der Deformation. Cogswell und Binding gehen von einer Randwirbelbildung aus, wie in Abb. 6, S. 11 dargestellt, während das neue Modell von einer kegelförmigen Strömungsgeometrie (Abb. 21, S. 39) ausgeht. Der in diesem Abschnitt diskutierte erhöhte Einlaufdruckverlust (Abb. 82, S. 124) macht sich in der Auftragung von Cogswell nur durch ein angedeutetes Plateau bemerkbar. Im Falle des neuen Modells wird zusätzlich berücksichtigt, dass sich die Strömung nicht rein isotherm verhält. Teilweise sind große dissipationsbedingte Temperaturerhöhungen zu kompensieren. Dadurch erhöhen sich die Dehnviskositäten bei hohen Dehngeschwindigkeiten weiter.

6.1.3 pvT Daten

Die pvT Daten der Versuchsmischungen wurden mittels Kolben-pvT-Gerät (siehe Kap. 5.2.3, S. 73) gemessen. Der Temperaturbereich lag bei 60 bis 180°C und der Druck wurde zwischen 200 und 1600 bar bzw. 2000 bar variiert. Die ermittelten pvT-Diagramme sind in Abb. 84 für das SBR, in Abb. 85 für NBR 1 und in Abb. 86 für das EPDM dargestellt.

6. Ergebnisse und Interpretation

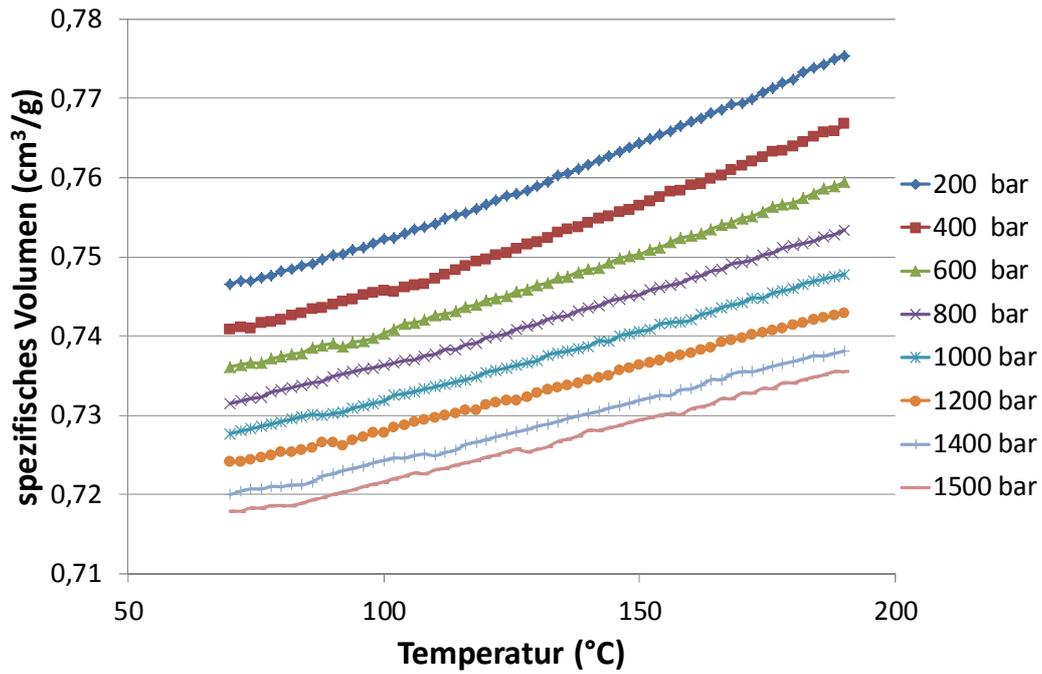


Abbildung 84: *pvT* Diagramm der Mischung SBR

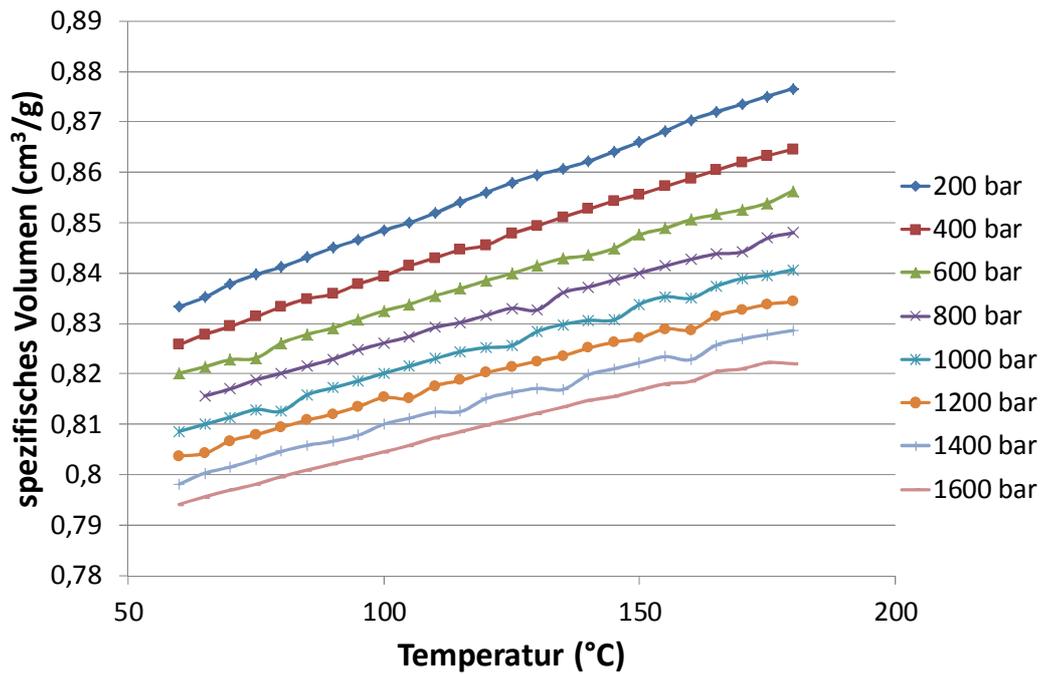


Abbildung 85: *pvT* Diagramm der Mischung NBR 1

6. Ergebnisse und Interpretation

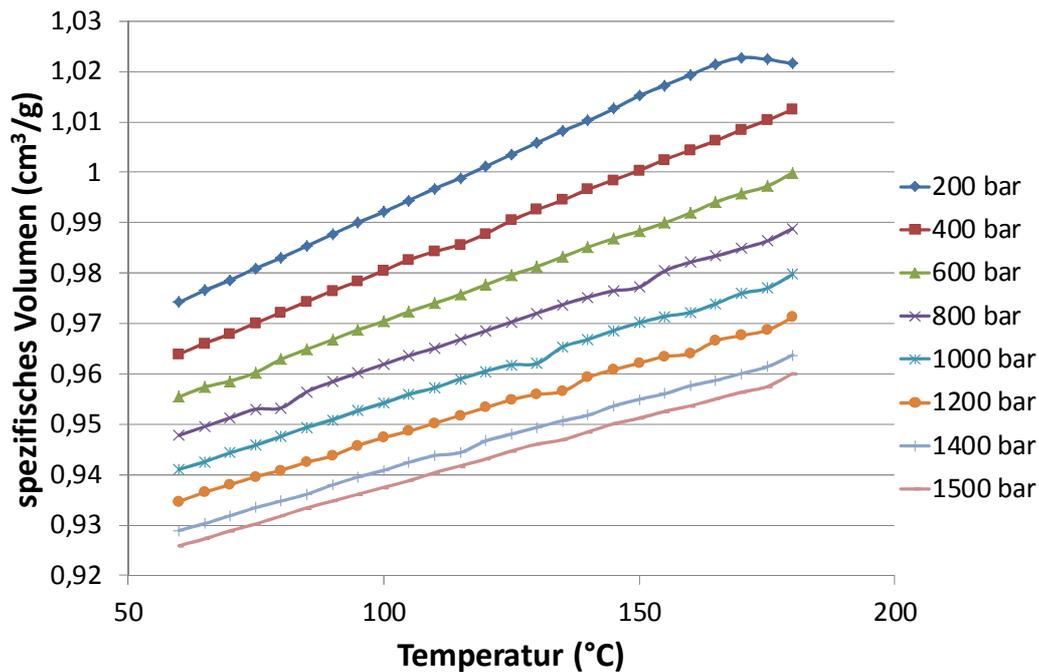


Abbildung 86: *pvT Diagramm der Mischung EPDM*

Der bei Thermoplasten übliche Knick der *pvT*-Kurven bei der Glasübergangstemperatur tritt bei Kautschukmischungen im untersuchten Temperaturbereich nicht auf. Dies liegt daran, dass sich übliche Masstemperaturen bereits deutlich über der Glasübergangstemperatur (T_G) befinden und somit keine Phasenübergänge im Verarbeitungsbereich auftreten. Für die in dieser Arbeit vorgenommenen Berechnungen wird die Dichte der jeweiligen Mischung als Punktwert verwendet. Die verwendeten Dichten sind in Tab. 39 dargestellt. Die EPDM-Mischung zeigt einen deutlich geringeren Wert als die beiden anderen Versuchsmischungen. Dies ist auf die ebenfalls geringere Dichte von EPDM-Kautschuk zurückzuführen [66].

Tabelle 39: *Für die Berechnung verwendete mittlere Dichte der Versuchsmaterialien*

Material	mittlere Dichte	Einheit
SBR	1350	$\text{kg}\cdot\text{m}^3$
NBR 1	1200	$\text{kg}\cdot\text{m}^3$
EPDM	1040	$\text{kg}\cdot\text{m}^3$

6.1.4 Volumetrischer thermischer Ausdehnungskoeffizient (α)

Der volumetrische thermische Ausdehnungskoeffizient wird zur Berechnung der Kompressionserwärmung nach Gl. 95 (S. 54) benötigt. Die Ermittlung erfolgt mithilfe von Gl. 96 (S. 54) aus den *pvT*-Daten des jeweiligen Materials. Für das SBR wurden die in Abb. 84 dargestellten Daten verwendet. Das Diagramm der Mischung EPDM ist in Abb. 86 dargestellt. Das NBR 1 wurde nicht ausgewertet, da es in den Versuchen zur Kompressionserwärmung nicht zum Einsatz kam. Die durchschnittlichen volumetrischen thermischen Ausdehnungskoeffizienten sind in Tab. 40 dargestellt.

6. Ergebnisse und Interpretation

Tabelle 40: Mittelwerte des volumetrischen thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Versuchsmaterialien SBR und EPDM

Material	α	Einheit
SBR	2,5E-4	K ⁻¹
EPDM	3,3E-4	K ⁻¹

6.1.5 Spezifische Wärmekapazität (c_p)

Die spezifische Wärmekapazität wurde mittels Differential Scanning Calorimetry (DSC) gemessen. Das verwendete Gerät ist in Kap. 5.2.4 (S. 74) beschrieben. Heiz- bzw. Kühlrate lagen bei 10 K·min⁻¹, bzw. 20 K·min⁻¹. Der gemessene Temperaturbereich lag zwischen Raumtemperatur und 180°C. Die Messung wurde für jedes Material dreimal durchgeführt, wobei jeweils ein Zyklus „Aufheizen-Abkühlen-Aufheizen“ abgefahren wurde, um eventuelle Einflüsse aufgrund eingefrorener Effekte und chemischer Reaktionen zu eliminieren. Die Auswertung erfolgte anhand des zweiten Aufheizzyklus, um den Einfluss von einmaligen Effekten zu minimieren. Die Messergebnisse mit dem SBR sind in Abb. 87, jene des NBR 1 in Abb. 88 und jene des EPDM in Abb. 89 dargestellt.

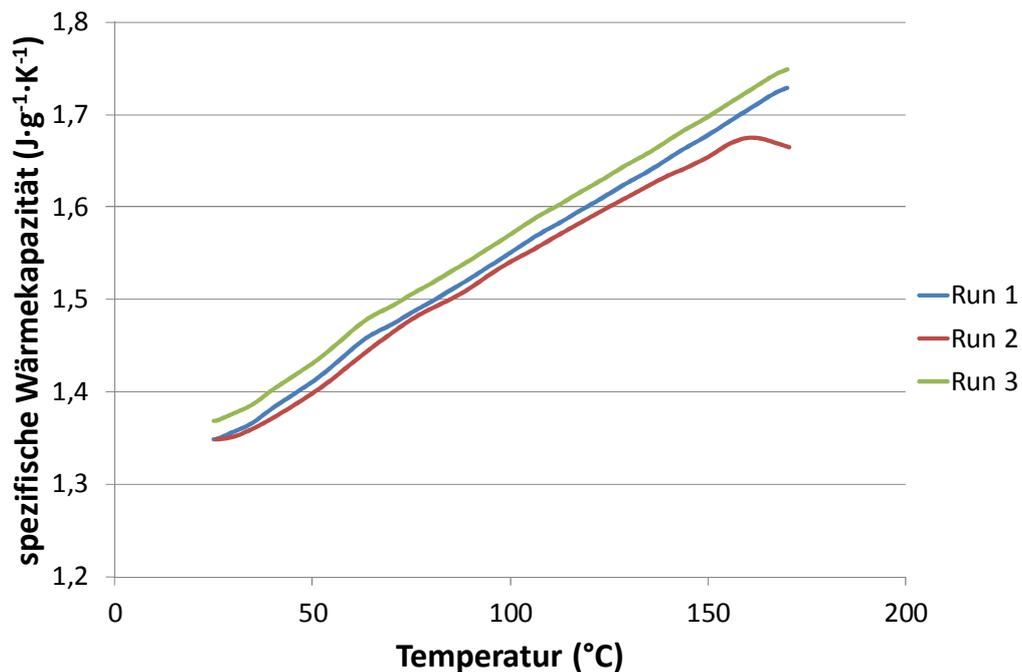


Abbildung 87: Spezifische Wärmekapazität als Funktion der Temperatur für das SBR, jeweils zweites Aufheizen

6. Ergebnisse und Interpretation

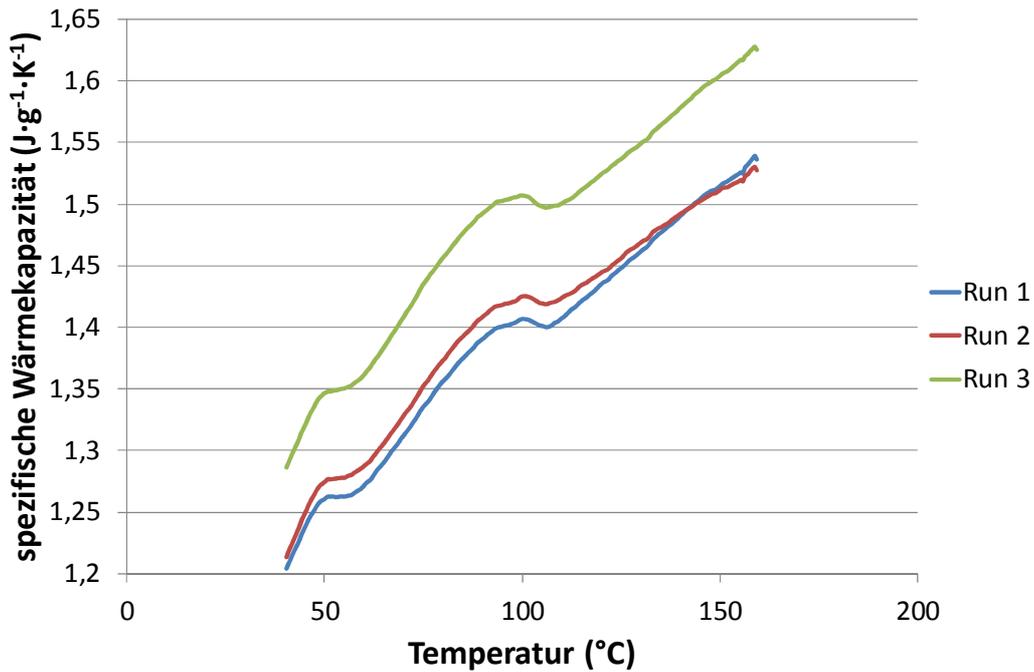


Abbildung 88: Spezifische Wärmekapazität als Funktion der Temperatur für das NBR 1, jeweils zweites Aufheizen

Bei der Messung des NBR 1 traten bei etwa 50 und 100°C Unstetigkeiten in der Wärmekapazität auf. Hier könnte es sich um Phasenübergänge einzelner Inhaltsstoffe handeln. Da die exakte Mischungszusammensetzung hier nicht bekannt ist, kann diesen leider nicht im Detail nachgegangen werden.

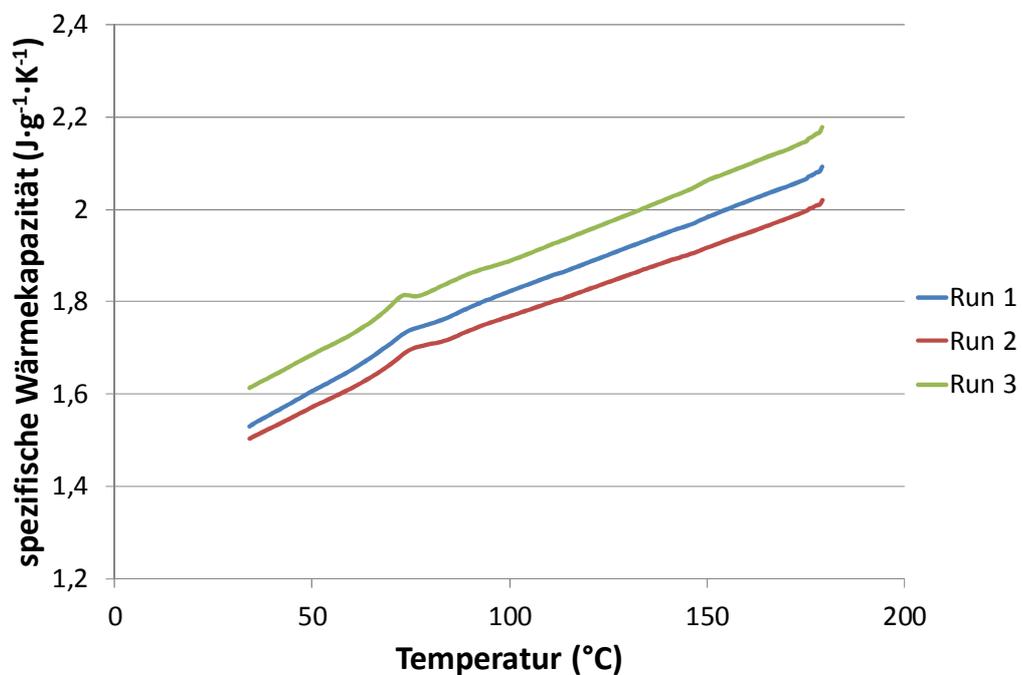


Abbildung 89: Spezifische Wärmekapazität über Temperatur für EPDM, zweites Aufheizen

6. Ergebnisse und Interpretation

Für die Verwendung im Berechnungsprogramm wird jeweils ein mittlerer Wert über alle drei Kurven und den gesamten Temperaturbereich verwendet. Dieser kann Tab. 41 entnommen werden.

Tabelle 41: Mittelwerte der spezifischen Wärmekapazitäten der Materialien SBR und NBR 1 und EPDM

Material	mittlere Wärmekapazität	Einheit
SBR	1550	$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{m}^{-1}$
NBR 1	1500	$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{m}^{-1}$
EPDM	1840	$\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{m}^{-1}$

6.1.6 Vulkametrie

Die Vulkameterkurven der Mischung SBR wurden am Rubber Process Analyser (RPA) (Kap. 5.2.2, Abb. 40, S. 72) aufgenommen und sind in Abb. 90 und 91 dargestellt. Die Approximation erfolgte zunächst unter Voraussetzung einer Reaktion erster Ordnung und anschließend unter Voraussetzung einer Reaktion höherer Ordnung. Die dazugehörigen Konstanten können Tab. 42 entnommen werden.

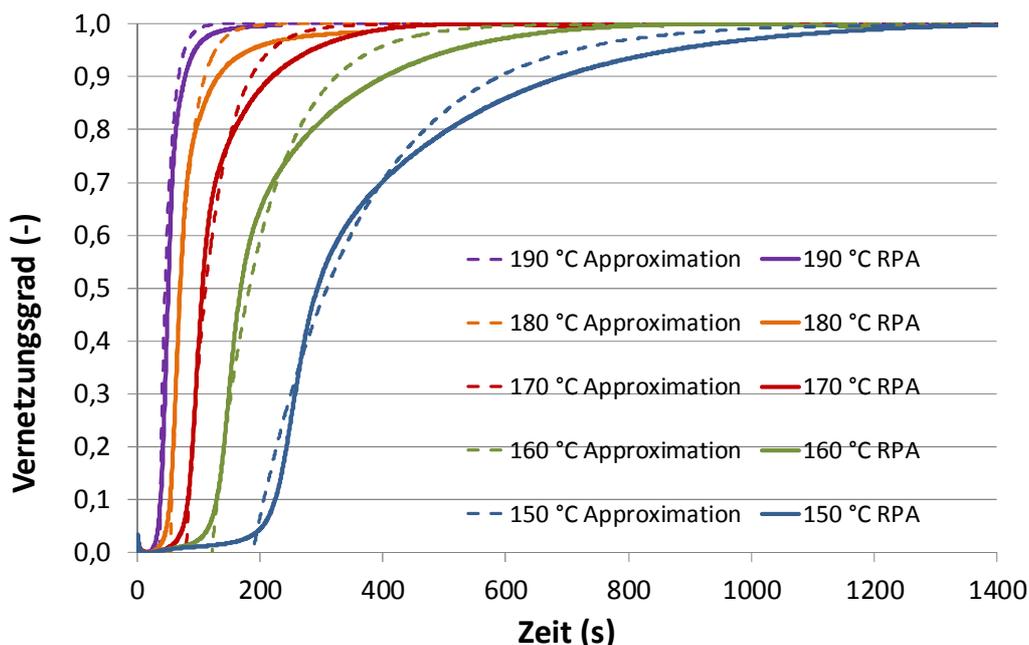


Abbildung 90: Vulkameterkurve für das SBR bei unterschiedlichen Temperaturen mit Approximation unter Voraussetzung einer Reaktion erster Ordnung [15]

6. Ergebnisse und Interpretation

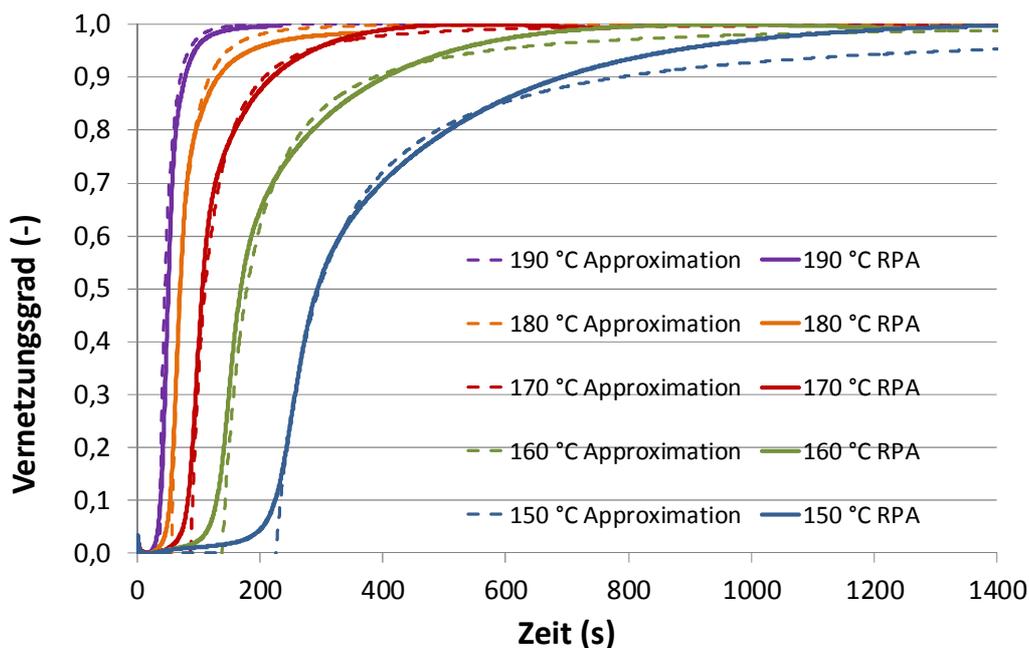


Abbildung 91: Vulkameterkurve für das SBR bei unterschiedlichen Temperaturen mit Approximation unter Voraussetzung einer Reaktion höherer Ordnung [15]

Tabelle 42: Materialkonstanten für die Beschreibung der Vernetzungsreaktion der Mischung SBR unter Voraussetzung einer Reaktion erster und höherer Ordnung

Konstante	Wert	Einheit
Reaktion erster Ordnung		
k	0,0057	s
t_i	188,39	s
E_{AK}	103.801	$J \cdot mol^{-1}$
E_{Ati}	66.625	$J \cdot mol^{-1}$
Reaktion höherer Ordnung		
k	0,0074	s
t_i	188,5	s
E_{AK}	103.801	$J \cdot mol^{-1}$
E_{Ati}	66.625	$J \cdot mol^{-1}$
n_O	1,89	-
E_{An}	19.564	$J \cdot mol^{-1}$

Bei beiden Approximationen gibt es erhebliche Abweichungen von den gemessenen Werten bei Vernetzungsgraden über 80%. Die Approximation unter Berücksichtigung der höheren Ordnung zeigt über den gesamten Bereich allgemein bessere Übereinstimmung.

6. Ergebnisse und Interpretation

6.1.7 Wärmeleitfähigkeit (λ)

Die Wärmeleitfähigkeit (λ) wird am Hochdruckkapillarrheometer (Rheograph 2002, Kap. 5.2.1, S. 70) nach der sogenannten „Methode der linienförmigen Wärmequelle“ gemessen. Dies geschieht im Zylinder mit dem Durchmesser 15 mm, der von unten verschlossen wird. Zunächst wird dieser beheizt und für 60 Minuten gewartet, bis sich eine homogene Temperierung einstellt. Anschließend wird das Material in den Zylinder gefüllt und für weitere 10 Minuten mit dem HKR-Stempel komprimiert. Im nächsten Schritt erfolgt das Einführen der Wärmeleitfähigkeitslanze. Nach Stabilisierung der Lanzentemperatur wird die Messung gestartet werden. Pro Temperatur erfolgten 3 Messungen mit einer Verzögerung von 15 Minuten.

In Abb. 92 ist die Wärmeleitfähigkeit der untersuchten SBR-Mischung dargestellt.

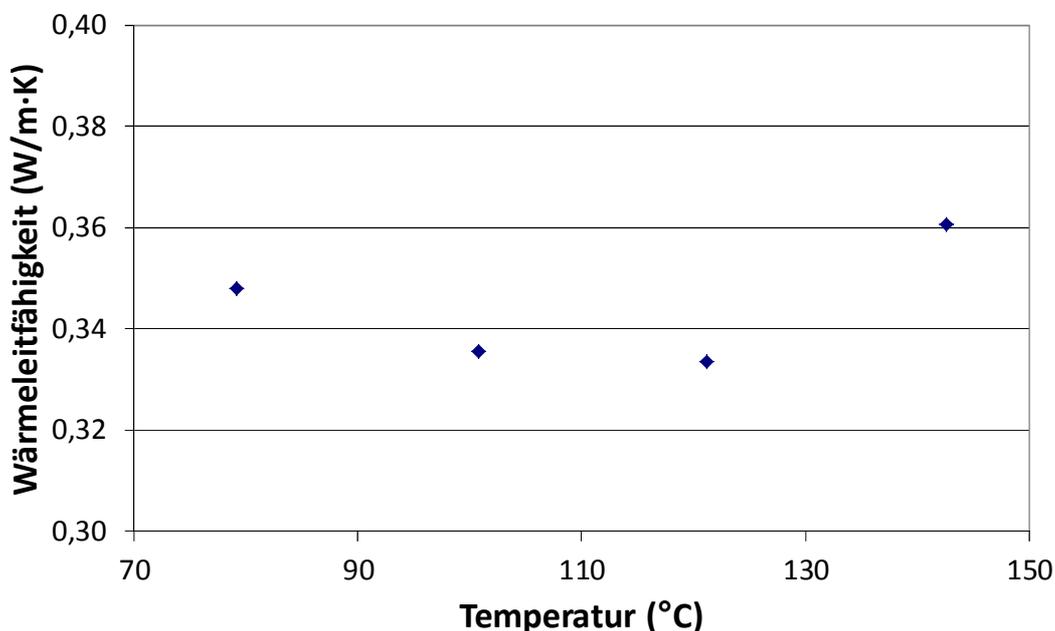


Abbildung 92: Wärmeleitfähigkeit des SBR bei unterschiedlichen Temperaturen

In der Messung ist eine leichte Abhängigkeit von der Temperatur, jedoch kein klarer Trend erkennbar. Der Mittelwert von $\lambda = 0,35 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ wurde für weitere Berechnungen verwendet.

6.2 Massetemperatur- und Druckverlustmessungen

Die Ergebnisse der Temperaturmessung als Funktion von Düsenwinkel und Einspritzgeschwindigkeit sind für das SBR in Abb. 93 und die der Druckmessung ebenfalls als Funktion von Düsenwinkel und Einspritzgeschwindigkeit in Abb. 94 dargestellt.

6. Ergebnisse und Interpretation

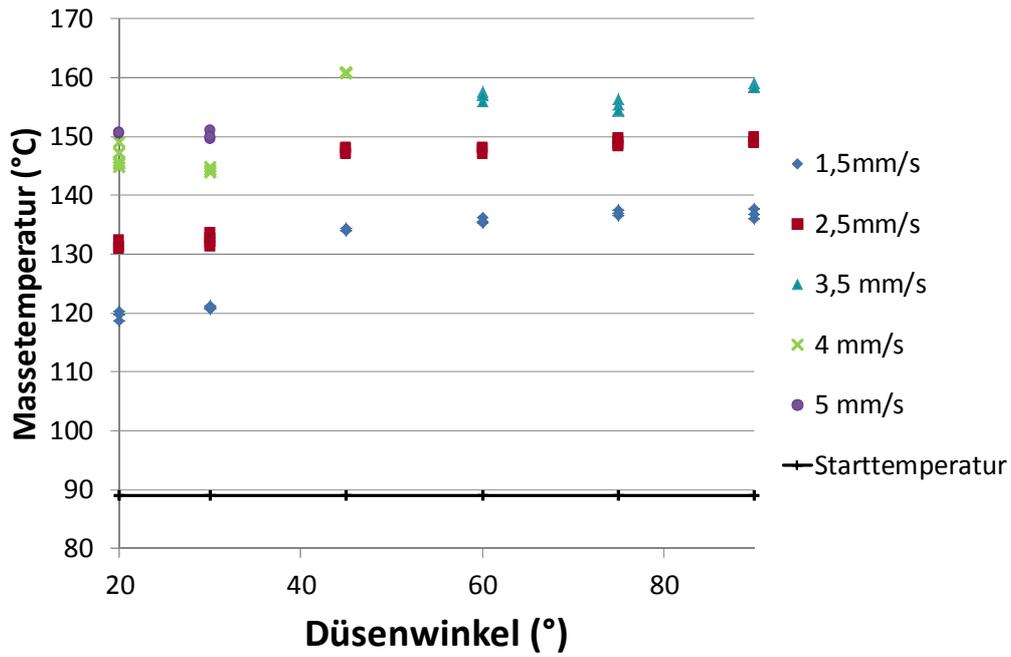


Abbildung 93: Ergebnisse der Massetemperaturmessungen an SBR

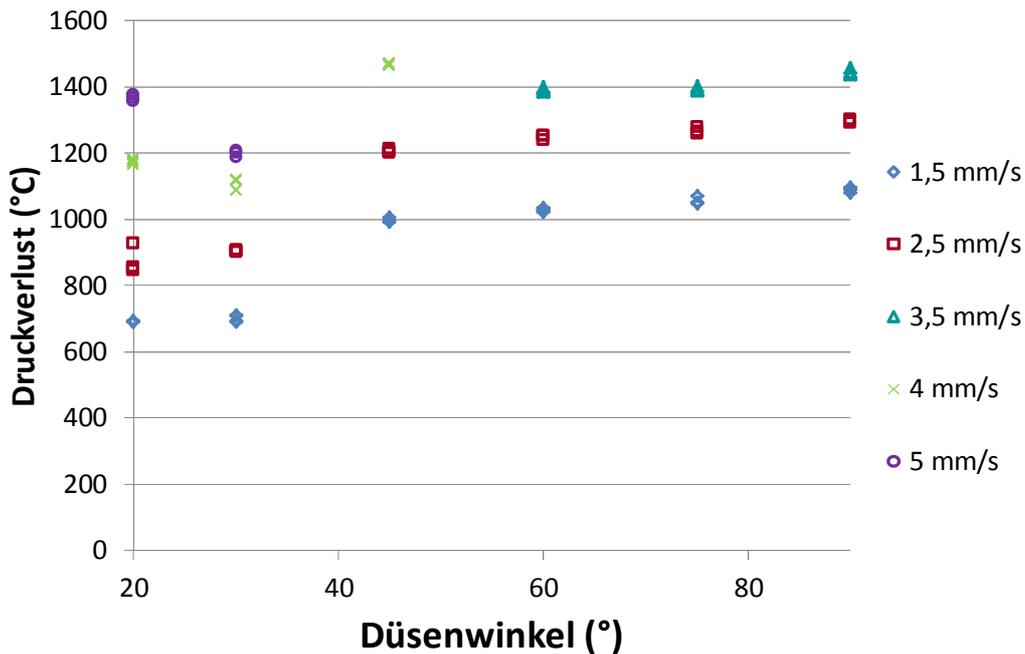


Abbildung 94: Ergebnisse der Druckverlustmessungen an SBR

Die Temperaturwerte für NBR 1 sind in Abb. 95, die dazugehörigen Druckwerte in Abb. 96 dargestellt.

6. Ergebnisse und Interpretation

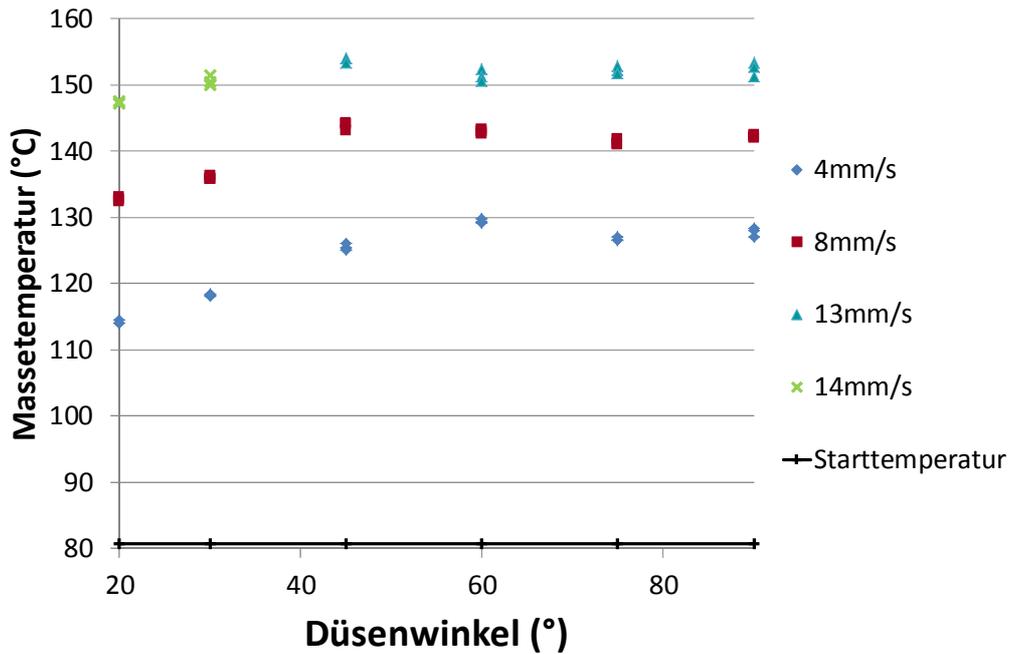


Abbildung 95: Ergebnisse der Massetemperaturmessungen an NBR 1

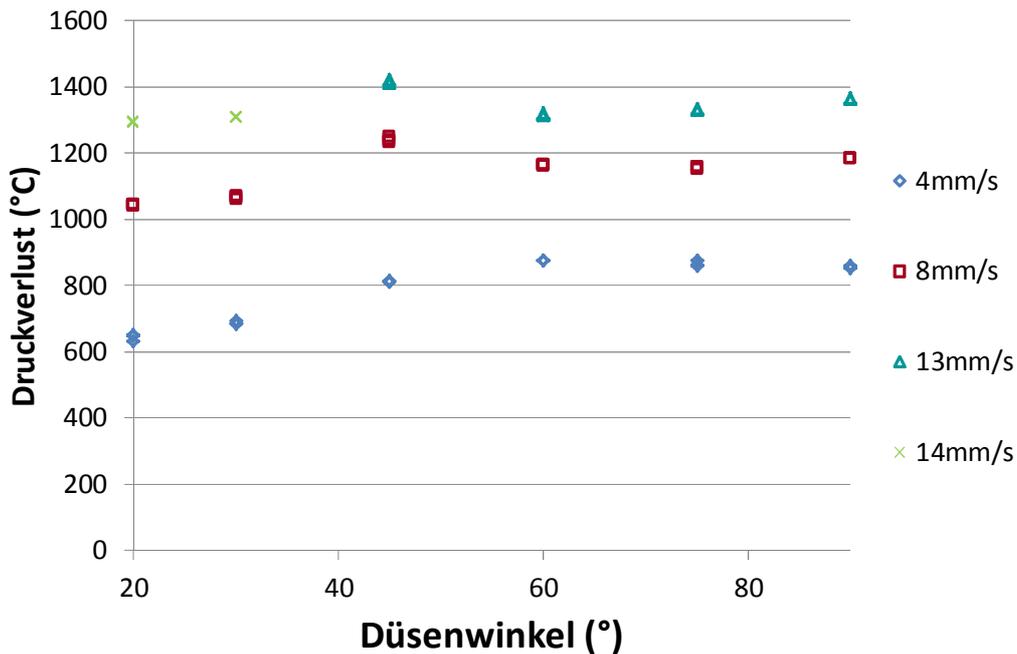


Abbildung 96: Ergebnisse der Druckverlustmessungen an NBR 1

In den Abbildungen sind jeweils alle 3 bis 4 Messwerte pro Einstellung aufgetragen. Die Messwertstreuung war sowohl für die Temperatur als auch für die Druckmessung sehr gering. Aus diesem Grund werden in den folgenden Betrachtungen nur mehr die Mittelwerte dargestellt. Der Druckverlust und die Temperatur zeigen für beide Materialien qualitativ den gleichen Verlauf. Eine Abhängigkeit der beiden Größen vom Düsenwinkel ist ebenfalls gegeben. Auffällig ist hier, dass sich die Temperatur und der

6. Ergebnisse und Interpretation

Druckverlust mit steigendem Düsenwinkel zunächst erhöhen, bei 45° Düsenwinkel wird jedoch ein Plateau erreicht und kein weiterer Anstieg ist mehr erkennbar. Dieses Messergebnis unterstützt die in Kap. 3.4.3 (S. 35) beschriebene These über den Grenzwinkel von 45°. Ähnliche Messergebnisse finden sich auch in der Literatur [10, 56]. Ein lokales Minimum bei 30° wurde jedoch nicht festgestellt. Ein etwas unterschiedlicher Verlauf zeigt sich zu den Ergebnissen aus [51] (Abb. 5, S. 9). Dort nimmt der Druckverlust bis zu einem Winkel von $\theta = 30^\circ$ ab und anschließend nur leicht zu. Der extrem hohe Druckverlust in [51] bei niedrigen Düsenwinkeln konnte in der vorliegenden Messung nicht nachvollzogen werden.

Die gute Korrelation zwischen Druckverlust und Massetemperatur legt die Annahme nahe, dass in der Düse adiabate Verhältnisse herrschen. Diese Annahme wurde bereits in theoretischer Berechnung überprüft (Kap. 3.4.4, S. 39) und soll nun anhand der Messwerte nachvollzogen werden. Der formelmäßige Zusammenhang zwischen Druckverlust und Temperaturerhöhung ist in Gl. 2 (S. 16) gegeben. Die Ergebnisse dieses Vergleichs sind in Abb. 97 und 98 dargestellt. Dazu wurden alle gemessenen Massetemperaturen aus Abb. 93 und 95 über den dazugehörigen Druckverlust aufgetragen. Ein linearer Zusammenhang zwischen diesen beiden Größen ist für beide Versuchsmaterialien ersichtlich, wobei die Messwertstreuung bei NBR 1 deutlich geringer als bei SBR ist. Außerdem wurde die aus den Druckverlusten mittels Gl. 2 (S. 16) berechnete Massetemperatur aufgetragen. Man sieht hier ebenfalls gute Übereinstimmung. Es kann von adiabaten Verhältnissen in der Düse ausgegangen werden.

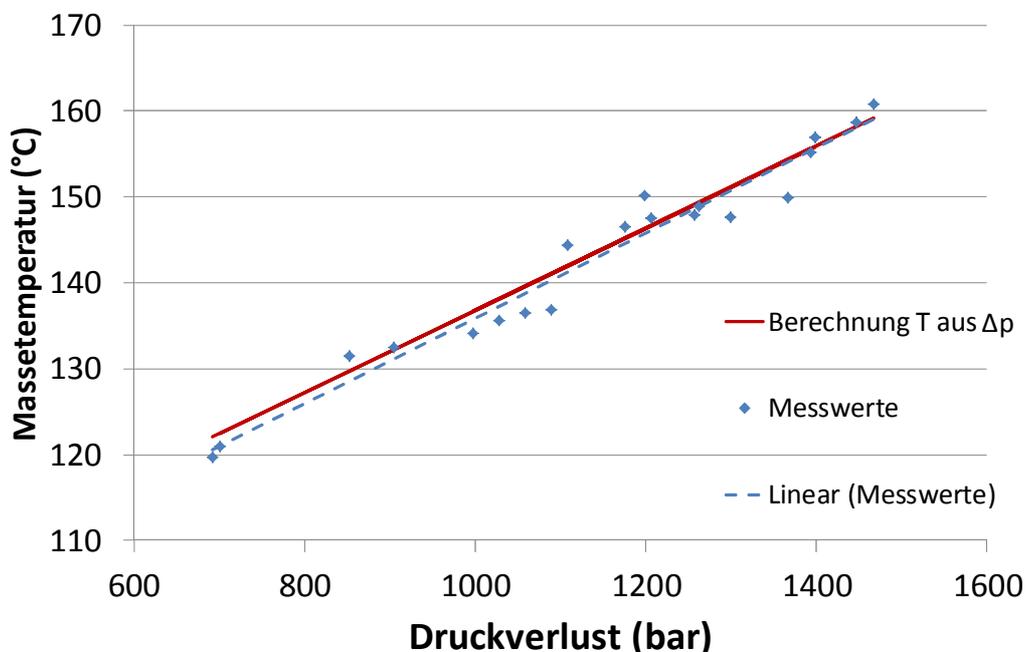


Abbildung 97: Proportionalität der Massetemperatur zum Druckverlust mit rechnerischer Überprüfung nach Gl. 2 (S. 16) für das SBR

6. Ergebnisse und Interpretation

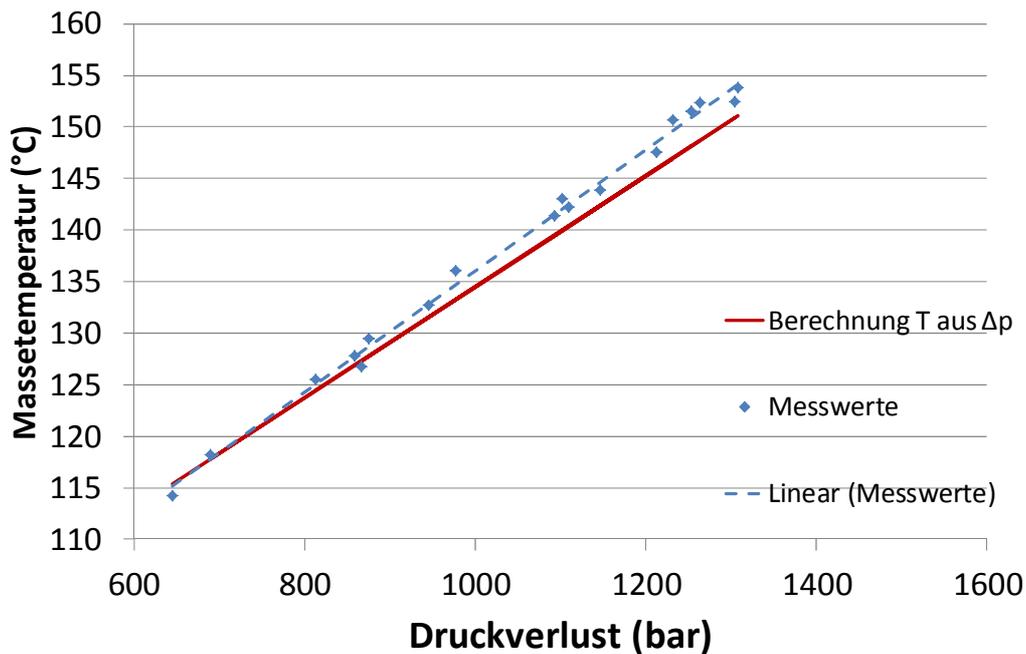


Abbildung 98: Proportionalität der Massetemperatur zum Druckverlust mit rechnerischer Überprüfung nach Gl. 2 (S. 16) für das NBR 1

Einige Fehlerursachen in der Temperaturmessung werden in Folge diskutiert.

Nicht zureichende Kompression der gemessenen Masse

Nach dem Ausspritzen wurde das Material zu einem Ball um das Thermoelement geformt. Wenn dieser Ball nicht dicht genug ist, oder das Thermoelement nicht in der Mitte zu liegen kommt, wird eine zu niedrige Massetemperatur gemessen. Um dies zu vermeiden, wurde immer auf eine dichte Packung des Balls geachtet und das Thermoelement bewegt, um eine gute Messposition zu gewährleisten.

Auskühlen der Masse nach dem Ausspritzen

Um den Einfluss des Auskühlens zu minimieren, wurde darauf geachtet das Formen des Balls so schnell wie möglich nach der Beendigung des Schusses durchzuführen.

Beschädigung des Thermoelements

Wenn das Thermoelement unrealistische Werte anzeigt, ist das der Hinweis auf eine Beschädigung desselben. In diesem Fall wurde das Kabel einfach abgeschnitten und das Thermoelement, wie in Kap. 5.2.6.1 (S. 76) beschrieben, neu geformt.

6.2.1 Verifikation des Berechnungsmodells

Die in Kap. 6.2 (S. 133ff) dargestellten Ergebnisse wurden zur Verifikation des in Kap. 3.4 (S. 32ff) vorgestellten Modells verwendet. Zur Berechnung wurden die Materialdaten aus Kap. 6.1 (S. 115ff) verwendet. Ziel war es bei diesen Berechnungen, keinerlei Daten aus den Versuchen selbst zu verwenden, sondern allein auf Basis der Labormessungen eine korrekte Vorhersage der Massetemperaturen an der Spritz-

6. Ergebnisse und Interpretation

gießmaschine zu bewerkstelligen. Um den Stand der Technik in der kommerziell erhältlichen Strömungssimulation zu charakterisieren, wurde eine Simulation mittels Polyflow[®] 14.0, Ansys, Canonsburg, USA durchgeführt. Die Viskoelastizität des Materials wurde dabei vernachlässigt. Dies spiegelt nicht den vollen Stand der Wissenschaft wieder, ist jedoch die häufige Praxis in der praktischen Anwendung von Simulationssoftware. Die Dehnviskosität kann von Polyflow nicht berücksichtigt werden. Die vereinfachte Darstellung der Düse und die Vernetzung in der Berechnungssoftware ist in Abb. 99 dargestellt.

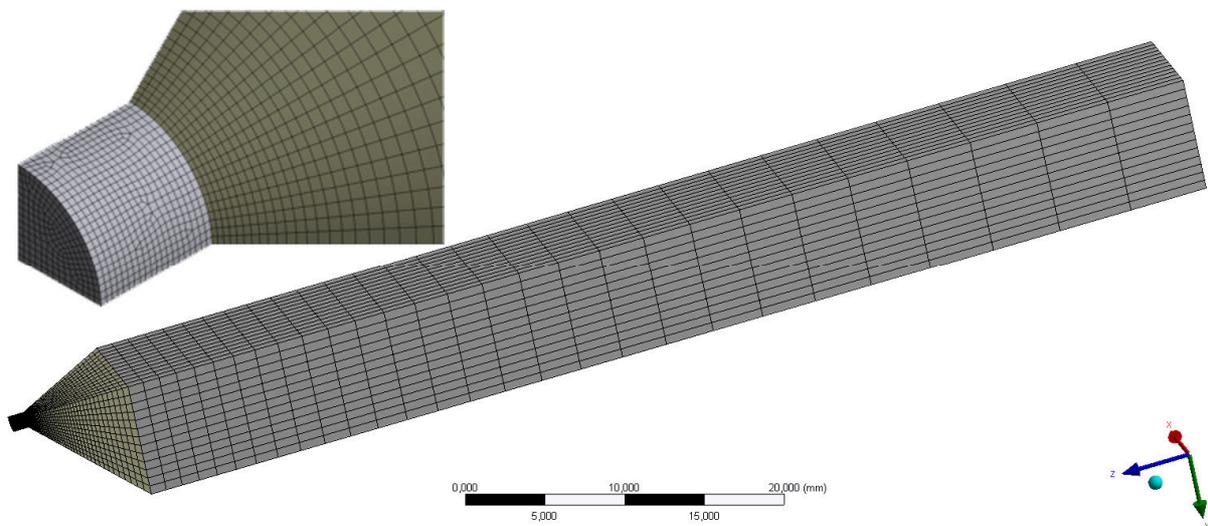


Abbildung 99: Vernetzung der 30° Düse in Polyflow (Viertelmodell) [71]

Der Einlaufbereich vor der Düse wurde sehr lang gewählt, um ein voll ausgebildetes Strömungsprofil zu erreichen.

Bei der Auswertung der erhaltenen Massetemperatur wurde nicht allein die Temperatur der Knoten am Outflow gemittelt, sondern es musste auch eine Gewichtung der Temperatur nach der Geschwindigkeit vorgenommen werden. Ursache ist, dass das Material nicht gleichmäßig aus der Düse strömt, sondern aufgrund der Druckströmung und Wandhaften ein Profil auftritt. Die erwähnte Gewichtung wurde mittels Gl. 125 vorgenommen.

$$\bar{T}_v = \frac{\sum_i v_i \cdot T_i}{\sum_i v_i} \quad (125)$$

Das Ergebnis der Simulation im Vergleich mit dem Versuch ist in Abb. 100 aufgetragen.

6. Ergebnisse und Interpretation

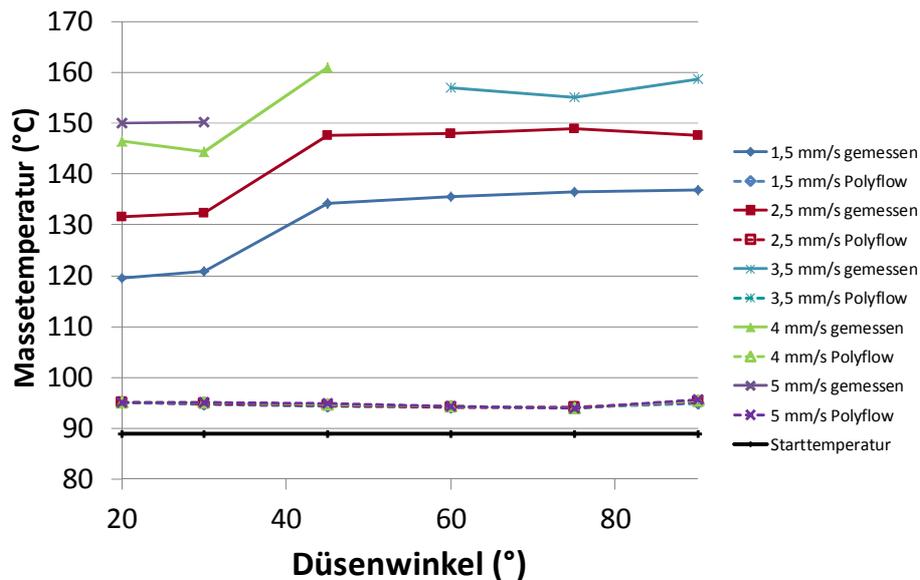


Abbildung 100: Vergleich der Messergebnisse der mittleren Massetemperatur mit Voraussagen der Simulation mittels Polyflow, Material SBR

Man sieht hier deutlich, dass die Vorhersage der Versuchsergebnisse mittels Polyflow keine befriedigenden Ergebnisse liefert. Die Temperaturerhöhung wird wesentlich unterschätzt und der Einfluss des Düsenwinkels kann überhaupt nicht abgebildet werden. Die durchschnittliche Abweichung über den betrachteten Messbereich beträgt 48,4°C (33,4%).

Die Berechnungsergebnisse mit dem selbst entwickelten Berechnungsmodell für das erste Versuchsmaterial (SBR) sind in Abb. 101 dargestellt.

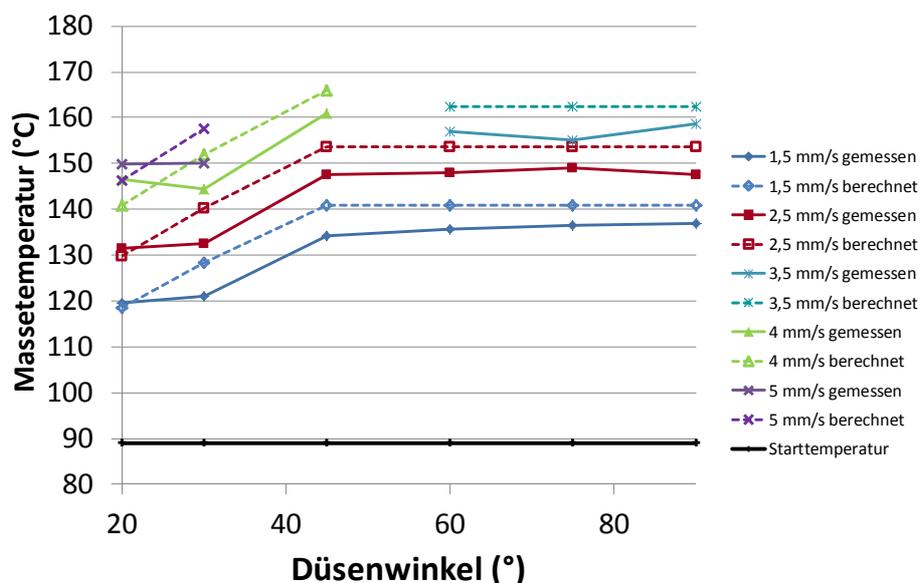


Abbildung 101: Gegenüberstellung von Messung und Berechnung der Massetemperatur mittels selbst entwickeltem Berechnungsmodell für das SBR

6. Ergebnisse und Interpretation

Die Berechnungen zeigen gute Übereinstimmung mit den Messergebnissen, wobei das Ergebnis tendenziell leicht überschätzt wird. Der durchschnittliche Fehler für die Vorhersage beträgt 5,3°C (3,7%). Die durchschnittlichen Anteile der Strömungskomponenten an der Temperaturerhöhung sind in Tab. 43 ersichtlich.

Tabelle 43: Durchschnittlicher Anteil von Scher- und Dehnerwärmung in den unterschiedlichen Raumrichtungen für das SBR

Scherung im Konus (%)	Scherung in der Kapillare (%)	Dehnung in Φ -Richtung (%)	Dehnung in r-Richtung (%)	Dehnung in z-Richtung (%)
4,7	2,8	3,7	26,8	62,0

Der Einfluss der Scherung ist bei flachen Düsenwinkeln (20° und 30°) mit 10 bis 15% etwas höher als bei den übrigen Düsen. Im Schnitt sind über 90% der Temperaturerhöhung rechnerisch auf Dehnerwärmung zurückzuführen. Dabei geschieht die meiste Erwärmung durch Dehnung in z-Richtung. Dies erscheint logisch, da es sich dabei um die Hauptrichtung der Strömung handelt. Dennoch ist vor allem der Anteil der Dehnung in r-Richtung nicht zu unterschätzen. Der geringe Anteil an Schererwärmung deckt sich mit den Berechnungen der Software Polyflow (Abb. 100). Berechnungsergebnisse mit dem zweiten Versuchsmaterial (NBR 1) sind in Abb. 102 dargestellt.

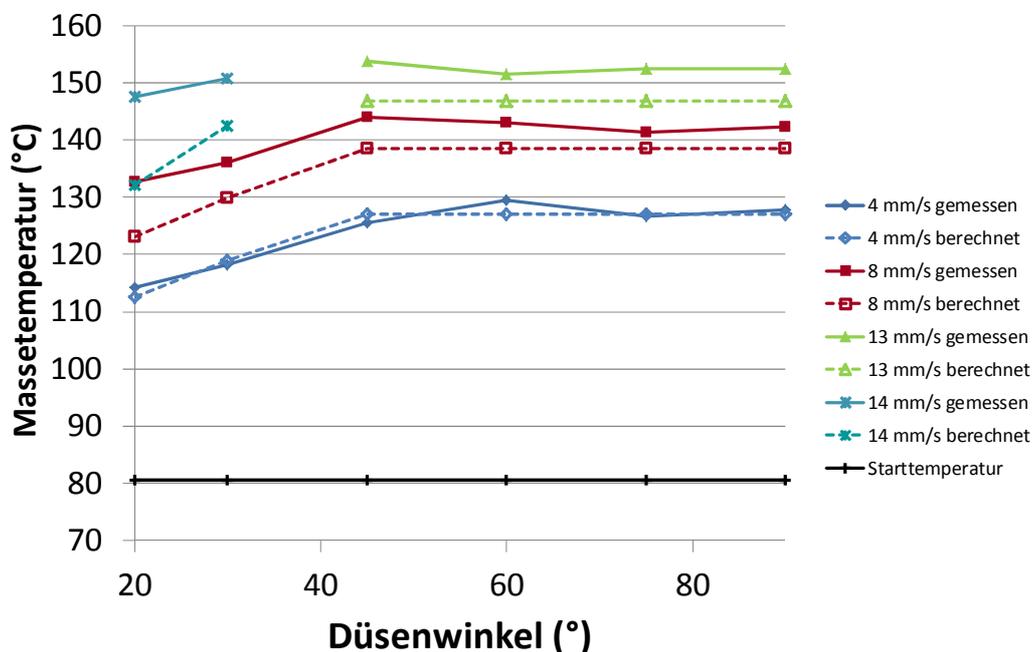


Abbildung 102: Gegenüberstellung von Messung und Berechnung der Massetemperatur mittels selbst entwickeltem Berechnungsmodell für das NBR 1

Die durchschnittliche Abweichung vom Messwert der Massetemperatur beträgt hier 5,2°C (3,6%). Die Ergebnisse werden bei höheren Volumenströmen leicht unter-

6. Ergebnisse und Interpretation

schätzt. Dies dürfte daran liegen, dass in der HKR-Messung weniger Daten bei hohen Scher- und Dehngeschwindigkeiten ermittelt werden konnten, da der hier verwendete Rheograph 2002 weniger leistungsfähig als der Rheograph 75 ist.

Die durchschnittlichen Anteile an der Erwärmung sind in Tab. 44 gegeben. Diese ergeben sich analog zum ersten Versuchsmaterial. Es gab nur leichte Verschiebungen zu einem etwas höheren Scheranteil.

Tabelle 44: Durchschnittlicher Anteil von Scher- und Dehnerwärmung in den unterschiedlichen Raumrichtungen für das NBR 1

Scherung im Konus (%)	Scherung in der Kapillare (%)	Dehnung in Φ -Richtung (%)	Dehnung in r-Richtung (%)	Dehnung in z-Richtung (%)
6,6	4,0	4,7	26,5	58,2

Die Winkelabhängigkeit der Massetemperaturerhöhung konnte mit dem vorliegenden Modell und dem vorausgesetzten Grenzwinkel von 45° gut abgebildet werden. Die Voraussagequalität ist mit einem Fehler unter 5% als sehr gut zu betrachten. Wesentlich für die korrekte Ermittlung der Temperatur ist der gemessene Anstieg der Dehnviskositäten bei hohen Dehngeschwindigkeiten (vgl. Abb. 80, S. 122). Um dies zu belegen wurden die Versuche mit dem SBR erneut berechnet. Für die Dehnviskosität wurde dabei immer der dreifache Wert der Scherviskosität angenommen (vgl. Abb. 83, S. 125). Das Ergebnis ist in Abb. 103 aufgetragen. Die Temperaturerhöhung konnte weder qualitativ noch quantitativ erfasst werden. Die Massetemperatur wird im Schnitt um $38,2^\circ\text{C}$ (26,2%) unterschätzt.

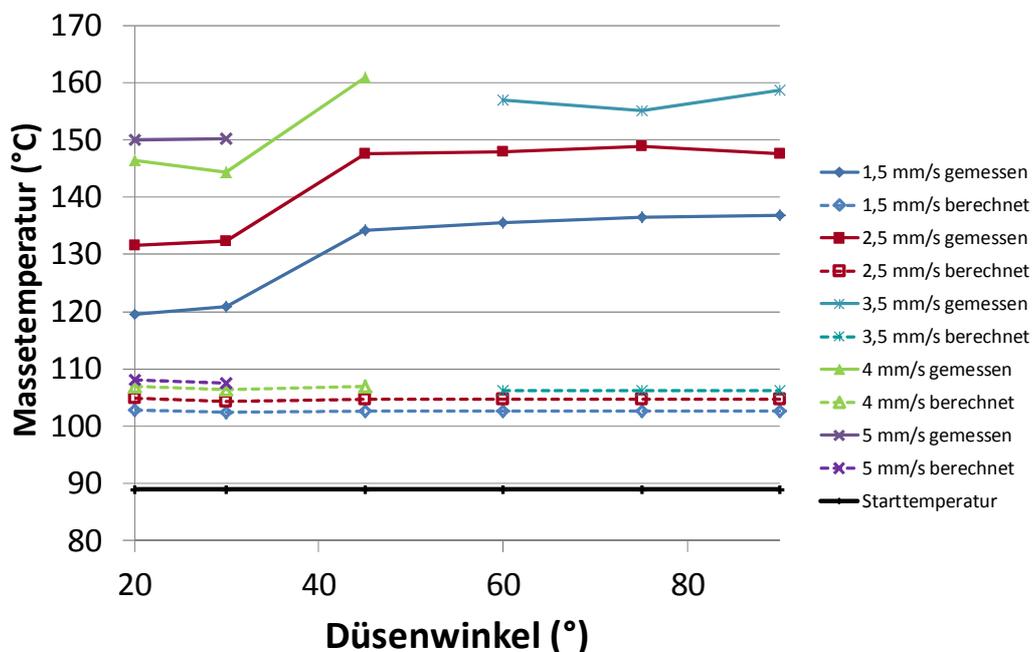


Abbildung 103: Gegenüberstellung von Messung und Berechnung für das SBR mit der Dehnviskosität aus dem dreifachen Wert der Scherviskosität

6. Ergebnisse und Interpretation

Diese Überprüfung zeigt sowohl die Stärken, als auch die Schwächen des Berechnungsmodelles auf. Mit herkömmlichen Materialdaten aus der Scherviskositätsmessung und der Berechnung der Dehnviskosität aus Gl. 124 (S. 125) kann die gemessene Temperaturerhöhung nicht in zufriedenstellender Form berechnet werden.

Der in Abb. 80 und 81 (S. 122) ersichtliche Dehnviskositätsanstieg ist essenziell für eine korrekte Berechnung der Massetemperatur. Unklar bleibt allerdings, ob dieser Anstieg real ist, oder Energieverluste durch einen anderen, hier nicht berücksichtigten, Effekt auftreten und als viskose Dissipation zufolge Dehnung fehlinterpretiert werden. Allerdings ist dem Autor kein weiterer Effekt bekannt, der die gemessenen Temperaturerhöhungen erklären könnte. In Folge werden mögliche vom Berechnungsmodell nicht erfasste Einflüsse diskutiert.

Viskoelastizität

Wie an anderer Stelle (Kap. 3.3.2.4, S. 28) bereits erwähnt, wurde die Viskoelastizität des Materials nicht in der Berechnung berücksichtigt. Dies stellt eine offensichtliche Schwachstelle des Modells dar. Dennoch kann ein bleibender Energieeintrag in das Material nur durch scher-, dehn- oder kompressionsbedingte Dissipation geschehen. Elastische Anteile an der Verformung stellen sich zurück sobald das Material die Düse verlässt. In der Energiebilanz des Einspritzprozesses (Kap. 7.1, S. 162) wurde der Anteil der reversiblen Kompressionserwärmung auf etwa 7% der Einspritzarbeit geschätzt. Die Viskoelastizität dürfte somit Einfluss auf den Druckverlust sowie die Ausbildung der Strömungslinien (Visualisierung in Abb. 19, S. 37) haben. Das Strömungsbild wird ohnehin nicht vom Programm berechnet, sondern auf Basis von Erkenntnissen aus der Visualisierung vorgegeben. Um hier eine exakte Berechnung der Strömungsverhältnisse durchzuführen, müsste die Einlaufströmung auf Basis des entwickelten Modells in 3D simuliert werden [10, 16, 56]. Dies übersteigt einerseits den Umfang dieser Arbeit, andererseits ist diese Herangehensweise für eine rasche Berechnung der Temperaturerhöhung in z.B. einer Regelsoftware im Gummispritzguss nicht sinnvoll, da viskoelastische Berechnungen weitere, aufwendige Materialdatensmessungen und erhebliche Rechenzeit benötigen.

Scherung

Theoretisch wäre es möglich, dass die gemessenen Temperaturerhöhungen nicht durch Dehnung, sondern durch Scherung verursacht werden. Dies ist vor allem eine Frage der Interpretation der Rechenergebnisse, da zwischen Dehnung und Scherung nur rechnerisch unterschieden werden kann und keine messtechnische Trennung der Komponenten durchgeführt werden konnte. Eine mögliche Interpretation der Materialdaten ist, dass es zu einer Unterschätzung des Scheranteils und einer Überschätzung des Dehnanteils in den Berechnungen kommt. Betrachtet man Abb. 76 (S. 118), lässt sich ein unteres Newton'sches Plateau vermuten, wie es bereits in anderen Arbeiten an Thermoplasten beschrieben wurde [34, 43, 70, 76]. Dieses Plateau wird von der Approximation mittels Potenzansatz nicht abgebildet. Die Verwendung

6. Ergebnisse und Interpretation

eines anderen Materialansatzes erlaubt das Berechnungsmodell in der derzeitigen Form jedoch nicht (vgl. Kap. 3.4, S. 32). Nimmt nun die Scherviskosität bei hohen Schergeschwindigkeiten nicht weiter ab, würde sich die berechnete Dehnviskosität bei hohen Dehngeschwindigkeiten verringern. Ursache dafür ist die rechnerische Kopplung zur Dehnviskosität im Auswerteprogramm. Allein dadurch würde sich aber nicht die vorhergesagte Temperatur für die Maschinenversuche ändern, da es bei der Betrachtung der durchschnittlichen Temperatur in der Masse nicht darauf ankommt, ob diese durch Dehnung oder Scherung entstanden ist.

Strömungsbild

Ein weiterer möglicher Fehlereinfluss ist eine Änderung des Strömungsbilds bei hohen Volumenströmen, die nicht vom Berechnungsmodell berücksichtigt wird. Dies würde eine Missinterpretation der in der HKR-Messung ermittelten Einlaufdrücke zur Folge haben, da in der Auswertung der Messungen immer mit der gleichen Diskretisierung (Abb. 19, S. 37) gearbeitet wird. Diese Änderung ist allerdings unwahrscheinlich, da die Visualisierungen der Strömung bis hin zu den höchsten am HKR möglichen Geschwindigkeiten keine Änderung des Strömungsbilds gezeigt haben (Abb. 17 (S. 36)).

Unter Anbetracht der diskutierten physikalischen Einwände stellt die vorgestellte Methode den Anspruch, eine ingenieurtechnische Näherungslösung zu sein, die bei sauberer Materialdatenmessung Temperaturerhöhungen und Druckverluste in konischen Düsen bei adiabaten Verhältnissen gut vorhersagen kann. Um zu einem Satz an möglichst einfachen Gleichungen zu kommen, wurden etliche Vereinfachungen der realen physikalischen Verhältnisse getroffen (vgl. Kap. 3.4, S. 32). Offen bleibt, ob eine ansteigende Dehnviskosität bei hohen Dehngeschwindigkeiten ein reales physikalisches Phänomen ist, oder andere Einflüsse die gemessenen Temperaturerhöhungen und Druckverluste erklären können.

6.3 Heizzeitverkürzung mittels Scher- und Dehnerwärmung in konischen Düsen

Die an dieser Stelle durchgeführten Versuche verfolgen den Zweck, das Potential einer kombinierten Scher- und Dehnströmung in einer konischen Düse zur Heizzeitverkürzung zu charakterisieren. Zunächst wurde die häufig angewandte Fahrweise mit konstanter Einspritzgeschwindigkeit (Kap. 6.3.1) gewählt, um den in der Praxis üblichen Spritzgießprozess abzubilden. Da die Einspritzarbeit der in der Kautschukmasse dissipierten Energiemenge proportional ist, wurden die weiteren Versuche zur genaueren Charakterisierung der Effizienz der eingesetzten Düsen bei konstanter Einspritzarbeit durchgeführt (Kap. 6.3.2, S. 147ff).

6. Ergebnisse und Interpretation

6.3.1 Versuche mit konstanter Einspritzgeschwindigkeit

Die vollständigen Ergebnisse der durchgeführten Versuche können der Masterarbeit Buchebner [15] entnommen werden. Die wesentlichen Aussagen werden in Folge zusammengefasst.

In den folgenden Diagrammen werden nur Ergebnisse von Formteilen dargestellt, die in der optischen Beurteilung keine offensichtlichen Beeinträchtigungen gezeigt haben. Die Darstellung der Ergebnisse aus der Härtemessung wurde hier ausgespart, da diese wenig Aussagekraft haben. Jedes der geprüften Teile wies eine Härte von mindestens 69 ShoreA auf. Dies liegt daran, dass üblicherweise die Formteiloberfläche zuerst vernetzt. Der Druckverformungsrest (DVR) in der Mitte des Formteils erwies sich als bester Indikator für den Vernetzungsgrad des Formteils und wird daher in Folge betrachtet. In Abb. 104 sind die Ergebnisse unter Verwendung der Düse 1 ($R_{\text{end}} = 0,75 \text{ mm}$, $\theta = 20^\circ$) im Vergleich zur vorher durchgeführten Heizreihe repräsentativ für die übrigen Düsen dargestellt.

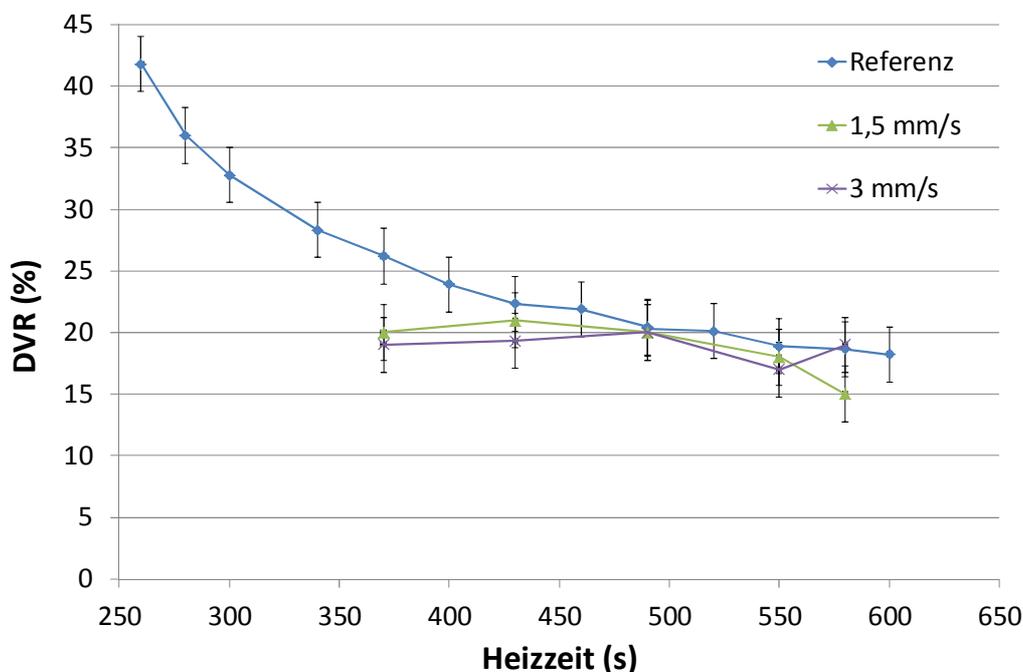


Abbildung 104: Ergebnisse der DVR-Messung im mittleren Dickenbereich; Formteil hergestellt mit der Düse 1 im Vergleich zur Heizreihe [15]

Die Fehlerbalken der DVR-Werte entsprechen nicht der eigentlichen Streuung der durchgeführten Prüfungen, diese war mit $\pm 1\%$ deutlich niedriger. Jedoch veranschlagt die Norm für die DVR Prüfung [23] deutlich höhere Streuungen von $\pm 2,55\%$. Aufgrund der geringen Probenanzahl in der Prüfung wurde entschieden, von einer höheren Streuung auszugehen.

Die SBR-Mischung kann laut Hersteller einen DVR bis zu 17% erreichen. Zur Auswertung dieser Versuche wurde ein DVR von maximal 20% als bereits gut betrachtet. Wie in der Abb. 104 ersichtlich, wird dieser Wert bei Einsatz der Düse 1 im Unter-

6. Ergebnisse und Interpretation

schied zu den Referenzbedingungen bereits bei unter 400 s Heizzeit erreicht. Es ist dabei jedoch zu beachten, dass den gezeigten Versuchen aufgrund der unterschiedlichen Einspritzgeschwindigkeiten und der unterschiedlichen Fließwiderstände der Düsen jeweils ein anderer Druckverlust bzw. eine andere Einspritzarbeit zugrunde liegen. Aus diesem Grund wurde die Auftragung in Abb. 105 für weitere Betrachtungen herangezogen.

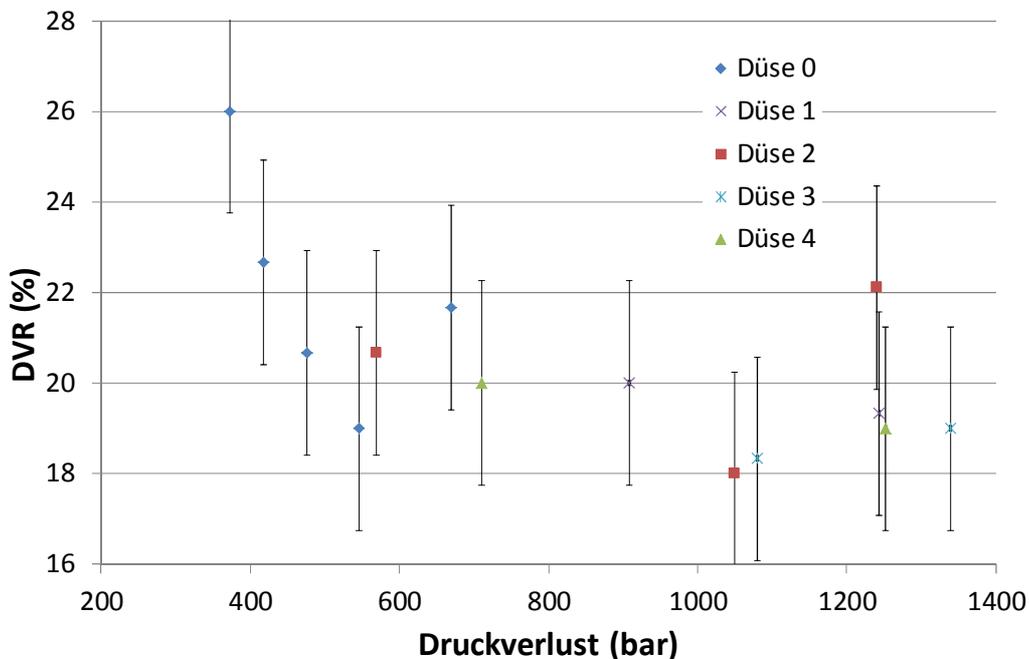


Abbildung 105: Ergebnisse DVR über den Druckverlust bei der kürzesten Heizzeit (370 Sekunden) [15]

Hier sieht man die DVR-Ergebnisse aller Düsen bei der kürzesten Heizzeit über den in den Versuchen gemessenen „Druckverlust vor der Düse“ aufgetragen. In dieser Auftragung ist ersichtlich, dass sich der DVR-Wert ab einem eingebrachten Druckverlust von etwa 600 bar nicht mehr wesentlich verändert, sondern um einen Wert von 19 bis 20% schwankt. Es wird davon ausgegangen, dass all diese Formteile bereits ausgeheizt sind. Diese Betrachtungsweise weist darauf hin, dass rein die eingebrachte Einspritzarbeit, unabhängig von der Düsengeometrie, für die benötigte Heizzeit maßgeblich ist. Diese Überlegung soll in den Versuchen mit konstantem Einspritzdruck (Kap. 6.3.2, S. 147) näher untersucht werden.

6.3.1.1 Berechnung des Vernetzungsgrads

Zur Berechnung des Vernetzungsgrads der in den Versuchen hergestellten Formteile wurde das in Kap. 4.2 (S. 64) vorgestellte Programm verwendet. Zunächst wurde der Vernetzungsgrad der Formteile aus der Referenz-Heizreihe abgeschätzt (vgl. Abb. 106).

6. Ergebnisse und Interpretation

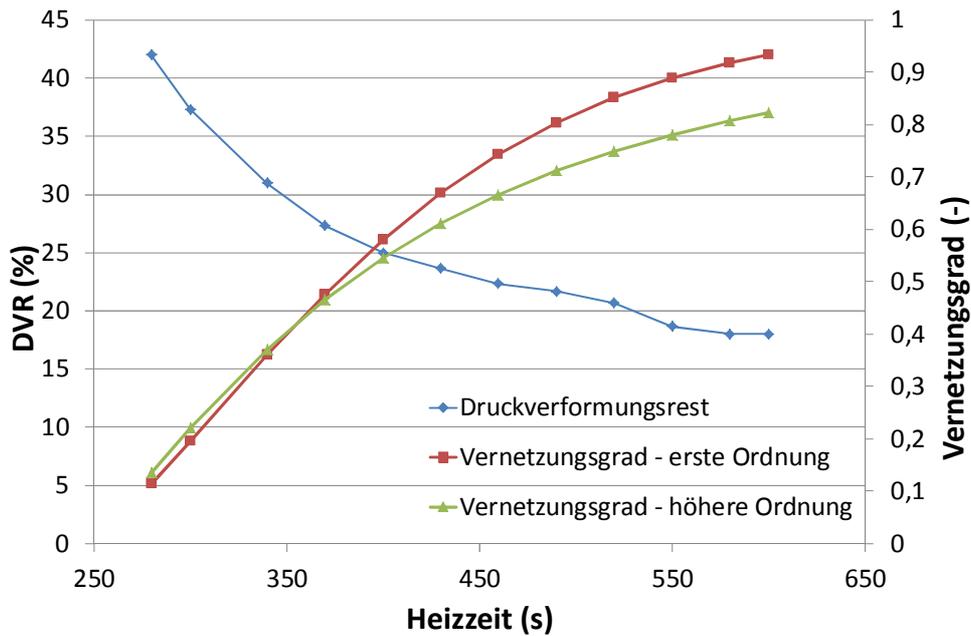


Abbildung 106: Gemessener DVR der Referenz-Heizreihe, verglichen mit dem berechneten Vernetzungsgrad [15]

Man erkennt die Verringerung des DVR analog zum Anstieg des errechneten Vernetzungsgrads. In der Abb. 107 kann der annähernd lineare Zusammenhang des DVR mit dem berechneten Vernetzungsgrad festgestellt werden.

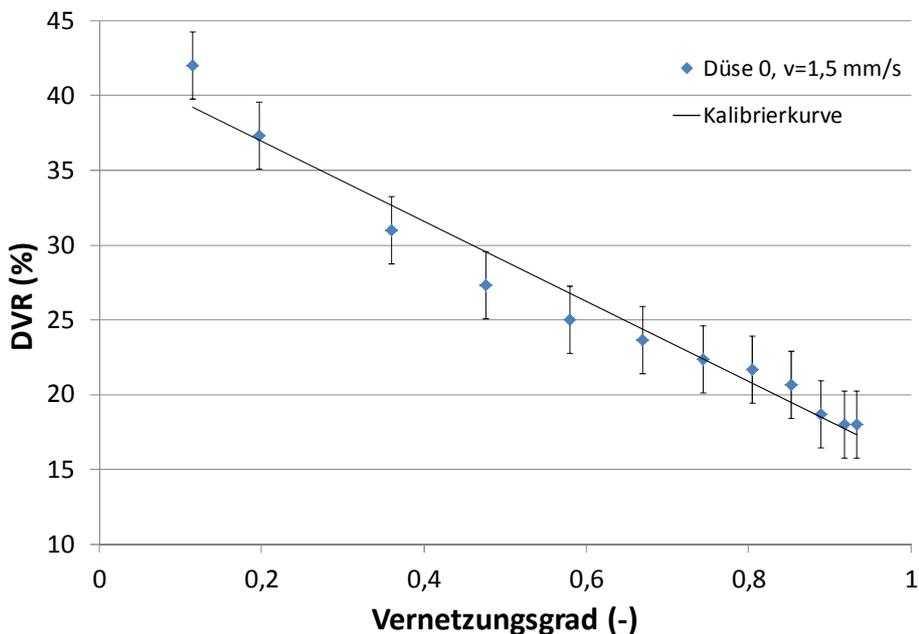


Abbildung 107: Zusammenhang zwischen DVR und errechnetem Vernetzungsgrad (Berechnung unter Voraussetzung einer Vernetzungsreaktion erster Ordnung) [15]

Diese Kurve kann als eine Art Kalibrierung für die Berechnung verwendet werden, um den DVR für andere Bauteile vorherzusagen. Ein Beispiel für eine Berechnung dieser Art ist in Abb. 108 für Formteile, hergestellt mit der Düse 1, gezeigt. Dabei

6. Ergebnisse und Interpretation

wurde die Starttemperatur basierend auf den Messungen in Abb. 93 (S. 134) festgesetzt. Die aufgetragenen Formteile weisen einen DVR von unter 20 auf und gelten daher als ausgeheizt. Der DVR ändert sich dann nicht weiter. Dies wird sowohl von der Approximation für eine Vernetzungsreaktion erster Ordnung als auch jener zweiter Ordnung bei der kürzesten untersuchten Heizzeit nicht optimal vorhergesagt. Allerdings konnte ein genauere Zusammenhang aufgrund der Ungenauigkeit der DVR-Messung nicht ermittelt werden. Ursache für die Abweichung könnte sein, dass bei der Berechnung der Vernetzung von einem Scorch-Wert von 0 zu Beginn der Vernetzung ausgegangen wurde. Diese Annahme würde auf eine Herstellung der Formteile im Pressverfahren zutreffen. Im Spritzguss allerdings dürfte der Wert höher liegen.

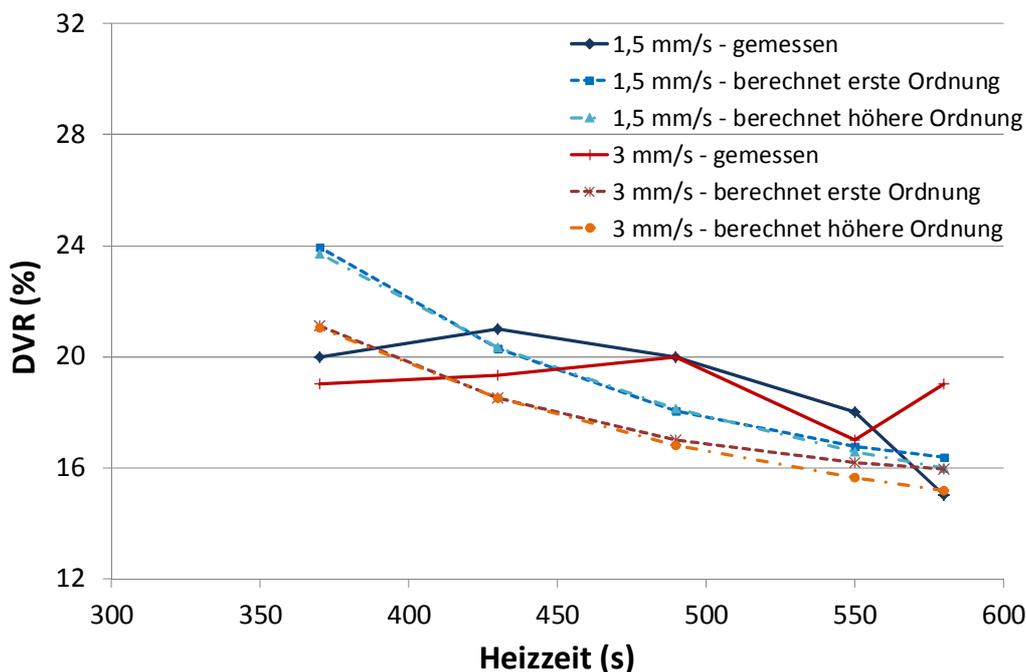


Abbildung 108: Vergleich der gemessenen und mit dem Programm errechneten DVR-Werte im mittleren Dickenbereich; Düse 1 [15]

6.3.2 Versuche mit konstanter Einspritzarbeit

In den folgenden Versuchen wird davon ausgegangen, dass die Einspritzarbeit der dissipierten Energiemenge proportional ist. Somit kann charakterisiert werden, ob bestimmte Düsengeometrien eine effektivere Wärmeeinbringung ermöglichen. In Folge werden Geometrieinflüsse wie Düsenwinkel und Kapillarlänge näher untersucht.

6.3.2.1 Einfluss des Düsenwinkels auf die Massetemperatur und die Formteilqualität

Die Versuche dieses Unterkapitels charakterisieren den Einfluss des Düsenwinkels auf die Umsetzung der eingebrachten Einspritzarbeit in eine Massetemperaturerhöhung,

6. Ergebnisse und Interpretation

sowie die damit verbundene Formteilqualität. Die vergleichenden Ergebnisse der durchgeführten Messungen der Massetemperatur sind in Tab. 45 dargestellt.

Tabelle 45: Messergebnisse zum Einfluss des Düsenwinkels auf die Massetemperatur bei gleicher Einspritzarbeit; Material SBR [18]

	Wert		Einheit
Düsenwinkel	20	75	°
Einspritzarbeit	32.100	32.100	J
Druck vor der Düse	1322 (+/-4)	1355(+/-3)	bar
Einspritzgeschwindigkeit	5,7	4,4	mm/s
Massetemperatur	155,4 (+/-0,8)	155,5 (+/-1,2)	°C

Es ist ersichtlich, dass durch das Gleichhalten der Einspritzarbeit bei ansonsten unterschiedlicher Druck und Einspritzgeschwindigkeit auch die Massetemperatur gleich geblieben ist. Der Druck vor der Düse war leicht unterschiedlich, jedoch ist die Abweichung mit unter 3% des gemessenen Druckwerts als unerheblich einzustufen. Aufgrund des unterschiedlichen Fließwiderstands der verwendeten Düsen ergeben sich unterschiedliche Einspritzgeschwindigkeiten.

Für die Auswertung der durchgeführten Versuche zur Charakterisierung des Einflusses des Düsenwinkels auf die Formteilqualität wurde erneut der DVR in der Mitte der Formteile verwendet, da dieser Wert als am aussagekräftigsten für die Beurteilung des Vernetzungszustands gesehen wurde. Die Übersicht der Ergebnisse ist in Abb. 109 für das SBR und in Abb. 110 für das NBR 1 dargestellt.

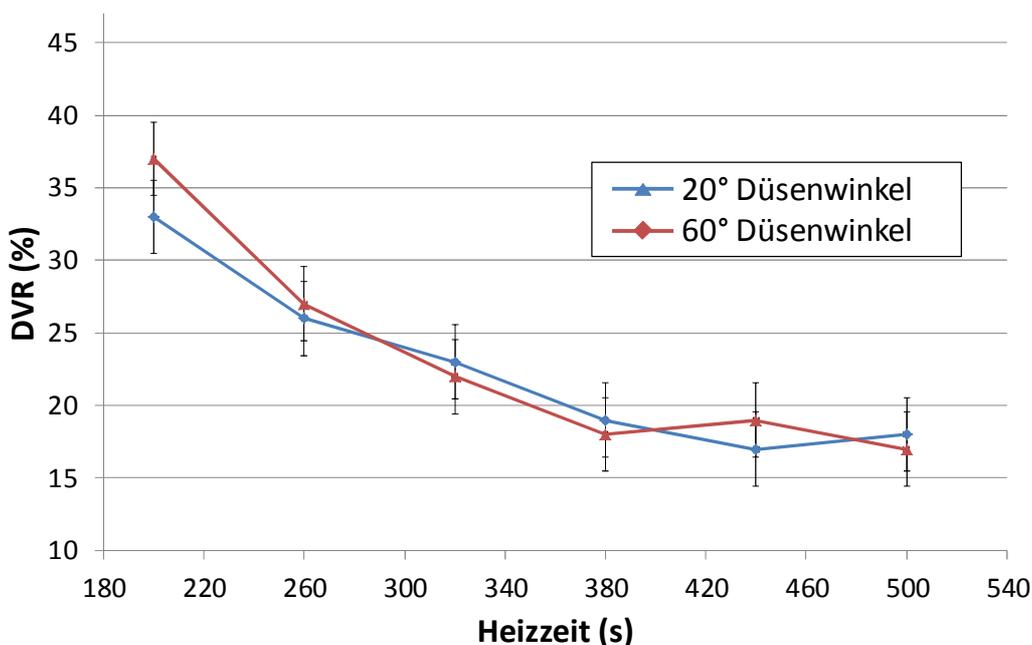


Abbildung 109: DVR in der Mitte der produzierten Formteile aus SBR [18]

6. Ergebnisse und Interpretation

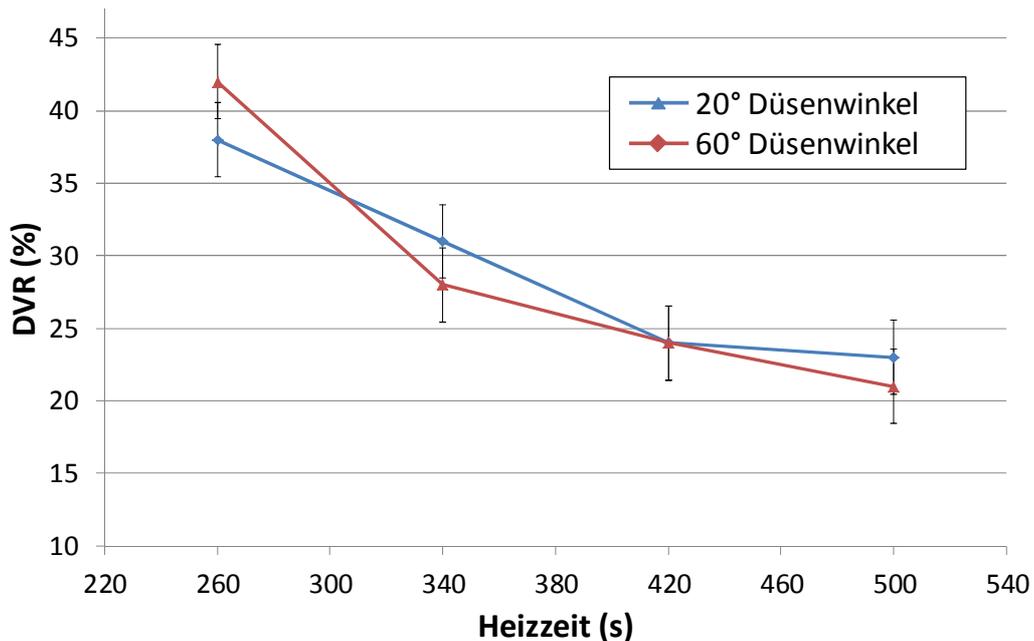


Abbildung 110: DVR in der Mitte der produzierten Formteile aus NBR 1 [18]

Anhand des DVR kann auf keine Abweichung des Vernetzungsgrads zwischen den jeweils dargestellten Kurven geschlossen werden. Dies bestätigt die Vermutung, dass die gleiche Einspritzarbeit zur gleichen Temperaturerhöhung und damit auch zur gleichen Heizeitverkürzung führt. Damit wurde die Einspritzarbeit als die Haupteinflussgröße auf die dissipative Erwärmung der Kautschukmasse identifiziert.

6.3.2.2 Einfluss der Düsenlänge auf die Massetemperatur und die Formteilqualität

Die hier präsentierten Versuche verfolgen den Zweck, die Abhängigkeit der gemessenen Massetemperatur vom der Kapillare am Ende des Konus der Düse zu charakterisieren. Die Ergebnisse sind der Tab. 46 zu entnehmen.

Tabelle 46: Messergebnisse zum Einfluss der Kapillarlänge auf die Massetemperatur bei gleicher Einspritzarbeit; Material SBR [18]

	Wert		Einheit
Kapillarlänge	1,15	16	mm
Einspritzarbeit	27.180	27.180	J
Druck vor der Düse	1149 (+/-4)	1139 (+/-3)	bar
Einspritzgeschwindigkeit	5,9	2,4	mm/s
Massetemperatur	146,5 (+/-1,7)	144,6 (+/-0,7)	°C

Die Änderung der Kapillarlänge bei gleicher Einspritzarbeit verursacht nur eine unterschiedliche Einspritzgeschwindigkeit, jedoch annähernd den gleichen Druck vor der Düse und annähernd die gleiche Massetemperatur.

6. Ergebnisse und Interpretation

Die dazugehörigen Ergebnisse aus der Formteilherstellung zeigen ein analoges Bild zu den Versuchen zum Einfluss des Düsenwinkels. Wie Abb. 111 verdeutlicht, wurde auch hier bei gleicher Heizzeit jeweils der gleiche DVR gemessen. Dies zeigt, dass auch hier die Einspritzarbeit die dominante Einflussgröße auf die Heizzeit darstellt.

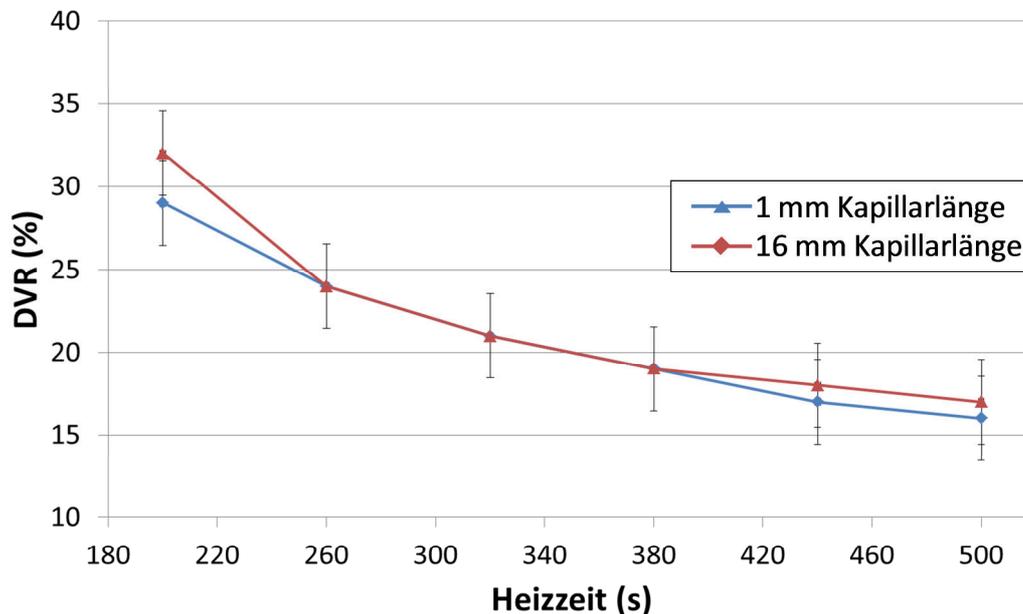


Abbildung 111: DVR der produzierten Formteile aus SBR, gemessen in der Formteilmitte unter Verwendung von Düsen mit einer Kapillarlänge von 1 mm und 4 mm [18]

Die vorgestellten Versuche mit Vereinheitlichung der Einspritzarbeit haben gezeigt, dass die erzielbare Temperaturerhöhung und damit die erzielbare Heizzeitverkürzung weitestgehend unabhängig von der verwendeten Düsengeometrie ist. Einzige Voraussetzung ist, dass die Düse eng genug ist, um den entsprechenden Fließwiderstand zu bilden. Diese Erkenntnis führt jede weitere Optimierung der Düsengeometrie in Hinblick auf die Heizzeitverkürzung ad absurdum. Einzig Todstellen der Strömung sollten vermieden werden. Dies kann durch einen Winkel von $<45^\circ$ geschehen (vgl. Abb. 18, S. 36).

6.3.3 Überprüfung der Materialschädigung

Die Kautschukmischungen sind beim Einspritzvorgang durch enge konische Düsen sehr hohen Scher- und Dehnbelastungen ausgesetzt, deren Auswirkungen auf die Formteilqualität bisher nicht eindeutig geklärt sind. Die hier beschriebenen Experimente (siehe auch Kap. 5.5.3, S. 102) untersuchen diese Schädigungen und Beeinträchtigungen der Formteilqualität an eigens dafür hergestellten Formteilen. In Abb. 112 sind die Ergebnisse der Messungen mit einheitlichen Einspritzgeschwindigkeiten dargestellt. Jede Kurve entspricht einer einzelnen Zugprüfung, die Mittelwerte sind im Diagramm eingetragen.

6. Ergebnisse und Interpretation

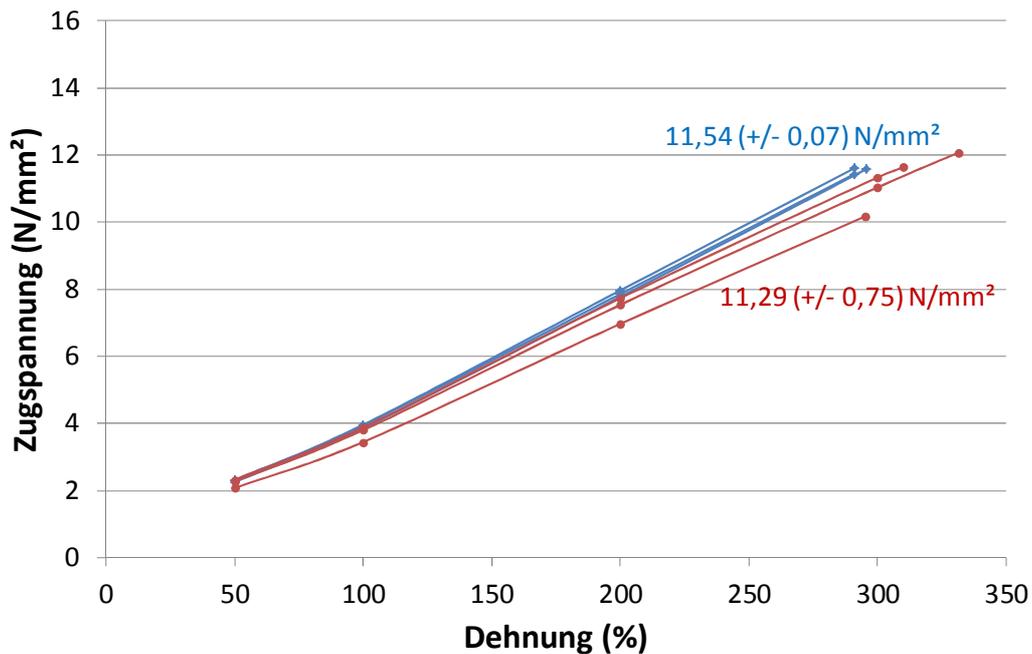


Abbildung 112: Ergebnisse der Zugprüfung an Prüfkörpern aus der Mitte der Formteile bei einheitlicher Einspritzgeschwindigkeit, Material SBR, Kapillarlänge 1 mm; blaue Kurven: Einlaufwinkel $\theta=45^\circ$ und Düsendurchmesser 4 mm; rote Kurven: Einlaufwinkel $\theta=60^\circ$ und Düsendurchmesser 1,5 mm [18]

Die beiden untersuchten Formteile zeigen annähernd die gleiche Reißspannung, wie in den eingetragenen Werten in Abb. 112 ersichtlich ist, wobei der Zugversuch bei der 60° Düse eine leicht höhere Streuung aufweist. Bei Zugversuchen kann es generell zu höheren Streuungen kommen, da durch die Kerbwirkung von kleineren Oberflächendefekten ein verfrühtes Reißen der Probe verursacht werden kann. Die Mischung zeigt laut Hersteller unter Laborbedingungen eine Reißfestigkeit von 14 N/mm^2 . Durch das Spritzgießen des Materials wird hier ein etwas geringerer Wert ($11,54 \text{ N/mm}^2$, bzw. $11,29 \text{ N/mm}^2$) erreicht. Dies könnte an der Lagerung der Mischung oder an der Probenvorbereitung, also dem Extrahieren der Probekörper aus dem Formteil, liegen. Dennoch kann festgehalten werden, dass es durch die höhere Scherbelastung in der 60° Düse mit einem engeren Düsendurchmesser von 1,5 mm zu keinen signifikanten Verringerungen der Materialeigenschaften im Vergleich zur Referenz mit 45° Düsenwinkel und 4 mm Düsendurchmesser gekommen ist.

Die Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Formteile mit konstanter Einspritzarbeit sind in den Abb. 113 und 114 angeführt. Auch hier wurde annähernd die gleiche Reißfestigkeit bei ähnlicher Streuung gemessen, wobei in Abb. 114 mit der engeren Düse ($\theta=60^\circ$, $d=1,5 \text{ mm}$) sogar eine höhere Reißfestigkeit bei geringerer Streuung erzielt wurde.

6. Ergebnisse und Interpretation

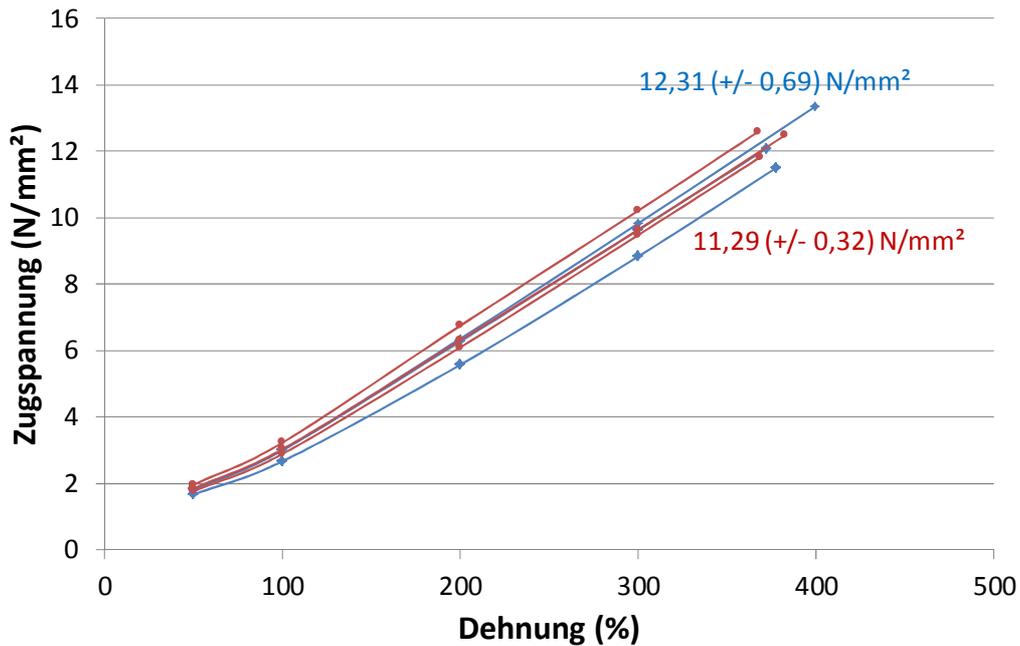


Abbildung 113: Ergebnisse der Zugprüfung an Prüfkörpern aus der Mitte der Formteile bei einheitlicher Einspritzarbeit, Material SBR, Kapillarlänge 1 mm; blaue Kurve: Einlaufwinkel $\theta=45^\circ$ und Düsendurchmesser 4 mm; rote Kurve: Einlaufwinkel $\theta=60^\circ$ und Düsendurchmesser 1,5 mm [18]

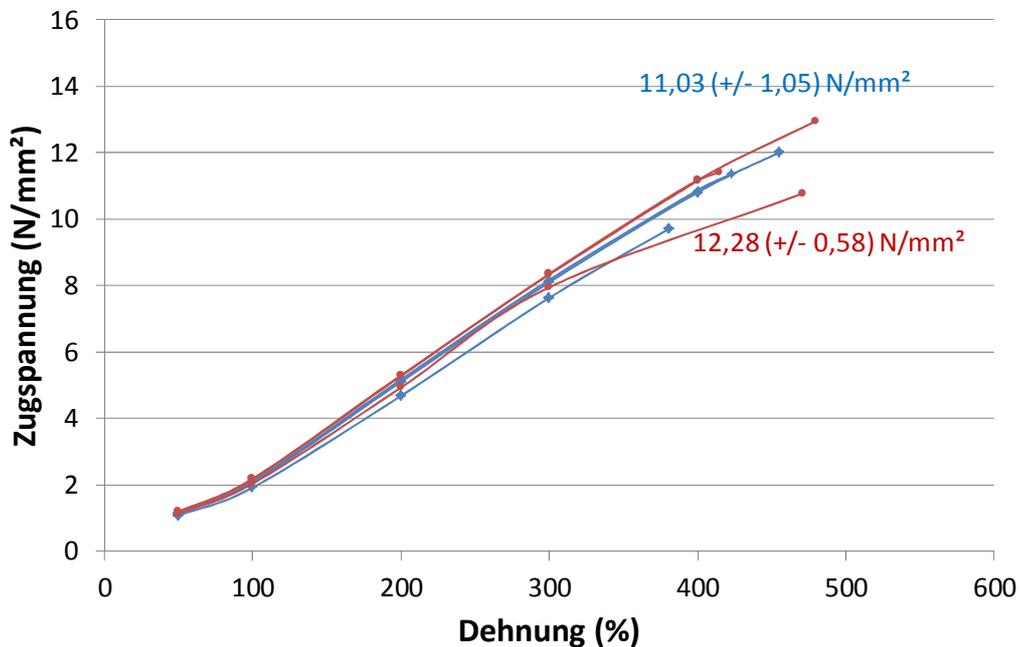


Abbildung 114: Ergebnisse der Zugprüfung an Prüfkörpern aus der Mitte der Formteile bei einheitlicher Einspritzarbeit, Material NBR 1, Kapillarlänge 1 mm; blaue Kurven: Einlaufwinkel $\theta=45^\circ$ und Düsendurchmesser 4 mm; rote Kurven: Einlaufwinkel $\theta=60^\circ$ und Düsendurchmesser 1,5 mm [18]

6. Ergebnisse und Interpretation

Zusammenfassend wird festgestellt, dass bei den untersuchten Formteilen keine in der Materialprüfung auffälligen Schädigungen durch den Einsatz konischer Düsen festzustellen sind.

6.4 Messung der Kompressionserwärmung

In diesem Kapitel werden die gemessenen Kompressionserwärmungen den berechneten gegenübergestellt. Die Temperaturerhöhung bei unterschiedlichen Druckniveaus für die Mischung SBR sind in Abb. 115 und für das EPDM in Abb. 116 dargestellt.

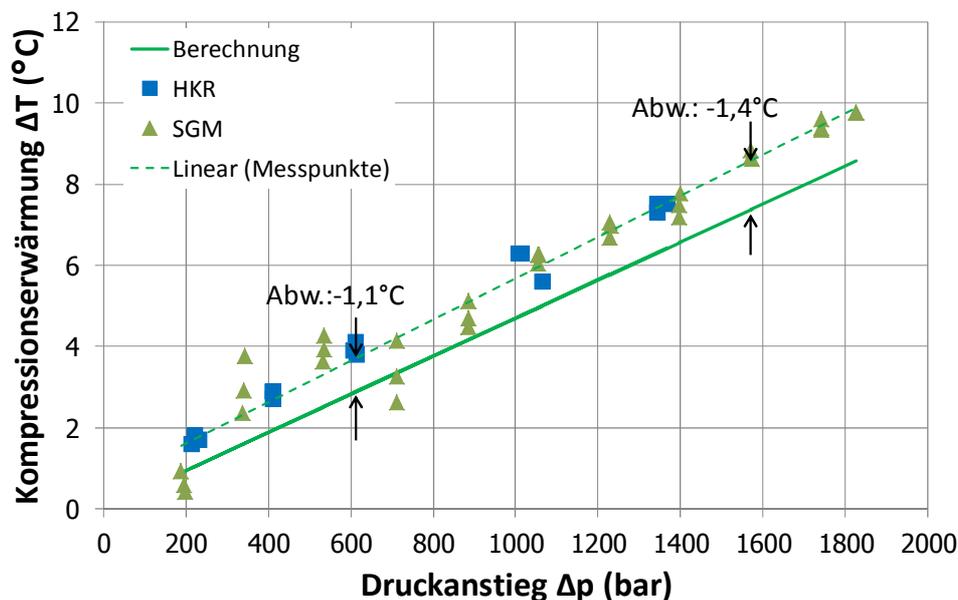


Abbildung 115: Kompressionserwärmung von SBR bei unterschiedlichen Druckniveaus; Berechnung und Messung am HKR sowie an der Spritzgießmaschine; Starttemperatur = 120°C [62]

Es konnte ausreichende Übereinstimmung zwischen Messung und Berechnung gefunden werden. Die durchschnittliche Abweichung für alle Punkte betrug 1°C für das SBR und 0,4°C für das EPDM bei den dargestellten Temperaturen. Die auftretenden Unterschiede sind mit hoher Wahrscheinlichkeit auf Ungenauigkeiten in der Bestimmung von α , ρ und c_p , sowie Fehler in der Temperaturmessung zurückzuführen. Würden bei den dargestellten Berechnungen für das SBR beispielsweise die Werte der Dichte und der Wärmekapazität um je 5% niedriger und die des thermischen Ausdehnungskoeffizienten um 5% höher liegen, wäre bereits eine annähernde Übereinstimmung mit den Messergebnissen erreicht (Abb. 117).

6. Ergebnisse und Interpretation

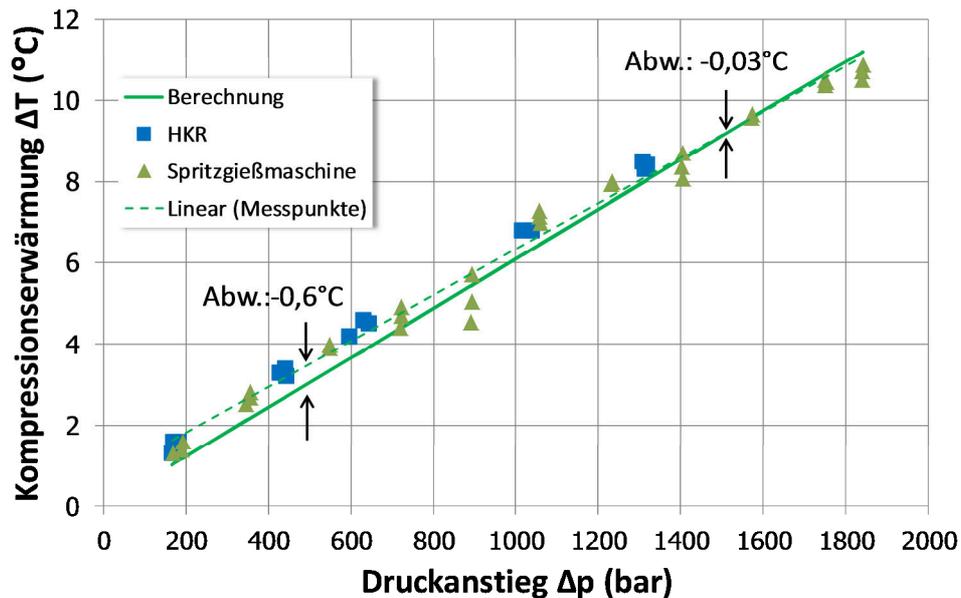


Abbildung 116: Kompressionserwärmung von EPDM bei unterschiedlichen Druckniveaus; Berechnung und Messung am HKR sowie an der Spritzgießmaschine, Starttemperatur = 80°C [62]

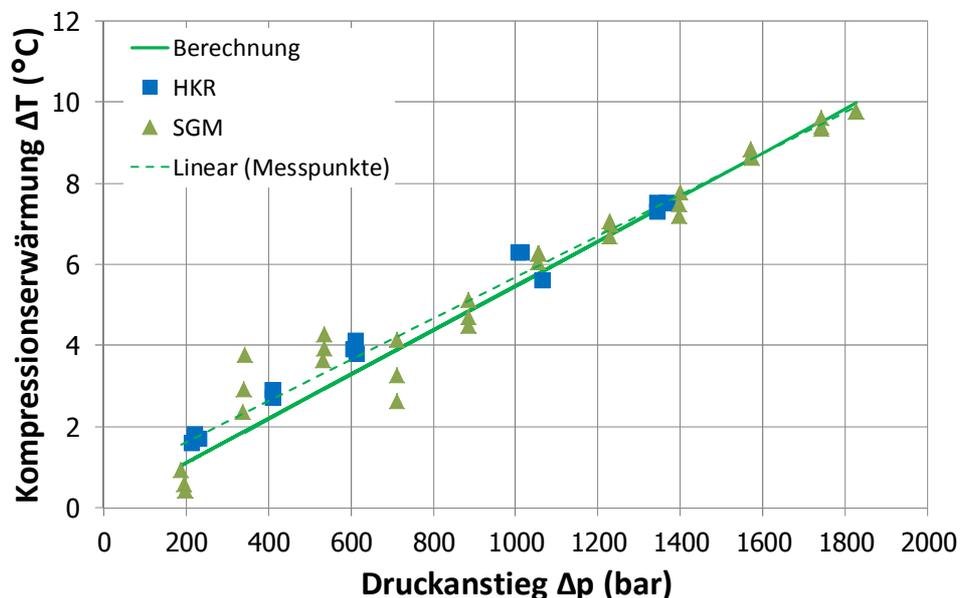


Abbildung 117: Kompressionserwärmung von EPDM bei unterschiedlichen Druckniveaus; Berechnung mit einer Erniedrigung von ρ und c_p und einer Erhöhung von α um jeweils 5%; Messung am HKR sowie an der Spritzgießmaschine, Starttemperatur = 80°C [62]

6. Ergebnisse und Interpretation

Der durchschnittliche Temperaturanstieg liegt bei etwa 0,6 K/100 bar für beide Materialien bei einer Starttemperatur von 80°C.

Gl. 95 (S 54) sagt eine Abhängigkeit der Kompressionserwärmung von der gewählten Starttemperatur voraus. Dieser Zusammenhang konnte im Versuch nicht eindeutig verifiziert werden, wie Abb. 118 verdeutlicht. Die Kompressionserwärmung zeigt laut Berechnung nur eine schwache Abhängigkeit von der Starttemperatur. Dieser Einfluss kann durch die hohe Streuung der Temperaturmessung nicht nachvollzogen werden. Eine Möglichkeit der exakteren Charakterisierung der Kompressionserwärmung bestünde in der Durchführung dieser Experimente mit einer größeren Variationsbreite der Starttemperaturen. Die hier gewählten Temperaturen entsprechen der klassischen Temperierung einer Kautschukspritzeinheit und decken den für den Spritzguss relevanten Bereich ab.

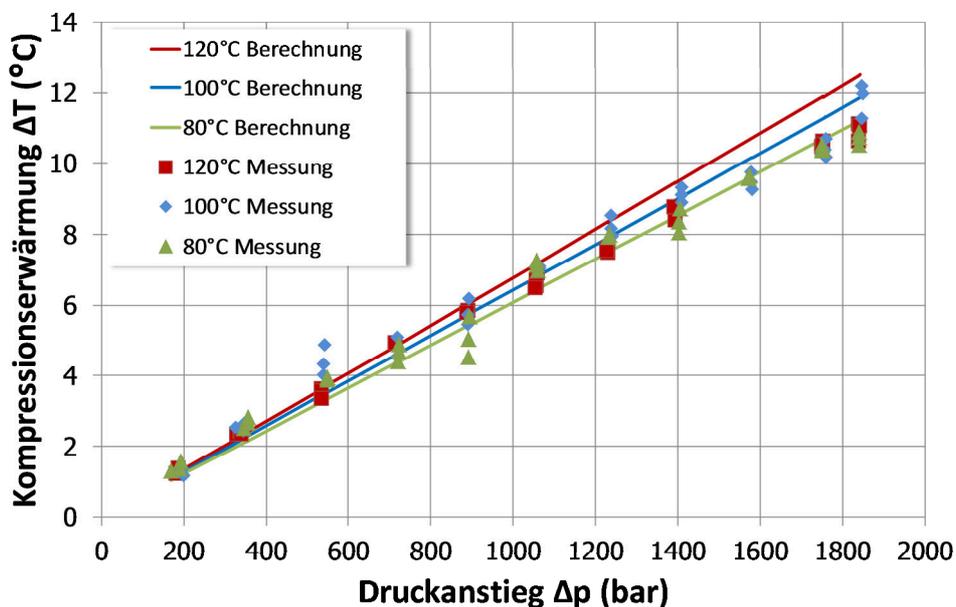


Abbildung 118: Kompressionserwärmung im EPDM bei drei unterschiedlichen Starttemperaturen; Berechnung und Messung an der Spritzgießmaschine

6.4.1 Interpretation der Messergebnisse

Die Kompressionserwärmung zweier Kautschukmischungen konnte mit den vorgestellten Methoden erfolgreich gemessen werden. Die Korrelation zwischen Messung und Berechnung mit der analytischen Formel nach Joule-Thompson war ebenfalls zufriedenstellend. Die gemessenen Kompressionserwärmungen betragen in etwa 10°C pro 1800 bar.

6.5 Heizzeitverkürzung mittels Kompressionserwärmung

6.5.1 Formteilprüfung

Wie in Kap. 5.7 (S. 107) beschrieben, wurden mit einem speziellen Versuchswerkzeug (Kap. 5.2.6.4, S. 80) Formteile unter Einsatz der Kompressionserwärmung hergestellt und der in Kap. 5.8 (S. 111) definierten Formteilprüfung zugeführt. Die Ergebnisse der visuellen Überprüfung der Formteile für die beiden Versuchsmaterialien SBR und EPDM sind in Tab. 47 und 48 dargestellt.

Tabelle 47: Untersucher Versuchsplan und Klassifizierung der Formteile nach optischer Überprüfung für die Mischung SBR; Grün hinterlegt: Gutteile; weiß hinterlegt: Schlechttteile; Schwarz hinterlegt: Versuch nicht durchführbar; blau eingerahmt: Ermittlung ShoreA, DVR durchgeführt [28]

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		

Die längste Kompressionszeit bei maximalem Kompressionsdruck von 1800 bar konnte nicht gefahren werden, da es durch die lang anhaltende hohe Belastung zu einem Bruch des Schieberelements im Versuchswerkzeug kam. Es ist in den Ergebnissen

6. Ergebnisse und Interpretation

bereits ersichtlich, dass der Einsatz der Kompressionserwärmung nicht den gewünschten Effekt in der Heizzeitverkürzung gebracht hat. Es konnten erst bei einer Heizzeit von 240s für das SBR und 330s für das EPDM Gutteile hergestellt werden. Dies entspricht den ohne Kompressionserwärmung erreichbaren Heizzeiten. Die blau eingerahmten Formteile wurden der Formteilprüfung unterzogen, um festzustellen, ob bei gleicher Heizzeit eine Verbesserung der Formteileigenschaften erzielt werden kann.

Tabelle 48: Untersuchter Versuchsplan und Klassifizierung der Formteile nach optischer Überprüfung; Mischung EPDM Grün hinterlegt: Gutteile; weiß hinterlegt: Schlechtteile; Schwarz hinterlegt: Versuch nicht durchführbar; eingerahmt: Ermittlung ShoreA, DVR durchgeführt [28]

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					330
33					300
34					270
35			1800	600	330
36					300
37					270
38					330
39					300
40					270

Abb. 119 zeigt die Ergebnisse der Härteprüfung für das SBR an den drei definierten Messbereichen.

6. Ergebnisse und Interpretation

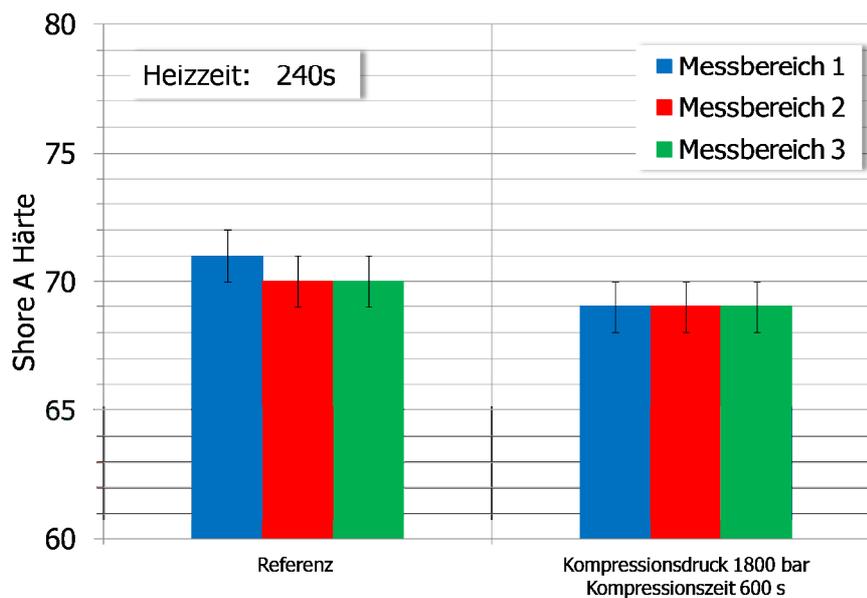


Abbildung 119: Ergebnisse der Prüfung der Härte ShoreA an den Formteilen aus SBR [28]

Die untersuchte Mischung zeigt eine Härte von etwa 69-71 ShoreA. Dies entspricht auch den Angaben des Herstellers (min 66 ShoreA). Es konnte keine Verbesserung der Härte ShoreA durch Einsatz der Kompressionserwärmung festgestellt werden. Die gemessenen Werte lagen sogar einen Punkt unter jener der Referenz. Die Versuche mit dem zweiten Versuchsmaterial zeigten in etwa das gleiche Ergebnis.

Der DVR der Referenzplatte (Abb. 120) lag mit 20% etwas über dem vom Mischungshersteller veranschlagten Wert (17%). Die mit Kompressionserwärmung produzierten Formteile zeigen einen etwas erhöhten DVR im Vergleich zur Referenz. Somit konnte auch hier keine Verbesserung der Formteileigenschaften erzielt werden. Die Ergebnisse aus der Prüfung des EPDM zeigen ein ähnliches Bild und können in [28] nachgelesen werden.

6. Ergebnisse und Interpretation



Abbildung 120: Ergebnisse der DVR-Prüfung an den Formteilen aus SBR [28]

6.5.2 Interpretation der Messergebnisse

Die Untersuchung der produzierten Formteile hat keine Verkürzung der Heizzeit oder Verbesserung der betrachteten Formteileigenschaften ergeben. Es hat sich sogar eine leichte Verschlechterung der Materialkennwerte gezeigt. Die Gründe für die Unwirksamkeit des Verfahrens werden in Folge analysiert.

6.5.2.1 Potentielle Temperaturerhöhung

Die mit der eingesetzten Spritzgießmaschine mögliche Temperaturerhöhung wurde mit maximal 10°C quantifiziert (vgl. Kap. 6.4, S. 153). Dies ist für die Ausnutzung des Effekts relativ wenig, da die Kompression des Materials in der Spritzeinheit bei relativ niedrigen Temperaturen (90°C) durchgeführt werden musste. Damit ist eine Erhöhung der Massetemperatur auf etwa 100°C möglich. Bei diesen Bedingungen liegt die Inkubationszeit im Bereich von ca. einer Stunde. Somit müsste die Kompressionszeit entsprechend lang gewählt werden, um dennoch einen signifikanten Inkubationszeitabbau zu erreichen.

6.5.2.2 Temperaturverluste durch Wärmeleitung

Die theoretische Temperaturerhöhung durch Kompression wurde zusätzlich noch durch Wärmeverluste über die temperierte Einspritzkammer der Spritzgießmaschine vermindert. Eine genauere Analyse der Wärmeleitsituation erfolgte durch eine Berechnung mittels der Finite Elemente Methode (FEM), Ansys, Cannonsburg, Pennsylvania, USA. Der Massepolster wurde näherungsweise als Zylinder mit den Abma-

6. Ergebnisse und Interpretation

Ben von $D=75$ mm und $H=35$ mm und einer Starttemperatur von $100,7^\circ\text{C}$ (entspricht rechnerisch der Massetemperatur plus Kompressionserwärmung bei 1800 bar) angenommen. Die angenommene Wandtemperatur der Einspritzkammer betrug 90°C . Der so ermittelte Verlauf der mittleren Temperatur des Massepolsters ist in Abb. 121 dargestellt.

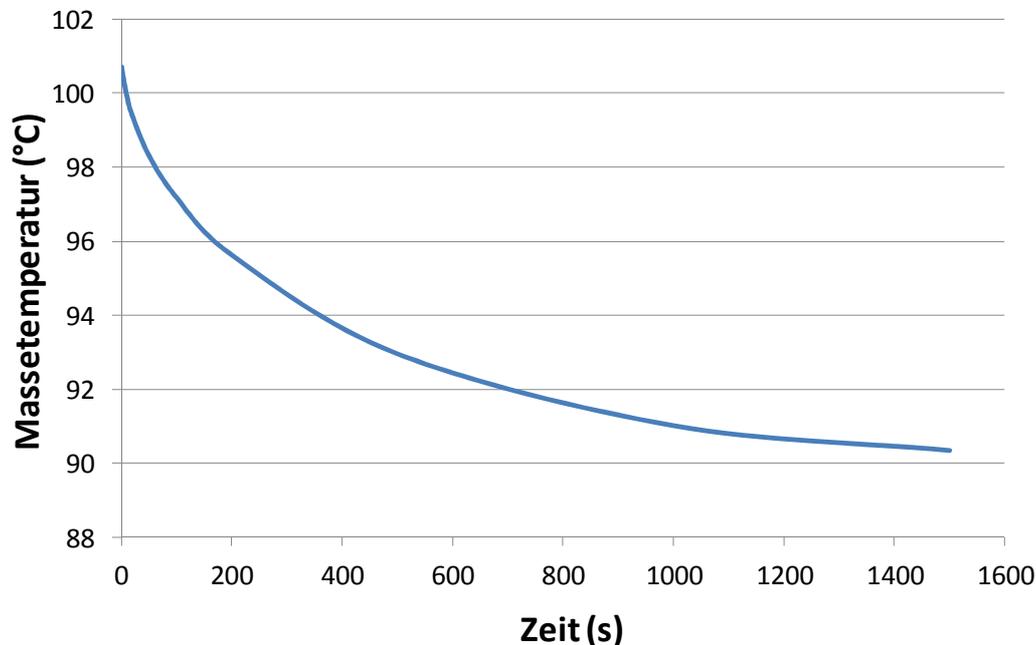


Abbildung 121: Verlauf der mittleren Massetemperatur im komprimierten Massekuchen über die Kompressionszeit (Berechnung mittels FEM) [28]

Es zeigt sich, dass nach 200 s bereits die Hälfte der generierten Wärme wieder verloren gegangen ist. Dies reduziert die Wirksamkeit der Temperaturerhöhung für die Reduktion der Inkubation enorm.

Abschließend ist zu sagen, dass das verwendete Verfahren mit Ausnutzung der Kompressionserwärmung nicht den gewünschten praktischen Nutzen gezeigt hat. Die wahrscheinlichsten Gründe wurden bereits angeführt. Möglichkeiten zu einer Verbesserung des Verfahrens sind dennoch vorstellbar. Einerseits müsste die Kompressionserwärmung selbst signifikant erhöht werden. Dies ist durch höhere Kompressionsdrücke möglich. Aktuell bringen die stärksten Spritzeinheiten im Kautschukspritzguss bis zu 2500 bar spezifischen Einspritzdruck auf [26].

Der formelmäßige Zusammenhang für die Kompressionserwärmung (Gl. 95, S. 54) zeigt noch eine weitere Möglichkeit zur Erhöhung der Kompressionserwärmung. Die Starttemperatur der Masse vor Aufbringen der Kompression müsste angehoben werden. Die Abhängigkeit der Kompressionserwärmung von der Starttemperatur konnte allerdings in dieser Arbeit nicht experimentell nachvollzogen werden (vgl. Kap. 6.4, S. 153). Hier müssten noch Experimente mit entsprechend höherer Variationsbreite

6. Ergebnisse und Interpretation

der untersuchten Massetemperaturen durchgeführt werden, um diese Kompressionserwärmungen zu charakterisieren. Allerdings stößt die heißere Temperierung der Spritzeinheit schnell an verfahrenstechnische Grenzen, da es hier leicht zu einem punktuellen Anvernetzen der Kautschukmischung kommen kann. Dies verursacht im schlimmsten Fall Fehlstellen im Formteil. Das Problem der Wärmeleitung über die Einspritzkammer könnte durch eine dynamische Temperierung derselben gelöst werden. Fraglich ist allerdings, ob der damit erforderliche Aufwand in der Regelung durch die erzielten Heizzeitverkürzungen gerechtfertigt werden kann.

Eine Anwendung der Kompressionserwärmung im Werkzeug wurde ebenfalls angedacht. In gewisser Weise gibt es diesen Effekt bereits im herkömmlichen Kautschukspritzguss. Überall, wo Nachdrücke gefahren werden, entsteht Kompressionserwärmung. Allerdings sind dieser Vorgehensweise physikalische Grenzen gesetzt. Der Nachdruck kann nicht beliebig erhöht werden, da es sonst zum Überspritzen und dadurch zu einer Schädigung der Formteile kommen kann [66]. Eine Variante wäre, das Kaltkanalsystem zu den Kavitäten hin per Nadelverschluss zu versiegeln und dort die Kompression bei gezielt erhöhter Wandtemperatur durchzuführen mit dem Ziel, die Wärmeverluste minimal zu halten.

7 Praktischer Nutzen für die Heizzeitverkürzung im Elastomerspritzguss

7.1 Energieeffizienz des Einspritzvorgangs

Zur Analyse der Energieeffizienz soll der Umsatz der Einspritzarbeit in Massetemperatur betrachtet werden. Dies geschieht anhand der in Tab. 46 (S. 149) betrachteten Messergebnisse bei konstanter Einspritzarbeit. Die vom Spritzaggregat aufgebrachte Energie beträgt 27.180 J. Dieser Wert wird von der Maschinensteuerung für jeden Schuss ausgegeben. Die ausgespritzte Kautschukmischung beinhaltet Energie in zwei Formen. Einerseits die prozesstechnisch wichtige Wärmeenergie, andererseits kinetische Energie aufgrund der in der Düse erfahrenen Beschleunigung.

7.1.1 Eingebachte Wärme

Die im ausgespritzten Schussvolumen beinhaltete Wärmemenge ist in Gl. 126 gegeben.

$$E_{\text{W\u00e4rme}} = \Delta T \cdot m \cdot c_p \quad (126)$$

Die Temperaturerhöhung betr\u00e4gt 58,2 K bei einer Starttemperatur von 89\u00b0C. Bei einem Schussgewicht von 0,27 kg und einer spezifischen W\u00e4rmeleitf\u00e4higkeit von 1550 J\u00b7kg⁻¹\u00b7K⁻¹ (vgl. Kap. 6.1.5, S. 129) ergibt sich eine eingebachte W\u00e4rmemenge von 24.357 J.

7.1.2 Kinetische Energie

Die kinetische Energie des Massekuchens beim Verlassen der D\u00fcse ist in Gl. 127 beschrieben.

$$E_{\text{Kin}} = \frac{m \cdot v^2}{2} \quad (127)$$

Die Geschwindigkeit beim Verlassen der D\u00fcse ist f\u00fcr beide in Tab. 46 (S. 149) gezeigten Messungen unterschiedlich. Diese wird aus der jeweils erreichten Einspritzgeschwindigkeit errechnet und betr\u00e4gt 83 m/s f\u00fcr die h\u00f6here und 34 m/s f\u00fcr die niedrigere Einspritzgeschwindigkeit. Daraus ergeben sich die Anteile der kinetischen Energie zu 925 J und 154 J, was einem prozentuellen Anteil von 3,4% bzw. 0,6% an der gesamten eingebachten Energie entspricht.

7.1.3 Kompressionserw\u00e4rmung

Wie im Theorieabschnitt zur Kompressionserw\u00e4rmung (Kap. 3.7, S. 54) bereits beschrieben wird der Kautschukmischung durch Druckerh\u00f6hung W\u00e4rme zugef\u00fchrt. Diese geht allerdings durch anschließende Dekompression wieder verloren, tr\u00e4gt nicht

7. Praktischer Nutzen für die Heizzeitverkürzung im Elastomerspritzguss

zur Temperaturerhöhung des ausgespritzten Massekuchens bei und ist somit den Energieverlusten zuzurechnen. Berechnet wird diese, indem für die Temperaturerhöhung in Gl. 127 die Temperaturerhöhung durch Kompression aus Gl. 95 (S. 54) eingesetzt wird.

$$E_{\text{Komp}} = \frac{\alpha \cdot V_{\text{spez}}}{c_p} \cdot \bar{T}_{\text{Masse}} \cdot \Delta p \cdot m \cdot c_p \quad (128)$$

Mit

$$m = V \cdot \rho \quad (129)$$

und

$$V_{\text{spez}} = \frac{1}{\rho} \quad (130)$$

ergibt sich Gl. 131.

$$E_{\text{Komp}} = \alpha \cdot V \cdot \bar{T} \cdot \Delta p \quad (131)$$

Mit dem volumetrischen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von $\alpha = 2,5 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$, dem Schussvolumen von $V = 200 \text{ cm}^3$, einer Starttemperatur von $\bar{T} = 80^\circ\text{C}$ und einem Druckverlust von $\Delta p = 1149 \text{ bar}$ ergibt sich eine Kompressionsenergie von 2.010 J. Dies entspricht einem Anteil von 7,4%.

7.1.4 Energiebilanz

Die Bilanz des Einspritzvorgangs wird nach Gl. 132 gezogen.

$$E_{\text{Einspritz}} = E_{\text{Wärme}} + E_{\text{Kin}} + E_{\text{Komp}} \quad (132)$$

Die errechneten Anteile sind gerundet in Abb 122 dargestellt.

Es kann von einer hohen Energieeffizienz im Einspritzvorgang ausgegangen werden. Dem gegenüber steht der Energieeintrag über die Werkzeugbeheizung. Energiebilanzierungen belegen, dass hier erhebliche Wärmeverluste durch Wärmestrahlung, Konvektion und Wärmeleitung zur Maschine auftreten [36]. Eine genaue Ermittlung des Wirkungsgrads wurde hier nicht vorgenommen, allerdings dürfte dieser nach den angegebenen Werten unter 50% liegen.

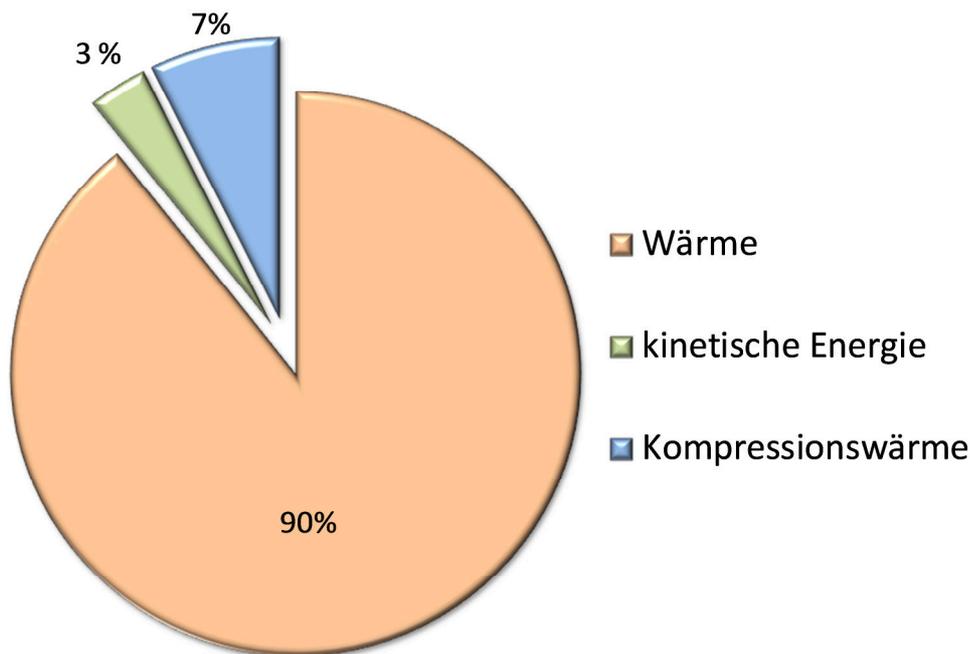


Abbildung 122: Unterschiedliche Energieanteile an der insgesamt eingebrachten Einspritzarbeit

Auch wenn die hier angegebenen Energieanteile nur grobe Schätzungen sind, ist eine Erwärmung des Massekuchens durch hohe Einspritzarbeiten der Erwärmung über die Werkzeugheizung aus energetischer Sicht vorzuziehen, falls dies die Rahmenbedingungen des Prozesses zulassen. Im Hinblick auf die Werkzeugheizung ist viel mehr eine variotherme Beheizung mit Rücknahme der Werkzeugoberflächentemperatur mit fortschreitender Heizzeit anzustreben, um einen zu hohen Vernetzungsgrad an der Formteiloberfläche zu vermeiden.

7.2 Abschätzung des Potentials der Heizzeitverkürzung

7.2.1 Parametervariationen

Die in dieser Arbeit dargestellten Experimente und Berechnungen (Kap. 6.2, S. 133; Kap. 6.2.1, S. 137) charakterisieren das Potential der Temperaturerhöhung durch den Einsatz konischer Anguss- bzw. Düsengeometrien. Experimente zur Heizzeitverkürzung durch den Einsatz konischer Düsen sind in Kap. 6.3 (S. 143) dargestellt. Diese Versuche belegen den direkten Zusammenhang zwischen Einspritzarbeit, Temperaturerhöhung und erreichbarer Heizzeit. Um das generelle Potential der Heizzeitverkürzung besser einschätzen zu können, wurden systematische Berechnungen mit dem in Kap. 4.2 (S. 64) vorgestellten Berechnungsprogramm im Rahmen der Arbeiten von Chaloupka [18] durchgeführt. Ausgegangen wird von einem flächigen Formteil, wie es auch in sämtlichen Versuchen mit Formteilherstellung (Kap. 5.5, S. 95) Verwendung fand. Dabei werden folgende Parameter variiert:

7. Praktischer Nutzen für die Heizeitverkürzung im Elastomerspritzguss

- Werkzeugtemperatur (T_w)
- Wärmeleitfähigkeit (λ)
- Formteildicke (d)
- Eintrittstemperatur (T_{km}) der Kautschukmasse in die Kavität

Die Werkzeugtemperatur hat potentiell starke Auswirkung auf die Heizeit im Kautschukspritzguss, da im herkömmlichen Prozess der größte Anteil an der zur Vernetzung benötigten Energie über die Werkzeugheizung eingebracht wird.

Die Wärmeleitfähigkeit ist kein frei wählbarer Parameter, hat jedoch wesentlichen Einfluss auf die Heizeit. Die rechnerische Variation dieses Werts dient der Abschätzung des Einflusses dieses Stoffkennwerts, und eventueller Messfehler in der Bestimmung desselben, auf das Berechnungsergebnis.

Die Dicke des Formteils bestimmt die Kühlzeit bzw. beim Kautschukspritzgießen die Heizeit, da mit steigender Formteildicke die Zeit für das Durchwärmen quadratisch ansteigt. Es ist zu erwarten, dass das Potential zur Heizeitverkürzung mit steigender Formteildicke ebenfalls ansteigt. Die variierten Stufen sind in Tab 49 dargestellt.

Tabelle 49: Variationsstufen in der Berechnung zur Abschätzung des Potentials zur Heizeitverkürzung [18]

Werkzeugtemperatur	160, 170, 180	°C
Wärmeleitfähigkeit	0,2; 0,35; 0,4	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$
Dicke des Formteils	2-40	mm

Die Werkzeugtemperatur wurde in 3 Stufen variiert, wobei der hier gezeigte Bereich für den in Kap. 5.5 (S. 95) beschriebenen Prozess als realistisch angesehen werden kann. Die Wärmeleitfähigkeit wurde ebenfalls in 3 Stufen variiert. Die mittlere Stufe ist der für das SBR gemessene Wert (Kap. 6.1.7, S. 133). Als untere und obere Schranke gelten die in [66] angegebenen Grenzen für die Wärmeleitfähigkeit von Kautschukmischungen. Die Stufen für die Dicke des Formteils variieren leicht. Diese wurden immer so gewählt, dass der Einfluss der Starttemperatur deutlich zu Tragen kommt. Die Heizeiten entsprechen einem Vernetzungsgrad von 80% in der Mitte des Formteils. Die Eintrittstemperatur (T_{km}) der Kautschukmasse in die Kavität wurde einerseits der Vorlagetemperatur im Spritzgießzylinder (T_0) entsprechend gewählt und andererseits auf einen Wert von ($T_0 + \Delta T_{Diss}$) mit einer dissipativen Erwärmung von 60°C erhöht.

7.2.1.1 Einfluss der Werkzeugtemperatur

Die Werkzeugtemperatur wurde in den oben angegebenen Schranken variiert. Die Rechenergebnisse sind in Abb. 123 dargestellt.

7. Praktischer Nutzen für die Heizzeitverkürzung im Elastomerspritzguss

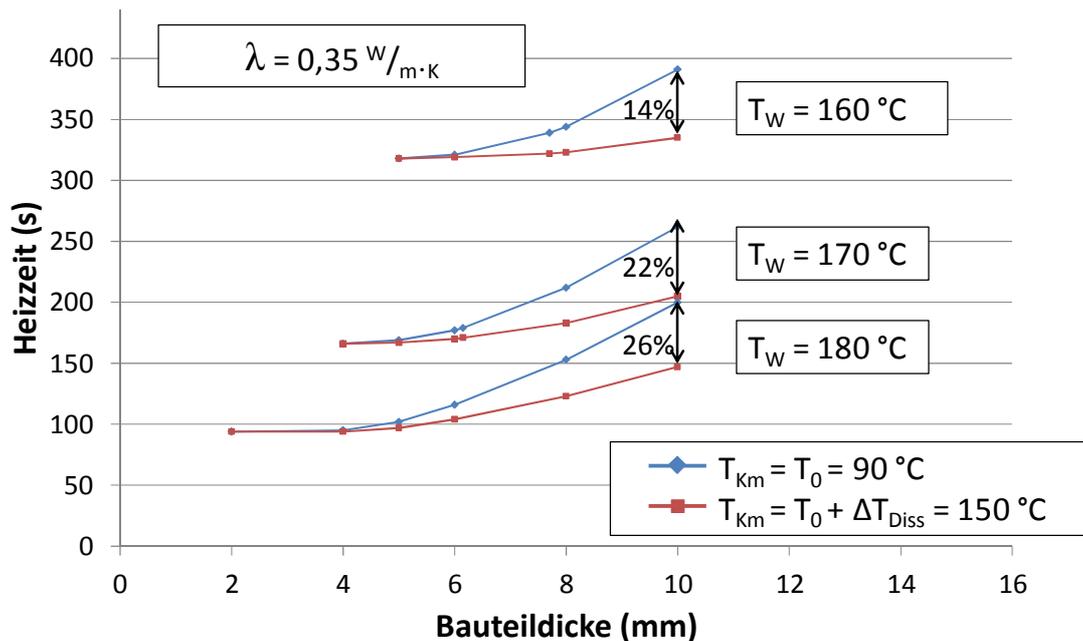


Abbildung 123: Ergebnisse der Berechnungen bei Variation der Werkzeugtemperatur [18]

Es ist hier erkennbar, dass die Werkzeugtemperatur das Grundniveau der Heizzeit vorgibt. Der minimale Wert, z.B. 100 s bei 180°C, kann physikalisch gar nicht unterschritten werden, da diese Zeit allein durch die Dauer der Vernetzungsreaktion bestimmt ist (vgl. Kap. 6.1.6, S. 131). Mit steigender Formteildicke wird der Anteil der Zeit für die Wärmeleitung im Prozess immer dominanter. Dies ist auch der Bereich, in dem die Heizzeitverkürzung durch Temperaturerhöhung in der Einspritzphase ($T_0 + \Delta T_{Diss}$) Wirkung zeigt. In der Abbildung ist dieser Bereich durch eine Abweichung zwischen roter und blauer Kurve erkennbar. Das Potential der Heizzeitverkürzung in % nimmt mit steigender Werkzeugtemperatur immer weiter zu, wie in Abb. 123 gekennzeichnet ist. Dies ist bedingt durch den steigenden Anteil der Durchwärmzeit an der gesamten Heizzeit.

7.2.1.2 Einfluss der Wärmeleitfähigkeit

Abb. 124 zeigt den Einfluss der Wärmeleitfähigkeit in Verbindung mit der Werkzeugtemperatur auf die kritische Bauteildicke. Damit ist jene Bauteildicke gemeint, unter welcher durch Erhöhung der Starttemperatur der einströmenden Kautschukmasse keine signifikante Heizzeitverkürzung mehr erreichbar ist. Als Signifikanzschwelle wurde ein Wert von 5% Verkürzung verglichen zur ursprünglichen Heizzeit vorgegeben.

7. Praktischer Nutzen für die Heizzeitverkürzung im Elastomerspritzguss

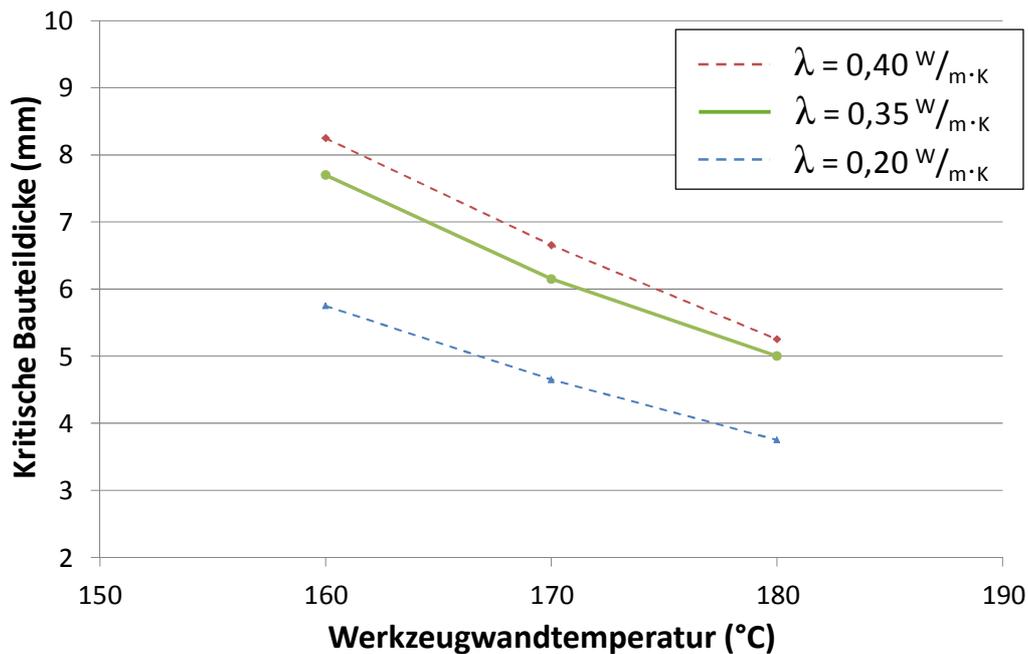


Abbildung 124: Kritische Bauteildicke für die Wirksamkeit der Heizzeitverkürzung durch Massetemperaturerhöhung; Berechnung für SBR; durchgezogene Linie: Berechnung mit gemessenem λ -Wert; strichlierte Linie: Berechnung mit theoretischen λ -Werten [18]

Selbst bei der niedrigsten Wärmeleitfähigkeit (strichlierte blaue Kurve) ist bei einer Bauteildicke unter 4 mm keine signifikante Heizzeitverkürzung mehr durch Erhöhung der Starttemperatur erreichbar. Vorausgesetzt wird, dass keine höheren Werkzeugtemperaturen gefahren werden, was ohnehin bald an prozesstechnische Grenzen stoßen würde. Ein wesentlicher Einfluss der Wärmeleitfähigkeit ist in der Parallelverschiebung der dargestellten Kurven ersichtlich. Dies bedeutet, dass die Wärmeleitfähigkeit in den durchgeführten Berechnungen einen wesentlichen Einfluss darstellt und eine korrekte Messung derselben entscheidend für eine gute Vorhersage des Programms ist.

Die rechnerische Abschätzung der Heizzeitverkürzung in Abhängigkeit von Werkzeugtemperatur und Bauteildicke kann Abb. 125 entnommen werden. Diese Darstellung ist analog zu Abb. 123 zu interpretieren, wobei nicht länger die Heizzeiten, sondern die Heizzeitverkürzungen als Funktion der kritischen Bauteildicke und der Werkzeugtemperatur aufgetragen werden.

7. Praktischer Nutzen für die Heizeitverkürzung im Elastomerspritzguss

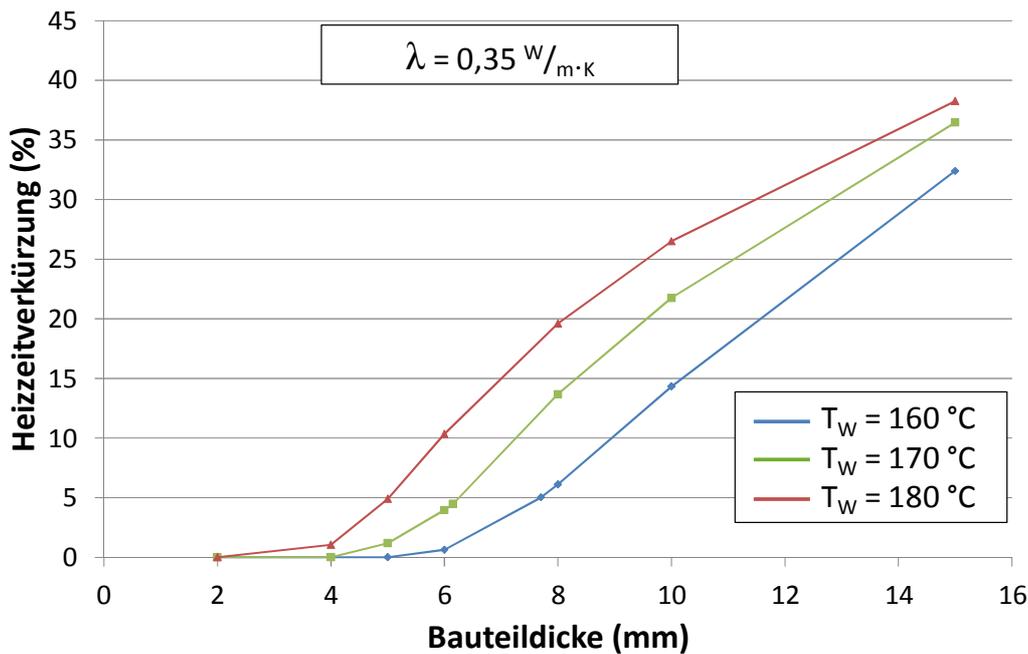


Abbildung 125: Errechnete Heizeitverkürzung als Funktion der Bauteildicke bei Werkzeugtemperaturen von 160°C bis 180°C ; Material: SBR; T_{Kw} variiert zwischen 90°C und 150°C [18]

Die durchgeführten Berechnungen zeigen, dass das Potential der Heizeitverkürzung durch Erhöhung der Massetemperatur T_{Kw} (z.B. mittels Dissipation infolge Scherung und Dehnung) mit steigender Bauteildicke stark zunimmt. Für die betrachtete Mischung ergeben sich damit Werte bis zu 38% Heizeitverkürzung. Aus der Berechnung ist auch erkennbar, dass die Erhöhung der Massetemperatur bei dünnen Bauteilen ($<4 \text{ mm}$) mit hoher Wahrscheinlichkeit keine Verbesserung bringt.

7.3 Beurteilung des Potentials zur Erhöhung der Einspritztemperatur

Die praktischen Versuche in Kap. 5.5.2 (S. 98) haben gezeigt, dass die Einspritzarbeit wesentlichen Einfluss auf die Massetemperatur hat und eine maßgebliche Größe für die erzielbare Heizeitverkürzung darstellt. Die Einspritzarbeit ist dem Einlaufdruckverlust direkt proportional, wie in Abb. 97 (S. 136) gezeigt werden konnte. Der Zusammenhang des Druckverlusts auf den bei einer bestimmten Heizeit erzielten DVR ist in Abb. 105 (S. 145) erkennbar. Diese zeigt, dass die untersuchten Formteile bei gleicher Heizeit erst nach der Einbringung eines bestimmten Druckverlusts ausgeheizt waren. In Abb. 126 wird diese Darstellung abstrahiert, um allgemeinere Aussagen treffen zu können.

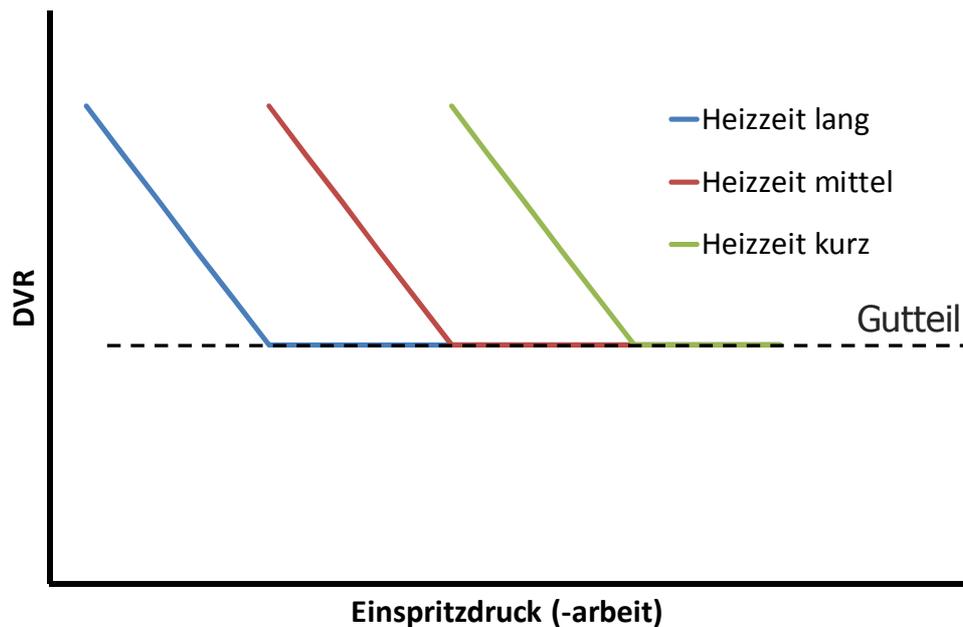


Abbildung 126: Schematischer Verlauf des DVR als Funktion des Einspritzdrucks bei unterschiedlichen Heizzeiten

Der Verlauf des DVR über die eingebrachte Einspritzarbeit ist für 3 unterschiedliche Heizzeiten dargestellt. Je höher die Heizzeit gewählt wird (blaue Kurve), desto weniger Druckverlust ist notwendig, um den gewünschten DVR zu erreichen und Gutteile zu produzieren. Lässt es der Prozess zu ist folglich anzustreben, die hier grün eingezeichnete „Heizzeit kurz“ zu fahren und die benötigte Energie über eine möglichst große Einspritzarbeit einzubringen. In der Erreichung dieses Ziels können unterschiedliche Szenarien in der Maschinen-Werkzeug-Konfiguration gegeben sein.

7.3.1 Szenario 1: Enge Düse an der Maschine oder im Anguss

Der Fließwiderstand der Düse ist hoch genug, um den an der Maschine maximal möglichen Einspritzdruck zu erreichen. Diese Situation ist in Abb. 127 veranschaulicht. Der im Prozess begrenzende Faktor ist die Leistung des Spritzaggregats. Somit kann die in der Abbildung eingezeichnete „Heizzeit kurz“ (Bereich rechts der gelben vertikalen Linie) erreicht werden.

7.3.2 Szenario 2: Weite Düse an der Maschine oder im Anguss

Ein anderes Szenario kann sich ergeben, falls die Öffnung der Düse zu groß bzw. die Viskosität der Kautschukmischung zu gering ist. In diesem Fall kann der maximale Einspritzdruck der Maschine infolge des geringen Fließwiderstands nicht erreicht werden. Die Auswirkung auf die mögliche Heizzeitverkürzung ist in Abb. 128 schematisch dargestellt.

7. Praktischer Nutzen für die Heizzeitverkürzung im Elastomerspritzguss

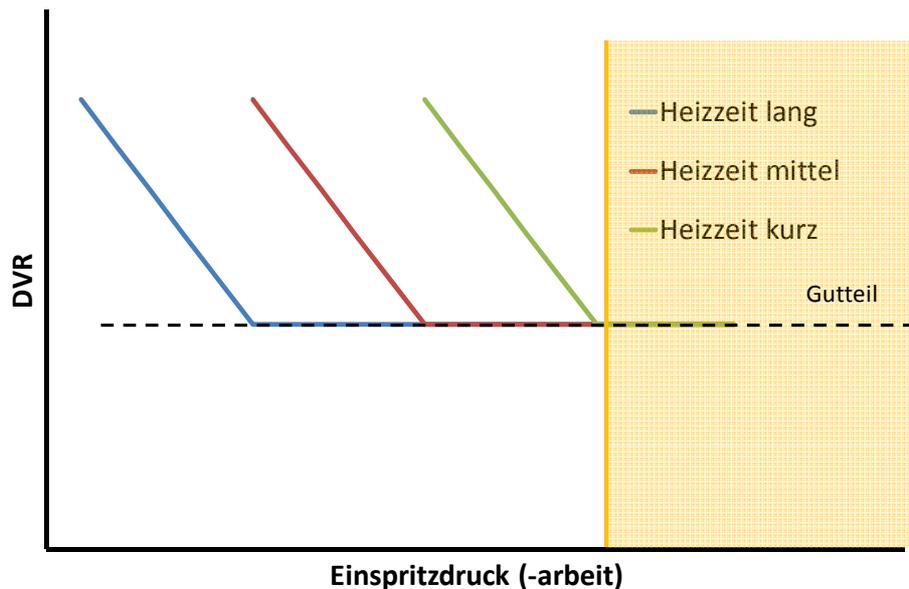


Abbildung 127: Schematischer Verlauf des DVR als Funktion des Einspritzdrucks bei unterschiedlichen Heizzeiten; Szenario 1: enge Düsenöffnung

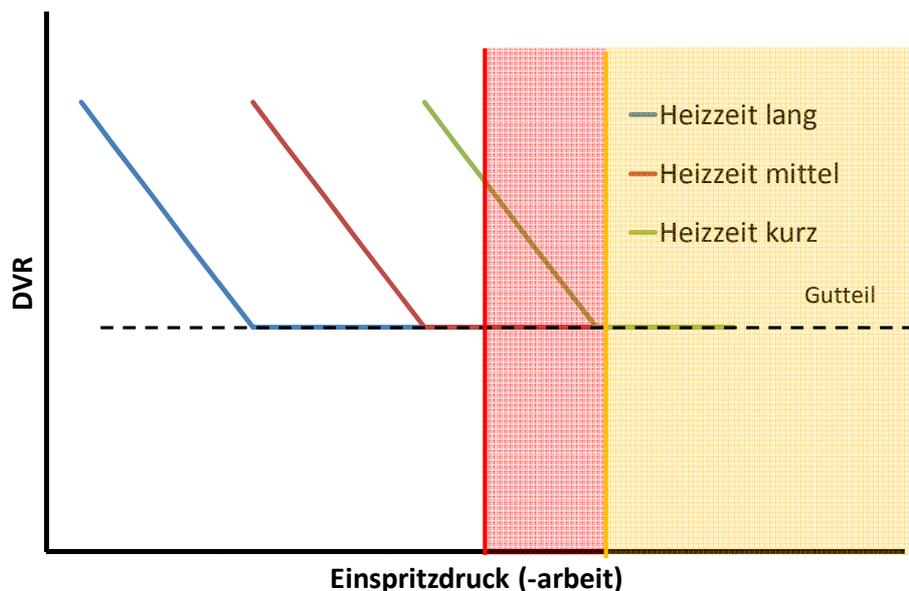


Abbildung 128: Schematischer Verlauf des DVR als Funktion des Einspritzdrucks bei unterschiedlichen Heizzeiten; Szenario 2: weite Düsenöffnung

In diesem Szenario wird der erreichbare Einspritzdruck von der Düse, angedeutet durch die rote Linie in Abb. 128, und nicht von der Einspritzarbeit begrenzt. Dies bedeutet ein nicht ausgeschöpftes Potential zur Erhöhung der Einspritzarbeit (rot markierter Bereich). In diesem Szenario wird nur die „Heizzeit mittel“ erreicht.

7.4 Wahl des optimalen Prozesses

Dieses Kapitel soll dem praktischen Anwender Richtlinien geben, ob bei gegebenem Prozess Potential zur Heizzeitverkürzung besteht und wie dieses ausgenutzt werden

7. Praktischer Nutzen für die Heizzeitverkürzung im Elastomerspritzguss

kann. Prinzipiell kann es, soweit es die Stabilität des Prozesses zulässt, als höchst sinnvoll erachtet werden, möglichst alle Potentiale zur Heizzeitverkürzung auszuschöpfen. Dies belegt unter anderem der in Kap. 7.1 (S. 162) gezeigte Vergleich zwischen der Energieeffizienz des Einspritzvorgangs im Vergleich zu jenem der Werkzeugbeheizung. Im Rahmen dieser Arbeit konnte außerdem keine Beeinträchtigung der Formteilqualität durch die eingebrachte Einspritzarbeit bei der Verwendung konischer Düsengeometrien festgestellt werden (vgl. Kap. 6.3.3, S. 150). Betrachtet wurden die Härte, der Druckverformungsrest und das Spannungs- Dehnungsdiagramm der Formteile. Vorsicht ist geboten, wenn weitergehende Materialeigenschaften wie z.B. dynamisches Verhalten für die Formteile spezifiziert sind. Jedoch bestehen aktuell keine Indizien, dass die Einwirkung hoher Scherung und Dehnung diese Materialeigenschaften negativ beeinflusst. Zur Beurteilung des Prozesses in Hinblick auf die Heizzeitverkürzung kann nun nach folgenden Punkten vorgegangen werden:

7.4.1 Formteildicke

Wie in Kap. 7.2 (S. 164) durch systematischen Berechnungen belegt wird, bringt die Heizzeitverkürzung durch die Erhöhung der Massetemperatur nur bei ausreichend dicken Formteilen >4 mm Wanddicke eine wirtschaftlich bedeutende Effizienzsteigerung im Prozess. Als Richtwert kann davon ausgegangen werden, dass bei Formteilen unter 4 bis 5 mm nur sehr geringe bis gar keine Heizzeitverkürzungen erzielbar sind. Das Potential wird tendenziell größer, je höher die Massetemperatur und je niedriger die Wärmeleitfähigkeit der Kautschukmischung ist. Das in dieser Arbeit entwickelte Berechnungsprogramm zur Abschätzung der Heizzeit eines plattenförmigen Formteils (siehe Kap. 4.2, S. 64) bietet zusätzlich die Möglichkeit, eine rasche Abschätzung des Heizzeitverkürzungspotentials vorzunehmen.

7.4.2 Potential zur Massetemperaturerhöhung im Einspritzprozess

Die in Kap. 7.3 (S. 168) vorgenommene Analyse der Versuche zur Heizzeitverkürzung unter Ausnutzung der Scher- und Dehnerwärmung (Kap. 6.3, S. 143) in konischen Düsen hat gezeigt, dass die Heizzeitverkürzung direkt mit der eingebrachten Einspritzarbeit zusammenhängt. Ist nun ein ausreichend dickes Formteil gegeben, sollte zunächst überprüft werden, wie viel Prozent des an der Maschine möglichen Einspritzdruckes bereits ausgenutzt wird. In einigen Fällen dürfte der Prozess bereits ausgereizt sein, da die hohen Viskositäten von Kautschukmischungen oft hohe Einspritzarbeiten erfordern. Wird nun eine vorhandene Druckreserve festgestellt bzw. ist eine höhere Einspritzleistung am Spritzaggregat vorgesehen, kann mit einem schrittweisen Anheben der Einspritzgeschwindigkeit und des damit verbundenen Einspritzdrucks höhere Einspritzarbeit in das Schussvolumen eingebracht werden. Sind in der Maschine oder im Werkzeug Düsen mit ausreichendem Fließwiderstand vorgesehen, kann diese Erhöhung bis zu den Grenzen des Spritzaggregats getrieben werden. Eventuell empfiehlt sich eine gleichzeitige Absenkung der Temperierung des

7. Praktischer Nutzen für die Heizzeitverkürzung im Elastomerspritzguss

Spritzaggregats, um das Risiko für punktuelle Anvulkanisation der Mischung herabzusetzen.

Ist der in Werkzeug und Maschine vorhandene Fließwiderstand zu gering (vgl. Szenario 2, Kap. 7.3, S. 168), kann dieser durch den Einsatz von gezielten Verengungen im Angusskanal oder in der Maschine erhöht werden. Aus dieser Arbeit heraus empfehlen sich konische Düsengeometrien. Mit diesen ist es möglich, auf kurzer Strecke sehr hohe Druckverluste zu erzeugen. Die Wirkung dieser Düsen wurde systematisch untersucht (Kap. 6.2, S. 133, Kap. 6.3, S. 143) und eine Auslegung kann mit dem hier entwickelten Berechnungsprogramm (Kap. 4.1, S. 63) durchgeführt werden. Empfohlen werden dabei konische Geometrien mit einem halben Öffnungswinkel von $<45^\circ$, da so die Bildung von Todstellen (vgl. Abb. 18, S. 36) vermieden werden kann.

Vorsicht ist bei der Verwendung eines Kaltkanals angeraten. Dieser verursacht in häufigen Fällen ohnehin schon einen hohen Fließwiderstand. Lässt sich dennoch ein Potential zur Einbringung höherer Einspritzarbeit erkennen, sollte die konische Düse nach dem Kaltkanal, möglichst kurz vor der Kavität, vorgesehen werden. Auf keinen Fall darf die Temperaturerhöhung vor dem Kaltkanal erfolgen, da die eingebrachte Erwärmung so wieder vom Kaltkanal weggekühlt wird.

7.4.3 Rasche Abschätzung der Temperaturerhöhung

Wird ein unbekannter Prozess mit einem neuen Werkzeug geplant, kann das in Kap. 4.1 (S. 63) vorgestellte Berechnungsprogramm eingesetzt werden, um eine Auslegung der Düsengeometrien vorzunehmen. Die Voraussetzung dazu ist eine solide Materialdatenmessung (siehe Kap. 6.1, S. 115). Im laufenden Prozess gibt es einfache Mittel, die Temperaturerhöhungen schnell abzuschätzen. Es kann für alle Materialien eine Auftragung der Temperaturerhöhung über den Druckverlust (analog zu Abb. 97 und 98 (S. 137)) erstellt oder errechnet werden, auf deren Basis die Massetemperatur bei entsprechendem Einspritzdruck abgeschätzt werden kann. Eine Auftragung der Massetemperatur über die Einspritzarbeit ist ebenfalls möglich, kann aber nur für ein bestimmtes Formteilvervolumen gelten. Auf Basis der an der Maschine abgelesenen Einspritzarbeit kann die Massetemperatur mit Gl. 133 auf Basis der Erkenntnisse aus Kap. 7.1 (S. 162) abgeschätzt werden, wobei für T_{Start} die an der Spritzeinheit eingestellte Temperatur verwendet werden kann. Der Faktor 0,9 steht für den Wirkungsgrad im Einspritzvorgang (vgl. Kap. 7.1, S. 162).

$$T_{\text{Masse}} = T_{\text{Start}} + \frac{E_{\text{Einspritz}}}{m \cdot c_p} \cdot 0,9 \quad (133)$$

8 Zusammenfassung

Im Kautschukspritzguss ist die Heizzeit für die gesamte Zykluslänge maßgeblich. Die bei niedriger Temperatur im Spritzzylinder (ca. 60 bis 110°C) verspritzte Kautschukformmasse wird unter Erzeugung von dissipativer Erwärmung in das beheizte Werkzeug (Temperaturen von ca. 150°C bis 200°C) eingespritzt und mittels Wärmeleitung über die heiße Werkzeugwand durchwärmt und vernetzt. Somit wirkt sich die Zeit zum Durchwärmen und Vernetzen des Formteils wesentlich auf die Maschinen- und Mannstunden in der Produktion aus. Diese Arbeit beschäftigt sich mit den physikalischen Mechanismen der Wärmeeinbringung in Kautschukmischungen mit dem Ziel der Heizzeitverkürzung.

Als Erweiterung des Stands der Technik soll neben der Schererwärmung vor allem die Dehnerwärmung in konischen Düsen zur Erhöhung der Massetemperatur während des Einspritzvorgangs ausgenutzt werden. Zur Beschreibung der gekoppelten Scher- und Dehnströmung, sowie des dadurch verursachten Druckverlusts wurde ein eigenes Berechnungsmodell in Zylinderkoordinaten mit Berücksichtigung der Strömungskomponenten in r -, z - und erstmals auch in ϕ -Richtung entwickelt. Für die Messung der benötigten Dehnviskositätsdaten kam selbiges Modell, ebenfalls in Zylinderkoordinaten mit Berücksichtigung der Strömungskomponenten in r -, z - und ϕ -Richtung, zur Auswertung der Einlaufdruckverluste im Hochdruckkapillarrheometer (HKR) zum Einsatz. Da die auftretenden Strömungen stark nicht-isotherm waren, mussten die gemessenen Viskositätsdaten auf Dissipationserwärmung hin korrigiert werden, um die Messungen auf „isotherme Bedingungen“ zurückzuführen. Als eine Erweiterung der bisherigen Methoden wurde neben der Schererwärmung innerhalb der Kapillare des HKR auch die Erwärmung in der Einlaufströmung in die Kapillare in der Korrektur berücksichtigt. Mit diesen neuen Methoden und einem leistungsfähigen HKR konnten erstmals Dehnviskositätsdaten von Kautschukmischungen bei hohen Dehngeschwindigkeiten bis zu 10.000 s^{-1} ermittelt werden. Dabei wurde ein starker Anstieg der Dehnviskosität bei hohen Dehngeschwindigkeiten ab ca. 100 s^{-1} festgestellt.

Zur Verifikation des Berechnungsmodells erfolgten praktische Versuche an einer Gummispritzgießmaschine. Zu diesem Zweck wurden Versuchsmischungen durch konische Düsen mit unterschiedlichen Düsenöffnungswinkeln ins Freie gespritzt und dort die durchschnittliche Massetemperatur mittels eines einfachen, schnell ansprechenden Thermoelements gemessen. Die Temperaturerhöhungen betragen je nach Düse und Einspritzgeschwindigkeit bis zu 70°C. Die Berechnungen der Massetemperatur zeigten gute Übereinstimmung mit den Messwerten aus den Versuchen. Der durchschnittliche Fehler war kleiner als 5%. Damit stellt das Berechnungsmodell gemeinsam mit der Auswertemethode für das HKR ein neues und wirkungsvolles Instrument zur Vorhersage der Massetemperatur beim Spritzgießen von Kautschukformmassen dar.

8. Zusammenfassung

Zur weiteren Untersuchung der Eignung der Scher- und Dehnerwärmung zur Heizzeitverkürzung wurden Spritzgießversuche an einem eigens konstruierten Versuchswerkzeug durchgeführt. Dazu wurden Formteile einerseits mit konstanter Einspritzgeschwindigkeit und andererseits mit konstanter Einspritzarbeit hergestellt und deren Druckverformungsrest, Härte, Reißfestigkeit und Reißdehnung untersucht. Als Haupteinfluss auf die Massetemperatur und die dadurch erzielbare Heizzeitverkürzung wurde dabei die Einspritzarbeit identifiziert. Es zeigte sich, dass eine weitere Optimierung der Düsengeometrie einen vernachlässigbaren Einfluss auf die Heizzeit hat, sofern der Zielwert der Einspritzarbeit an der Spritzgießmaschine erreicht werden kann. Einzige Voraussetzung ist, dass die Düse bei gegebener Kautschukmischung eng genug ist, um den entsprechenden Druckverlust zu verursachen.

Zur Berechnung der Heizphase im Gummispritzguss wurde ein Berechnungsprogramm für flächige Bauteile programmiert, mit dem es möglich ist, den Vernetzungsgrad nach definierter Heizzeit bzw. auch die zu erwartende Heizzeitverkürzung vorherzusagen.

Als weiterer Effekt wurde die Eignung der Kompressionserwärmung zur Heizzeitverkürzung untersucht. Dafür wurde zunächst die Kompressionserwärmung in Kautschukmischungen in einer Versuchsanordnung am HKR und an der Spritzgießmaschine gemessen und eine Berechnung derselben mit der Joule-Thompson-Formel durchgeführt. Es konnte eine gute Übereinstimmung zwischen Messung und Berechnung gefunden werden. Diese lag für die untersuchten Mischungen bei etwa 10°C pro 1800 bar Kompressionsdruck.

Mit der Intention der Heizzeitverkürzung wurde eine Kompressionsphase in den Spritzgießzyklus integriert. Dadurch sollte das Inkubationspotential der Vernetzungsreaktion gezielt abgebaut werden. Dies geschah in einem eigens entwickelten Werkzeug an der Kautschukspritzgießmaschine. Die produzierten Formteile wurden ebenfalls in der Materialprüfung untersucht und mit Referenzbauteilen verglichen. Durch den Einsatz der Kompressionserwärmung konnte keine signifikante Heizzeitverkürzung erreicht werden. Ursachen dafür waren die relativ geringe Temperaturerhöhung durch die Kompression selbst und das Auskühlen der Masse während der Kompressionsphase. Bei Unterbindung des Auskühlvorgangs oder Kompression im Spritzgießwerkzeug mittels Spritzprägen sollten merkbare Heizzeitverkürzungen erzielbar sein.

Die unterschiedlichen Mechanismen zur Wärmeeinbringung in Kautschukmischungen wurden im Rahmen dieser Arbeit analysiert, charakterisiert und ihre Eignung zur Heizzeitverkürzung untersucht. Durch Scher- und Dehnerwärmung konnte die Massetemperatur erheblich erhöht werden. Mit dem entwickelten Berechnungsprogramm und der neuen Methode zur Ermittlung der Dehnavisiosität wurde die Temperaturerhöhung in konischen Düsen erstmals mit guter Genauigkeit berechenbar gemacht. Die Höhe der erzielbaren Massetemperatur hängt von der Leistungsfähigkeit der Spritzeinheit und dem Fließwiderstand der eingesetzten Düsen ab. Die Energieeffizi-

8. Zusammenfassung

enz bei diesem Vorgang ist mit annähernd 90% als sehr gut zu betrachten. Beeinträchtigung der Formteileigenschaften durch die hohen Scher- und Dehnbelastungen konnten nicht festgestellt werden.

Damit bietet diese Arbeit einen geschlossenen Überblick über die physikalischen Vorgänge während des Einspritzens und Ausheizens von Gummiformteilen und zeigt gleichzeitig die großen Möglichkeiten aber auch die Grenzen der Heizzeitverkürzung auf.

9 Publikationen

Aus der vorliegenden Arbeit sind folgende Publikationen entstanden:

9.1 Fachzeitschriften

Lucyshyn, T.; Müller, F.; Schuschnigg, S.; Holzer, C.; Perko, L.; Fasching, M.; Friesenbichler, W.: Application and Development of Simulation Software in Polymer Processing, BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte, 2013.

Perko, L., Friesenbichler, W.; Obendrauf, W.; Buchebner, V.; Chaloupka G.: Elongational viscosity of rubber compounds and improving corresponding models, Advances in Production Engineering and Management, Adv. Pr. Eng. Man., 8, 63, 2013

Perko, L., Fasching, M.; Friesenbichler, W.: Model for the Prediction of Bulk Temperature Changes and Pressure Losses in Rubber Compounds flowing through Conical Dies – an Engineering Approach, Polymer Engineering and Science, im review

9.2 Patente

Friesenbichler, W.; Perko, L.: Montanuniversität Leoben, Methods and Apparatuses for Preparing a Thermosetting Material and Injection Moulding Methods and Apparatuses, WO 2012/041855 A1, 2012

9.3 Tagungsbeiträge

9.3.1 Proceedings

Perko, L., Friesenbichler, W.; Obendrauf, W.; Buchebner, V.; Chaloupka G.: Elongational viscosity of rubber compounds and improving corresponding models, Proceedings of the 5th Bi-Annual Polymer and Mould Innovations, Gent, Belgien, 2012

Perko, L.; Friesenbichler, W.; Fellner C.: Compression Induced Heating of Rubber Compounds under Processing Conditions, Proceedings of 28th International Conference of Polymer Processing Society, Pattaya, Thailand 2012

Perko, L.; Fasching, M.; Friesenbichler, W.: Model for the Prediction of Elongational Heating of Rubber Compounds in Conical Dies, 29th International Conference of Polymer Processing Society, Nürnberg, Deutschland 2013

9.3.2 Orals

Perko, L.; Friesenbichler, W.; Obendrauf, W.; Buchebner, V.; Chaloupka G.: Methods for Measuring Elongational Viscosity of Rubber Compounds and Enhancement of Corresponding Models, 16th International Conference on Rheology, Lissabon, Portugal, 2012

9. Publikationen

Perko, L., Friesenbichler, W.; Obendrauf, W.; Buchebner, V.; Chaloupka G.: Elongational viscosity of rubber compounds and improving corresponding models, 5th Bi-Annual Polymer and Mould Innovations, Gent, Belgien, 2012

Perko, L.; Friesenbichler, W.; Fellner C.: Compression Induced Heating of Rubber Compounds under Processing Conditions, 28th International Conference of Polymer Processing Society, Pattaya, Thailand 2012

Lucyshyn, T.; Müller, F.; Schuschnigg, S.; Holzer, C.; Perko, L.; Fasching, M.; Friesenbichler, W.: Application and Development of Simulation Software in Polymer Processing, Special Symposium: Advanced Simulation of Processes and Phenomena, Leoben, Österreich 2013

9.3.3 Poster

Perko, L.; Fasching, M.; Friesenbichler, W.: Model for the Prediction of Elongational Heating of Rubber Compounds in Conical Dies, Austrian Slovenian Polymer Meeting, Bled, Slowenien 2013

Perko, L.; Fasching, M.; Friesenbichler, W.: Model for the Prediction of Elongational Heating of Rubber Compounds in Conical Dies, 29th International Conference of Polymer Processing Society, Nürnberg, Deutschland 2013

10 Literaturangabe

- [1] *Agassant, J.-F.*: Polymer processing, Hanser Verlag , München, New York, 1991.
- [2] *anonym*: Application Manual: "D-MDR 3000", MonTech Werkstoffprüfmaschinen GmbH, Buchen, Deutschland, 2008. URL: www.rubber-testing.com
- [3] *anonym*: homepage der Firma Klöckner DESMA Elastomertechnik GmbH URL: <http://www.desma.biz/home.html>, 2014
- [4] *anonym*: Bedienungsanleitung: „Rheograph 2002“, Göttfert Werkstoff-Prüfmaschinen GmbH, Buchen, Deutschland, 1991.
- [5] *anonym*: Produktkatalog „PVT100“, SWO Polymertechnik GmbH, Krefeld, Deutschland, 1998
- [6] *anonym*: Produktkatalog „Rheograph 75“, Göttfert Werkstoff-Prüfmaschinen GmbH, Buchen, Deutschland, 2013. URL: <http://www.goettfert.de/>
- [7] *anonym*: Produktkatalog „Spritzsystem EFE“, LWB-Steinl, Altdorf, Deutschland, 2007, URL: <http://www.lwb-steinl.com/46-0-EF-E.htm>
- [8] *anonym*: Produktkatalog „Turbocure[®]“, REP, Corbas, Frankreich, Jahr nicht angegeben
- [9] *anonym*: unveröffentlichte Zeichnung, Maplan, Ternitz, Österreich 2010, URL: <http://www.maplan.at/de>
- [10] *Ansari, M.; Alabbas, A.; Hatzikiriakos, S.; Mitsoulis, E.*: Entry Flow of Polyethylene Melts in Tapered Dies, *International Polymer Processing*, 25, 4, 287–296, 2010.
- [11] *Beaumont, J.P.*: Adjustable melt rotation positioning device and method, WO 2006/124940A2, 2006.
- [12] *Bersted, B.H.*: Refinement of the converging flow method of measuring extensional viscosity in polymers, *Polymer Engineering and Science*, 33, 16, 1079–1083, 1993.
- [13] *Binding, D.M.*: An approximate analysis for contraction and converging flows, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 27, 2, 173–189, 1988.
- [14] *Bird, R. Byron; Stewart, Warren E.; Lightfoot, Edwin N.*: Transport phenomena, J. Wiley , New York, 2007.
- [15] *Buchebner, V.*: Entwicklung des Prototyps eines Systems zur Heizzeitverkürzung im Kautschukspritzguss, Masterarbeit am Lehrstuhl für Spritzgießen von Kunststoffen, Department Kunststofftechnik, Montanuniversität Leoben, 2013.

10. Literaturangabe

- [16] *Carrot, C.; Guillet, J.; Fulchiron, R.*: Converging flow analysis, entrance pressure drops, and vortex sizes: Measurements and calculated values, *Polymer Engineering and Science*, 41, 12, 2095–2107, 2001.
- [17] *Chaloupka, G.*: Analyse von Messabweichungen bei der Hochdruck-Kapillarrheometrie von Elastomeren, laufende Bachelorarbeit am Lehrstuhl für Spritzgießen von Kunststoffen, Department Kunststofftechnik, Montanuniversität Leoben, 2014.
- [18] *Chaloupka, G.*: Charakterisierung des Potentials erhöhter Massetemperatur zur Heizzeitverkürzung in praktischen Versuchen und systematischer Simulation, laufende Arbeiten am Lehrstuhl für Spritzgießen von Kunststoffen, Department Kunststofftechnik, Montanuniversität Leoben, 2014.
- [19] *Cogswell, F.N.*: Converging flow of polymer melts in extrusion dies, *Polymer Engineering and Science*, 12, 1, 64–73, 1972.
- [20] *Denim, S.*: Machine for injecting a heat curable material, in particular for rubber vulcanisation, and corresponding method for achieving same, WO 2009/047454A2, 2009.
- [21] *Deutsches Institut für Normung*: Prüfung von Kautschuk, Elastomeren und Kunststoffen; Härteprüfung nach ShoreA und ShoreD, DIN 53505, 1990.
- [22] *Deutsches Institut für Normung*: Vulkametrie - Bestimmung des Vulkanisationsverlaufes und reaktionskinetische Auswertung von Vernetzungsisothermen, DIN 53 529, 1983.
- [23] *Deutsches Institut für Normung*: Rubber, vulcanized or thermoplastic - determination of compression set - Part 1: At ambient or elevated temperatures, DIN ISO 815, 2010.
- [24] *Dubbel, H.; Beitz, W.; Küttner, K.-H.*: Taschenbuch für den Maschinenbau, Springer, Berlin, New York, 1995.
- [25] *Ehrenstein, G.W.; Riedel, G.; Trawiel, P.*: Praxis der thermischen Analyse von Kunststoffen, Hanser, München, 2003.
- [26] *Eisenhuber, R.*: Mündliche Produktauskunft, Maplan GmbH, Ternitz, Österreich 2013.
- [27] *Fasching, M.*: Berechnungsmodell für Temperaturerhöhungen während der Einspritzphase im Kautschukspritzguss, Masterarbeit am Lehrstuhl für Spritzgießen von Kunststoffen, Department Kunststofftechnik, Montanuniversität, Leoben, 2012.
- [28] *Fellner, C.*: Heizzeitverkürzung im Elastomerspritzguss durch Ausnützung des Effekts der Kompressionserwärmung, Masterarbeit am Lehrstuhl für Spritzgießen von Kunststoffen, Department Kunststofftechnik, Montanuniversität Leoben,

2012.

- [29] *Friesenbichler, W.; Duretec, I.; Jegadeesan, R.:* Praxisnahe Viskositäten für die Simulation, *Kunststoffe*, 3, 37–40, 2010.
- [30] *Friesenbichler, W.; Langecker, G.R.; Duretec, I.; Schuschnigg, S.:* Polymer Melt Rheology at High Shear Rates Using a New Micro-Rheology Technique. Abstract Book - The 21th International Conference of Polymer Processing Society, Leipzig, Deutschland 87-102, 2005.
- [31] *Gibson, A.G.; Williamson, G.A.:* Shear and extensional flow of reinforced plastics in injection molding. I. Effects of temperature and shear rate with bulk molding compound, *Polymer Engineering and Science*, 25, 15, 968–979, 1985.
- [32] *Gibson, A.G.; Williamson, G.A.:* Shear and extensional flow of reinforced plastics in injection molding. II. Effects of die angle and bore diameter on entry pressure with bulk molding compound, *Polymer Engineering and Science*, 25, 15, 980–985, 1985..
- [33] *Goglin, J.; Svaricek, F.; Härtel, V.:* Rheological design of a rapid cure system theory and practice, *Rubber World*, Juli, 29–33, 2009.
- [34] *Haddout, A.; Villoutreix, G.:* Polymer Melt Rheology at High Shear Rates, *International Polymer Processing*, 3, 291–296, 2000.
- [35] *Hensen, F.; Knappe, W.; Potente, H.:* Handbuch der Kunststoff-Extrusionstechnik. - 1, Carl Hanser Verlag , München, 1989.
- [36] *Holzer, C.:* Ein Messverfahren zur praxisnahen rheologischen Charakterisierung von Kautschuken, Dissertation am Institut für Kunststoffverarbeitung, Montanuniversität , Leoben, 1996.
- [37] *Hosiner, R.; Perko, L.:* Werkzeugkonstruktion und Konzept, Erwin Mach Gummitechnik GmbH, Hirm, Österreich 2011
- [38] *Hummel, K.; Rodríguez, F.:* Evidence of ionic intermediates in rubber vulcanization detected by on-line electric current measurements in natural rubber/sulfur/tetramethylthiuram monosulfide/zinc oxide and comparison mixtures, *Polymer*, 41, 9, 3167–3172, 2000.
- [39] *International Organisation for Standardization:* Rubber, vulcanized or thermoplastic - Determination of tensile stress-strain properties, ISO 37, 2011.
- [40] URL: http://www.chemiedidaktik.uni-wuppertal.de/disido_cy/de/info/structure/rubber.htm#; 24.02.2012
- [41] *Jegadeesan, R.:* Measurement of polymer melts' viscosity at increased pressure levels with the consideration of the compression heat, Masterarbeit am Institut für Kunststoffverarbeitung, Montanuniversität Leoben, 2005.

10. Literaturangabe

- [42] *Jegadeesan, R.*: Fundamental modelling of the expansion injection moulding with its simulation and the material degradation analyses on the moulded parts, Dissertation am Institut für Kunststoffverarbeitung, Montanuniversität Leoben, 2011.
- [43] *Kelly, A.L.; Gough, T.; Whiteside, B.R.; Coates, P.D.*: High shear strain rate rheometry of polymer melts, *Journal of Applied Polymer Science*, 114, 2, 864–873, 2009.
- [44] *Kim, S.; Dealy, J.M.*: Design of an orifice die to measure entrance pressure drop, *Journal of Rheology*, 45, 6, 1413, 2001.
- [45] *Kirschnick, R.*: FlowControl - Innovationen für das Spritzgießverfahren, *KGK-Kautschuk Gummi Kunststoffe*, November, 611–613, 2007.
- [46] *Krell, V.; Dufner, M.*: Verfahren und Vorrichtung zum Einspritzen von plastifizierten Massen wie Gummi, Silikon und ähnliches direkt oder über einen Kaltkanal in ein Formwerkzeug einer Spritzgießmaschine, EP 1923196 A2, 2008.
- [47] *Laun, H.M.*: Transient Elongational Viscosities and Drawability of Polymer Melts, *Journal of Rheology*, 33, 1, 119, 1989.
- [48] *Leblanc, J.*: Rubber–filler interactions and rheological properties in filled compounds, *Progress in Polymer Science*, 27, 4, 627–687, 2002.
- [49] *Lechner, B.*: Visualisierung der Einlaufströmungen von Kautschukmischungen am Hochdruckkapillarrheometer, laufende Masterarbeit am Lehrstuhl für Spritzgießen von Kunststoffen, Montanuniversität , Leoben, 2014.
- [50] *Lenko, D.; Schlögl, S.; Temel, A.; Schaller, R.; Holzner, A.; Kern, W.*: Dual crosslinking of carboxylated nitrile butadiene rubber latex employing the thiolene photoreaction, *Journal of Applied Polymer Science*, 129, 5, 2735–2743, 2013.
- [51] *Liang, J.-Z.*: Influence of die angles on pressure drop during extrusion of rubber compound, *Journal of Applied Polymer Science*, 80, 8, 1150–1154, 2001.
- [52] *Liang, J.; Ness, J.*: Effect of die angle on flow behaviour for high impact polystyrene melt, *Polymer Testing*, 16, 4, 403–412, 1997.
- [53] *Mackay, M.E.; Astarita, G.*: Analysis of entry flow to determine elongation flow properties revisited, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 70, 3, 219–235, 1997.
- [54] *Masberg, U.; Potthoff, A.; Eisenhuber, R.; Kain, G.*: Die selbstoptimierende Gummispritzgießmaschine, *KGK-Kautschuk Gummi Kunststoffe*, Juli/August, 372–376, 2006.
- [55] *Menges, G.; Michaeli, W.; Mohren, P.*: Spritzgießwerkzeuge, Carl Hanser Ver-

10. Literaturangabe

- lag, München, 2007.
- [56] *Mitsoulis, E.; Hatzikiriakos, S.G.*: Bagley correction: the effect of contraction angle and its prediction, *Rheologica Acta*, 42, 4, 309–320, 2003.
- [57] *Mohl, J.; Graham, T.*: How to reduce cure times without damaging material with excessive shear, *Rubber World*, July, 19–23, 2009.
- [58] *Morrison, J.; Porter, M.*: Temperature effects on the stability of intermediates and crosslinks in sulphur vulcanization, *Rubber Chemistry and Technology*, 57, 63–85, 1984.
- [59] *Obendrauf, W.*: Neue Methoden zur Temperatur- Dehnviskositätsmessung für die Simulation von Kunststoffverarbeitungsprozessen, Dissertation am Institut für Kunststoffverarbeitung, Montanuniversität Leoben, 1996.
- [60] *Pahl, M.; Gleissle, W.; Laun, H.-M.*: Praktische Rheologie der Kunststoffe und Elastomere, VDI-Verl., Düsseldorf, 1995.
- [61] *Peinhopf, W.*: Auslegung von Spritzgießwerkzeugen mittels Methode der finiten Elemente, Dissertation am Institut für Kunststoffverarbeitung, Montanuniversität Leoben, 2000.
- [62] *Perko, L.; Friesenbichler, W.; Fellner, C.*: Compression induced heating of rubber compounds under processing conditions. Abstract Book - The 28th International Conference of Polymer Processing Society, Pattaya, Thailand 424, 2012.
- [63] *Perko, L.; Friesenbichler, W.; Obendrauf, W.; Buchebner, V.; Chaloupka, G.*: Elongational viscosity of rubber compounds and improving corresponding models, *APEM (Advances in Production Engineering and Management)*, 2, 126–133, 2013.
- [64] *Pompenig, A.*: unveröffentlichte Photographie, Department Kunststofftechnik, Montanuniversität Leoben, 2012
- [65] *Rodriguez, E.L.; Filisko, F.E.*: Temperature changes in poly(methyl methacrylate) and high-density polyethylene during rapid compressive deformation, *Polymer Engineering and Science*, 26, 15, 1060–1065, 1986.
- [66] *Röthemeyer, F.; Sommer, F.*: *Kautschuk-Technologie*, Hanser, München, 2006.
- [67] *Rudolph, N.; Vetter, K.; Kühnert, I.*: Temperaturänderung bei Kompression und Expansion von Kunststoffschmelzen, *Zeitschrift Kunststofftechnik*, 5, 250–277, 2009.
- [68] *Rüf, E.*: Analyse der Einstellparameter der Optimierungssoftware Cure² und ihre Auswirkungen auf die Formteilqualität, laufende Masterarbeit am Lehrstuhl für Spritzgießen von Kunststoffen, Department Kunststofftechnik, Montanuniversität Leoben, 2014.

10. Literaturangabe

- [69] *Schlögl, S.; Aust, N.; Schaller, R.; Holzner, A.; Kern, W.:* Survey of chemical residues and biological evaluation of photochemically pre-vulcanized surgical gloves, Monatshefte für Chemie - Chemical Monthly, 141, 12, 1365–1372, 2010.
- [70] *Schuschnigg, S.:* Rheologische Untersuchungen bei hohen Schergeschwindigkeiten mit Hilfe eines Mikrorheologie-Schlitzdüsen Messsystems, Diplomarbeit am Institut für Kunststoffverarbeitung, Montanuniversität Leoben, 2004.
- [71] *Schuschnigg, S.:* Berechnungsbericht Polyflow, Lehrstuhl für Kunststoffverarbeitung, Department Kunststofftechnik, Montanuniversität Leoben 2013
- [72] *Selvasankar, R.K.:* Rheological characterisation of polymer melts on an injection moulding machine using a new slit die measurement system, Masterarbeit, Montanuniversität Leoben, 2008.
- [73] *Sentmanat, M.L.:* Miniature universal testing platform: from extensional melt rheology to solid-state deformation behaviour, Rheologica Acta, 43, 6, 657–669, 2004.
- [74] *Sofou, S.; Mitsoulis, E.:* Calendering of Pseudoplastic and Viscoplastic Fluids Using the Lubrication Approximation, Journal of Polymer Engineering, 24, 5, 2004.
- [75] *Svaricek, F.; Härtel, V.; Gogolin, J.:* Heizzeitverkürzung - Möglichkeiten und Grenzen der MIMO-Regelung einer Gummispritzpresse, KGK-Kautschuk Gummi Kunststoffe, Mai, 170–176, 2010.
- [76] *Takahashi, H.; Matsuoka, T.; Kurauchi, T.:* Rheology of polymer melts in high shear rate, Journal of Applied Polymer Science, 30, 12, 4669–4684, 1985.
- [77] *Tremblay, B.:* Estimation of the elongational viscosity of polyethylene blends at high deformation rates, Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 33, 2, 137–164, 1989.
- [78] *Tremblay, B.:* Visualization of the flow of linear low density polyethylene/low density polyethylene blends through sudden contractions, Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics, 43, 1, 1–29, 1992.
- [79] *Walluch, M.:* Ermittlung der Dehnviskosität von Polyolefinen mittels Hochdruckkapillarrheometer und Sentmanat Extensional Rheometer, Bachelorarbeit am Lehrstuhl für Kunststoffverarbeitung, Montanuniversität Leoben, 2011.
- [80] *Weyand, S.; Degenbeck, H.; Schmidt, R.:* Injection molding machine and injection molding method, WO 2006/008164 A2, 2006.
- [81] *Wegenberger, A.:* Vergleich verschiedener Auswertemethoden zur Bestimmung der uniaxialen Dehnviskosität aus Einlaufdruckverlusten im Kapillarrheometer, Diplomarbeit am Institut für Kunststoffverarbeitung, Montanuniversität Leoben,

10. Literaturangabe

1995.

[82] *Yue, M.; Wood, A.K.*: Pressure effects on temperature measurement of polymer melt, *Polymer Bulletin*, 33, 127–132, 1994.

11 Verwendete Abkürzungen

Tabelle 50: In der Arbeit verwendete Abkürzungen

Abkürzung	Bedeutung
DSC	Differential Scanning Calorimetry
HDPE	High Density Polyethylene
HKR	Hochdruckkapillarrheometer
KBZK	Kaye-Bernstein, Kearsley and Zapas
Kfz	Kraftfahrzeug
LDPE	Low Density Polyethylene
LLDPE	Linear Low Density Polyethylene
PC	Polycarbonat
PEEK	Polyetheretherkethon
PMMA	Polymethylmethacrylat
PP	Polypropylen
PS	Polystyrol
PVC-U	Hart-PVC
PVDF	Polyvinylidenflourid
p _v T	Auftragung von spezifischem Volumen bei unterschiedlichen Druck- und Temperaturstufen
RPA	Rubber Process Analyser
SER	Sentmanat Extensional Rheometer
z.B.	zum Beispiel

11. Verwendete Abkürzungen

Tabelle 51: In der Arbeit verwendete Symbole (griechische Buchstaben)

Symbol	Bedeutung	Einheit
α	Volumetrischer thermischer Ausdehnungskoeffizient	K^{-1}
β	Verhältnis des Kapillarradius zum Einlaufzylinder	-
$\dot{\gamma}$	Schergeschwindigkeit	s^{-1}
$\dot{\gamma}_{ap}$	scheinbare Schergeschwindigkeit	s^{-1}
$\dot{\gamma}_i$	Schergeschwindigkeit im i-ten Element	s^{-1}
$\dot{\gamma}_{ij}$	Schergeschwindigkeit in der i-Ebene in j-Richtung	s^{-1}
δ	Laufvariable in Gl. 25	-
ϵ	Hencky-Dehnung	-
$\dot{\epsilon}$	Dehngeschwindigkeit	s^{-1}
$\dot{\epsilon}_i$	Dehngeschwindigkeit im Abschnitt-i	s^{-1}
$\dot{\epsilon}_{ij}$	Dehngeschwindigkeit in der i-Ebene in j-Richtung	s^{-1}
η_E	Dehnaviskosität	$Pa \cdot s$
$\eta_{E,i}$	Dehnaviskosität im Abschnitt i	$Pa \cdot s$
η_S	Scherviskosität	$Pa \cdot s$
θ	halber Düsenöffnungswinkel	$^\circ$
Θ_i	Winkel des jeweiligen Einlafelements i (Abb. 13)	$^\circ$
λ	Wärmeleitfähigkeit	$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$
λ_K	Wärmeleitfähigkeit der Kautschukmischung	$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$
λ_{St}	Wärmeleitfähigkeit des Werkzeugstahls	$W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$
ρ	Dichte	$kg \cdot m^{-3}$
ρ_K	Dichte der Kautschukmischung	$kg \cdot m^{-3}$
ρ_{St}	Dichte des Werkzeugstahls	$kg \cdot m^{-3}$
σ_{ij}	Spannung in der i-Ebene in j-Richtung	$N \cdot m^{-2}$
τ	Zeitkonstante nach der Halbzeitmethode	s
τ_{ij}	Schubspannung in der i-Ebene in j-Richtung	$N \cdot m^{-2}$
ϕ	Tangentiale Koordinate im Zylinderkoordinatensystem	$^\circ$

11. Verwendete Abkürzungen

Tabelle 52: In der Arbeit verwendete Symbole (lateinische Buchstaben)

Symbol	Bedeutung	Einheit
A	Stoffparameter des Carreau-Ansatzes	Pa·s
A_z	Querschnittsfläche der Schnecke (des Zylinders bei FIFO-Aggregat)	m ²
$a_{TE1,2}$	Temperaturverschiebungsfaktor für die Dehnviskosität	-
a_{TS}	Temperaturverschiebungsfaktor für die Scherviskosität	-
B	Stoffparameter des Carreau-Ansatzes	s
b_{Km}	Wärmeeindringfähigkeit der Kautschukmischung	kg ² ·s ⁻⁵ ·K ⁻²
b_{Wz}	Wärmeeindringfähigkeit des Werkzeugstahls	kg ² ·s ⁻⁵ ·K ⁻²
C	Stoffparameter des Carreau-Ansatzes	-
c_p	spezifische Wärmekapazität bei konstantem Druck	J·kg ⁻¹ ·K ⁻¹
c_{pK}	Wärmekapazität der Kautschukmischung	J·kg ⁻¹ ·K ⁻¹
c_{pSt}	Wärmekapazität des Werkzeugstahls	J·kg ⁻¹ ·K ⁻¹
c_t	Konzentration der Netzstellen zur Zeit t	mol·l ⁻¹
c_v	spezifische Wärmekapazität bei konstantem Volumen	J·kg ⁻¹ ·K ⁻¹
c_∞	Endkonzentration der Netzstellen	mol·l ⁻¹
D	Durchmesser	m
$\underline{\underline{D}}$	Deformationstensor	s ⁻¹
$E_{AE1,2}$	Aktivierungsenergie für die Dehnviskosität	J·mol ⁻¹
E_{Ak}	Aktivierungsenergie für die Vernetzungsgeschwindigkeit	J·mol ⁻¹
E_{An}	Aktivierungsenergie für die Reaktionsordnung	J·mol ⁻¹
E_{AS}	Aktivierungsenergie für die Scherviskosität	J·mol ⁻¹
E_{Ati}	Aktivierungsenergie für die Inkubationszeit	J·mol ⁻¹
E_{Kin}	kinetische Energie	J
E_{Komp}	Kompressionsenergie	J
$E_{Wärme}$	in Massekuchen eingebrachte Wärmemenge	J
F	Kraft	N
F_a	Minimalkraft	N
F_∞	Maximalkraft	N
Gr	Graetzzahl	-
i	Laufvariable	-
J_{Int}	Integral aus Gl. 25	-
K_E	Parameter des Potenzansatzes für die Dehnung (Gl. 20)	Pa·s ⁿ
$K_{E1,2}$	Parameter des neuen additiven Potenzansatzes für die Dehnviskosität (Gl. 91)	Pa·s ⁿ
K_S	Parameter des Potenzansatzes für die Scherung (Gl. 7)	Pa·s ⁿ
k	Vernetzungsgeschwindigkeitskonstante	s
L	Länge	m
L_0	Ausgangslänge eines Volumenelements	m

11. Verwendete Abkürzungen

L_1	Länge des Einlaufkonus (Abb. 15)	m
L_2	Länge der Düsenkapillare (Abb. 15)	m
l	länge der Probe bei der pvT-Messung	m
m	Masse der Probe bei der pvT-Messung	kg
m_i	Parameter zur Variation der Dehngeschwindigkeit	-
n	Laufvariable in Abb. 34	-
n_E	Fließexponent des Potenzansatzes für die Dehnung	-
$n_{E1,2}$	Parameter des neuen Ansatzes für die Dehnviskosität, dimensionslos	-
n_O	Reaktionsordnung	-
n_S	Fließexponent des Potenzansatzes für die Scherung	-
p	Druck	Pa
p_{Spritz}	Spritzdruck	Pa
Δp	Druckverlust	Pa
$\Delta p_{\text{Auslauf}}$	Auslaufdruckverlust	Pa
$\Delta p_{\text{Düse}}$	Druckverlust der Düse	Pa
Δp_E	Druckabfall zufolge Dehnung	Pa
$\Delta p_{\text{Einlauf}}$	Einlaufdruckverlust	Pa
$\Delta p_{\text{Kapillare}}$	Druckverlust in der Kapillare	Pa
Δp_S	Druckabfall zufolge Scherung	Pa
q_i	spezifischer Wärmefluss in i-Richtung	$\text{W}\cdot\text{m}^{-2}$
R	Aktueller Außenradius des Einlaufkegels	m
R_{End}	Endradius der Düse (auch Kapillarradius des HKR)	m
R_G	Universelle Gaskonstante	$\text{J}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$
R_{Start}	Startradius der Düse (auch Zylinderradius des HKR)	m
r	Koordinate für den Radius im zylindrischen Koordinatensystem	m
r	Radius der Probe bei der pvT-Messung	m
s	Ausdruck in Gl. 27 (S. 28)	-
s_{Spritz}	Spritzweg	m
\dot{S}	Innere Wärmequellen	$\text{W}\cdot\text{m}^{-3}$
S	Scorch-Index	-
ΔS	Scorch-Index-Änderung	-
T	Temperatur	K
$\underline{\underline{T}}$	Spannungstensor	$\text{N}\cdot\text{m}^{-2}$
T_{0S}	Bezugstemperatur für die Scherviskosität	K
T_{0V}	Bezugstemperatur für die Vernetzungsreaktion	K
T_K	Kontakttemperatur	K
T_{Km}	Temperatur der Kautschukmischung	K
$T_{n,i}$	Temperatur an der Stelle n zum Zeitpunkt i	K
T_{Start}	Starttemperatur	°C
T_{WZ}	Temperatur der Werkzeugoberfläche	K
\bar{T}_{Masse}	Durchschnittliche Massetemperatur	K
T_{Zylinder}	Zylindertemperatur	K
ΔT	Temperaturerhöhung	K

11. Verwendete Abkürzungen

ΔT_{Diss}	Dissipationserwärmung	K
$\Delta T_{\text{Einlauf}}$	Temperaturerhöhung im Einlauf	K
ΔT_{Gesamt}	Gesamte Temperaturerhöhung in der Düse	K
$\Delta T_{\text{Kapillare}}$	Temperaturerhöhung im der Kapillare	K
ΔT_{Komp}	Kompressionserwärmung	K
ΔT_{Scher}	Schererwärmung	K
$\Delta T_{\text{i-Dehn}}$	Dehnerwärmung in i-Richtung	K
ΔT_{WL}	Temperaturänderung durch Wärmeleitung	K
t	Zeit	s
t_{H}	Halbwertszeit in s	s
t_{i}	Inkubationszeit	s
t_{x}	Umsatzzeit	s
Δt	Zeitabschnitt zwischen 2 Elementen	s
\dot{V}	Volumenstrom	$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$
v_{i}	Geschwindigkeit in i-Richtung	$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$
v_{K}	Kolbengeschwindigkeit am HKR	$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$
v_{s}	spezifisches Volumen	$\text{m}^3 \cdot \text{kg}^{-1}$
v_{Spritz}	Spritzgeschwindigkeit	$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$
W_{E}	Einspritzarbeit	J
X	Vernetzungsgrad	-
X_{alt}	alter Vernetzungsgrad	-
x	Raumkoordinate	m
z	Koordinate für die Flussrichtung im zylindrischen Koordinatensystem	m

Tabelle 53: In der Arbeit verwendete Symbole (sonstige)

Symbol	Bedeutung	Einheit
Σ	Summe in Gl. 15, 17	s^{-1}
Π_{i}	Platzhalter für Summe in Gl. 18 im Abschnitt i	-