



Masterarbeit

# **Online-Rheometrie an der Kautschukspritzgießmaschine**

verfasst von

Maximilian Sommer BSc



Vorstand: Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Walter Friesenbichler

Leoben, Mai 2018

## **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.

---

Datum

---

Unterschrift

## Danksagung

Ich möchte mich bei meinem Betreuer vom Lehrstuhl für Spritzgießen von Kunststoffen, Dipl. Ing. Andreas Neunhäuserer bedanken, der mich bei dieser Arbeit tatkräftig unterstützt hat.

Mein spezieller Dank gilt Herrn Univ. Prof. Dipl. Ing. Dr. mont. Walter Friesenbichler für die persönliche Förderung, die Korrektur und die Beurteilung der Arbeit. Er machte mit seiner visionären Art Wege gangbar, die zu Beginn unbeschreibbar erschienen.

Ich danke der Firma Klöckner DESMA Elastomertechnik GmbH, die es mir überhaupt erst ermöglicht hat, die Arbeit zu schreiben. Insbesondere gilt mein Dank Herrn Dr. Harald Zebedin und Herrn Dipl.-Ing. Rainer Kirschnick.

Ein großer Dank gilt den Personen im Spritzgießtechnikum, im Speziellen Herrn Eduard Leitner und Herrn Rudolf Schatzer, die mich so herzlich in ihre Runde aufgenommen und immer ein offenes Ohr für Fragen gehabt haben.

Weiters möchte mich auch bei Herrn Bernhard Lechner und Dipl. Ing. Sebastian Stieger für die vielen fruchtbringenden Diskussionen und Denkanstöße bedanken.

Ansonsten noch ein Dankeschön an die Menschen, die mich erst auf diesen Weg gebracht, begleitet und geprägt haben wie Freunde, Lehrer, Verwandte....

Zum Schluss gilt der größte Dank natürlich meiner Familie, die mir immer beigestanden hat, nicht nur mit Wissen, sondern auch emotional. Nicht zu vergessen den Eltern auch ein Danke für die finanzielle Unterstützung. Ebenfalls einen Dank an meine Freundin, die mir immer mit Rat und Tat zur Seite gestanden hat.

## Kurzfassung

Mit der Entwicklung von immer leistungsstärkeren Algorithmen für die Spritzgießsimulation nimmt die Bedeutung der Qualität der Stoffdatenmessung zu. Sie bildet die Basis für jede Simulation und ist deshalb maßgeblich für ihre Aussagekraft. Bei Elastomeren handelt es sich um Vielstoffsysteme, die neben Kautschuk auch aktive Füllstoffe, ein Vernetzungssystem, Verarbeitungshilfen und Alterungsschutzmittel beinhalten. Bedingt durch diesen Aufbau kommt es zu einer Vielzahl von Effekten, wie den Einfluss der Vernetzungsreaktion, oder den Einfluss des Füllstoffnetzwerks. Diese erfordern eine möglichst praxisnahe Messung der Materialdaten.

Ziel der Arbeit war es, die Viskosität von Kautschuken prozessnah an Spritzgießmaschinen zu bestimmen. Dazu kamen ein bestehendes und ein von DESMA neu entwickeltes Elastomerspritzgießmaschinenrheometer mit Rechteckschlitz zum Einsatz. Das weiterentwickelte System ist leichter zu handhaben und stellt den ersten Schritt in Richtung einer industriellen Umsetzung dar. Durch Validierungsversuche mit einem Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk wurde die Vergleichbarkeit der beiden Rheometer untersucht. Dabei lag der Fokus auf der Abdeckung eines möglichst großen Schergeschwindigkeitsbereichs.

Die Versuchsreihen wurden bei drei unterschiedlichen Massetemperaturen durchgeführt. Zusätzlich wurde mit dem bestehenden Elastomerspritzgießmaschinenrheometer ein Styrol-Butadien-Kautschuk charakterisiert. Während der Messungen wurden große Temperaturerhöhungen im Rechteckspalt detektiert. Für eine korrekte Auswertung ist die Durchführung einer Temperaturkorrektur notwendig. Hierfür sind zusätzliche Messungen von rheologischen und thermischen Stoffdaten erforderlich. Dazu wurde die Viskosität mit dem Hochdruckkapillarrheometer und dem Rubber Process Analyser bestimmt. Außerdem wurden die Wärmeleitfähigkeit, die spezifische Wärmekapazität und die Dichte gemessen. Eine Gegenüberstellung der Temperatur im Schneckenorraum mit der Temperatur am Anfang des Rheometerschlitzes zeigte, dass bereits beim Einspritzen große Temperaturerhöhungen generiert wurden. Dabei führten hohe Einspritzvolumenströme zu großen Temperaturerhöhungen.

Beide Elastomerspritzgießmaschinenrheometer lieferten übereinstimmende Viskositätswerte. Jedoch konnten die erwarteten Fließfähigkeitsunterschiede infolge der unterschiedlichen Messtemperaturen nicht nachgewiesen werden. Es traten vermutlich Wandgleiteneffekte auf. Bei der Gegenüberstellung der Viskositätskurven des Hochdruckkapillarrheometers und der Elastomerspritzgießmaschinenrheometer wurde der Einfluss der Materialvorgeschichte deutlich. Die Messungen mit den Elastomerspritzgießmaschinenrheometern führten im Vergleich mit dem Kapillarrheometer zu geringeren Viskositätsniveaus.

## **Abstract**

The quality of the material data measurement is of utmost importance for injection molding simulations as it is fundamental for reliable results. Elastomers consist of at least one rubber polymer, the curing system, reinforcing fillers, processing aids and antiaging agents. Due to its composition various effects occur, like the influence of the curing reaction or the influence of the filler network. Therefore, a process oriented measurement is required.

The aim of this master thesis was to determine the viscosity directly on the injection molding machine. For this purpose an existing and an injection molding machine rheometer which was newly developed by DESMA were used. Both machine rheometers were equipped with rectangular slit geometry. To ensure the full comparability of both rheometers they were tested with an ethylene-propylene-dien-termonomer-rubber. The goal was to cover medium to high shear rates.

A series of tests were carried out at three different temperatures. Additionally a styrol-butadiene-rubber was characterized with the existing injection molding machine rheometer. During the measurement an increase of temperature was detected in the slit. Therefore a temperature correction is necessary. This requires the measurement of additional rheological and thermal material data like the thermal conductivity, the specific heat capacity, the density and the viscosity determined with the capillary rheometer and the rubber process analyser. A comparison of the temperature in the injection unit with the initial slit temperature showed a huge increase during the injection process due to dissipation.

The viscosity values of both rheometers were comparable. But the expected difference of the viscosity levels due to different measurement temperatures could not be proved. A possible explanation is the occurrence of wall slippage effects. The comparison of the viscosity values measured with the capillary rheometer and the injection molding machine rheometer showed the influence of the material prehistory. The measurement with the injection molding machine rheometer led to a lower viscosity level compared to the capillary rheometer.

## Inhaltsverzeichnis

---

<b>1</b>	<b>EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG .....</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>STAND DER TECHNIK .....</b>	<b>2</b>
<b>3</b>	<b>THEORETISCHE GRUNDLAGEN.....</b>	<b>8</b>
3.1	MATERIAL .....	8
3.2	VERSTÄRKENDE FÜLLSTOFFE .....	8
3.3	VERNETZUNGSSYSTEME BEI KAUSCHUKMISCHUNGEN .....	10
3.4	GRUNDLEGENDE MESSVERFAHREN .....	12
3.4.1	<i>Rubber Process Analyser (RPA) .....</i>	<i>12</i>
3.4.2	<i>pvT Messung.....</i>	<i>16</i>
3.4.3	<i>Hochdruckkapillarrheometrie .....</i>	<i>17</i>
3.4.4	<i>Dynamische Wärmestrom Differenzkalorimetrie.....</i>	<i>27</i>
3.4.5	<i>Stationäre Wärmeleitfähigkeitsmessung .....</i>	<i>28</i>
3.5	SPRITZGIEßMASCHINENRHEOMETRIE.....	28
3.6	COX-MERZ-REGEL.....	33
<b>4</b>	<b>EXPERIMENTELLES.....</b>	<b>35</b>
4.1	VERWENDETE MATERIALIEN .....	35
4.2	VERWENDETE GERÄTE UND WERKZEUGE .....	37
4.3	MATERIALDATENMESSUNG .....	44
4.3.1	<i>Rubber Process Analyser.....</i>	<i>44</i>
4.3.2	<i>pvT Messung.....</i>	<i>49</i>
4.3.3	<i>Hochdruckkapillarrheometrie .....</i>	<i>50</i>
4.3.4	<i>Dynamische Wärmestrom Differenzkalorimetrie.....</i>	<i>51</i>
4.3.5	<i>Stationäre Wärmeleitfähigkeitsmessung .....</i>	<i>52</i>
4.4	SPRITZGIEßMASCHINENRHEOMETRIE.....	52
<b>5</b>	<b>ERGEBNISSE UND DISKUSSION .....</b>	<b>63</b>
5.1	GRUNDLEGENDE VERSUCHE.....	63
5.2	SPRITZGIEßMASCHINENRHEOMETRIE.....	77
5.2.1	<i>Versuche mit dem ESGMR des Lehrstuhles für Spritzgießen von Kunststoffen.....</i>	<i>77</i>
5.2.2	<i>Versuche mit dem DESMA ESGMR .....</i>	<i>91</i>
<b>6</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK.....</b>	<b>98</b>
<b>7</b>	<b>LITERATURVERZEICHNIS .....</b>	<b>100</b>
<b>8</b>	<b>ANHANG .....</b>	<b>103</b>
<b>9</b>	<b>ABBILDUNGSVERZEICHNIS .....</b>	<b>145</b>
<b>10</b>	<b>TABELLENVERZEICHNIS.....</b>	<b>150</b>

# 1 Einleitung und Zielsetzung

Wegen der einzigartigen Eigenschaftspalette sind Elastomere für eine Vielzahl von technischen Anwendungen unentbehrlich. Sie besitzen gute Dichteigenschaften, sind stoßunempfindlich, eignen sich gut für Kraftübertragung und haben exzellente Dämpfungseigenschaften. Als Anwendungsbeispiel wird die moderne Mobilität herausgegriffen. Im Automobilbereich kommen Elastomere bei den Reifen, bei Schläuchen, Dichtungen und Zahnriemen zum Einsatz.

Bei Elastomeren handelt es sich um Vielstoffsysteme, die neben Kautschuk, auch aktive Füllstoffe, ein Vernetzungssystem, Verarbeitungshilfen und Alterungsschutzmittel beinhalten. Manche Mischungen setzen sich aus bis zu 20 verschiedenen Inhaltsstoffen zusammen.

Die gängigsten Verfahren für die Herstellung von Formteilen sind das Pressen, das Transferpressen und das Spritzgießen. Für Großserien eignet sich das Spritzgießverfahren am besten. Da es sich bei Kautschuk um ein hochgefülltes, chemisch aktives System handelt, treten viele Störeinflüsse auf. Um dennoch eine konstante Bauteilqualität zu gewährleisten wird in der Industrie oft ein großes Prozessfenster gewählt und beibehalten. Auf zeitaufwendige Optimierungsarbeit wird verzichtet. Das bietet der Spritzgießsimulation und der virtuellen Prozessoptimierung ein breites Anwendungsfeld. Dafür ist die Messung von Stoffdaten notwendig. Mit der Entwicklung von immer leistungsstärkeren Simulationsalgorithmen nimmt auch die Bedeutung der Qualität der gemessenen Materialdaten zu. Dabei hat vor allem die Viskosität einen großen Einfluss auf die Ergebnisse. Das führte zur Entwicklung von Spritzgießmaschinenrheometern. Mit ihnen kann prozessnah die Viskosität bestimmt werden.

Diese Masterarbeit entstand im Rahmen des Projektes DESMA Online-Rheometrie am Lehrstuhl für Spritzgießen von Kunststoffen. Im Zuge des Projekts soll ein einfach anwendbares System zur Viskositätsmessung von Kautschukmischungen an einer Horizontalspritzgießmaschine entwickelt werden. Ziel der Masterarbeit ist es, das neue Rheometerwerkzeug in Betrieb zu nehmen und die Messwerte durch Referenzversuche am bestehenden Elastomerrheometerwerkzeug des Lehrstuhls und am Hochdruckkapillarrheometer zu validieren.

## 2 Stand der Technik

Die Wichtigkeit der prozessnahen Viskositätsdatenbestimmung lässt sich anhand der Fülle von vorangegangenen Arbeiten ersehen. Im folgenden Kapitel wird chronologisch gegliedert auf bereits konstruierte Rheometerwerkzeuge mit Rechteckschlitz eingegangen.

Krumböck erforschte 1984 im Rahmen seiner Dissertation das Fließverhalten von PVC-hart und HDPE an einer Spritzgießmaschine. Dabei kam ein Rechteckspaltwerkzeug mit einer Schlitzlänge von 100 mm, einer Schlitzbreite von 20 mm und einer variabel einstellbaren Schlitzhöhe (0,8 bis 3,3 mm) zum Einsatz. Die Temperaturmessung erfolgte durch vier Thermoelemente. Der Druckabfall im Werkzeug wurde durch vier Druckaufnehmer entlang des Messschlitzes bestimmt. Nach dem Durchströmen der Messstrecke fließt die Schmelze in einen Speicherzylinder und verdrängt dabei einen Kolben. Die Volumenstrommessung erfolgte induktiv über die Messung des Kolbenwegs. Das Werkzeug ist im Detail in Abbildung 1 gezeigt [20].

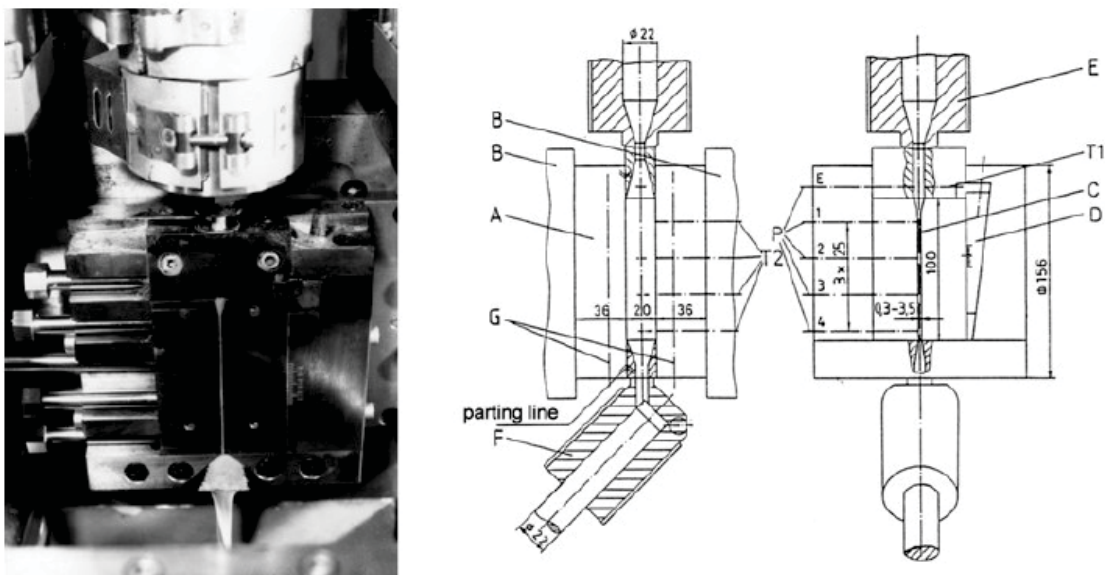


Abbildung 1: Geöffnetes in-line Spritzgießmaschinenrheometer (links) und Schnittdarstellung (rechts): A...Obere Werkzeugplatte, B...Werkzeugaufspannplatten, C...Rechteckschlitz, D...Keil, E...Spritzeinheit, F...Volumenstrommesszylinder, G...Temperierkanäle, T1 und T2...Temperaturmessung, P...Druckmessung [20].



## 2. Stand der Technik

---

Holzer entwickelte 1996 basierend auf den Erfahrungen mit dem Thermoplast-Messwerkzeug von Krumböck in seiner Dissertation das in Abbildung 2 gezeigte Werkzeug für die Messung von Kautschuk. Um eine einfache Druckmessung zu ermöglichen, wurde ebenfalls eine Rechteckkanalgeometrie gewählt. Dabei war der Spalt 36 mm breit und die Spaltlänge betrug 195 mm. Um unterschiedliche Schergeschwindigkeitsbereiche zu erreichen, konnte die Spalthöhe mit wechselbaren Einsätzen (2 mm und 6 mm) verstellt werden. Eine Besonderheit stellt dabei ein dem Rechteckspalt vorgeschaltetes Kalotten-Heiz-Scherteil zur Wärmeeinbringung und Homogenisierung des Kautschuks dar. Die Druckmessung entlang des Rechteckspalts erfolgte durch vier Druckaufnehmer. Die Temperaturentwicklung entlang des Messschlitzes wurde durch vier gegenüberliegende Thermoelemente erfasst. Der Volumenstrom wurde durch einen Messkolben bestimmt [17].

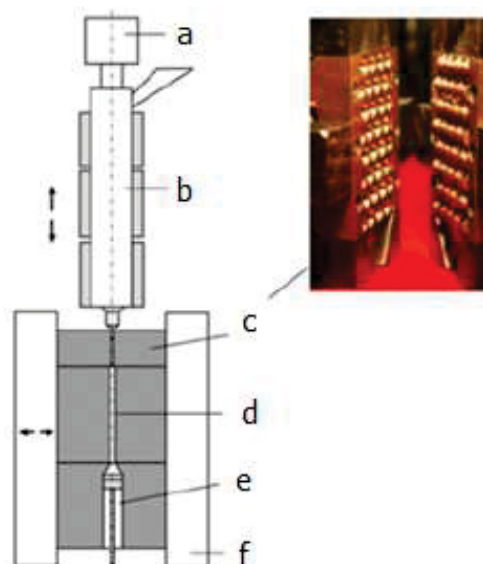


Abbildung 2: *Schnittdarstellung des in-line Kautschukspritzgießmaschinenrheometers: a...hydraulischer Antrieb, b...Spritzeinheit, c...Kalotten-Heiz/Scherteil, d...Messkanal, e...Volumenstrommesszylinder, f...Aufspannplatten [17].*

## 2. Stand der Technik

---

2007 wurde von Bariani, Salvador und Lucchetta das in Abbildung 3 beschriebene in-line Spritzgießmaschinenrheometer für Thermoplaste gebaut. Für die Messung der Fließeigenschaften kam eine Schlitzgeometrie mit rechteckigem Querschnitt zum Einsatz. Der darin entstehende Druckabfall wurde durch zwei Druckaufnehmer bestimmt. Die Messung der Schmelztemperatur erfolgte bei dieser Konstruktion nicht direkt. In ihrem Beitrag wurde nicht näher auf die Temperaturmessung eingegangen. Zur Ermittlung des Volumenstroms kam abermals die Verdrängungskolbenmethode zum Einsatz [6].

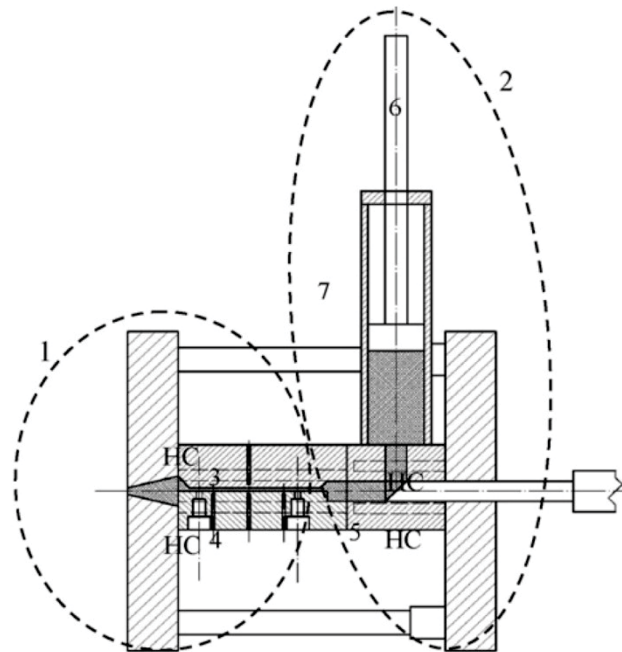


Abbildung 3: Schnittdarstellung des entwickelten Rheometerkonzepts: 1...Messsystem, 2...Volumenstrommessungseinheit, 3 und 4...Schlitzdüsenkomponenten, 5...Verbindungskanal, 6...Kolben 7 Zylinder, HC...Heizpatronen [6].

## 2. Stand der Technik

---

Friesenbichler et al. entwarfen 2009 ein Rheometerwerkzeug für Spritzgießmaschinen zur Viskositätsbestimmung von Thermoplasten. Der Aufbau ist aus Abbildung 4 ersichtlich. Die Neuerung dabei stellten austauschbare konische Schlitzdüsenensätze dar. Sie hatten eine Länge von 105,5 mm und eine Breite von 10 mm. Die Schlitzhöhe betrug je nach Einsatz 1 mm, 0,5 mm oder 0,35 mm. Die Druckmessung erfolgte entlang des Messschlitzes durch vier Druckaufnehmer. Die Temperatur im Messschlitz wurde durch zwei Infrarot-Wärmesensoren am Ein- und Austritt und durch zwei Wärmestromsensoren zur Wandtemperaturmessung bestimmt. Die Sensoren bestanden jeweils aus drei Thermoelementen, die in verschiedenen Distanzen zur Düsenwand angeordnet sind. Durch lineare Extrapolation wurde die Temperatur an der Düsenwand bestimmt. Der Volumenstrom wurde mithilfe eines Kolbenmesssystems ermittelt [13].

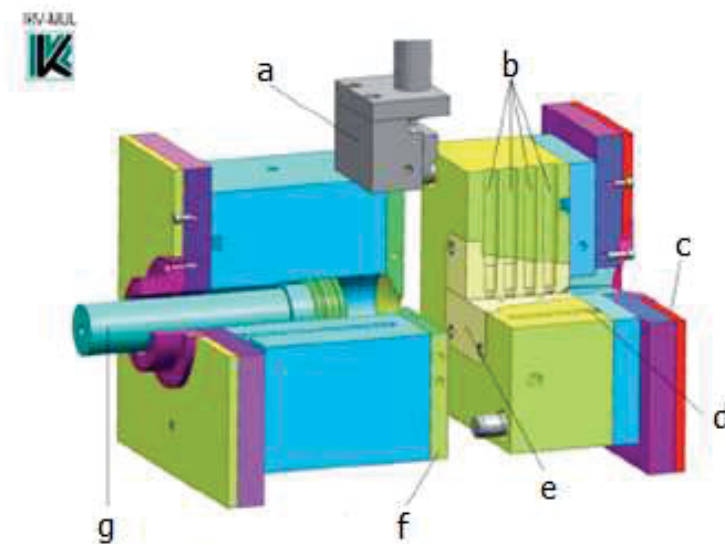
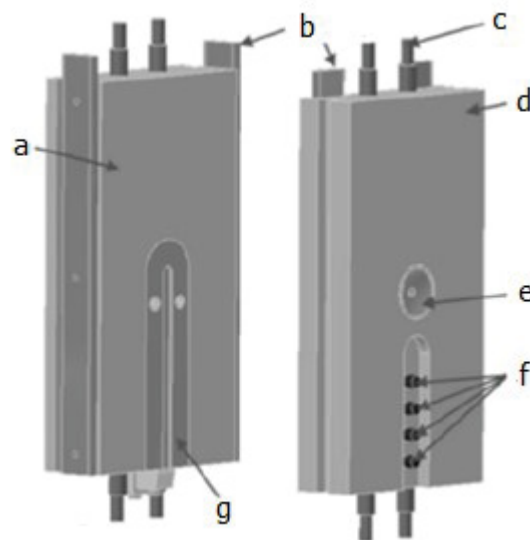


Abbildung 4: Rheologisches Spritzgießwerkzeug im Schnitt: a...Abstreifmesser, b...Druck- und Temperatursensoren, c...Wärmeisolierplatte, d...Heizpatronen, e...wechselbare konische Düsenensätze, f...wassergekühlte Abstreiferplatte g...Kolben zur Volumenstrommessung [13].

## 2. Stand der Technik

---

2011 wurde von Szücs und Belina das in Abbildung 5 dargestellte Rheometerwerkzeug für Spritzgießmaschinen entwickelt. Der rechteckige Messspalt lag in der Trennebene des Werkzeuges. Er wurde als schnell wechselbarer Einsatz gebaut, sodass verschiedene Spalthöhen realisiert werden konnten. Die Schmelze wurde beim Einspritzen in das Werkzeug um 90° umgelenkt. Generell wurde das Werkzeug für die Messung von Thermoplasten ausgelegt. Im Spalt erfolgte die Druckmessung über drei Drucksensoren. Ein zusätzlicher Messpunkt für den Druck und die Temperatur wurde über einen kombinierten Druck-Temperatursensor bestimmt. Der Volumenstrom ergab sich aus der Einspritzgeschwindigkeit [31].



*Abbildung 5: Darstellung der beiden Rheometerwerkzeughälften: a...schließseitige Werkzeughälfte, b...Heizbänder, c...Eingang Kühlkanal, d...spritzseitige Werkzeughälfte, e...Anspritzkanal, f...Druckaufnehmer und kombinierter Sensor, g...wechselbarer Schlitzdüsenersatz [31].*

## 2. Stand der Technik

---

Aho konstruierte für ihren Beitrag 2011 ein Schlitzdüsenrheometer für die Spritzgießmaschine zur Bestimmung der Fließeigenschaften von Polypropylen und Polystyrol. Um verschiedene Schergeschwindigkeitsbereiche zu erreichen, wurden unterschiedliche Einsätze konzipiert. Je nach Rheometereinsatz betrug die Schlitzhöhe 0,75 mm, 1 mm oder 1,5 mm. Der Schlitz war 15 mm breit. Der Druck wurde an zwei Stellen durch Membrandruckaufnehmer bestimmt. Die Temperaturmessung erfolgte über einen mittig positionierten Temperaturfühler. Der Volumenstrom wurde aus der Einspritzgeschwindigkeit der Spritzgießmaschine ermittelt. Der Messaufbau sowie der Düsenpalt sind aus Abbildung 6 ersichtlich [2].

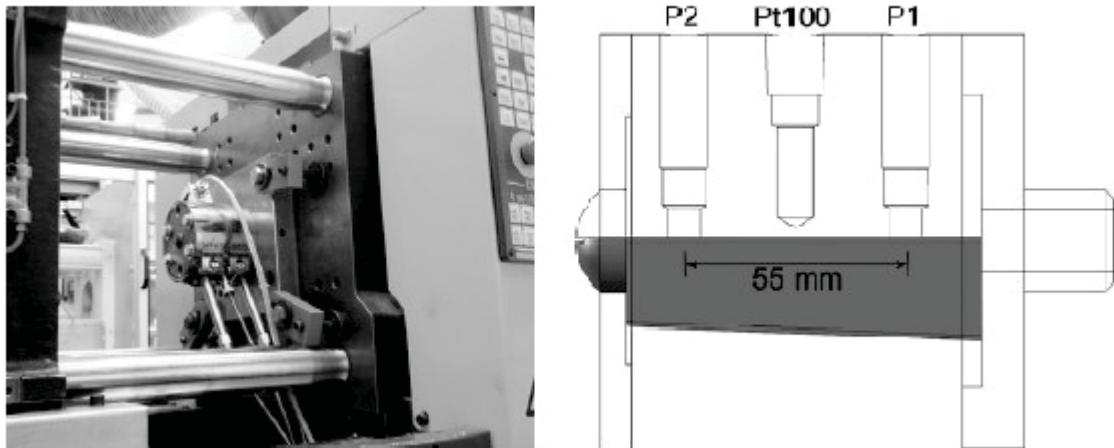


Abbildung 6: Spritzgießmaschinenrheometer montiert auf der Werkzeugplatte (links) Schlitzdüsenwechseleinsätze (rechts) [2].

## 3 Theoretische Grundlagen

### 3.1 Material

Bei Kautschukmischungen handelt es sich um Vielstoffgemische aus mindestens einem Kautschuk, Füllstoffen, Weichmachern, Verarbeitungshilfen und Alterungsschutzmitteln. Sie werden durch die Zugabe des Vernetzungssystems und der darauffolgenden Ausbildung von thermostabilen Netzwerken zu Elastomeren. Dabei bestimmt der verwendete Kautschuk die thermische Stabilität, die chemische Beständigkeit und die primären Alterungseigenschaften. Bei Füllstoffen wird generell zwischen verstärkenden aktiven Füllstoffen und inaktiven Füllstoffen unterschieden. Verstärkende Füllstoffe beeinflussen durch die Interaktion zwischen Kautschukmatrix und Füllstoff die mechanischen und dynamischen Eigenschaften des Elastomers positiv. Inaktive Füllstoffe werden meistens zum Verstrecken des Materials eingesetzt. Sie bewirken damit eine Preisreduktion. Weichmacher erhöhen die Mobilität der Polymerketten. Somit sinken die Glasübergangstemperatur und die Viskosität. Verarbeitungshilfen wirken als Gleitmittel zwischen den Polymerketten und verbessern die Verarbeitbarkeit. Alterungsschutzmittel dienen zur Verhinderung des Abbaus durch Oxidationsprozesse und Licht. Das Vernetzungssystem beeinflusst die Anzahl der Vernetzungsstellen. Diese sind für die Härte, den Weiterreißwiderstand, bleibende Verformung und die dynamischen Eigenschaften verantwortlich. Generell haben Elastomere zwischen 12 bis 15 Bestandteile [29].

### 3.2 Verstärkende Füllstoffe

Die Verstärkungswirkung von aktiven Füllstoffen kommt durch Kautschuk-Füllstoff-Wechselwirkungen zustande. Dabei sind drei Eigenschaften wesentlich: Die Kontaktfläche, die Oberflächenaktivität und die Füllstoffstruktur.

Die Kontaktfläche wird durch die Größe der Primärteilchen und den Füllgrad bestimmt [15]. Teilchen mit einer kleineren mittleren Teilchengröße als 100 nm werden in der Literatur als verstärkend bezeichnet. Semiaktive Füllstoffe haben eine Teilchengröße von bis zu 1000 nm. Größere Teilchengrößen fallen in die Kategorie inaktive Füllstoffe [21].

Die Oberflächenaktivität ist ein Maß für die Anbindung des Kautschuks an den Füllstoff. Es wird zwischen spezifischen und unspezifischen Wechselwirkungen unterschieden. Spezifische Wechselwirkungen sind Dipol-Dipol-Kräfte, Wasserstoffbrücken und chemische Bindungen. Durch sie wird die Kettenmobilität im Bereich der Füllstoffoberfläche beeinträchtigt.

### 3. Theoretische Grundlagen

---

Unspezifische Wechselwirkungen, wie Van der Waals-Kräfte, haben keinerlei spezifischen Einfluss auf die Beweglichkeit der Moleküle in diesem Bereich [29].

Die Füllstoffstruktur beschreibt die Morphologie der Füllstoffteilchen. Dabei wird zwischen Primärpartikel, Aggregaten und Agglomeraten unterschieden. Als Primärpartikel wird die kleinste Mikrostruktur bezeichnet. Je nach Füllstoff treten unterschiedliche Formen auf. Aggregate sind Zusammenlagerungen von Primärpartikeln. Sie sind die kleinsten im Kautschuk dispergierbaren Einheiten. Agglomerate bestehen aus Aggregaten die durch Van der Waals-Kräfte zusammengehalten werden. Sie werden als Sekundärstruktur bezeichnet und können im Mischprozess zerstört werden [29].

Die zwei am häufigsten eingesetzten Vertreter der aktiven Füllstoffe sind Ruße und Silikate. Ruße werden entweder durch thermische Spaltung oder durch thermisch-oxidative Spaltung hergestellt. Abhängig vom Herstellungsverfahren und von den Verfahrensparametern ergeben sich unterschiedliche Teilchengrößen und Strukturen [29]. Die Primärteilchen haben einen sphärischen Aufbau mit einem Teilchendurchmesser von 10 bis 90 nm. Sie bestehen aus graphitähnlichen Kristalliten die in konzentrischen Schichten angeordnet sind. Die Rußaggregate erreichen eine Größe von 100 bis 300 nm. Es kommen sphärische, elliptische, lineare und verzweigte Formen vor. Die Agglomerate bilden mit  $10^4$  bis  $10^6$  nm die größten Strukturen [21]. Ruße sind elektrisch leitend. Die Leitfähigkeit hängt vom Graphitisierungsgrad, den chemischen Gruppen an der Oberfläche und den auftretenden Verunreinigungen ab. Ihre Mikrostruktur lässt sich durch Temperaturbeaufschlagung unter Inertgasatmosphäre beeinflussen. Ruße werden nach ASTM Klassifizierung D 1765 eingeteilt. Sie besteht aus einem Großbuchstaben gefolgt von drei Ziffern. Der Buchstabe steht für die Art des Herstellungsverfahrens. Die erste Ziffer beschreibt den mittleren Primärpartikeldurchmesser. Die letzten beiden Ziffern beziehen sich auf die Rußstruktur. Nach dieser Klassifizierung nimmt die Verstärkungswirkung mit der Abnahme der ersten Ziffer und der Zunahme der beiden letzten Ziffern zu [29].

Silikate werden durch Pyrolyseverfahren oder durch Fällungsverfahren hergestellt. Die Primärpartikel sind annähernd kugelförmig mit einem mittleren Durchmesser von 2 bis 20 nm. Die Form der Aggregate hängt vom Herstellungsverfahren ab. Bei dem Pyrolyseverfahren bilden sich kettenförmige, stark verzweigte Strukturen aus. Hingegen haben mit dem Fällungsverfahren hergestellte Kieselsäuren einen cluster-förmigen porösen Aufbau mit innerer Struktur. Die Aggregatgröße beträgt 100 bis 150 nm. Durch Van der Waals-Kräfte und die Bildung von Wasserstoffbrückenbindungen entstehen  $10^3$  bis  $10^5$  nm große Agglomerate [21]. Diese sind wie die Rußagglomerate dispergierbar. Als funktionelle Gruppen haben Silikate sogenannte Silanolgruppen und Siloxangruppen an der Oberfläche.

### 3. Theoretische Grundlagen

---

Sie sind für den stark polaren Charakter verantwortlich und ermöglichen die Bildung von Wasserstoffbrückenbindungen. Dieser Fähigkeit verdanken Silikate ihre hygroskopischen Eigenschaften. Ein weiterer Effekt ist die im Vergleich zu Rußen leichtere Bildung von Füllstoffnetzwerken über Wasserstoffbrückenbindungen. Des Weiteren verzögern die Silanolgruppen durch ihre Reaktion mit Beschleunigern die Schwefelvernetzung. Oben genannte Effekte lassen sich durch Silanisierungsreaktionen reduzieren. Nach dem Vorbild der Ruße werden Silikate nach ASTM 2516 eingeteilt [29].

### 3.3 Vernetzungssysteme bei Kautschukmischungen

Die Vulkanisation mit Schwefel ist die älteste Art Kautschuk zu vernetzen. Sie hat in Verbindung mit Beschleunigersystemen noch immer die größte Bedeutung. Die Vernetzung mit Peroxiden stellt die zweitwichtigste Vulkanisationsart dar. Daneben existieren noch die Vernetzung mit reaktiven Harzen, die Vernetzung mit Chinondioxim-Verbindungen, sowie die Vernetzung mit Isocyanaten und die Strahlenvernetzung. Das erforderliche Vernetzungssystem wird vom Kautschuk und dem Verarbeitungsverfahren bestimmt und beeinflusst die Eigenschaften des Vulkanisats. Im Spritzguss wird meistens die Schwefelvulkanisation und die Vernetzung mit Peroxiden eingesetzt [29].

#### Vernetzung mit Schwefel

Für die Vernetzungsreaktion mit Schwefel müssen Doppelbindungen in der Haupt- oder Nebenkette vorhanden sein. Im modernen Prozess sind der Einsatz von Beschleunigern und Aktivatoren wichtig. Als Beschleuniger kommen organische Stickstoffverbindungen zum Einsatz. Zinkoxid und Stearinsäure werden üblicherweise als Aktivatoren verwendet. Die Reaktion wird außerdem maßgeblich durch die zugegebene Schwefelmenge beeinflusst. Damit lässt sich die Vernetzungsdichte einstellen. Sie hat einen wesentlichen Einfluss auf die Härte, die Reißfestigkeit und die dynamischen Eigenschaften sowie die bleibende Verformung des Elastomers. Üblicherweise wird bei der Vulkanisation Schwefel in elementarer Form verwendet. Dieser liegt in  $S_8$  Ringen vor. Mit der Ringöffnung kommt es in Kombination mit dem Aktivator und dem Beschleuniger zur Reaktion mit dem Kautschuk. Dabei entstehen zwischen den einzelnen Polymerketten des Elastomers, wie in Abbildung 7 gezeigt, Schwefelbrücken mit unterschiedlicher Länge. Das Schwefel zu Beschleuniger Verhältnis, die Reaktionszeit und die Temperatur bestimmen die Struktur der Schwefelbrücken.



### 3. Theoretische Grundlagen

---

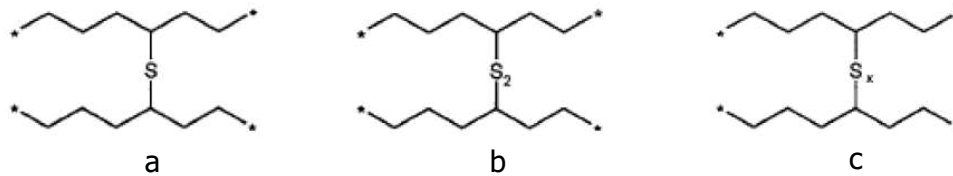


Abbildung 7: Schwefelbrücken zwischen Elastomerketten: a...monosulfidisch, b...disulfidisch, c...polysulfidisch [29].

In Abbildung 8 ist der schematische Ablauf der Vernetzungsreaktion dargestellt. Die Reaktion beginnt mit der Bildung eines aktiven Beschleuniger-Komplexes. Diese stellt den geschwindigkeitsbestimmenden Schritt der Reaktion dar und läuft langsam ab. Sie führt zu der für die Schwefelvernetzung typischen Verzögerungsphase zu Beginn der Reaktion. Der Komplex reagiert mit dem Schwefel und bildet einen Schwefelübertragungskomplex. Dieser überträgt den Schwefel an die Elastomerkette. Nun kann diese mit anderen Ketten vernetzen. Dabei steht die Vernetzungsreaktion im Wettbewerb mit Desulfurierung und Kettenabbau. Es finden auch Umlagerungen statt [29].

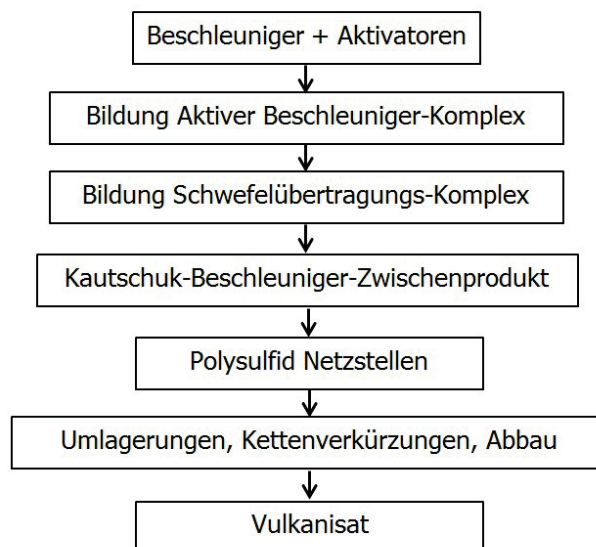


Abbildung 8: Ablauf der Vernetzungsreaktion nach [25].

### 3. Theoretische Grundlagen

---

#### Vernetzung mit Peroxiden

Bei der Peroxidvernetzung handelt es sich um das zweitbedeutendste Vulkanisationsverfahren. Es lassen sich auch Kautschuke mit gesättigter Hauptkette vernetzen. Allerdings gestaltet sich das Handling der Mischung schwieriger, da sie aufgrund der verwendeten Peroxide nicht in Kontakt mit der Umgebungsluft kommen sollte. In Abbildung 9 ist der schematische Ablauf der Vernetzungsreaktion dargestellt. Zuerst zerfällt das Peroxid. Es bilden sich freie Radikale. Dabei handelt es sich um den geschwindigkeitsbestimmenden Reaktionsschritt. Danach kommt es zur Radikalübertragung auf die Elastomerketten. Diese findet entweder durch Addition oder durch Abstraktion eines Wasserstoffatoms statt. Nun kommt es zur Bildung von Netzstellen. Die Abbruchreaktion erfolgt entweder durch Kettenspaltung, durch Radikalkombination, durch Seitenkettenbildung oder durch Zyklisierung. Sie steht in Konkurrenz zu der Vernetzungsreaktion [29].

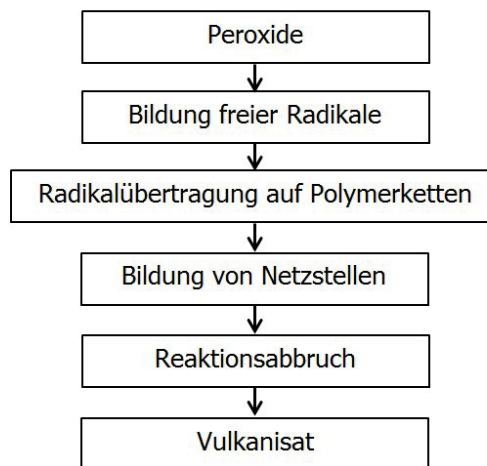


Abbildung 9: Ablauf der Vernetzungsreaktion mit Peroxiden nach [29].

## 3.4 Grundlegende Messverfahren

### 3.4.1 Rubber Process Analyser (RPA)

Ein rotorloses Rotationsschub-Vulkameter dient zur Bestimmung von Vernetzungskurven von Elastomeren. Außerdem können bei modernen Geräten auch die Fließeigenschaften bestimmt werden. In Abbildung 10 ist die geschlossene bikonisch genutete Prüfkammer dargestellt.

### 3. Theoretische Grundlagen

---

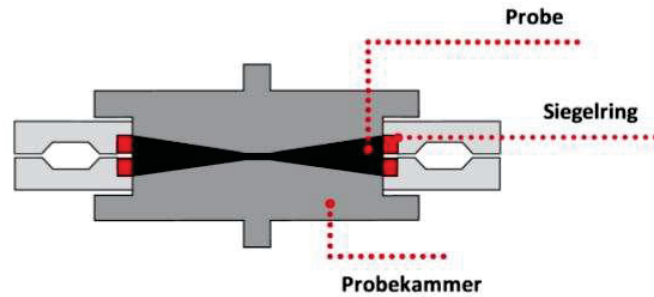


Abbildung 10: Genutete bikonische Prüfkammer des RPA [3].

#### Messung der Vernetzungskurve

Die Norm DIN 53529-3 beschreibt die Messung des zeitlichen Verlaufs der Vernetzung. Die genaue Kenntnis des Vernetzungsverhaltens ist für das Spritzgießen essentiell, da Elastomere nur im unvernetzten Zustand verarbeitbar sind. Das Messprinzip beruht auf der Proportionalität zwischen dem Schubmodul und der Vernetzungsdichte bei kleinen Verformungen. Während der Messung wird bei konstanter Temperatur eine periodische Verformung aufgebracht und die zeitliche Veränderung der Schubkraft gemessen. Eine typische auf diese Weise ermittelte Vernetzungsisotherme ist in Abbildung 11 dargestellt. Am Anfang fällt die Schubkraft ab, da Füllstoffnetzwerke aufgebrochen werden. Die Kurve erreicht ihr Minimum. Mit Ablauf der Inkubationszeit steigt die Kurve durch die Bildung von Netzstellen wieder an. Die Dauer der Inkubationszeit wird bei der Schwefelvernetzung durch die Bildung des aktiven Beschleunigerkomplexes bestimmt. Bei der Vernetzung mit Peroxiden werden während der Inkubationszeit Radikalfänger verbraucht. Dann steigt die Kurve mit fortschreitender Zeit weiter an bis sie ein Plateau erreicht. Es können je nach Kautschuk, Vernetzungssystem und Füllstoffen drei Effekte auftreten. Die erste Möglichkeit ist, dass die Kurve konstant auf ihrem Plateau bleibt. Die Anzahl der Vernetzungsstellen bleibt konstant. Die zweite Möglichkeit ist ein Kurvenabfall. Er wird Reversion genannt und kommt durch Umlagerungen und Abbauprozesse zustande. Es wird dabei kein konstanter Endwert erreicht. Die Kurve ist durch das Auftreten eines mehr oder weniger breiten Maximums charakterisiert. Die letzte Möglichkeit ist ein weiterer Anstieg der Kurve. Er wird marching modulus genannt und wird durch die Bildung weiterer Netzstellen nach der eigentlichen Vernetzungsphase ausgelöst [3,10,29].

### 3. Theoretische Grundlagen

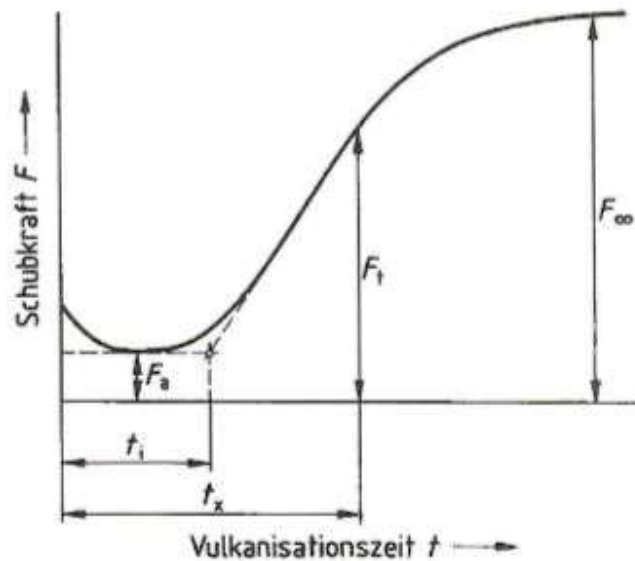


Abbildung 11: Zeitlicher Verlauf einer Vernetzungsreaktion von Kautschuk gemessen am Vulkameter [29].

- $F_a$  ..... Minimalkraft (N)
- $F_\infty$  ..... Maximalkraft (N)
- $F_t$  ..... Schubkraft zum Zeitpunkt  $t_x$  (N)
- $t_i$  ..... Inkubationszeit (s)
- $t_x$  ..... Umsatzzeit (s)

Der zeitliche Verlauf der Vernetzungsreaktion lässt sich in die Inkubationsphase und die Vernetzungsphase einteilen.

#### Inkubationsphase

Die mathematische Beschreibung dieses Reaktionsabschnitts erfolgt mit dem in Gleichung (1) dargestellten Scorch – Index.

$$S = \int_t \frac{dt}{t_i(T)} \quad (1)$$

- $S$  ..... Scorch Index (/)
- $t_i$  ..... Inkubationszeit (s)

Der Index kann Werte zwischen 0 und 1 annehmen und beschreibt den zeitlichen Verlauf der Inkubationszeit. Ein Wert von 1 bedeutet, dass die Inkubationszeit abgeschlossen ist und die Vernetzungsphase beginnt.

### 3. Theoretische Grundlagen

---

#### Vernetzungsphase

Die Vernetzungsphase wird durch den Vernetzungsgrad beschrieben. Er ist nach Gleichung (2) als das Verhältnis aus Netzstellenkonzentration zu einer bestimmten Zeit, zu der Konzentration der Netzstellen im Unendlichen definiert [29].

$$X = \frac{c_t}{c_\infty} = \frac{F_t - F_a}{F_\infty - F_a} \quad (2)$$

X.....Vernetzungsgrad (/)

$c_t$ .....Konzentration der Netzstellen zu einer bestimmten Zeit (mol l<sup>-1</sup>)

$c_\infty$ .....Konzentration der Netzstellen im Unendlichen (mol l<sup>-1</sup>)

#### Messung der Viskosität

Bei der Messung des Fließverhaltens mit dem RPA nach ASTM D6204-15 wird durch Oszillation des unteren Teils der Prüfkammer eine sinusförmige Deformation in die Probe eingebracht. Gleichung (3) beschreibt die zugehörige Sinusfunktion.

$$\gamma(t) = \gamma_0 \sin(\omega t) \quad (3)$$

$\gamma$ .....Deformation (%)

$\gamma_0$ .....Deformationsamplitude (%)

$\omega$ .....Kreisfrequenz (s<sup>-1</sup>)

Daraus ergibt sich, wie in Gleichung (4) gezeigt, durch Ableiten die Schergeschwindigkeit.

$$\dot{\gamma}(t) = \omega \gamma_0 \cos(\omega t) \quad (4)$$

$\dot{\gamma}$ .....Scherrate (s<sup>-1</sup>)

Nun wird das durch die Probe auf den oberen Teil der Prüfkammer übertragene Drehmoment gemessen. Es wird zwischen dem elastischem Drehmoment  $S'$  und dem viskosen Drehmoment  $S''$  unterschieden.  $S'$  schwingt in Phase mit der Deformation,  $S''$  hingegen ist um 90° phasenverschoben. Der Speichermodul  $G'$  und der Verlustmodul  $G''$  können daraus nach den Gleichungen (5) und (6) ermittelt werden.

$$G' = \frac{S'}{\gamma} k \quad (5)$$

$G'$ .....Speichermodul (N m<sup>-2</sup>)

$S'$ .....elastisches Drehmoment (N m)

k.....Geometriefaktor der Prüfkammer des RPA

### 3. Theoretische Grundlagen

---

$$G'' = \frac{S''}{\gamma} k \quad (6)$$

$G''$  .....Verlustmodul ( $N\ m^{-2}$ )

$S''$  .....viskoses Drehmoment ( $N\ m$ )

Sowohl die Drehmomente, als auch die Module können mithilfe von Gleichung (7) dazu benutzt werden, den Verlustfaktor  $\delta$  zu bestimmen.

$$\tan\delta = \frac{S''}{S'} = \frac{G''}{G'} \quad (7)$$

Nach Gleichung (8) kann die reale Viskosität errechnet werden.

$$\eta' = \frac{G''}{\omega} \quad (8)$$

Mit Gleichung (9) lässt sich die imaginäre Viskosität ermitteln

$$\eta'' = \frac{G'}{\omega} \quad (9)$$

Als Kombination daraus ergibt sich nach Gleichung (10) die komplexe Viskosität [3,5].

$$\eta^* = \sqrt{\eta'^2 + \eta''^2} \quad (10)$$

#### 3.4.2 pvT Messung

pvT-Geräte werden zur Messung des spezifischen Volumens in Abhängigkeit des Drucks und der Temperatur benutzt. Der Aufbau ist in Abbildung 12 dargestellt. Das pvT-Verhalten wurde nach ISO 17744 gemessen. Dafür wird die Kunststoffprobe in einen auf der Unterseite verschlossenen beheizbaren Zylinder zwischen zwei Dichtungen eingebracht. Über die Oberseite erfolgt die Druckbeaufschlagung. Dabei wird die Wegänderung in Abhängigkeit von Temperatur und Druck bestimmt. Aus ihr kann mit Gleichung (11) das spezifische Volumen errechnet werden [11].

$$\Delta v(p, T) = \frac{\Delta l \pi r^2}{m} \quad (11)$$

$\Delta v$  .....Änderung spezifisches Volumen ( $m^3\ kg^{-1}$ )

$\Delta l$  .....Längenänderung (m)

$r$  .....Zylinderradius (m)

$m$  .....Probenmasse (kg)

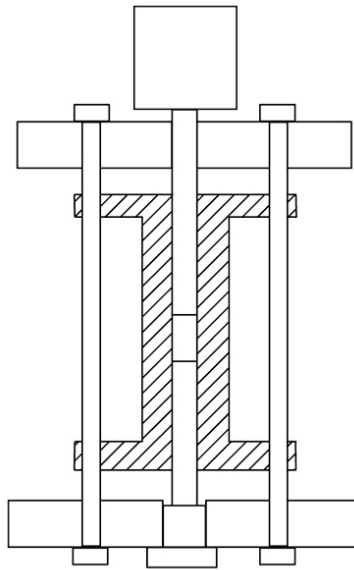


Abbildung 12: Schematischer Aufbau der pvT-Messzelle nach [11].

#### 3.4.3 Hochdruckkapillarrheometrie

##### Messung der Scherviskosität

Laut ISO 11443 werden Hochdruckkapillarrheometer zur Bestimmung der rheologischen Eigenschaften von Polymeren benutzt. Dazu wird der zu untersuchende Kunststoff unter definierten Bedingungen durch eine Kapillare gedrückt. Dadurch stellt sich eine Druckströmung ein. Nun wird der Druckabfall über die Düsenlänge bestimmt. Aus dieser Information lassen sich die rheologischen Daten errechnen. Es kommen wie in Abbildung 13 ersichtlich sowohl runde als auch schlitzförmige Kapillargeometrien zum Einsatz. Da ausschließlich Messungen mit runder Kapillargeometrie durchgeführt wurden, wird auf diese näher eingegangen [19].

### 3. Theoretische Grundlagen

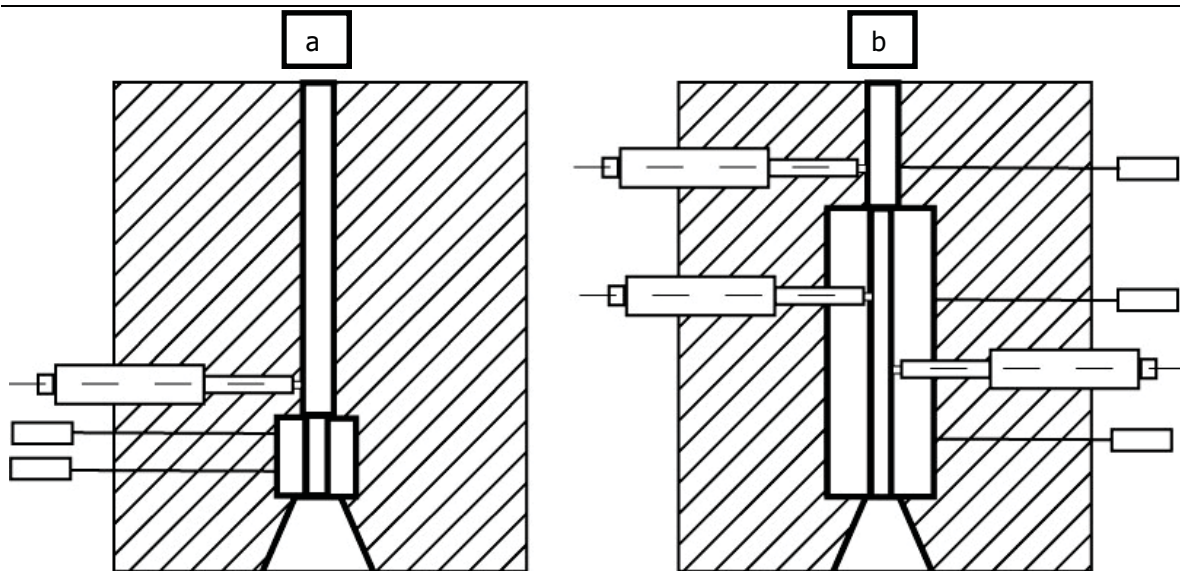


Abbildung 13: Schematische Darstellung HKR mit (a) Runddüse und (b) Schlitzdüse nach [23].

#### Runddüse

Bei der Messung kann der Druck wegen der Größe der Druckaufnehmer nicht direkt in der dünnen Messkapillare bestimmt werden. Deshalb wird er vor der Düse bestimmt. Dabei bleiben die Einlaufdruckverluste unberücksichtigt. Diese müssen im Nachhinein mittels der Bagley Korrektur ermittelt werden. Dazu werden bei konstanter Schergeschwindigkeit verschiedene L/D Verhältnisse gemessen und über den Extrusionsdruck aufgetragen. Nun wird zu einem L/D Verhältnis von 0 extrapoliert. Dort wird der Druck bestimmt, der den Einlaufdruckverlust darstellt. Die wahre Wandschubspannung wird daraus nach Gleichung (12) bestimmt.

$$\tau_w = \frac{p - p_0}{L} \frac{R}{2} \quad (12)$$

$\tau_w$ .....wahre Wandschubspannung (N m<sup>-2</sup>)

$p$ .....gemessener Druck (N m<sup>-2</sup>)

$p_0$ .....Einlaufdruckverlust (N m<sup>-2</sup>)

$R$ .....Düsenradius (m)

$L$ .....Düsenlänge (m)

Mit Gleichung (13) wird aus dem Volumenstrom und der Geometrie die scheinbare Schergeschwindigkeit bestimmt.



### 3. Theoretische Grundlagen

---

$$\dot{\gamma}_s = \frac{4 \dot{V}}{\pi \left(\frac{D_d}{2}\right)^3} \quad (13)$$

$\dot{\gamma}_s$ .....scheinbare Schergeschwindigkeit ( $s^{-1}$ )

$\dot{V}$ .....Volumenstrom ( $m^3 s^{-1}$ )

$D_d$ .....Düsendurchmesser (m)

Um die wahre Schergeschwindigkeit zu erhalten, wird nach Gleichung (14) die Weissenberg-Rabinowitsch-Korrektur für die Runddüse durchgeführt.

$$\dot{\gamma}_w = \frac{\dot{\gamma}_s}{4} (3 + s) \quad (14)$$

Um  $s$  zu erhalten, muss eine Fließkurve mit doppeltlogarithmischer Auftragung gezeichnet werden. Dazu werden auf der Ordinate die scheinbare Schergeschwindigkeit und auf der Abszisse die wahre Wandschubspannung aufgetragen.  $s$  entspricht der Steigung in dem betrachteten Punkt. Alternativ kann, wie in Gleichung (15) ersichtlich, auch die erste Ableitung der Fließkurve, sofern sie als stetig differenzierbare Approximationsfunktion vorliegt, zur Bestimmung von  $s$  gebildet werden.

$$s = \frac{d(\lg \dot{\gamma}_s)}{d(\lg \tau_w)} \quad (15)$$

Nun kann laut Gleichung (16) die wahre Viskosität  $\eta_w$  ermittelt werden [27].

$$\eta_w = \frac{\tau_w}{\dot{\gamma}_w} \quad (16)$$

#### **Korrektur der Dissipationserwärmung nach Perko**

Bei Kautschuk tritt während der Rheometermessung infolge von Dissipation eine große Temperaturerhöhung auf. Um die Versuche dennoch auswerten zu können, ist eine Temperaturkorrektur notwendig. Dabei werden die ermittelten Messpunkte von der im Rheometerspalt herrschenden Temperatur auf die ursprüngliche Massetemperatur zurückgeführt. Um die Temperatur zu korrigieren, müssen zunächst die thermischen Verhältnisse im Düsenbereich analysiert werden. Vor der Düse wird von isothermen Bedingungen ausgegangen. Das wird dadurch gewährleistet, dass das Material ausreichend lange im Messzylinder temperiert wird. Es wird angenommen, dass im Einlaufbereich adiabate Verhältnisse auftreten, da das Material in der sich durch die Querschnittsänderung

### 3. Theoretische Grundlagen

---

einstellenden Einlaufströmung kaum Kontakt mit der Zylinderwand hat. Die Temperaturerhöhung berechnet sich direkt aus dem Einlaufdruckverlust nach Gleichung (17).

$$\Delta T_E = \frac{p_0}{\rho c_p} \quad (17)$$

$\Delta T_E$ .....Temperaturerhöhung im Einlaufbereich (°C)

$\rho$ .....Dichte (kg m<sup>-3</sup>)

$c_p$ .....spezifische Wärmekapazität

In der Kapillare wird ebenfalls von adiabaten Verhältnissen ausgegangen. Diese Annahme gilt allerdings nicht für niedrige Volumenströme. Eine weitere Vereinfachung stellt die Annahme eines linearen Temperaturzuwachses entlang der Kapillare dar. Außerdem werden die Auslaufdruckverluste vernachlässigt. Die mittlere Massetemperatur in der Kapillare ergibt sich somit nach Gleichung (18) [28].

$$\bar{T}_{\text{Masse}} = T_z + \Delta T_E + \frac{(p - p_0)}{2 \rho c_p} \quad (18)$$

$\bar{T}_{\text{Masse}}$  .....mittlere Massetemperatur in der Kapillare (°C)

$T_z$ .....eingestellte Zylindertemperatur (°C)

Bei der Korrektur der Messwerte mit der kalkulierten Kapillartemperatur wird gleich wie bei der Spritzgießmaschinenrheometrie (Kap. 3.5) vorgegangen. Dazu werden die scheinbaren Messdaten nach Arrhenius auf die eingestellte Zylindertemperatur verschoben. Um die wahren Werte zu bestimmen wird abschließend noch die Weissenberg-Rabinowitsch-Korrektur durchgeführt.

#### **Bestimmung der Dehnviskosität**

Eine praxisnahe Möglichkeit die Dehnviskosität zu bestimmen bietet das HKR. Durch den Einsatz von analytischen Modellen kann ein Zusammenhang zwischen dem Einlaufdruckverlust und der Dehnviskosität hergestellt werden. Dabei wird je nach eingesetzter Düsengeometrie die planare oder uniaxiale Dehnviskosität bestimmt.

#### **Die Dehnviskositätsermittlung nach Binding**

Abbildung 14 zeigt die Einlaufströmung in eine Kapillare nach Binding. Er geht von einem trichterförmigen Strömungsprofil aus. Laut Binding spielen elastische Effekte beim Düseninlauf eine untergeordnete Rolle, was für Kautschukmischungen sicher unzutreffend ist. Der größte Teil der Energie wird dabei durch viskose Scherung und Dehnung verbraucht.

### 3. Theoretische Grundlagen

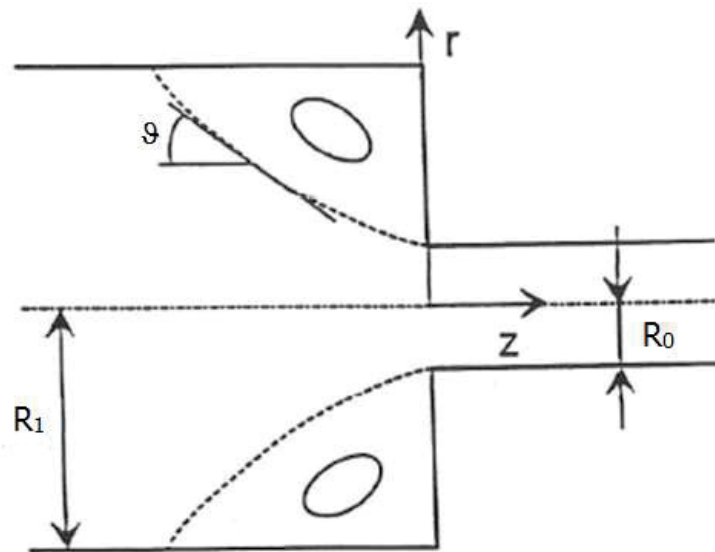


Abbildung 14: Kapillareinlaufströmung nach Binding und Walters samt ECKEINLAUFWIRBEL:  
 $R_1$ ...Zylinderradius,  $R_0$ ...Kapillarradius,  $\vartheta$ ...Einlaufkegelwinkel [26].

Die Schubspannung infolge Scherung ergibt sich nach Gleichung (19).

$$\tau_{rz} = \eta_s \left( \dot{\gamma} \right) \dot{\gamma} \quad (19)$$

$\tau_{rz}$ .....Schubspannung in der r-Ebene in z Richtung ( $\text{N m}^{-2}$ )

$\eta_s$ .....Scherviskosität ( $\text{Pa s}$ )

$\dot{\gamma}$ .....Schergeschwindigkeit ( $\text{s}^{-1}$ )

Für die erste Normalspannungsdifferenz setzt Binding die in Gleichung (20) gezeigte Beziehung.

$$\tau_{zz} - \tau_{rr} = \eta_E \left( \dot{\varepsilon} \right) \dot{\varepsilon} \quad (20)$$

$\tau_{zz}, \tau_{rr}$  .....Normalspannung in Koordinatenrichtung ( $\text{N m}^{-2}$ )

$\eta_E$ .....Dehnaviskosität ( $\text{Pa s}$ )

$\dot{\varepsilon}$ .....Dehngeschwindigkeit ( $\text{s}^{-1}$ )

Zur Beschreibung des Stoffverhaltens bei Scherung kommt das in Gleichung (21) beschriebene Potenzgesetz zur Anwendung.

$$\eta_s = k \dot{\gamma}^{n-1} \quad (21)$$

$k$ .....Potenzansatzparameter für Scherung ( $\text{Pa s}^n$ )

$n$ .....Fließexponent für Scherung (/)

### 3. Theoretische Grundlagen

Auch bei Dehnung wird die Gültigkeit des Potenzgesetzes in der in Gleichung (22) gezeigten Form vorausgesetzt.

$$\eta_E = \ell \dot{\gamma}^{t+1} \quad (22)$$

$\ell$ .....Potenzansatzparameter für Dehnung (Pa s<sup>n</sup>)

$t$ .....Fließexponent für Dehnung (/)

Aus der Impulsgleichung ergibt sich die in Gleichung (23) beschriebene axiale Geschwindigkeitskomponente. Es wird dabei von einem laminaren Strömungsprofil mit Wandhaften an der Trichterwand ausgegangen.

$$v_z = \frac{(3n+1)\dot{V}}{(n+1)\pi R^2} \left[ 1 - \left( \frac{r}{R} \right)^{\frac{1+n}{n}} \right] \quad (23)$$

$\dot{V}$ .....Volumenstrom (m<sup>3</sup> s<sup>-1</sup>)

$R$ .....aktueller Außenradius des Einlaufkegels (m)

Durch Aufstellen einer Energiebilanz errechnet sich der in Gleichung (24) gezeigte Einlaufdruckverlust. Bei der Energiebilanz wird von der Annahme ausgegangen, dass sich nur Strömungen einstellen, die den geringsten Energieinhalt besitzen.

$$p_0 = \frac{2k(1+t)^2}{3t^2(1+n)^2} \left[ \frac{\ell t(1+3n) n^t I_{nt}}{k} \right]^{\frac{1}{1+t}} \cdot \frac{t(n+1)}{\gamma^{1+t}} \left( 1 - \alpha^{\frac{3t(n+1)}{1+t}} \right) \quad (24)$$

$p_0$ .....Einlaufdruckverlust (N m<sup>-2</sup>)

$I_{nt}$ .....Integral aus Gleichung (27)

$\alpha$ .....Radienverhältniss des Einlaufzylinders (/)

Für die Berechnung des Einlaufdruckverlusts wird das in Gleichung (25) gezeigte Radienverhältnis benötigt.

$$\alpha = \frac{R_0}{R_1} \quad (25)$$

$R_0$ .....Kapillarradius (m)

$R_1$ .....Aussenradius des Einlaufzylinders (m)

Außerdem muss die Wandschergeschwindigkeit in Gleichung (24) eingesetzt werden. Diese ergibt sich nach Gleichung (26) als Schergeschwindigkeit an der Trichteroberfläche am Beginn der Kapillare.

$$\dot{\gamma} = \dot{\gamma}_w = \frac{(3n+1)\dot{V}}{n\pi R_0^3} \quad (26)$$

$\dot{\gamma}_w$ ..... Wandschergeschwindigkeit (s<sup>-1</sup>)

### 3. Theoretische Grundlagen

Des Weiteren wird für die Berechnung des Einlaufdruckverlusts das in Gleichung (27) gezeigte Integral benötigt.

$$I_{nt} = \int_0^1 \left\{ \text{abs} \left[ 2 - \left( \frac{3n+1}{n} \right) \delta^{\frac{1+n}{n}} \right] \right\}^{\frac{1}{n}} \delta d\delta \quad (27)$$

$\delta$ .....mathematische Laufvariable (/)

Durch Umformung und Logarithmierung von Gleichung (24) ergibt sich Gleichung (28).

$$\log(p_0) = \log(\text{const}) + s \log\left(\dot{\gamma}_w\right) \quad (28)$$

$s$ .....Steigung (/)

Dabei wird die Steigung durch Gleichung (29) beschrieben.

$$s = \frac{t(n+1)}{1+t} \quad (29)$$

Nun werden der Einlaufdruckverlust und die Schergeschwindigkeit doppeltlogarithmisch aufgetragen. Aus der Steigung der entstehenden Geraden ergibt sich  $s$ . Daraus lässt sich bei Kenntnis des Fließexponenten für Scherung  $n$  nach Gleichung (29) der Fließexponent für Dehnung  $t$  berechnen. Der Parameter  $l$  ergibt sich aus Gleichung (24). Nun kann die Dehnviskosität nach Gleichung (22) bestimmt werden. Dabei wird allerdings die Dehnungsabhängigkeit der Dehnviskosität vernachlässigt. Darunter wird ein Ansteigen der Dehnviskosität mit zunehmender Dehnung verstanden [8,26,34].

Nach Binding ergibt sich die Dehngeschwindigkeit nach Gleichung (30) [33].

$$\dot{\varepsilon} = \frac{3n+1}{n+1} \frac{2\dot{V}}{\pi R^3} \frac{dR}{dz} \quad (30)$$

Für den Quotienten gilt Gleichung (31).

$$\left(\frac{dR}{dz}\right)^{\frac{1}{n}} = \frac{k(n+1)^{\frac{1}{n}}}{l t (3n+1) n^{\frac{1}{n}} I_{nt}} \left(n \dot{\gamma}_w\right)^{\frac{1}{n}-t} \quad (31)$$

#### Die Dehnviskositätsermittlung nach Cogswell

Cogswell betrachtet die Strömungsverhältnisse in einer konischen Düse. Die Düse wird dabei, wie in Abbildung 15 dargestellt, gedanklich in  $i$  Kegelstümpfe zerteilt. Durch das Aufstellen einer Kräftebilanz und den Einsatz trigonometrischer Funktionen kann in jedem dieser Elemente der Druckverlust ( $p_1, p_2, \dots$ ) durch Scherung und der Druckabfall infolge Dehnung berechnet werden.

### 3. Theoretische Grundlagen

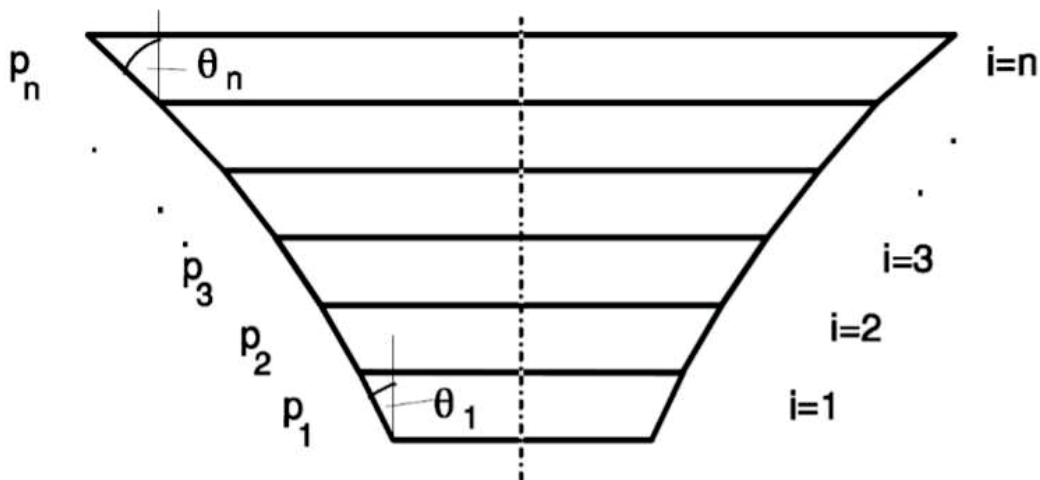


Abbildung 15: Unterteilung der konischen Düse in Kegelstümpfe nach Cogswell [26].

Zur Ermittlung des Druckabfalls infolge Scherung wird die Gültigkeit des Potenzansatzes vorausgesetzt. Beide Druckverluste hängen von den Öffnungswinkeln der jeweiligen Kegelstümpfe ab. Diese ergeben sich nach Cogswell daraus, dass sich nur Strömungen in den Teilelementen ausbilden, die den geringsten Druckverbrauch zur Folge haben. Damit können die Druckabfälle in jedem Element berechnet werden. Durch Addition aller Druckbeiträge mit anschließender Grenzwertbildung ergibt sich nach Gleichung (32) der Gesamtdruckabfall.

$$p_0 = \frac{4\sqrt{2}}{3(n+1)} \dot{\gamma}_s \sqrt{\eta_s + \eta_D} \quad (32)$$

$p_0$ .....Einlaufdruckverlust (Pa)

$n$ .....Fließindex des Potenzansatzes (/)

$\dot{\gamma}_s$ .....scheinbare Schergeschwindigkeit ( $s^{-1}$ )

$\eta_s$ .....Scherviskosität (Pa s)

$\eta_D$ .....Dehnviskosität (Pa s)

Durch Umstellen ergibt sich, wie in Gleichung (33) gezeigt, die Dehnviskosität für den gesamten Einlaufbereich. Es wird abermals die Dehnungsabhängigkeit der Dehnviskosität vernachlässigt.

$$\eta_D = \frac{9}{32} \frac{(n+1)^2 p_0^2}{\dot{\gamma}_s^2 \eta_s} \quad (33)$$

### 3. Theoretische Grundlagen

---

Des Weiteren lässt sich die mittlere Dehngeschwindigkeit im Düseneinlauf berechnen. Dazu wird die mittlere Dehnspannung im ersten Element der Düse ermittelt. Nun wird diese nach Gleichung (34) in Beziehung mit der vorher ermittelten Dehnviskosität gesetzt [9,26,34].

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\bar{\sigma}_D}{\eta_D} = \frac{4 \gamma_s^2 \eta_s}{3(n+1)p_0} \quad (34)$$

$\dot{\varepsilon}$ .....mittlere Dehngeschwindigkeit (s<sup>-1</sup>)

$\bar{\sigma}_D$ .....mittlere Dehnspannung (Pa)

#### Verbesserter Cogswell-Ansatz nach Obendrauf

Cogswell führte als einer der ersten grundlegende Untersuchungen zu Dehnströmungen im Düseneinlauf durch. Dabei war er allerdings auf grobe Vereinfachungen angewiesen. So wurde das Potenzgesetz verwendet, um das Stoffverhalten zu beschreiben. Außerdem wurde von einer konstanten Dehnviskosität im gesamten Einlaufbereich ausgegangen.

Bei Obendrauf wird der Einlaufbereich der Düse analog zu Cogswell in die in Abbildung 15 gezeigten Kegelstümpfe zerteilt. Nun verwendet er zur besseren Beschreibung des Stoffverhaltens den in Gleichung (35) gezeigten Carreau-Ansatz, um den durch Scherung verursachten Druckabfall zu bestimmen.

$$\eta = \frac{A}{\left(1 + B \dot{\gamma}\right)^C} \quad (35)$$

A, B, C..... Parameter des Carreau - Ansatzes

Kombiniert mit dem Druckabfall für Dehnung, ergibt sich der vom Einlaufwinkel abhängige Gesamtdruckabfall für das jeweilige Element. Hierbei berechnet sich der Einlaufwinkel analog zu Cogswell. Allerdings resultiert nach der Summation der Druckabfälle der einzelnen Elemente, gezeigt in Gleichung (36), kein einfacher analytischer Ausdruck mehr.

$$p_0 = \sum_{i=1}^{\infty} p_i = \sqrt{\frac{8 \eta_D A_S}{9}} \quad (36)$$

$p_0$ .....Einlaufdruckverlust (N m<sup>-2</sup>)

$S$ .....Konstante (s<sup>-1</sup>)

Durch Umstellen ergibt sich die in Gleichung (37) ersichtliche Form.

$$\eta_D = \frac{9}{8A} \left(\frac{p_0}{S}\right)^2 \quad (37)$$

### 3. Theoretische Grundlagen

Wobei die Konstante nur numerisch nach Gleichung (38) ermittelt werden kann.

$$S = \sum_{i=2}^{\infty} \left\{ \frac{\dot{\gamma}_{i-1} \left( 1 + B \dot{\gamma}_{i-1} \right)^{1-C}}{1 + (1-C) B \dot{\gamma}_{i-1}} \left( \dot{\gamma}_{i-1} - \dot{\gamma}_i \right) \left[ 1 - \left( \frac{\dot{\gamma}_i}{\dot{\gamma}_{i-1}} \right)^{n_{i-1}} \right] \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (38)$$

Für die mittlere Dehngeschwindigkeit im Einlaufkonus gilt Gleichung (39).

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\gamma}_0}{2} \sqrt{\frac{2A}{\eta_D \left( 1 + B \dot{\gamma}_0 \right)^C}} \quad (39)$$

$\dot{\varepsilon}$  ..... mittlere Dehngeschwindigkeit ( $s^{-1}$ )

$\eta_D$  ..... Dehnaviskosität (Pa s)

$\dot{\gamma}_0$  ..... Schergeschwindigkeit im ersten Element ( $s^{-1}$ )

Nun wird zur weiteren Verbesserung die Dehnaviskosität im Einlaufbereich nicht mehr als konstant angenommen. Dazu wird nach Bersted vorgegangen, der mit Gleichung (40) die Änderung der Dehnaviskosität über der Düsenlänge berücksichtigt [7].

$$\eta_{D,i} = \eta_{D,i-1} \left( \frac{\dot{\varepsilon}_i}{\dot{\varepsilon}_{i-1}} \right)^{m_i} = \eta_{D,i-1} \left( \frac{\dot{\gamma}_i}{\dot{\gamma}_{i-1}} \right)^{m_i} \quad (40)$$

$\eta_{D,i}$  ..... Dehnaviskosität im i-ten Element (Pa s)

$\dot{\varepsilon}_i$  ..... Dehngeschwindigkeit im i-ten Element ( $s^{-1}$ )

$m_i$  ..... Variationsparameter für Dehngeschwindigkeit und Schergeschwindigkeit (/)

Dadurch ändert sich Gleichung (38) zu Gleichung (41).

$$S = \sum_{i=2}^{\infty} \left\{ \frac{\dot{\gamma}_{i-1} \left( 1 + B \dot{\gamma}_{i-1} \right)^{1-C}}{1 + (1-C) B \dot{\gamma}_{i-1}} \left( \dot{\gamma}_{i-1} - \dot{\gamma}_i \right) \left[ 1 - \left( \frac{\dot{\gamma}_i}{\dot{\gamma}_{i-1}} \right)^{n_i} \right] \pi_i \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (41)$$

Wobei für  $\pi_i$  folgender Ausdruck gilt.

$$\pi_i = \left( \frac{\dot{\gamma}_{i-1}}{\dot{\gamma}_{i-2}} \right)^{m_{i-1}} \left( \frac{\dot{\gamma}_{i-2}}{\dot{\gamma}_{i-3}} \right)^{m_{i-2}} \dots \left( \frac{\dot{\gamma}_2}{\dot{\gamma}_1} \right)^{m_2} \quad (42)$$

Die nun folgenden Berechnungen der Dehnaviskosität und der Dehngeschwindigkeit gestalten sich schwierig. Denn um das Produkt  $\pi_i$  nach Gleichung (42) bestimmen zu können, müssen die Exponenten  $m_i$  bekannt sein. Diese entsprechen allerdings den Steigungen der gesuchten



### 3. Theoretische Grundlagen

Dehnviskositätsfunktion. Somit kann die Berechnung nur durch Iteration mit nachfolgender Ausgleichsrechnung erfolgen [26,34].

#### 3.4.4 Dynamische Wärmestrom Differenzkalorimetrie

Die Messung der thermischen Zustandsänderungen ist durch ISO 11357 festgelegt. Zur Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität kommt ein dynamisches Wärmestrom-Differenzkalorimeter zum Einsatz. In Abbildung 16 ist der schematische Aufbau dargestellt.

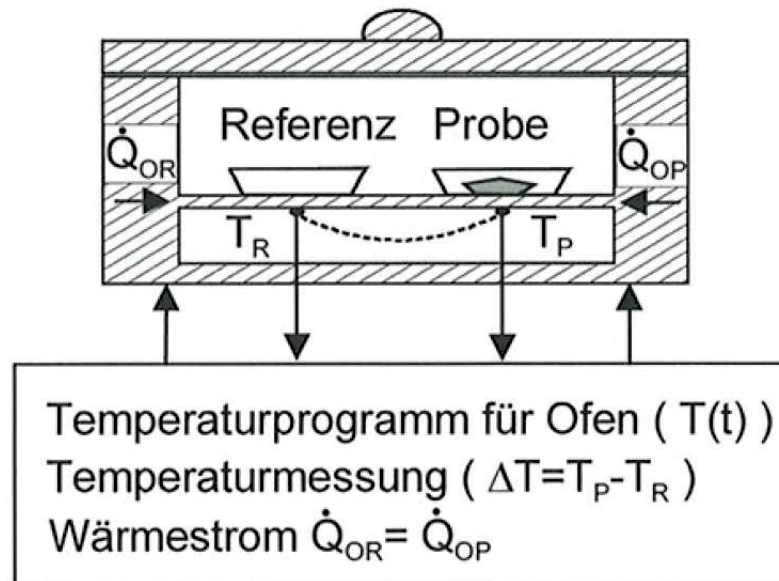


Abbildung 16: Schematischer Aufbau Dynamisches Wärmestrom Differenzkalorimeter [11].

Hierbei werden die Probe und die Referenz in kleine Messstiegel eingebracht und unter kontrollierter Atmosphäre in der Messzelle einem konstanten Wärmestrom ( $\dot{Q}_{OR}$ ,  $\dot{Q}_{OP}$ ) ausgesetzt. Es werden die zugehörigen Temperaturen ( $T_R$ ,  $T_P$ ) gemessen. Tritt nun eine Zustandsänderung der Probe auf, kommt es trotz konstant zugeführten Wärmestroms zu keiner Temperaturänderung der Probe. Aus der Differenz der Probentemperatur und der Referenztemperatur ( $\Delta T$ ) resultiert die Wärmestromänderung. Um die spezifische Wärmekapazität zu ermitteln, werden zusätzlich zu dieser Messung noch Messungen mit der Referenz und einem leeren Messstiegel, sowie mit der Referenz und einer Kalibriersubstanz mit bekannter Wärmekapazität durchgeführt. Für Kalibrierungszwecke werden die Messungen mit leerem Tiegel und der Kalibriersubstanz herangezogen. Für die Berechnung der spezifischen Wärmekapazität der Probe wird, wie in Gleichung (43) gezeigt, die Differenz der Wärmeströme der Messungen der Probe und des leeren Tiegels verwendet [11,16].

### 3. Theoretische Grundlagen

---

$$c_P = \frac{\dot{Q}_P - \dot{Q}_0}{\dot{Q}_R - \dot{Q}_0} \frac{m_R}{m_P} c_R \quad (43)$$

$c_P$ .....spezifische Wärmekapazität der Probe ( $J \text{ kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$ )

$c_R$ .....spezifische Wärmekapazität des Referenzmaterials ( $J \text{ kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$ )

$\dot{Q}_P$ .....Wärmestrom in die Probe (W)

$\dot{Q}_0$ .....Wärmestrom in den leeren Tiegel (W)

$\dot{Q}_R$ .....Wärmestrom in die Referenzsubstanz (W)

$m_R$ .....Masse Referenzsubstanz (kg)

$m_P$ .....Masse Probe (kg)

#### 3.4.5 Stationäre Wärmeleitfähigkeitsmessung

Die Messung der Wärmeleitfähigkeit erfolgt am Gerät DTC-300 und wird durch ASTM E1530 beschrieben. Dazu wird am Beginn der Messung die Probe zwischen zwei Metallplatten eingebettet und mit Druck beaufschlagt. Die obere Platte wird geheizt und die untere Platte wird gekühlt. Dabei müssen die Plattentemperaturen über einen langen Zeitraum konstant gehalten werden, damit sich ein gleichmäßiger Wärmestrom einstellen kann. Dieser wird über einen in der unteren Platte eingebauten Wärmeflusswandler erfasst. Sobald dieser konstant ist, werden die Temperaturen in der oberen und unteren Platte über Thermoelemente gemessen und daraus die Wärmeleitfähigkeit berechnet. Es kommt die Fourier-Gleichung für den stationären Zustand zum Einsatz (siehe Gleichung (44)) [4].

$$\lambda = \frac{\dot{Q} d}{A \Delta T} \quad (44)$$

$\lambda$ .....Wärmeleitfähigkeit ( $W \text{ m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ )

$\dot{Q}$ .....Wärmestrom durch die Probe (W)

$d$ .....Probendicke (m)

$A$ .....Probenfläche ( $\text{m}^2$ )

$\Delta T$ .....Temperaturdifferenz zwischen kalter und Warmer Platte ( $^{\circ}\text{C}$ )

### 3.5 Spritzgießmaschinenrheometrie

Abbildung 17 zeigt die Vorgehensweise bei der Viskositätsmessung mit dem Elastomerspritzgießmaschinenrheometer (ESGMR). Als Eingangsparameter dienen die eingestellte Einspritzgeschwindigkeit, die gemessene Druckdifferenz zum Auswertzeitpunkt

### 3. Theoretische Grundlagen

und die kalkulierte Temperatur am Schlitzanfang zum Auswertzeitpunkt. Die Bestimmung des Auswertzeitpunkts wird in Kap. 4.4 erläutert.

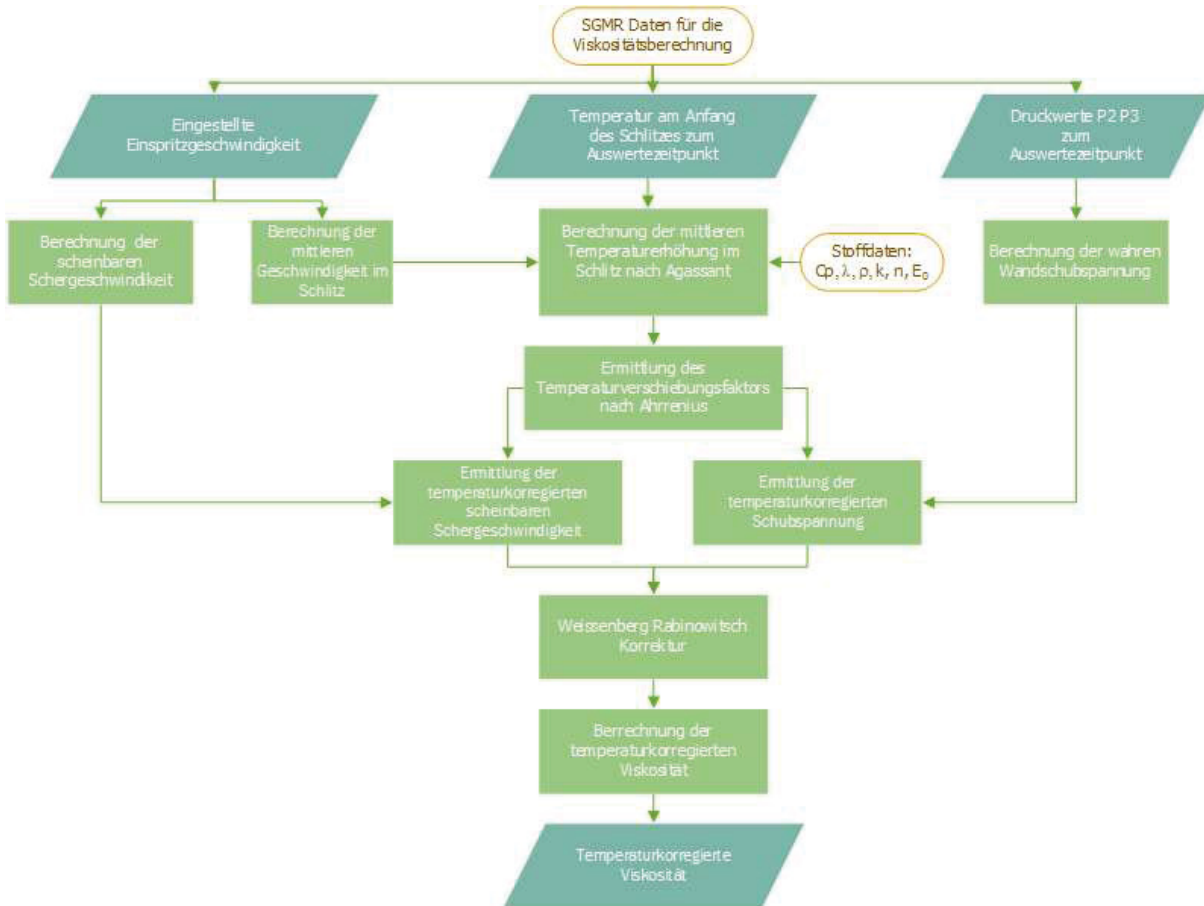


Abbildung 17: Vorgehensweise bei der Elastomerspritzgießmaschinenrheometermessung.

Aus dem eingestellten Einspritzvolumenstrom wird unter Berücksichtigung der Geometrie und einem Strömungskorrekturfaktor, der die zweidimensionale Strömungssituation an der Düsenwand berücksichtigt, nach Gleichung (45) die scheinbare Schergeschwindigkeit bestimmt [32].

$$\dot{\gamma}_s = \frac{6 \dot{V}}{BH^2 F_p} \quad (45)$$

$\dot{\gamma}_s$ .....scheinbare Schergeschwindigkeit ( $s^{-1}$ )

$\dot{V}$ .....Volumenstrom ( $m^3 s^{-1}$ )

$F_p$ .....Strömungskorrekturfaktor (/)

$B$ .....Schlitzbreite (m)

$H$ .....Schlitzhöhe (m)

Die Strömungskorrekturfaktoren für verschiedene Geometrien sind in Tabelle 1 dargestellt.

### 3. Theoretische Grundlagen

Tabelle 1: Strömungskorrekturfaktoren Schlitzdüse

H(mm)	1	1,5	2	2,5
H/B	0,1	0,15	0,2	0,25
F <sub>p</sub>	0,937	0,905	0,874	0,842

Der Druck wird direkt in der schlitzförmigen Messkapillare gemessen. Daraus wird die wahre Wandschubspannung nach Gleichung (46) aus dem Druckabfall und der Geometrie berechnet.

$$\tau_w = \frac{\Delta p H}{2 \Delta L} \left[ \frac{BH}{(B+H)} \right] \quad (46)$$

$\tau_w$ .....wahre Wandschubspannung (N m<sup>-2</sup>)

$\Delta p$ .....Druckabfall (N m<sup>-2</sup>)

$\Delta L$ .....Druckaufnehmerabstand (m)

Während der Messungen wurde mithilfe von in der Düsenwand eingebauten Wärmestromsensoren ein hoher Temperaturanstieg detektiert. Daher müssen alle Messwerte temperaturkorrigiert werden. Dabei wird die im Messspalt vorherrschende Temperatur berücksichtigt. Als Eingangsparameter wird die Temperatur am Anfang vom Schlitz benötigt. Die Berechnung dieser Temperatur erfolgt nach Gleichung (47) [1]. Es wurden folgende Vereinfachungen getroffen:

- Materialeingangstemperatur = Wandtemperatur
- adiabate Verhältnisse – die gesamte dissipative Energie wird in Temperaturerhöhung umgewandelt
- runder Querschnitt ohne Geometrieänderungen
- Vernachlässigung der Kompressionserwärmung und Expansionskühlung
- reine Schererwärmung
- keine Einlaufströmungen werden berücksichtigt
- Verwendung von  $c_p$  statt  $c_v$

$$T_a = T_0 + \frac{\Delta p}{\rho c_p} \quad (47)$$

$T_a$ .....Temperatur am Schlitzanfang (°C)

$T_0$ .....Materialeingangstemperatur (°C)

$\Delta p$ .....Druckdifferenz (Pa)

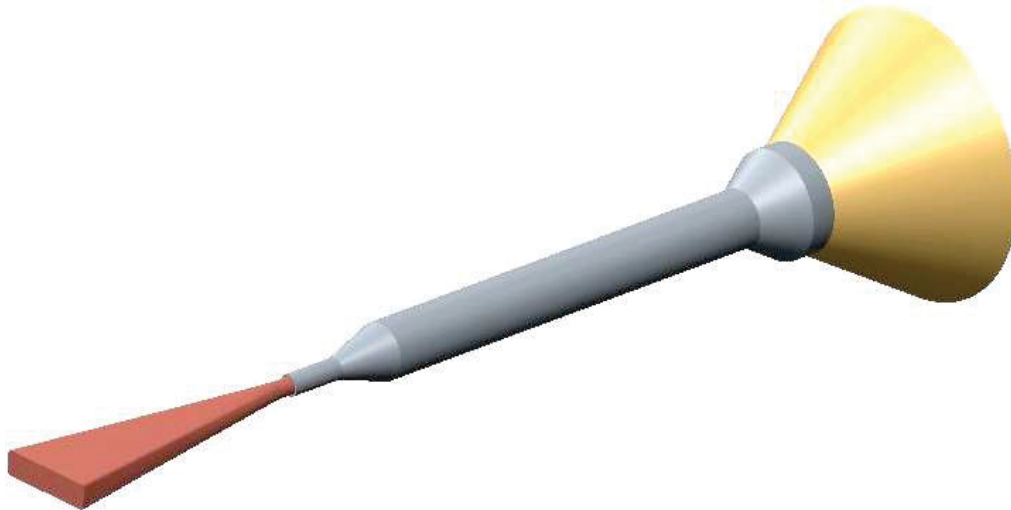
$\rho$ .....Dichte (kg m<sup>-3</sup>)

$c_p$ .....spezifische Wärmekapazität (J kg<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>)

### 3. Theoretische Grundlagen

---

Die tatsächliche Querschnittsänderung vor dem ESGMR des Lehrstuhls für Spritzgießen von Kunststoffen ist in Abbildung 18 dargestellt. Der Kautschuk wird vor dem Messschlitz mehrfach komprimiert. Die für die Berechnung verwendete Druckdifferenz setzt sich aus dem spezifischen Einspritzdruck und den bei der Messung aufgezeichneten Drucksignalen, welche linear zum Schlitzanfang extrapoliert werden, zusammen. Für die Dichte und die spezifische Wärmekapazität wurden gemessene Werte herangezogen.



*Abbildung 18: Querschnittsänderung    Messaufbau:    gelb...Flansch-Plastifizieraggregat, grau...Maschinendüse, rot...Angussbuchse.*

Nun wird die mittlere Temperaturerhöhung entlang des Schlitzes mithilfe der Stoffdaten nach Agassant berechnet [30]. Sie ist in Gleichung (48) dargestellt. Es gelten folgende Vereinfachungen:

- zugrunde liegendes Stoffgesetz = Potenzansatz
- rechteckiger Querschnitt
- Materialeingangstemperatur  $\neq$  Wandtemperatur
- Übergangsbereich – ein Teil der Scherenergie fließt in die Werkzeugwand ein anderer Teil wird in Temperaturerhöhung umgewandelt
- reine Schererwärmung
- keine Einlaufströmungen werden berücksichtigt

### 3. Theoretische Grundlagen

$$\bar{T}(z) = T_a + \left( \frac{k\bar{v}^{-1+n}}{\lambda} \left( \frac{H}{2} \right)^{1-n} \left[ \left( \frac{1+2n}{n} \right)^n \frac{2n(1+3n)}{(1+4n)(2+5n)} \right] \right) \left( 1 + \frac{1}{\left[ \left( \frac{1+2n}{n} \right)^n \frac{2n(1+3n)}{(1+4n)(2+5n)} \right] Br} \right) \left( 1 - \exp \left[ \frac{-4}{\left[ \left( \frac{1+2n}{n} \right)^n \frac{2n(1+3n)}{(1+4n)(2+5n)} \right] \left( \frac{n}{1+2n} \right)^n Ca \frac{z}{L}} \right] \right) \quad (48)$$

- $T_a$ .....Temperatur am Schlitzanfang (°C)  
 $k$ .....Konsistenz des Potenzansatzes (Pa s<sup>n</sup>)  
 $\bar{v}$ .....mittlere Geschwindigkeit im Spalt (m s<sup>-1</sup>)  
 $n$ .....Fließindex des Potenzansatzes (/)  
 $H$ .....Schlitzhöhe (m)  
 $\lambda$ .....Wärmeleitfähigkeit (W m<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>)  
 $Br$ .....Brinkmanzahl (/)  
 $Ca$ .....Cameronzahl (/)  
 $L$ .....Kanallänge (m)

Nun wird mit Gleichung (49) der Temperaturverschiebungsfaktor nach Arrhenius ermittelt.

$$a_t = \exp \left[ \frac{E_0}{R} \left( \frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right) \right] \quad (49)$$

- $a_t$ .....Temperaturverschiebungsfaktor (/)  
 $E_0$ .....Aktivierungsenergie (J mol<sup>-1</sup>)  
 $R$ .....Gaskonstante (J mol<sup>-1</sup> K<sup>-1</sup>)  
 $T$ .....berechnete Temperatur nach Agassant (°C)  
 $T_0$ .....Messtemperatur (°C)

Mit dem Temperaturverschiebungsfaktor werden nun die Scherrate und die Schubspannung korrigiert. Zur Bestimmung der wahren Schergeschwindigkeit kommt die in Gleichung (50) gezeigte Weissenberg-Rabinowitsch-Korrektur zum Einsatz.

$$\dot{\gamma}_w = \frac{\dot{\gamma}_s}{3} (2 + s) \quad (50)$$

- $\dot{\gamma}_w$ ..... wahre Schergeschwindigkeit (s<sup>-1</sup>)

### 3. Theoretische Grundlagen

---

Dazu wird die Fließkurve mit doppeltlogarithmischer Auftragung gezeichnet. Diese wird nach der Methode der kleinsten Quadrate mit einer Polynomfunktion approximiert. Zur Bestimmung von  $s$  wird die Polynomfunktion, wie in Gleichung (51) ersichtlich, abgeleitet.

$$s = \frac{d(\lg \dot{\gamma}_s)}{d(\tau_w)} \quad (51)$$

Mit Gleichung (52) kann nun die wahre temperaturkorrigierte Viskosität  $\eta_w$  ermittelt werden.

$$\eta_w = \frac{\tau_w}{\dot{\gamma}_w} \quad (52)$$

### 3.6 Cox-Merz-Regel

Gleichung (53) zeigt den von Cox und Merz entdeckten empirische Zusammenhang zwischen Viskosität und komplexer Viskosität [18].

$$\eta(\dot{\gamma}) = |\eta^*(\omega)| \quad (53)$$

Als Voraussetzung muss eine einfache Polymerstruktur vorliegen. Es dürfen außerdem nur mechanische Wechselwirkungen zwischen den Makromolekülen auftreten [18]. Für Kautschuk als gefülltes, hochkomplexes System sind diese Voraussetzungen nicht gegeben. Um einen großen Schergeschwindigkeitsbereich abdecken zu können wird in der Praxis dennoch, wie in Abbildung 19 gezeigt, die mit dem Rubber Process Analyzer gemessene komplexe Viskosität mit der am Hochdruckkapillarrheometer ermittelten Viskosität gleichgesetzt. Dabei müssen allerdings bei den RPA Versuchen die Füllstoffnetzwerke durch Vorscherung aufgebrochen werden, um einen vergleichbaren Materialzustand zu erzeugen.

### 3. Theoretische Grundlagen

---

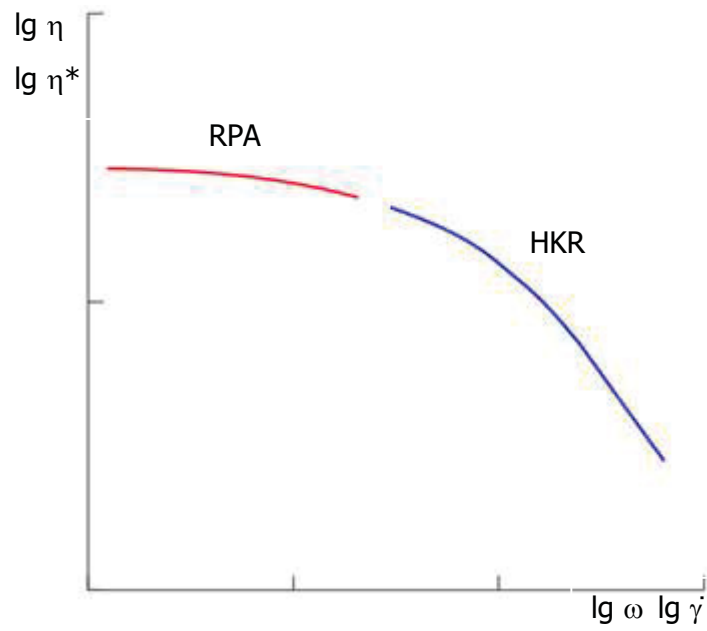


Abbildung 19: Darstellung des schematischen Viskositätsverlaufs nach Cox Merz.



# 4 Experimentelles

## 4.1 Verwendete Materialien

### Styrol-Butadien-Kautschuk (SBR)

Der in dieser Arbeit verwendete SBR Kautschuk wurde von der Firma Semperit AG (Wimpassing, Ö) bereitgestellt. Nach dem Mischen wurde der Batch streifenförmig extrudiert und auf die in Abbildung 20 gezeigte Rolle gewickelt. Die einzelnen Lagen wurden mit Folie voneinander getrennt. Die Mischung ist schwefelvernetzend.



*Abbildung 20: Anlieferungsform des SBR Kautschuks.*

SBR ist einer der am häufigsten zum Einsatz kommenden Synthetikgumme. Er wird entweder mittels radikalischer Emulsionspolymerisation oder mit anionischer Lösungsmittelpolymerisation hergestellt. Die Eigenschaften des Kautschuks variieren je nach Synthesemethode. In Abbildung 21 ist die Strukturformel ersichtlich. SBR benötigt verstärkende Füllstoffe. Am häufigsten kommen hierbei Ruße zum Einsatz. Die Vernetzung erfolgt vorwiegend mit Schwefel-Beschleuniger-Systemen [29].

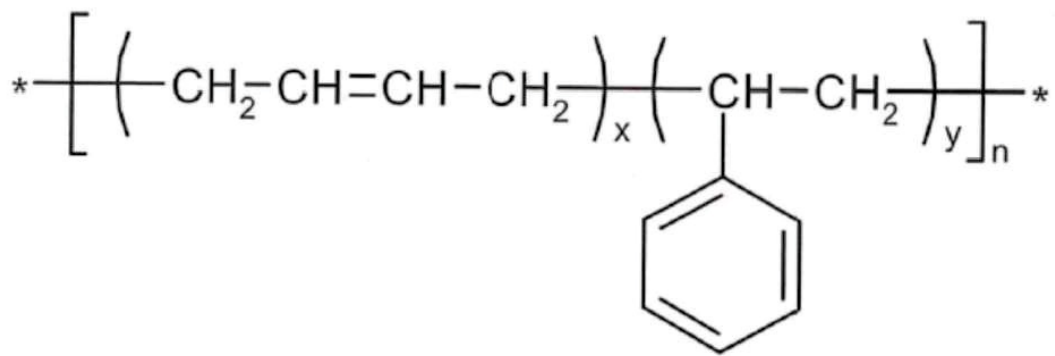


Abbildung 21: Strukturformel des SBR Kautschuks [29].

#### Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk (EPDM)

Der EPDM Kautschuk wurde von der Firma Kraiburg GmbH und Co. KG (Waldkraiburg, D) im industriellen Maßstab gemischt und wie in Abbildung 22 gezeigt als Kleinprofil angeliefert.



Abbildung 22: Anlieferungsform des EPDM Materials.

Die Synthese von EPDM erfolgt mittels koordinativer anionischer Polymerisation in Lösung, in Suspension oder in Gasphase. Hierbei beeinflussen die Monomeranordnung, sowie die Art des verwendeten Diens die Eigenschaften des Kautschuks wesentlich. Abbildung 23 zeigt die Strukturformel. EPDM benötigt verstärkende Füllstoffe zum Erreichen ausreichender mechanischer Festigkeiten. Für die Vernetzung kommen sowohl Schwefel-Beschleuniger-Systeme, als auch Peroxide zum Einsatz [29].

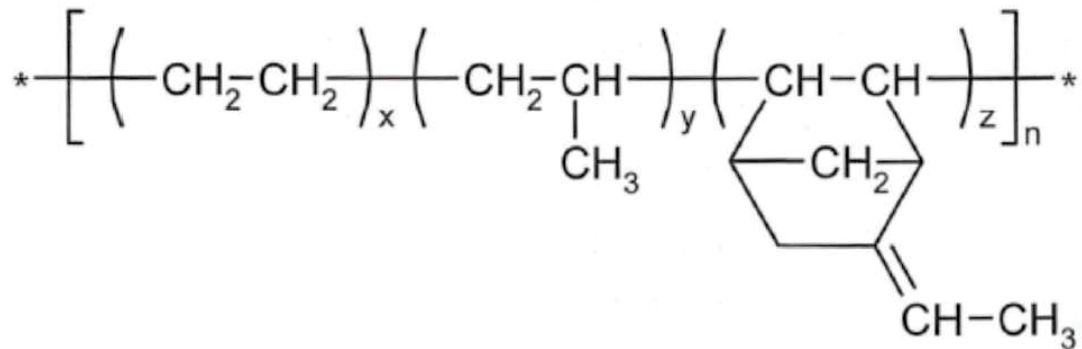


Abbildung 23: Strukturformel des EPDM Kautschuks [29].

### 4.2 Verwendete Geräte und Werkzeuge

#### Rubber Process Analyser

Um das Vernetzungsverhalten und die Viskosität im niedrigen Schergeschwindigkeitsbereich zu bestimmen, kam ein Rubber Process Analyser der Type D-RPA-3000 der Firma Mon Tech (Buchen, D) zum Einsatz. Er ist in Abbildung 24 dargestellt.



Abbildung 24: Rubber Process Analyser [3].

#### pVT-Messung

Die Abhängigkeit der Dichte von Druck und Temperatur wurde mit dem pVT Messgerät PVT-100 der Firma SWO Polymertechnik GmbH (Krefeld, D) gemessen. Es ist in Abbildung 25 zu sehen.

## 4. Experimentelles

---



Abbildung 25: pvT-Gerät pvT 100.

### Hochdruckkapillarrheometrie

Für die Viskositätsmessungen im hohen Schergeschwindigkeitsbereich kamen zwei Hochdruckkapillarrheometer der Firma Göttfert Werkstoff-Prüfmaschinen GmbH (Buchen, D) zum Einsatz. Die Messungen am SBR Kautschuk wurden mit dem RHEOGRAPH 2002 durchgeführt. Er ist in Abbildung 26 links dargestellt. Der EPDM Kautschuk wurde mit dem in Abbildung 26 rechts dargestellten RHEOGRAPH 50 vermessen.



Abbildung 26: Hochdruckkapillarrheometer: (links) RHEOGRAPH 2002 und (rechts) RHEOGRAPH 50.

#### 4. Experimentelles

---

In Tabelle 2 und Tabelle 3 sind die Spezifikationen der beiden Rheometer aufgelistet.

Tabelle 2: Gerätespezifikation des RHEOGRAPH 2002

Kanäle	1
Zylinderdurchmesser	12 (mm)
Stempelkraft	20 (kN)

Tabelle 3: Gerätespezifikation des RHEOGRAPH 50

Kanäle	2
Zylinderdurchmesser	15 (mm)
Stempelkraft	25 (kN pro Stempel)

#### **Dynamische Wärmestrom-Differenzkalorimetrie**

Um die spezifische Wärmekapazität zu messen, wurde, wie in Abbildung 27 gezeigt, das Thermoanalyse-System DSC 1 der Firma Mettler-Toledo AG (Greifensee, CH) eingesetzt.



*Abbildung 27: Thermoanalyse-System DSC 1.*

#### 4. Experimentelles

---

##### **Stationäre Wärmeleitfähigkeitsmessung**

Die Messung der Wärmeleitfähigkeit erfolgte stationär mit dem in Abbildung 28 gezeigten Gerät DTC 300 der Firma TA Instruments Inc. (New Castle, USA). Um die Messungen durchführen zu können, muss der Kautschuk in Plattenform gebracht werden. Dazu wird die Vakuumpplattenpresse P200 PV, Dr. Collin GmbH (Eberberg, D) verwendet.



*Abbildung 28: Stationäres Wärmeleitfähigkeitsmessgerät DTC 300 [4].*

##### **Spritzgießmaschinenrheometrie**

Die rheologischen Messungen von Kautschuk an der Spritzgießmaschine wurden mit zwei Elastomerspritzgießmaschinenrheometern an zwei unterschiedlichen Spritzgießmaschinen durchgeführt.

##### **Versuche mit dem ESGMR des Lehrstuhles für Spritzgießen von Kunststoffen**

Für die Versuche in Leoben wurde die in Abbildung 29 gezeigte Spritzgießmaschine Engel Victory Electric 940/130 der Firma Engel Austria GmbH (Schwertberg, Ö) verwendet. Sie ist mit einer Kautschukspritzeinheit ausgerüstet. Aus Tabelle 4 sind die technischen Spezifikationen ersichtlich.



#### 4. Experimentelles



Abbildung 29: Spritzgießmaschine Engel Victory Electric 940/130.

Tabelle 4: Technische Spezifikationen der Maschine Engel Victory Electric 940/130

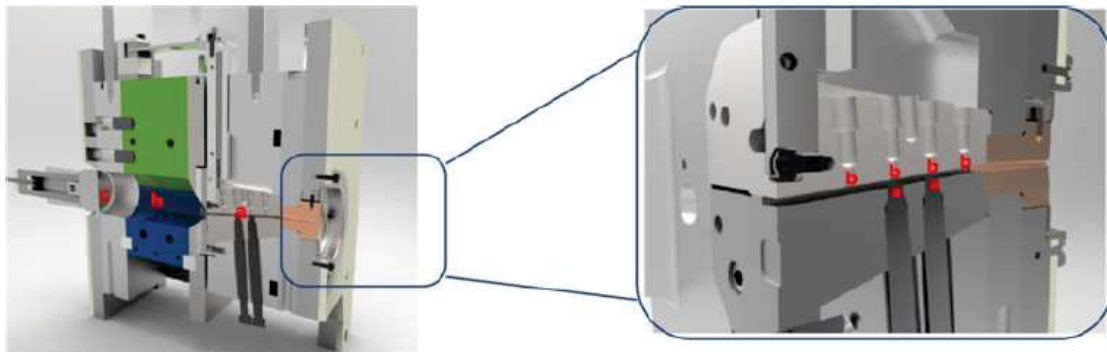
Eigenschaft	Einheit	Wert
maximale Schließkraft	(kN)	1300
maximales Dosiervolumen	(cm <sup>3</sup> )	432
maximaler Einspritzvolumenstrom	(cm <sup>3</sup> s <sup>-1</sup> )	291
Maximaler Einspritzdruck	(bar)	2400
Schneckendurchmesser	(mm)	50

Für die Viskositätsmessung wurde das in Abbildung 30 dargestellte Spritzgießmaschinenrheometer mit Rechteckschlitz verwendet. Es wurde speziell für die Messung von Kautschuken ausgelegt. Da diese bei zu langer Standzeit im Werkzeug vernetzen, wurde durch eine spezielle Konstruktion der Zugang zum Messschlitz ermöglicht. Dabei wurden konischen Wechselschlitzdüsen eingesetzt. Die Schlitzlänge und die Schlitzbreite bleiben mit 100 mm Länge und 20 mm Breite bei allen Einsätzen gleich. Die Schlitzhöhe hingegen beträgt variabel je nach Einsatz 2, 2,5 und 3 mm. Somit können durch Variation der Geometrie unterschiedliche Schergeschwindigkeitsbereiche realisiert werden. Die Messdatenerfassung erfolgte über vier entlang des Messschlitzes angeordnete piezoelektrische Druckaufnehmer der Firma Priamus AG (Schaffhausen, CH) und zwei gegenüberliegende Temperatursensoren. Sie sind in Abbildung 30 abgebildet. Die Drucksignale wurden mit dem Messdatenerfassungscomputer CQC – Portable II der Firma Dr. Gierth Ingenieurgesellschaft mbH (Würselen, D) aufgezeichnet. Die Erfassung der

#### 4. Experimentelles

---

Wandtemperaturen erfolgte über drei Messdatenerfassungsgeräte Spider 8 der Firma Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH (Darmstadt, D) [13,14].



*Abbildung 30: Längsschnitt des Elastomerspritzgießmaschinenrheometers (links): a...Messschlitz, b...Speicherzylinder, c...Messkolben für Volumenstommessung; Detailansicht der Düseneinsätze (rechts): a...Wärmestromsensoren, b...Drucksensoren [14].*

#### **Versuche mit dem DESMA ESGMR**

Für die Versuche in Fridingen wurde die in Abbildung 31 gezeigte Elastomerspritzgießmaschine der Type DESMA 969.300Z (S3) der Firma Klöckner DESMA Elastomertechnik GmbH (Fridingen, D) verwendet. In Tabelle 5 sind die technischen Spezifikationen aufgeführt.



*Abbildung 31: Elastomerspritzgießmaschine DESMA 969.300Z (S3).*



#### 4. Experimentelles

---

Tabelle 5: Technische Spezifikationen der Maschine DESMA 969.300Z (S3)

Eigenschaft	Einheit	Wert
maximale Schließkraft	(kN)	3000
maximales Dosiervolumen	(cm <sup>3</sup> )	500
maximaler Einspritzvolumenstrom	(cm <sup>3</sup> s <sup>-1</sup> )	90
Maximaler Einspritzdruck	(bar)	3500
Kolbendurchmesser	(mm)	50

Für die rheologischen Messungen wurde das in Abbildung 32 dargestellte Spritzgießmaschinenrheometer mit Rechteckschlitzgeometrie verwendet. Der Schlitz hat eine Länge von 60 mm, eine Breite von 20 mm und eine Höhe von 2 mm. Das Werkzeug lässt sich, im Gegensatz zum ESGMR des Lehrstuhles von Spritzgießen von Kunststoffen, nicht mit eingeschraubten Temperatursensoren öffnen. Die Temperatur und der Druck in der Umwandlungszone vom runden Querschnitt auf den rechteckigen Querschnitt wurde mit einem kombinierten Druck-Temperatursensor der Firma Kistler Instrumente AG (Winterthur, CH) gemessen. Die Messdaten entlang des Messschlitzes wurden über drei Druckaufnehmer der Firma Kistler Instrumente AG (Winterthur, CH) und zwei gegenüberliegende Temperatursensoren bestimmt. Die Signale wurden nicht direkt abgegriffen, sondern für die Maschinensteuerung digitalisiert. Anschließend wurden sie aus der Maschinensteuerung wieder als analoge Signale ausgegeben. Bei den Versuchen erfolgte die Messdatenerfassung der Drucksignale mit zwei Quantum MX 840 A und die der Temperatursignale mit dem Quantum MX 1609 KB der Firma Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH (Darmstadt, D).

## 4. Experimentelles

---

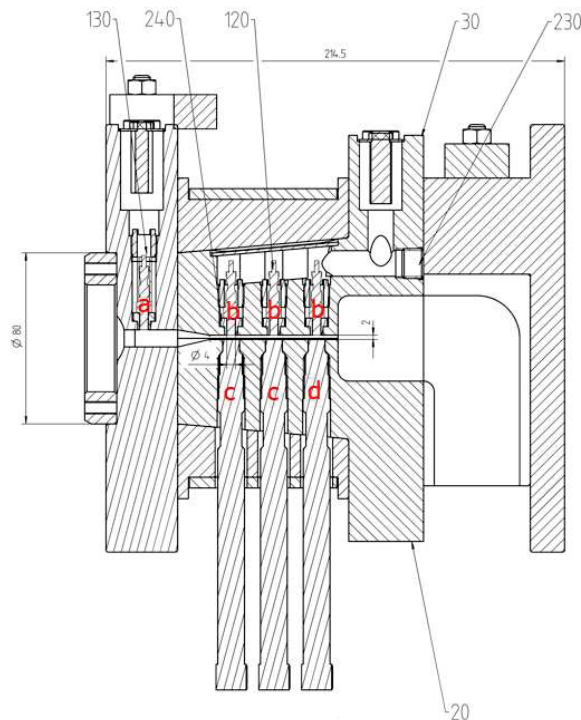


Abbildung 32: Längsschnitt des DESMA Elastomerspritzgießmaschinenrheometers:  
a...kombinierter Druck-Tempersensoren, b...Drucksensoren,  
c...Wärmestromsensoren, d...Blindstopfen.

## 4.3 Materialdatenmessung

### 4.3.1 Rubber Process Analyser

#### Probenvorbereitung

Zur Probenvorbereitung wurde vom extrudierten Kautschukstreifen ein 4 cm langes Stück abgeschnitten. Anschließend wurde dieses zwischen zwei Polyamidfolien platziert. Nun konnte der Stapel in die Messkammer des RPA eingebracht werden.

#### Messung der Vernetzungsisothermen

Tabelle 6 zeigt die Versuchseinstellungen für die Bestimmung der Vernetzungsisothermen des SBR Materials und des EPDM Materials.

#### 4. Experimentelles

Tabelle 6: Messparameter für die Vernetzungsisothermen von SBR und EPDM

Temperatur	Messzeit	Frequenz	Amplitude
(°C)	(min)	(s <sup>-1</sup> )	(°)
140-190	120	1,67	0,5

#### Messung der Viskosität

Die Viskosität wurde am vorgescherten und am nicht vorgescherten Material gemessen. Vorscherung bedeutet, dass das Material mit einer definierten Frequenz einer bestimmten Deformation ausgesetzt wird. Dabei ist essentiell, dass nur die Füllstoffnetzwerke aufgebrochen werden und nicht die Polymerstruktur beschädigt wird. Das Füllstoffnetzwerk regeneriert sich wieder, wohingegen die Polymerstruktur irreversibel beschädigt bleibt. Die wichtigsten Einflussparameter dabei sind die Amplitude, die Frequenz und die Vorscherzeit. Im Rahmen der Bachelorarbeit von Mager [22] wurden Vorschereinstellungen ermittelt, die das Füllstoffnetzwerk aufbrechen, aber die Polymerstruktur intakt lassen. Um nun die Viskosität zu ermitteln, wurde ein Frequenzsweep durchgeführt. Dabei wird die Messfrequenz bei gleichbleibender Messamplitude variiert. Um diese Messamplitude zu bestimmen, wird im Vorfeld ein Amplitudensweep am nicht vorgescherten Material durchgeführt. Dabei wird die Amplitude variiert. Die Frequenz bleibt während der Messung konstant. Aus diesem Versuch wird der Speichermodul nach Gleichung (5) errechnet. Dieser wird über der Amplitude doppelt logarithmisch aufgetragen. Bei niedrigen Amplituden ist der Speichermodul von der Amplitude unabhängig, und es ist ein konstanter Kurvenverlauf ersichtlich. In diesem Bereich wurde die Messamplitude gewählt.

#### SBR

Aus Tabelle 7 sind die Messparameter für die Amplitudensweeps bei 80 °C, 100 °C und 120 °C ersichtlich.

Tabelle 7: Messparameter für den Amplitudensweep von SBR

Temperatur	(°C)	80, 100, 120
Amplitude	(°)	0,01-3,228
Frequenz	(s <sup>-1</sup> )	1,67

#### 4. Experimentelles

In Abbildung 33 sind die Amplitudensweeps für die Temperaturen 80 °C, 100 °C und 120 °C in einem doppelt logarithmischen Diagramm dargestellt (Messdaten siehe Kap. 8). Es ist ein Abfall des Speichermoduls ab einer Amplitude von 0,1° zu beobachten. Sie wird für die weiterführenden Frequenzsweep Versuche als Messamplitude gewählt.

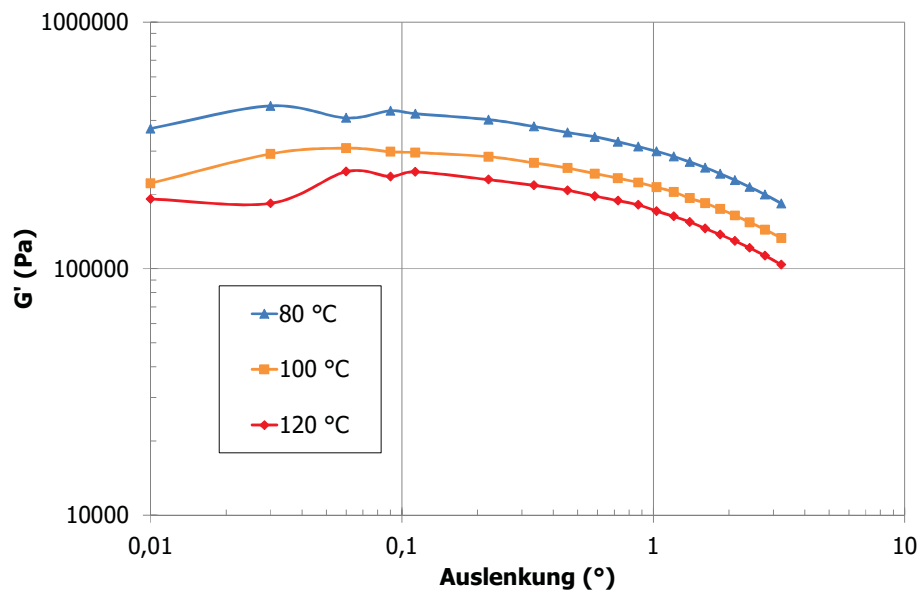


Abbildung 33: Amplitudensweep des SBR Kautschuks bei 80 °C, 100 °C und 120 °C.

In Tabelle 8 sind die Messeinstellungen für die Frequenzsweeps bei 80 °C, 100 °C und 120 °C dargestellt.

Tabelle 8: Messeinstellungen für den Frequenzsweep von SBR bei 80 °C, 100 °C und 120 °C

Temperatur	(°C)	80, 100, 120
Kreisfrequenz	(s <sup>-1</sup> )	0,01-45
Amplitude	(°)	0,1

Aus Tabelle 9 sind die Messparameter für die Frequenzsweeps mit Vorscherung bei 80 °C, 100 °C und 120 °C ersichtlich.

#### 4. Experimentelles

---

Tabelle 9: Messeinstellungen für den Frequenzsweep von SBR mit Vorscherung bei 80 °C, 100 °C und 120 °C

Temperaturen	(°C)	80, 100, 120
Kreisfrequenz	(s <sup>-1</sup> )	0,1-45
Amplitude	(°)	0,1
Vorscheramplitude	(°)	3
Vorscherfrequenz	(s <sup>-1</sup> )	5
Vorscherzeit	(min)	4

#### EPDM

In Tabelle 10 sind die Messeinstellungen für die Amplitudensweeps bei 60 °C, 80 °C und 100 °C dargestellt.

Tabelle 10: Messparameter für den Amplitudensweep von EPDM

Temperatur	(°C)	60, 80, 100
Amplitude	(°)	0,01-3,228
Frequenz	(s <sup>-1</sup> )	1,67

Abbildung 34 zeigt die Amplitudensweeps für die Temperaturen 60 °C, 80 °C und 100 °C in doppelt logarithmischer Darstellung (Messdaten siehe Kap. 8). Es wird die gemessene Amplitude von 0,02° für die weiterführenden Versuche herangezogen.

#### 4. Experimentelles

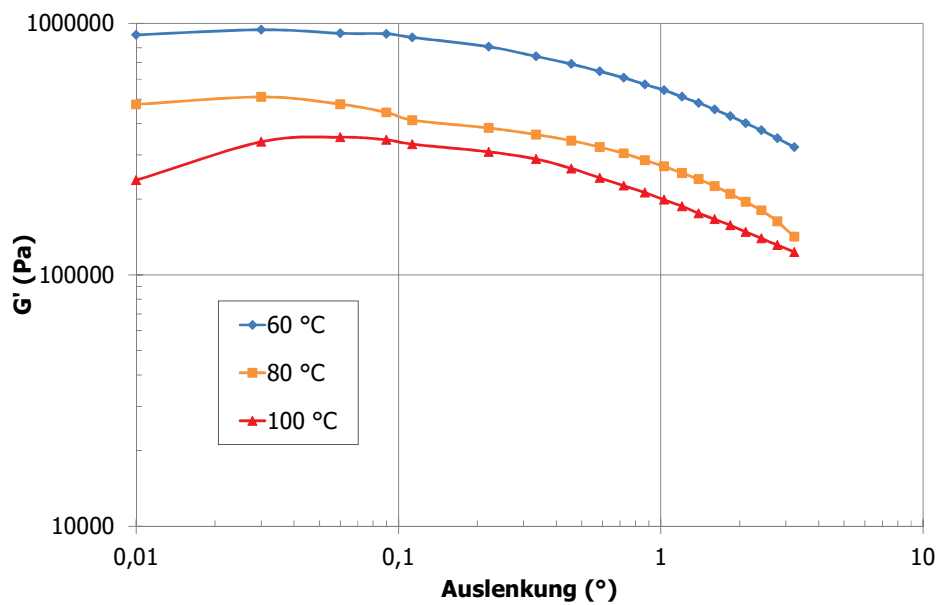


Abbildung 34: Amplitudensweep des EPDM Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C.

Die Messparameter für die Frequenzsweeps bei 60 °C, 80 °C und 100 °C sind in Tabelle 11 dargestellt.

Tabelle 11: Messeinstellungen für den Frequenzsweep von EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C

Temperatur	(°C)	60, 80, 100
Kreisfrequenz	(s <sup>-1</sup> )	0,01-45
Amplitude	(°)	0,02

Tabelle 12 zeigt die Messeinstellungen für die Frequenzsweeps mit Vorscherung bei 60 °C, 80 °C und 100 °C.

#### 4. Experimentelles

Tabelle 12: Messeinstellungen für den Frequenzsweep von EPDM mit Vorscherung bei 60 °C, 80 °C und 100 °C

Temperaturen	(°C)	60, 80, 100
Kreisfrequenz	(s <sup>-1</sup> )	0,1-45
Amplitude	(°)	0,02
Vorscheramplitude	(°)	3
Vorscherfrequenz	(s <sup>-1</sup> )	5
Vorscherzeit	(min)	4

#### 4.3.2 pvT Messung

##### Probenvorbereitung

Der Kautschukstreifen wurde in kleine Stücke zerschnitten, damit er in die Messkammer eingebracht werden kann. Anschließend wurde die Probe bei 190 °C bei einem Druck von 400 bar für 6 min vernetzt.

##### Messung

Die Kenntnis des spezifischen Volumens, beziehungsweise der Dichte, in Abhängigkeit der Temperatur und des Drucks ist für die Durchführung der Temperaturkorrektur bei der Spritzgießmaschinenrheologie essentiell. Die dissipationsbedingte Temperaturerhöhung hat einen Einfluss auf die Temperaturverteilung im Kautschuk und damit einen Effekt auf die Inkubationszeit und die Vernetzungsgeschwindigkeit. Für die Messung des pvT-Verhaltens kam der pvT-100 Gerätemodus „isobares Aufheizen“ zum Einsatz. Dieser Modus bildet die Bedingungen beim Spritzgießen am besten nach. Tabelle 13 zeigt die Versuchseinstellungen für beide Materialien.

Tabelle 13: Versuchseinstellungen für die pvT Messungen im isobaren Aufheizmodus von SBR und EPDM

Druck	Temperatur	Heizrate	Probenmasse	Dichtung
(bar)	(°C)	(K min <sup>-1</sup> )	(g)	( )
200-1600	50-190	6	~ 0,71	PTFE

### 4.3.3 Hochdruckkapillarrheometrie

#### Probenvorbereitung

Das Kautschukband wurde mit einer Schere in 1 cm breite Stücke zerteilt. Diese wurden einzeln in den Messzylinder eingebracht und dort per Hand mit einem Messingstempel vorverdichtet. Sobald der Zylinder gefüllt war, wurde der Maschinenstempel eingebaut und mit diesem nachkomprimiert. Nun wurde der Kautschuk für eine bestimmte Zeitspanne bei Messtemperatur im Zylinder temperiert. Die Temperierzeit wurde an die Inkubationszeit angepasst.

#### SBR

Tabelle 14 gibt einen Überblick über die wichtigsten Parameter bei der Messung mit dem RHEOGRAPH 2002. Die Messung erfolgte schergeschwindigkeitsgesteuert. Es wurde bei einer niedrigen Schergeschwindigkeit begonnen. Anschließend wurde versucht, schrittweise möglichst große Schergeschwindigkeiten zu realisieren. Nach jeder Messung wurde der Druckaufnehmer ausgebaut und die Druckaufnehmerbohrung gereinigt. Dann wurde der Druckaufnehmer neu kalibriert.

Tabelle 14: Messparameter für die SBR-Messung am RHEOGRAPH 2002

Messtemperaturen	(°C)	80, 100, 120
Düsendurchmesser	(mm)	1
Düsenlängen	(mm)	0,2;20
Druckaufnehmer	(bar)	500, 1000, 2000

#### EPDM

Tabelle 15 zeigt die Messeinstellungen am RHEOGRAPH 50 für das EPDM Material. Erneut wurde schergeschwindigkeitsgesteuert gemessen. Beginnend mit niedrigen Scherraten, lag der Fokus wieder auf der Erreichung hoher Scherraten. Eine maschinentechnische Besonderheit stellt hierbei der zweite Zylinder dar. Er ermöglicht die simultane Messung von zwei Düsenlängen. Es wurden nach jedem Messdurchlauf die Druckaufnehmer ausgebaut und die Bohrungen gereinigt. Bevor erneut gemessen wurde, wurden beide Druckaufnehmer kalibriert.



## 4. Experimentelles

---

Tabelle 15: Messparameter für die EPDM-Messung am RHEOGRAPH 50

Messtemperaturen	(°C)	60, 80, 100
Düsendurchmesser	(mm)	1
Düsenlänge	(mm)	0,2; 20
Druckaufnehmer	(bar)	1000, 2000

### 4.3.4 Dynamische Wärmestrom Differenzkalorimetrie

#### Probenvorbereitung

Die Proben wurden aus der Mitte des extrudierten Streifens mit einem Locheisen mit einem Durchmesser von 5 mm herausgestanzt. Anschließend wurde aus der Mitte dieses Zylinders die Probe geschnitten. Es wurde darauf geachtet, möglichst gerade Schnittflächen zu erzeugen.

#### Messung

Für die Messung der spezifischen Wärmekapazität wurde eine bestehende Norm für Thermoplaste herangezogen. Sie legt die Verwendung des zweiten Aufheizzyklus nahe, um die Materialvorgeschichte zu eliminieren. Bei Kautschuk wird dabei die Exothermie der Vernetzungsreaktion vernachlässigt, da die Probe beim ersten Aufheizzyklus vernetzt. Welcher Zyklus sich besser eignet, hängt vom unbekanntem Materialzustand im ESGMR ab. Tabelle 16 zeigt die Parameter für die Messung der spezifischen Wärmekapazität für beide Materialien.

## 4. Experimentelles

Tabelle 16: Einstellungen für die Messung der spezifischen Wärmekapazität

Temperaturbereich	(°C)	25-180
Heiz- / Kühlrate	(K min <sup>-1</sup> )	10 / 10
Segmentanordnung		Heizen - Isotherm - Kühlen - Isotherm - Heizen
Probengewicht	mg	~ 20
Spülgas		N <sub>2</sub>
Volumenstrom Spülgas	(ml min <sup>-1</sup> )	50
Probengefäß		Aluminium Standardtiegel 40 µl
Masse Referenzsaphir	(mg)	25,009

### 4.3.5 Stationäre Wärmeleitfähigkeitsmessung

#### Probenvorbereitung

Der extrudierte Kautschukstreifen wurde geschnitten und in eine Lochplatte mit einer Höhe von 2 mm und einem Lochdurchmesser von 60 mm eingelegt. Nun wurden die Rohlinge in der Plattenpresse unter Vakuum bei 190 °C mit einem Druck von 250 bar gepresst. Daraus wurden die Prüfkörper mit einem Durchmesser von 50 mm mit einem Stanzeisen hergestellt. Für die Messung der Wärmeleitfähigkeit ist essentiell, dass die Vernetzungsreaktion vollständig abgelaufen ist, da aufgrund der Exothermie der Reaktion sonst keine stationären Bedingungen während der Messung herrschen können.

#### Messung

Die Messungen wurden von Dr. Andrea Wanner M.Sc. am Polymer Competence Center Leoben durchgeführt. Die Wärmeleitfähigkeit des SBR Materials wurde im Temperaturbereich von 35 bis 180 °C bestimmt. Das EPDM wurde in einem Temperaturbereich von 65 bis 170 °C vermessen.

## 4.4 Spritzgießmaschinenrheometrie

Für die Messung der Viskosität mit einem ESGMR ist die thermische und mechanische Vorgeschichte des Kautschuks essentiell. Der Kautschuk wird primär durch die Zylinderheizung der Plastifiziereinheit temperiert. Die Schneckenumfangsgeschwindigkeit

#### 4. Experimentelles

bestimmt, wieviel zusätzliche Schererwärmung in das Material eingebracht wird. Durch die Rotation der Schnecke wird die Kautschukmischung im Schneckenkanal geschert, und somit werden die Füllstoffnetzwerke aufgebrochen. Der Staudruck homogenisiert die Temperatur im Schneckenorraum. Beim Einspritzen wird das Material durch Querschnittsveränderungen und die dadurch auftretenden Dehneffekte zusätzlich erwärmt. Außerdem ist der thermisch eingeschwungene Zustand des Werkzeugs wichtig.

#### Versuche mit dem ESGMR des Lehrstuhles für Spritzgießen von Kunststoffen

In Tabelle 17 und Tabelle 18 sind die Dosierbedingungen für den SBR- und den EPDM-Kautschuk dargestellt. Der Staudruck wurde variiert, da während den Messungen Unterschiede im Schussgewicht festgestellt wurden. Die Messungen wurden mit dem 3 mm hohen Düseneinsatz durchgeführt.

Tabelle 17: Dosierbedingungen für SBR bei 80 °C, 100 °C und 120 °C

Zylindertemperaturen	(°C)	80, 100, 120
Staudruck 80 °C	(bar)	40
Staudruck 100 °C und 120 °C	(bar)	20
Schneckenumfangsgeschwindigkeit	(m s <sup>-1</sup> )	0,08
Dosiervolumen	(cm <sup>3</sup> )	420

Tabelle 18: Dosierbedingungen für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C

Zylindertemperaturen	(°C)	60, 80, 100
Staudruck 60 °C	(bar)	40
Staudruck 80 °C, 100 °C	(bar)	20
Schneckenumfangsgeschwindigkeit	(m s <sup>-1</sup> )	0,08
Dosiervolumen	(cm <sup>3</sup> )	420

Tabelle 19 und Tabelle 20 zeigen für beide Materialien die an der Spritzgießmaschine eingestellten Parameter. Um eine homogene Werkzeugtemperatur zu erreichen, wurde vor den rheologischen Messungen drei Mal durch das Werkzeug durchgespritzt ohne Messwerte aufzuzeichnen. Nach jedem Schuss wurde der Messschlitz manuell gereinigt, um vernetztes

#### 4. Experimentelles

---

Material zu entfernen. Die Hauptmessgrößen im Schlitz sind die Drucksignale der mittleren Druckaufnehmer und die sechs gegenüberliegenden Wandtemperatursignale. Außerdem wurden die Außentemperatur, die Zulauf-/Rücklauftemperaturen der Temperieraggregate, die Schneckenposition und der Spritzdruck aufgezeichnet. Beim SBR-Kautschuk konnte bei einer Messtemperatur von 120 °C der Einspritzvolumenstrom von 130 cm<sup>3</sup> s<sup>-1</sup> wegen der fortgeschrittenen Materialvernetzung nicht mehr gemessen werden. Der EPDM-Kautschuk vernetzte langsamer während der Messung. Daher wurden bei 80 °C Werkzeugtemperatur zusätzlich Volumenströme von 170 und 190 cm<sup>3</sup> s<sup>-1</sup> realisiert, um die Leistungsfähigkeit des Messsystems auszutesten.

Tabelle 19: Messeinstellungen für die Viskositätsmessung mit dem ESGMR für SBR bei 80 °C, 100 °C und 120 °C

Werkzeugtemperatur	(°C)	80, 100, 120
Einspritzvolumenströme	(cm <sup>3</sup> s <sup>-1</sup> )	1, 2,7; 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120, 130

Tabelle 20: Messparameter für die Viskositätsmessung mit dem ESGMR für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C

Werkzeugtemperatur	(°C)	60 , 80, 100
Einspritzvolumenströme	(cm <sup>3</sup> s <sup>-1</sup> )	1, 2,7; 5, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120, 130

Für den EPDM-Kautschuk wurde außerdem die Massetemperatur im Schneckenorraum bestimmt. Dafür wurde eine spezielle Messvorrichtung auf die schließseitige Werkzeughälfte der Spritzgießmaschine aufgespannt. Sie besteht aus einer Haltevorrichtung und einem Thermoelement Typ K. Für die Messdatenerfassung wurde das Messdatenerfassungsgerät Quantum MX 840 B der Firma Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH (Darmstadt, D) verwendet. Beim Schließen des Werkzeuges wurde das Thermoelement 140 mm in den Schneckenorraum eingeführt. Dort wurde die Temperatur in der Mitte über einen Zeitraum

#### 4. Experimentelles

---

von 10 min gemessen. Für die Messung sind die aus Tabelle 18 ersichtlichen Dosierbedingungen essentiell.

##### **Versuche mit dem DESMA ESGMR**

Die Dosierbedingungen für den EPDM-Kautschuk sind aus Tabelle 21 ersichtlich. Sofern möglich wurden die Versuchseinstellungen in Anlehnung an die Versuche in Leoben gewählt. Der Staudruck wurde allerdings reduziert, da 20 bar die obere Leistungsgrenze der Maschine darstellt. Das Dosiervolumen wurde bei allen Temperaturen beim niedrigsten Einspritzvolumenstrom auf 210 cm<sup>3</sup> reduziert.

Tabelle 21: Dosierbedingungen für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C

Zylindertemperaturen	(°C)	60 , 80, 100
Staudruck 60 °C, 80 °C und 100 °C	(bar)	5
Schneckenumfangsgeschwindigkeit	(m s <sup>-1</sup> )	0,08
Dosiervolumen	(cm <sup>3</sup> )	210, 420

In Tabelle 22 sind die Maschineneinstellungen für die Viskositätsmessung aufgeführt. Die Hauptmessgrößen vor dem Messschlitz sind die Signale des kombinierten p-T Sensors. Im Rheometerspalt sind die Hauptmessgrößen die Drucksignale der beiden vorderen Druckaufnehmer, sowie die sechs gegenüberliegenden Wandtemperatursignale. Außerdem wurden der spezifische Spritzdruck und die Einspritzgeschwindigkeit aufgezeichnet. Der Rheometerschlitz des DESMA ESGMR ist nach der Messung nicht zugänglich und wurde daher nicht gereinigt. Die Folgemessung muss erst das sich im Rheometerschlitz befindende Material verdrängen. Wegen der dadurch entstehenden verstärkten Vernetzungsgefahr wurde bei 100 °C Masstemperatur der niedrigste Einspritzvolumenstrom nicht gemessen.

#### 4. Experimentelles

---

Tabelle 22: Messeinstellungen für die Viskositätsmessung mit dem DESMA ESGMR für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C

Werkzeugtemperatur	(°C)	60 , 80, 100
Einspritzvolumenströme 60 °C, 80 °C und 100 °C	(cm <sup>3</sup> s <sup>-1</sup> )	1, 5, 10, 30, 60

#### Auswertung

Abbildung 35 zeigt die repräsentativen Druck- und Temperaturverläufe an den Positionen 20 mm und 40 mm im Messschlitz des ESGMR des Lehrstuhls für Spritzgießen von Kunststoffen. Beide Kurven steigen mit Beginn der Einspritzphase steil an. Zuerst erreichen die Druckkurven ihre Maxima, da in der Angussbuchse stehendes Material verdrängt werden muss. Anschließend fallen die Drücke und erreichen ein Plateau. Dieses wäre am geeignetsten für die weitere Auswertung (Methode 2). Nach dem Plateau kommt es erneut zu einem Druckanstieg. Dieser wird dadurch verursacht, dass sich Material im Zylinderkolben hinter dem Messschlitz staut und einen Gegendruck verursacht. Die Steigung der Temperatursignale wird gegen Ende der Einspritzphase geringer und erreicht bei niedrigen Einspritzvolumenströmen ein Plateau (Methode 1). Dafür verantwortlich ist die Einspritzzeit. Je länger die Einspritzphase dauert, desto eher kann sich durch Dissipation eine konstante Werkzeugwandtemperatur einstellen.

#### 4. Experimentelles

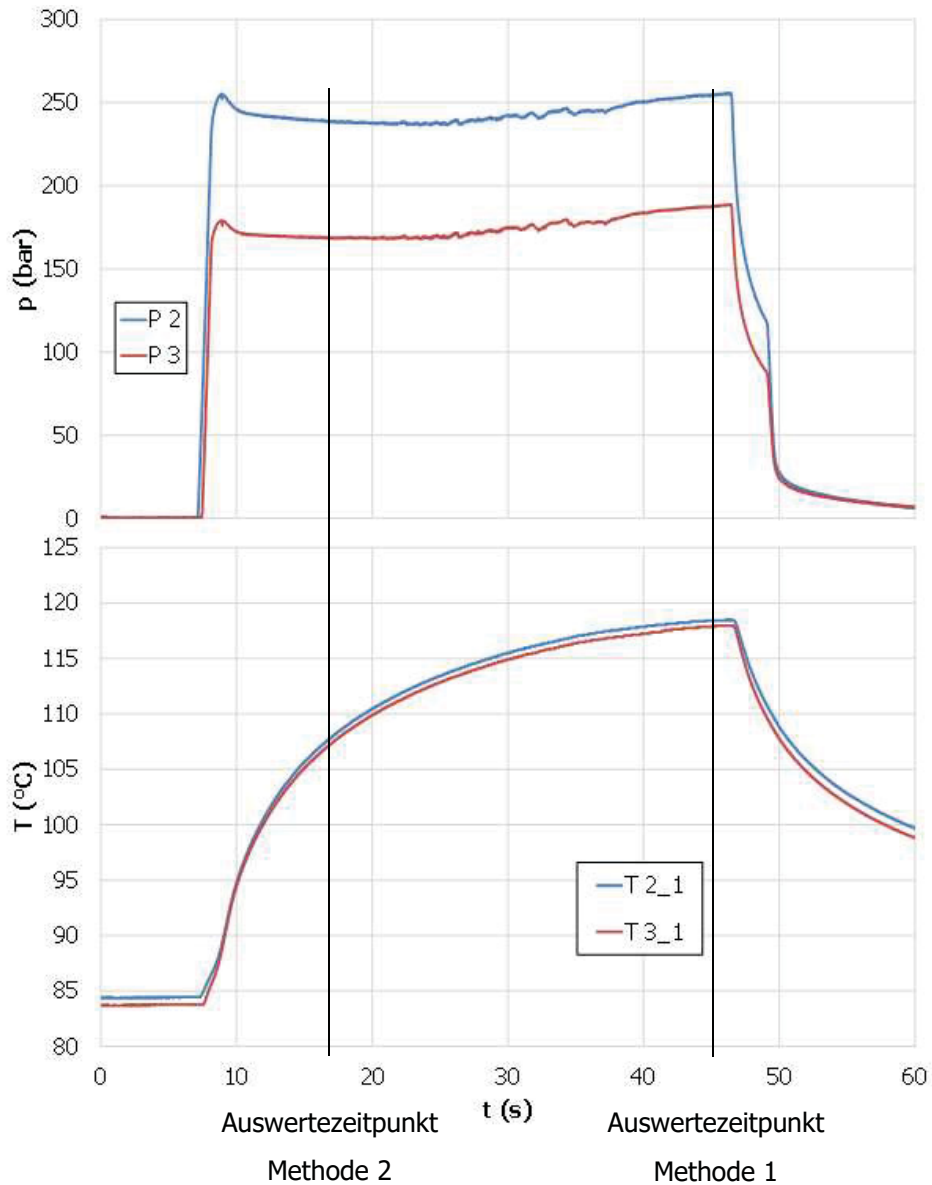


Abbildung 35: Repräsentative Kurven der Drucksensoren P2 und P3 und der Temperatursensoren T2 und T3 für den SBR Kautschuk bei 80 °C und bei einem Einspritzvolumenstrom  $10 \text{ cm}^3\text{s}^{-1}$ .

### **Auswertemethode 1**

Für die Auswertung der Viskositätsmessungen nach Methode 1 wird der gleiche Auswertzeitpunkt für die Druck- und Temperaturmessung vorausgesetzt. Somit kann das erste Druckplateau nicht herangezogen werden, da sich die gegenüber gemessenen Temperaturen zu dieser Zeit noch in einem steilen Anstieg befinden. Der Auswertzeitpunkt muss am Ende der Einspritzzeit gewählt werden. Dabei sind die einzelnen absoluten Druckwerte gegendruckbehaftet. Der Gegendruck beeinflusst den Druckwert P3 stärker als P2, da dieser näher am Zylinderkolben liegt. Diese Vorgehensweise wurde dennoch gewählt, da sie in die weitere Berechnung als Druckdifferenz eingehen und so der Fehler minimiert wird. Die Versuche mit dem SBR-Kautschuk wurden ausschließlich nach Methode 1 ausgewertet.

### **Auswertemethode 2**

Die Auswertemethode 2 stellt eine Verbesserung der Auswertemethode 1 dar. Ihr Vorteil liegt darin, dass die für die Temperaturkorrektur benötigte Massetemperatur am Schlitzanfang nicht rechnerisch ermittelt, sondern direkt gemessen wird. Allerdings sind dafür weitere Temperaturmessungen notwendig, auf die nachfolgend für beide Rheometer eingegangen wird. Damit kann der Auswertzeitpunkt direkt zu Beginn des ersten Druckplateaus gewählt werden. Die EPDM Versuche am ESGMR des Lehrstuhls für Spritzgießen von Kunststoffen wurden sowohl nach Methode 1 als auch nach Methode 2 ausgewertet, die Versuche am DESMA ESGMR wurden ausschließlich nach der verbesserten Methode 2 ausgewertet.

### **Materialtemperaturmessung vor dem Schlitz am ESGMR des Lehrstuhles für Spritzgießen von Kunststoffen**

Für die Messung der Materialtemperatur vor dem Messschlitz beim EPDM-Kautschuk wurde das ESGMR modifiziert. Zuerst wurden die Seitenbacken mitsamt den Führungsholmen ausgebaut. Dann wurde die mittlere Platte samt der oberen Hälfte des Messschlitzes entfernt. Nun wurden vier speziell gefertigte Abstandsbolzen eingebaut. Damit konnte das Werkzeug gefahrlos zugefahren werden. Aus Abbildung 36 geht der Versuchsaufbau hervor.



#### 4. Experimentelles

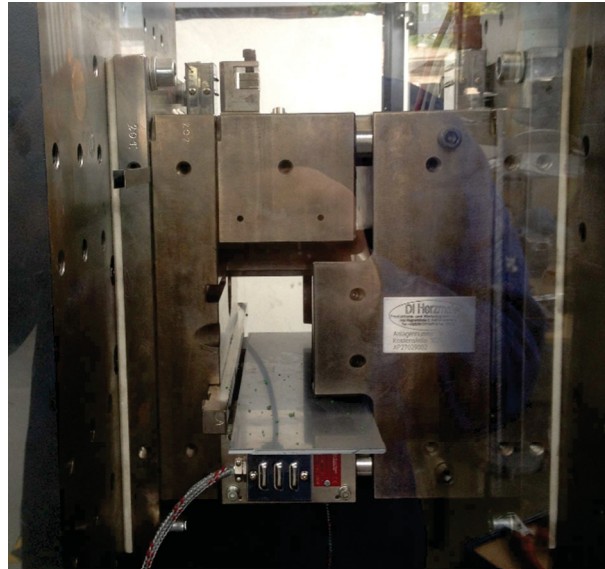


Abbildung 36: Versuchsaufbau für die Materialtemperaturmessung vor dem Schlitz bei dem EPDM Kautschuk.

Die Dosierbedingungen sind aus Tabelle 18 ersichtlich. Beim Einspritzen trat der Kautschuk aus der Angussbuchse aus und kam im Werkzeug auf einer Kunststoffplatte zum Liegen. Nun wurde aus dem Kautschuk eine Kugel geformt und der Maximalwert der Massetemperatur mit einem Einstichthermometer der Firma Testo SE & Co. KGaA (Lenzkirch, D) bestimmt. Um die Ansprechzeit des Thermoelements zu verbessern, wurde dieses vorgeheizt. Bei dieser Art der Temperaturmessung werden sowohl die Dehnerwärmung durch den konischen Düsenauslauf des Spritzaggregats, als auch die Schererwärmung in der Angussbuchse und die Erwärmung infolge des Umwandlungselements auf Kanalgeometrie berücksichtigt. Die Messparameter sind in Tabelle 23 dargestellt.

Tabelle 23: Messeinstellungen für die Massetemperaturmessung vor dem Schlitz für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C

Werkzeugtemperatur	(°C)	60 , 80, 100
Einspritzvolumenströme	(cm <sup>3</sup> s <sup>-1</sup> )	2,7; 20, 50, 70, 100, 130

Aus Abbildung 37 sind die ermittelten Temperaturen bei verschiedenen Volumenströmen ersichtlich. Die Temperaturen erreichen ein Plateau im hohen Volumenstrombereich. Die Messpunkte wurden mit einer logarithmischen Funktion approximiert. Dadurch ist es möglich die Temperatur am Schlitzanfang für unterschiedliche Volumenströme innerhalb des Messbereichs zu ermitteln.

## 4. Experimentelles

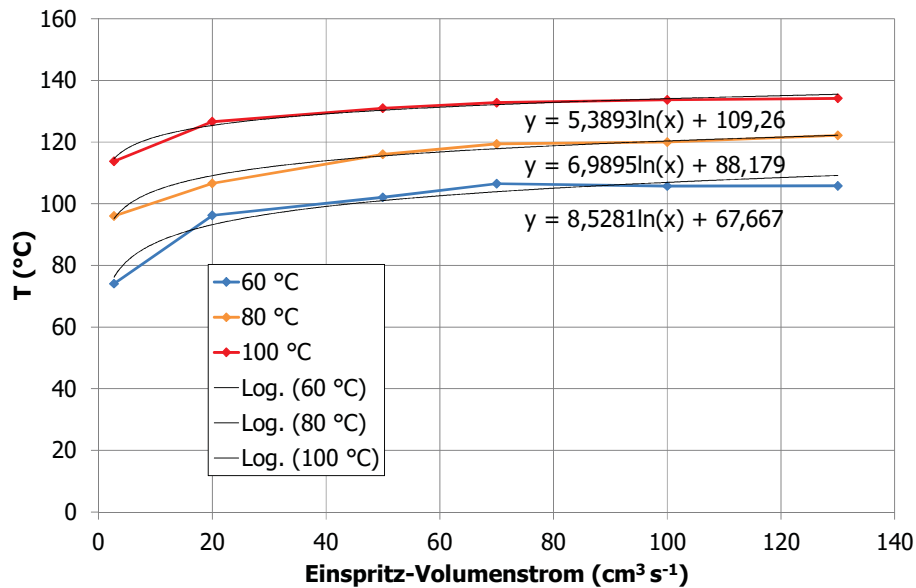


Abbildung 37: Ergebnisse der Materialtemperaturmessung des EPDM Kautschuks vor dem Schlitz.

### Materialtemperaturmessung vor der Kompressionszone mit dem DESMA ESGMR

Für die Bestimmung der Masstemperatur des EPDM-Kautschuks am DESMA Elastomerspritzgießmaschinenrheometer wurde das Werkzeug entlang der in Abbildung 38 gezeigten Trennebene geöffnet. Der Zugang zum Messschlitz war nicht direkt gegeben, da vor dem Messschlitz ein Element mit rechteckigem sich verjüngendem Querschnitt fest verbaut war. Dieses Element sorgt für weiteren Temperatureintrag. Die Einschränkung wurde in Kauf genommen, da sonst der komplette Werkzeugeinsatz umgebaut werden hätte müssen.

#### 4. Experimentelles

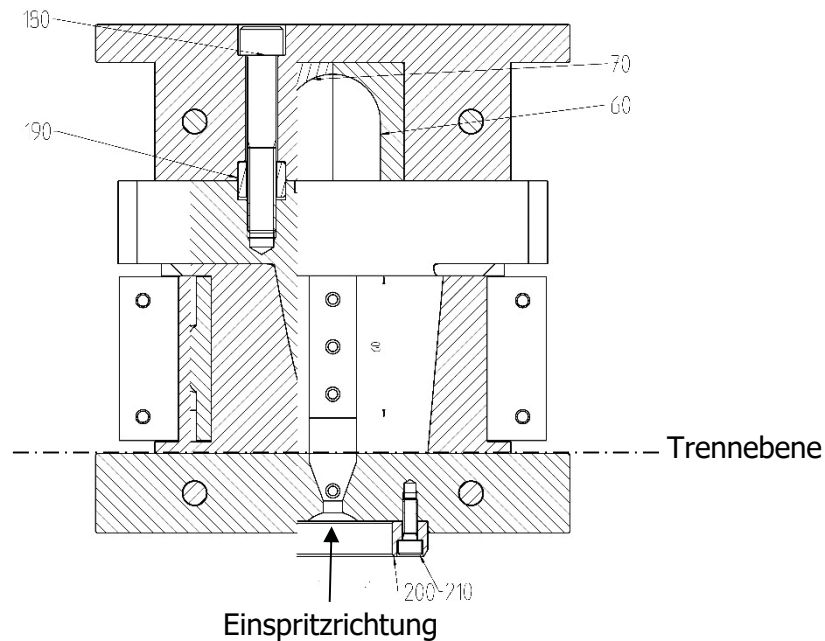


Abbildung 38: Querschnitt des DESMA Elastomerspritzgießmaschinenrheometers.

Die Dosierbedingungen sind aus Tabelle 21 ersichtlich. Bei 100 °C kam es trotz des niedrigeren Staudrucks zu Materialaustritt aus der Düse. Deshalb wurde der Staudruck ganz weggenommen. Dennoch traten Dosierprobleme auf. In Tabelle 22 sind die Maschineneinstellungen für die Materialtemperaturmessung aufgeführt. Es wurde vor den Messungen drei Mal mit den jeweiligen Dosierbedingungen aufbereitetes Material mit dem Versuchsvolumenstrom ausgespritzt, damit sich ein Temperaturprofil einstellen kann. Für die Messungen wurde das Material ausgespritzt und zu einer Kugel geformt. Anschließend wurde die Temperatur mit einem Einstichthermometer der Firma Testo SE & Co. KGaA (Lenzkirch, D) als Maximalwert bestimmt. Erneut wurde die Ansprechzeit durch Vorheizen reduziert. Die Messungen berücksichtigen den Temperatureintrag infolge der Materialaufbereitung und der Angussbuchse, sowie des ersten Teil des Umwandlungselements vom Kreisquerschnitt der Angussbuchse zum Rechteckquerschnitt des Messschlitzes. Die Ergebnisse sind in Abbildung 39 dargestellt. Die Temperaturen ermitteln sich als arithmetisches Mittel aus drei Einzelmessungen. Ähnlich wie bei den Temperaturmessungen mit dem ESGMR des Lehrstuhls für Spritzgießen von Kunststoffen erreichen die gemessenen Temperaturen ein Plateau. Wegen der beschriebenen Dosierprobleme konnte beim obersten Volumenstrom bei 100 °C die Starttemperatur nicht ermittelt werden. Da sich bei den beiden niedrigeren Temperaturen die Temperatur im hohen Volumenstrombereich nicht mehr erhöht, wurde dies auch für die Messungen bei 100 °C angenommen.

#### 4. Experimentelles

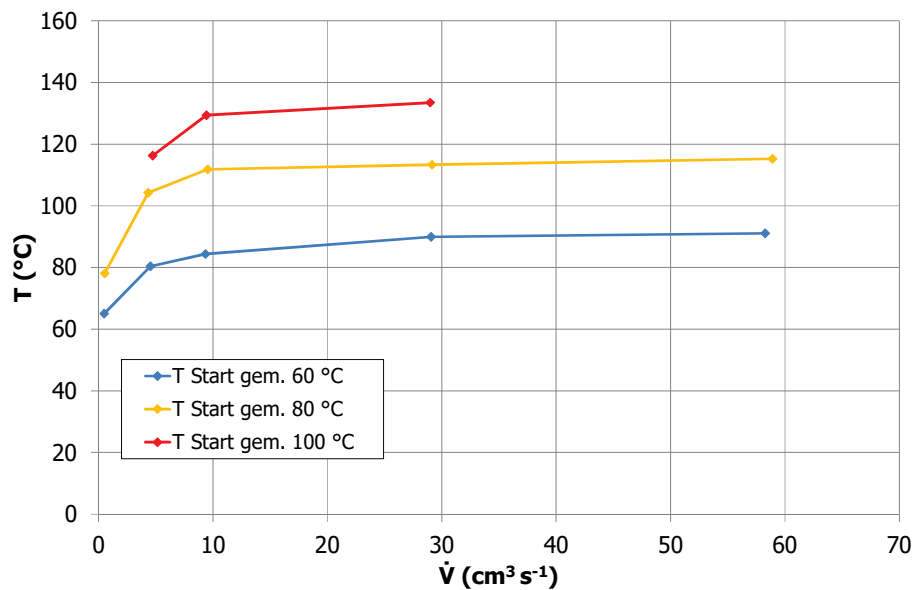


Abbildung 39: Ergebnisse der Materialtemperaturmessung des EPDM Kautschuks vor dem Kompressionselement beim DESMA ESGMR.

#### Vergleich der Materialtemperaturmessungen am ESGMR des Lehrstuhls für Spritzgießen von Kunststoffen und am DESMA-ESGMR

In Tabelle 24 sind für beide Rheometerkonzepte die mit dem Einstichfühler gemessenen Massetemperaturen des EPDM-Kautschuks dargestellt. Der Vergleich zeigt, dass beim DESMA ESGMR die Temperaturplateaus bereits bei geringeren Einspritzvolumenströmen erreicht werden. Durch das Dosieren und das Einspritzen wird mehr Dissipationsenergie eingebracht.

Tabelle 24: Gegenüberstellung der Materialtemperaturmessungen des EPDM-Kautschuks bei beiden Rheometerkonzepten

$\dot{V}$	$T_{\max}$ Leoben 60 °C	$T_{\max}$ Leoben 80 °C	$T_{\max}$ Leoben 100 °C	$\dot{V}$	$T_{\max}$ DESMA 60 °C	$T_{\max}$ DESMA 80 °C	$T_{\max}$ DESMA 100 °C
(cm³s⁻¹)	(°C)	(°C)	(°C)	(cm³s⁻¹)	(°C)	(°C)	(°C)
2,7	74,1	96	113,8	1	65	78	99,9
20	96,2	106,6	126,6	5	88,1	104,2	116,2
50	102,1	116	131	10	94,1	111,8	129,4
70	106,5	119,4	132,8	30	102,4	113,3	133,5
100	105,7	120	133,7	60	104,1	115,2	Nicht mehr messbar!
130	105,8	122,2	134,2				

# 5 Ergebnisse und Diskussion

## 5.1 Grundlegende Versuche

### Rubber Process Analyser

Das Vernetzungsverhalten der beiden Kautschukmischungen wurde zuerst bestimmt, da mit vernetzenden Batches gearbeitet wurde. Damit konnte für weiterführende Messungen ein Zeitfenster ermittelt werden, in dem mit den Mischungen gearbeitet werden konnte. Anschließend wurde die Viskosität bei niedrigen Scherraten bestimmt. Sie wurden für die Gegenüberstellung der unterschiedlichen Viskositätsmessverfahren ermittelt. Die Messungen wurden mit den in Kap. 4.3.1 beschriebenen Versuchseinstellungen durchgeführt. Die zu den Diagrammen zugehörigen Messdaten befinden sich im Anhang.

### SBR

In Abbildung 40 sind die Vernetzungsisothermen für das SBR ersichtlich. Die exponentielle Abhängigkeit der Inkubationszeit und der Vernetzungsgeschwindigkeit sind klar erkennbar. Die Faustregel, dass 10 °C Temperaturerhöhung eine Halbierung der Inkubationszeit bewirken, ist erfüllt. Die Vulkanisationszeit verkürzt sich mit steigender Temperatur. Die Netzstellen werden bei höheren Temperaturen schneller gebildet. Ab einem Vernetzungsgrad von 1 ist bei allen Kurven Reversion zu beobachten. Dabei nimmt die Anzahl der Netzstellen durch weiteren Temperatureinfluss nach Erreichen des Maximums wieder ab. Dieser Effekt ist bei niedrigeren Temperaturen weniger ausgeprägt. Die Kurvenverläufe sind durch die klar definierte Inkubationszeit kennzeichnend für schwefelvernetzende Mischungen.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

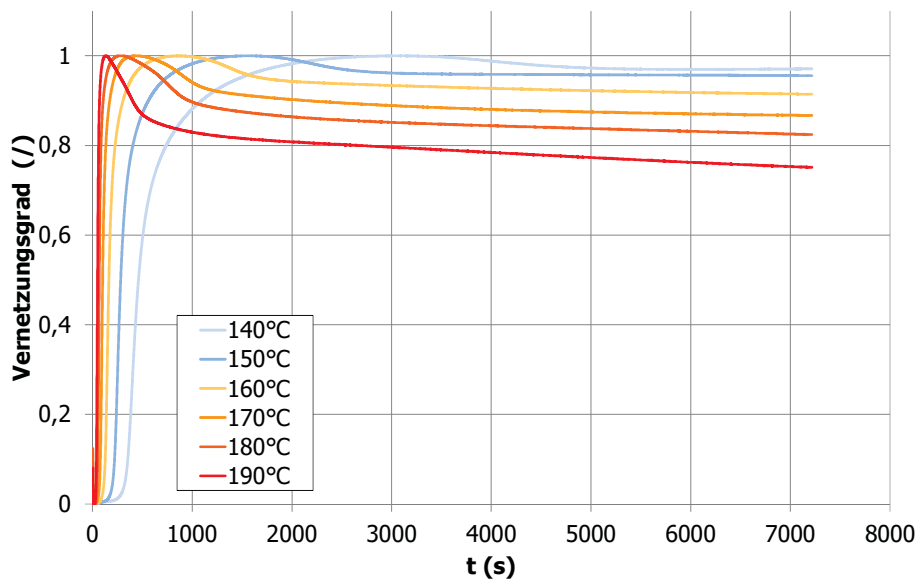


Abbildung 40: Vernetzungsisothermen des SBR Kautschuks gemessen bei 140 °C, 150 °C, 160 °C, 170 °C, 180 °C, 190 °C.

In Abbildung 41 sind die Frequenzsweeps bei 80 °C, 100 °C und 120 °C mit Vorscherung und ohne Vorscherung dargestellt. Die Versuche wurden jeweils drei Mal durchgeführt. Die dargestellten Werte ergeben sich als arithmetisches Mittel aus den Einzelmessungen. Die dynamische Viskosität sinkt mit steigender Frequenz. Die Viskosität ist beim vorgescherten Material niedriger, da durch die Vorscherung das Füllstoffnetzwerk aufgebrochen wird.

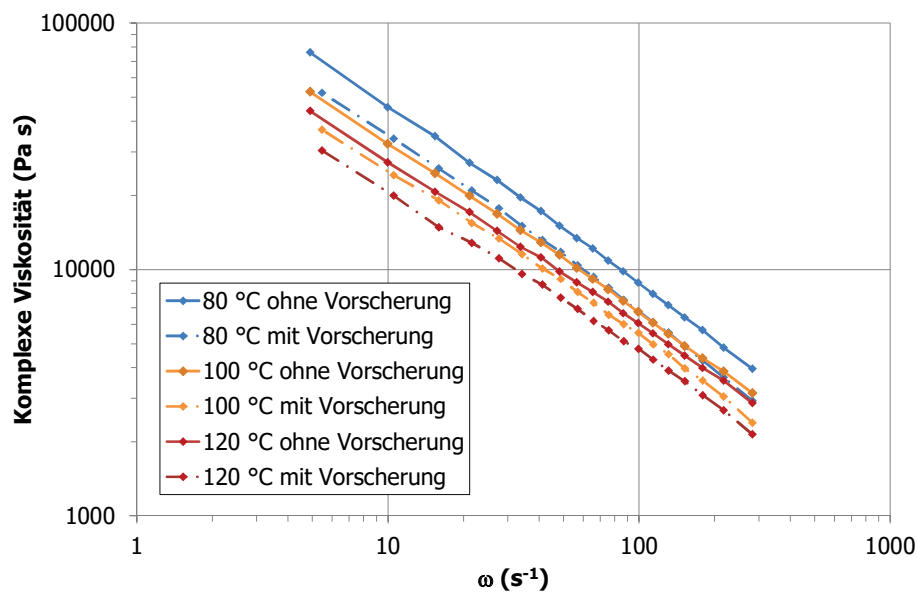


Abbildung 41: Frequenzsweep des SBR-Kautschuks bei 80 °C, 100 °C und 120 °C.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

### EPDM

Abbildung 42 zeigt die Vulkameterkurven für den EPDM Kautschuk. Es zeigt sich ein für schwefelvernetzende Mischungen charakteristischer Kurvenverlauf. Die EPDM-Mischung vernetzt langsamer als die SBR-Mischung. Außerdem sind die Reversionseffekte weniger stark ausgeprägt. Bei den Vernetzungsisothermen bei 140 °C und bei 150 °C ist innerhalb der Messzeit keine Reversion zu beobachten. Die 140 °C Kurve zeigt bei einer Vernetzungszeit von 1000 s einen kleinen Sprung. Während der Messung wird vom unteren Teil der bikonischen Prüfkammer eine periodische Verformung auf die Probe, die zwischen zwei Folien eingebettet ist, aufgebracht. Eine dieser Folien könnte trotz der genuteten Oberfläche der Prüfkammer verrutscht sein und somit den kleinen Peak erzeugt haben.

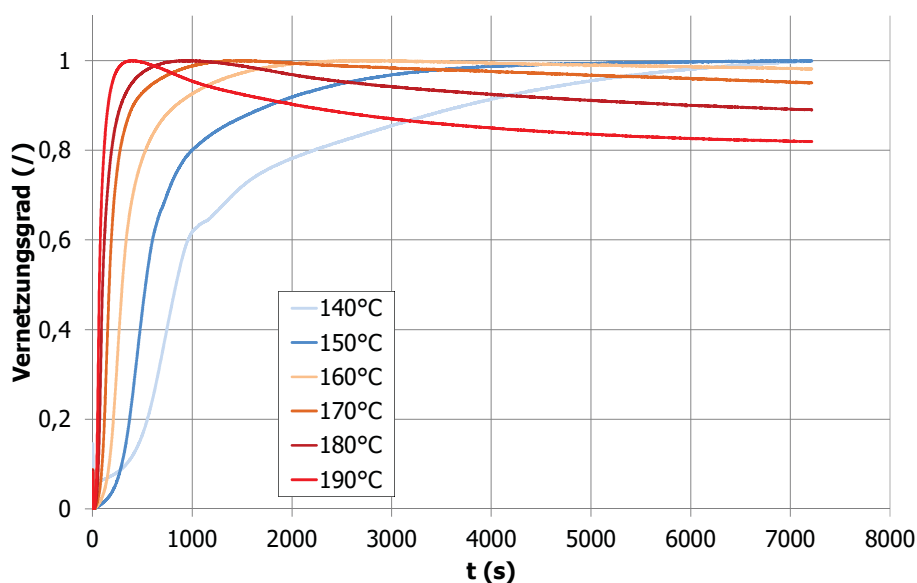


Abbildung 42: Vernetzungsisothermen des EPDM-Kautschuks, gemessen bei 140 °C, 150 °C, 160 °C, 170 °C, 180 °C, 190 °C.

Abbildung 43 zeigt die Frequenzsweeps im Temperaturbereich von 60 °C, 80 °C und 100 °C am vorgescherten und am nicht vorgescherten Material. Die Versuche wurden ebenfalls drei Mal durchgeführt und der Mittelwert gebildet.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

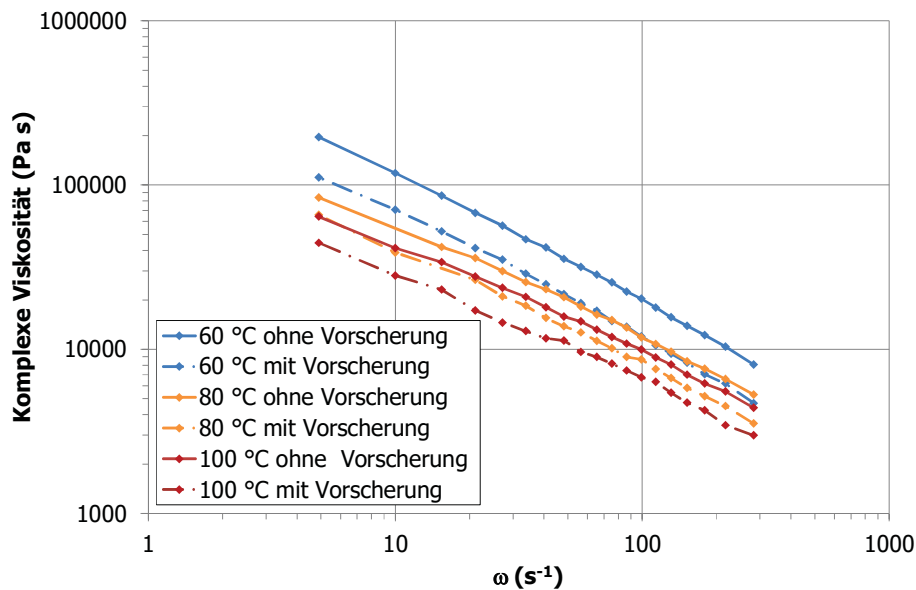


Abbildung 43: Frequenzsweep des EPDM Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C.

### pvT Messung

Die Messeinstellungen sind aus Kap. 4.3.2 ersichtlich. Es wurden keine Reproduzierbarkeitsmessungen durchgeführt. In Abbildung 44 und Abbildung 45 sind die pvT Kurvenscharen für die beiden Materialien dargestellt (Messdaten siehe Kap. 8). Die Proben wurden vor den Messungen vernetzt, damit im Zuge des Vernetzungsprozesses auftretende Dichteänderungen die ersten gemessenen Isobaren nicht verfälschen. Die Isobaren wurden oberhalb der Glasübergangstemperatur gemessen und zeigen deshalb einen konstanten Anstieg des spezifischen Volumens mit steigender Temperatur. Außerdem nimmt das spezifische Volumen mit steigendem Druck infolge der Kompression ab.



## 5. Ergebnisse und Diskussion

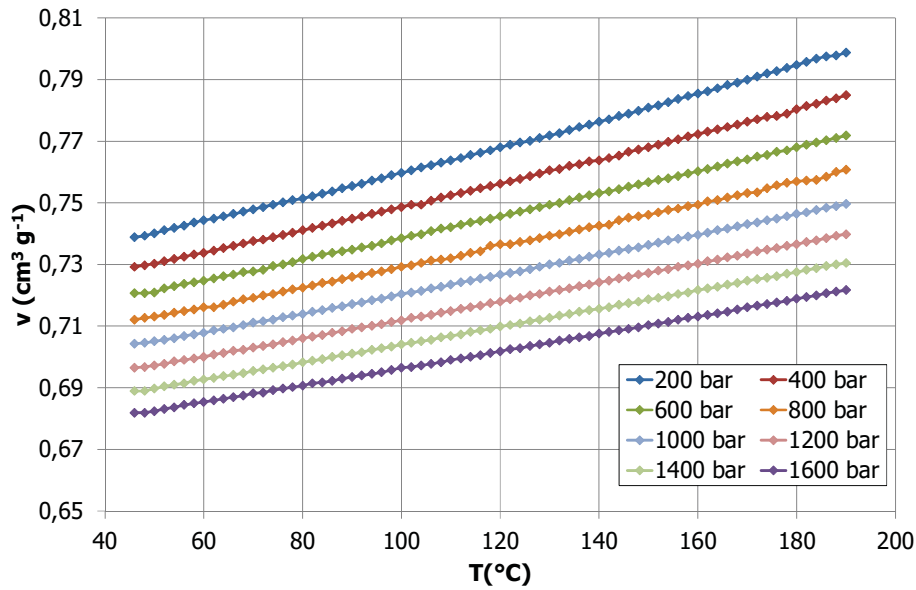


Abbildung 44:  $p$  $v$  $T$  Isobaren des SBR-Kautschuks.

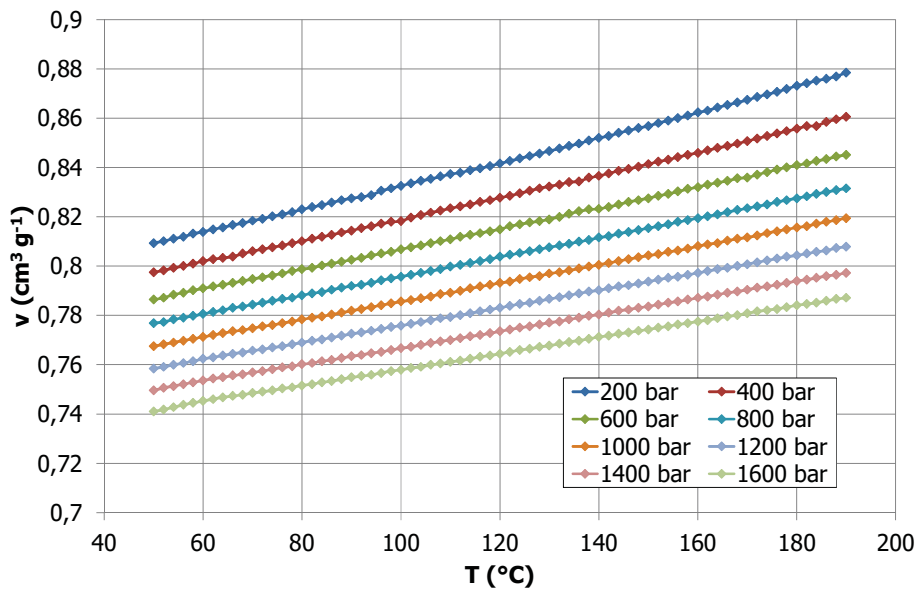


Abbildung 45:  $p$  $v$  $T$  Isobaren des EPDM-Kautschuks.

### Hochdruckkapillarrheometrie

Die Standardmethode zur Bestimmung der Viskosität stellt die Messung mit dem HKR dar. Bei den Versuchen kam ein Runddüsenatz zum Einsatz. Es wurde eine Lochblende zur exakten Bestimmung der Einlaufdruckverluste verwendet. Die zugehörigen Versuchsparameter sind aus 4.3.3 ersichtlich. Die Scherrate wurde nach Weissenberg-Rabinowitsch korrigiert. Bei den SGMR Versuchen wurden bei beiden Kautschukmischungen

## 5. Ergebnisse und Diskussion

sehr hohe Temperaturen im Wandbereich festgestellt. Sie entstehen durch Dissipation infolge des zähen Fließverhaltens und treten auch bei den HKR Versuchen auf. Daher sind die Viskositätskurven auf Dissipationserwärmung, wie in Kap. 3.4.3 erläutert, zu korrigieren. Die Messdaten sind in Kap. 8 tabellarisch aufgelistet.

### SBR

In Abbildung 46 sind die Viskositätskurven für die SBR-Mischung bei 80 °C, 100 °C und 120 °C dargestellt. Die beiden bei höheren Temperaturen gemessenen Kurven weisen trotz des Temperaturunterschiedes von 20 °C bei niedrigen und mittleren Scherraten denselben Kurvenverlauf auf. Eventuell kommt dabei schon der Einfluss des Vernetzungsmittels zum Tragen. Generell werden deshalb nur unvernetzende Batches charakterisiert. Bei höheren Scherraten zeigen sie einen Knick.

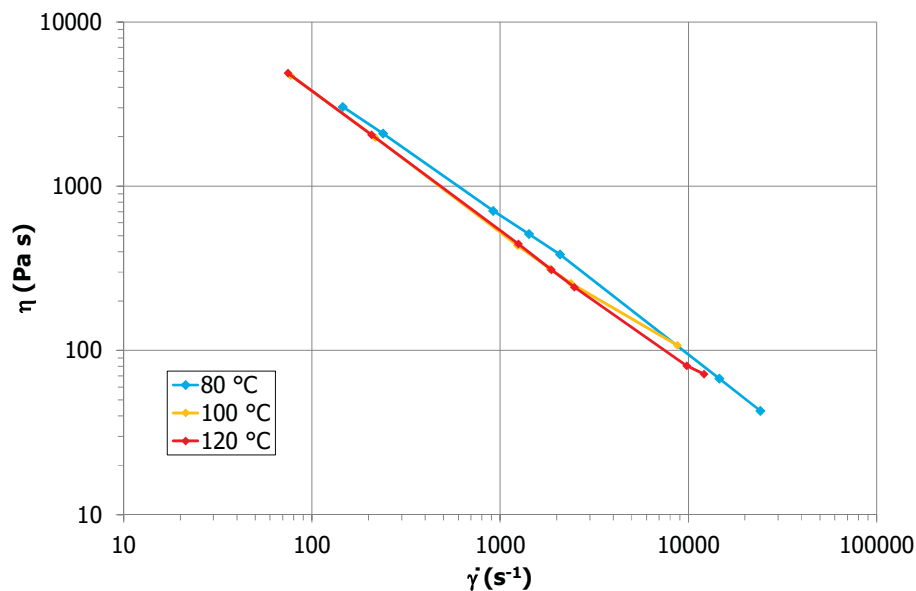


Abbildung 46: HKR Kurvenschar des SBR-Kautschuks bei 80 °C, 100 °C und 120 °C ohne Temperaturkorrektur.

Tabelle 25 zeigt die kalkulierten Massetemperaturen zur Durchführung der Temperaturkorrektur. Die genauen Anteile von Schererwärmung und Dehnerwärmung sind dabei nicht voneinander trennbar. Die Massetemperaturerhöhung im Einlaufbereich wird durch  $\Delta T_E$  beschrieben,  $\Delta T_K$  steht für die Temperaturerhöhung in der Kapillare und  $\bar{T}_{\text{Masse}}$  ist die mittlere Massetemperatur in der Messkapillare. Die ermittelten Temperaturen sind von der Scherrate abhängig. Eine höhere Scherrate geht mit einem größeren Temperaturanstieg einher. Die Temperatur im Einlaufbereich zeigt zudem eine starke Abhängigkeit von der eingestellten Zylindertemperatur. Während es bei der niedrigsten Messtemperatur noch zu

## 5. Ergebnisse und Diskussion

einem starken Temperaturanstieg kommt, reduziert sich dieser bei den höheren Temperaturen. Bei der niedrigsten Messtemperatur und der höchsten Scherrate wurde mit 63 °C und einer Endtemperatur von 143 °C der größte Temperaturanstieg ermittelt. Das entspricht einer Temperaturerhöhung um 80 %.

Tabelle 25: Kalkulierte Temperaturerhöhungen des SBR Kautschuks im HKR für die Temperaturkorrektur nach [28]

$\dot{\gamma}_s$	$\Delta T_E$	$\Delta T_K$	$\bar{T}_{\text{Masse}}$
(s <sup>-1</sup> )	(°C)	(°C)	(°C)
80 °C			
50	4	18	93
100	5	20	95
500	7	26	100
750	9	30	103
1000	10	32	106
5000	34	40	134
7500	42	42	143
$\dot{\gamma}_s$	$\Delta T_E$	$\Delta T_K$	$\bar{T}_{\text{Masse}}$
(s <sup>-1</sup> )	(°C)	(°C)	(°C)
100 °C			
50	3	14	111
100	4	17	112
500	5	21	116
750	6	23	118
1000	7	24	119
5000	15	37	134
7500	20	46	143

## 5. Ergebnisse und Diskussion

$\dot{\gamma}_s$	$\Delta T_E$	$\Delta T_K$	$\bar{T}_{Masse}$
( $s^{-1}$ )	( $^{\circ}C$ )	( $^{\circ}C$ )	( $^{\circ}C$ )
120 $^{\circ}C$			
50	1	14	128
100	2	17	130
500	3	22	134
750	3	23	135
1000	4	24	135
5000	8	31	143
7500	10	34	147

Aus Abbildung 47 sind die temperaturkorrigierten Viskositätskurvenscharen ersichtlich. Die Viskositätspunkte werden durch die Temperaturkorrektur (Messung bei zu hoher Temperatur) zu niedrigeren Scherraten und höheren Viskositätswerten hin verschoben. Das Kurvenniveau im höheren Schergeschwindigkeitsbereich hebt sich an. Während der charakteristische Knick bei der 100  $^{\circ}C$  Kurve verstärkt hervortritt, verschwindet er bei der 120  $^{\circ}C$  Kurve.

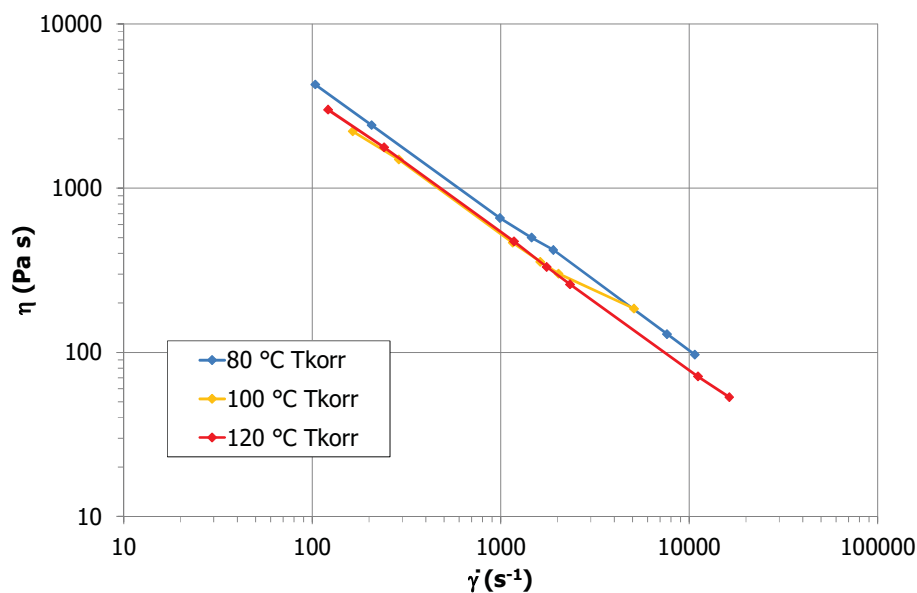


Abbildung 47: HKR Kurvenschar des SBR-Kautschuks bei 80  $^{\circ}C$ , 100  $^{\circ}C$  und 120  $^{\circ}C$  mit Temperaturkorrektur.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

### EPDM

Die EPDM-Mischung wurden mit dem RHEOGRAPH 50 vermessen. Daher konnten höhere Scherraten realisiert werden. In Abbildung 48 sind die ermittelten Viskositätskurvenverläufe dargestellt. Der Fließfähigkeitsunterschied infolge der großen Temperaturdifferenz zwischen der bei der 60 °C und der bei 100 °C gemessenen Kurven ist klar ersichtlich. Die Messkurve, die bei 80 °C ermittelt wurde, zeigt diese Tendenz nicht. Bei niedrigen Scherraten nähert sie sich der 100 °C Kurve und bei hohen Scherraten der 60 °C Kurve an. Zudem fallen temperatur- und scherratenabhängige Steigungsänderungen bei den Viskositätskurven auf. Bei der niedrigsten Messtemperatur ist eine Steigungsänderung bereits bei einer geringen Scherrate erkennbar. Mit zunehmender Temperatur tritt diese Steigungsänderung erst bei höheren Scherraten auf. Das lässt auf temperatur- und scherratenabhängige Fließphänomene schließen.

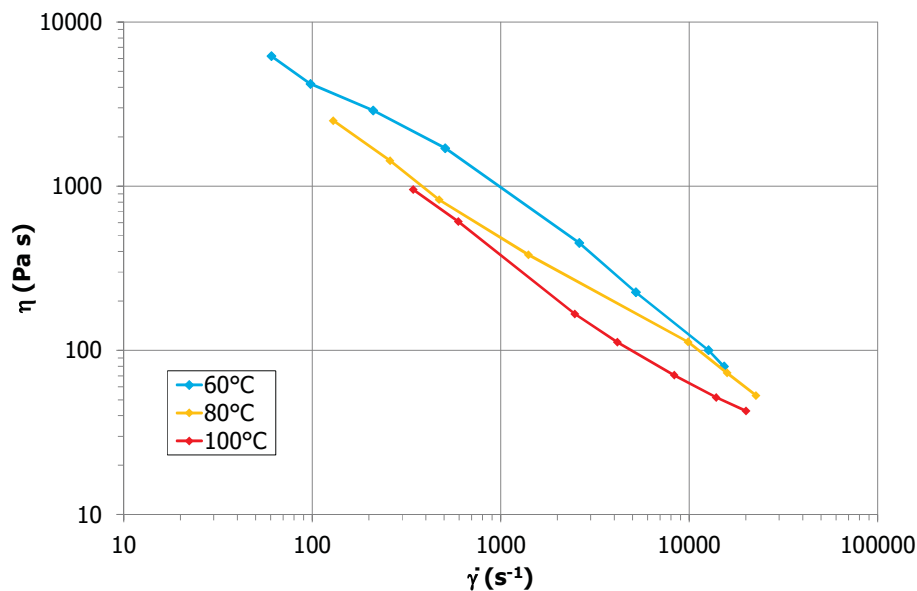


Abbildung 48: HKR Kurven des EPDM-Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C ohne Temperaturkorrektur.

Aus Tabelle 26 sind ermittelten Massetemperaturen ersichtlich. Es zeigen sich erneut die beim SBR beschriebenen Tendenzen. Bei einer Zylindertemperatur von 60 °C trat mit 78°C der größte Temperaturanstieg auf. Es wurde eine Endtemperatur von 138 °C erreicht, was einem Temperaturanstieg um 130 % entspricht.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Tabelle 26: Kalkulierte Temperaturerhöhung des EPDM-Kautschuks im HKR für die Temperaturkorrektur nach [28]

$\dot{\gamma}_s$	$\Delta T_E$	$\Delta T_K$	$\bar{T}_{Masse}$
( $s^{-1}$ )	( $^{\circ}C$ )	( $^{\circ}C$ )	( $^{\circ}C$ )
60 $^{\circ}C$			
18	2	17	71
37	3	18	72
184	5	27	78
368	6	38	85
920	13	52	99
1841	27	52	113
3780	39	56	127
5000	51	54	138
$\dot{\gamma}_s$	$\Delta T_E$	$\Delta T_K$	$\bar{T}_{Masse}$
( $s^{-1}$ )	( $^{\circ}C$ )	( $^{\circ}C$ )	( $^{\circ}C$ )
80 $^{\circ}C$			
37	2	14	89
92	2	16	90
184	3	17	91
920	4	23	96
5000	12	47	116
7500	18	49	123
10000	26	51	132
$\dot{\gamma}_s$	$\Delta T_E$	$\Delta T_K$	$\bar{T}_{Masse}$
( $s^{-1}$ )	( $^{\circ}C$ )	( $^{\circ}C$ )	( $^{\circ}C$ )
100 $^{\circ}C$			
92	2	14	109
184	2	15	110
920	3	18	112
1841	4	20	114
5000	6	25	118
10000	8	31	124
15000	12	36	130

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Unter Berücksichtigung der Dissipationserwärmung ergeben sich die in Abbildung 49 gezeigten Viskositätskurven. Im Vergleich zu den unkorrigierten Kurven werden die Datenpunkte zu niedrigeren Scherraten verschoben. Vor allem bei den höheren Scherraten hat die Temperaturkorrektur infolge der hohen Temperaturen einen starken Einfluss. Dadurch wandern die Viskositätskurven auseinander und flachen ab.

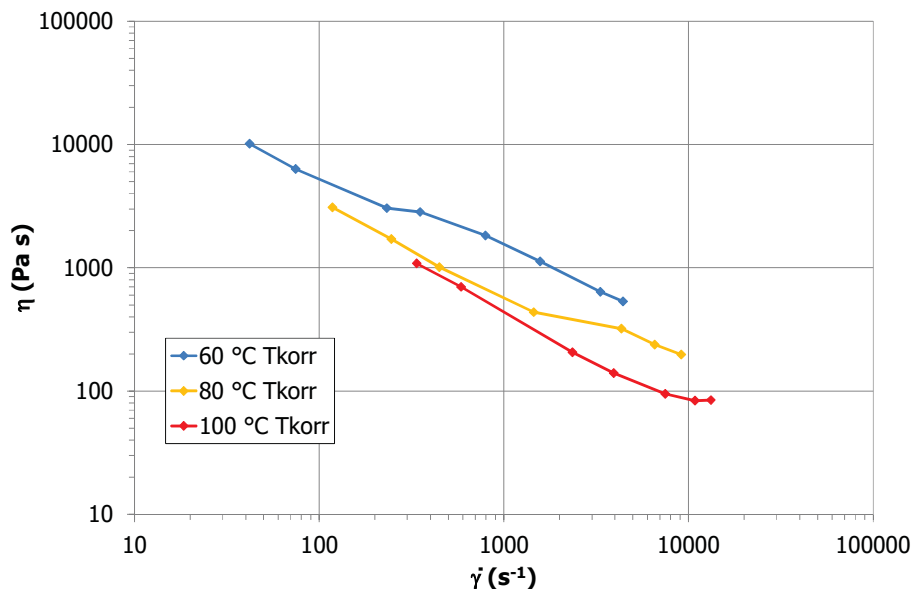


Abbildung 49: HKR Kurven des EPDM-Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C samt Temperaturkorrektur.

### Dynamische Wärmestrom-Differenzkalorimetrie

Die Versuchseinstellungen gehen aus Kap. 4.3.4 hervor. Die Messungen wurden drei Mal durchgeführt. In Abbildung 50 und Abbildung 51 sind die Messergebnisse der beiden untersuchten Materialien jeweils für das erste und zweite Aufheizen dargestellt. Die zu den Diagrammen zugehörigen Messdaten gehen aus Kap. 8 hervor. Das erste Aufheizen zeigt die Materialvorgeschichte und die Vernetzungsreaktion. Beim zweiten Aufheizen wurden diese Einflüsse eliminiert und das Material liegt in vernetzter Form vor. Ein großer Einflussfaktor neben der Probenmasse ist die Probenvorbereitung. Da die Unterschiede der Probenmassen gering sind, kommt die Abweichung der Kurvenniveaus womöglich daher, dass die Proben aus der Mitte eines extrudierten Kautschukstreifens herausgestanzt wurden. Innerhalb des Kautschukstreifens ist die Füllstoffverteilung nicht homogen und somit ist es schwierig, exakt gleiche Proben herazupräparieren. Bei ersten Aufheizen zeigt sich für den SBR-Kautschuk zwischen 80 °C und 90 °C ein Peak. Es handelt sich um einen endothermen Phasenübergang. Da die genaue Batchzusammensetzung nicht bekannt war, ist der Ursprung unbekannt. Womöglich handelt es sich um das Schmelzen von Verarbeitungshilfen

## 5. Ergebnisse und Diskussion

oder Alterungsschutzmitteln. Ab einer Temperatur von 130 °C beginnt die exotherme Vernetzungsreaktion. Beim zweiten Aufheizen sind diese Phasenübergänge nicht mehr sichtbar. Ab einer Temperatur von 170 °C zeichnet sich der Beginn eines weiteren exothermen Peaks ab. Die Mischung neigte bei den RPA Versuchen bei höheren Temperaturen zu Reversion. Die beginnende Reversion könnte für den Peak verantwortlich sein.

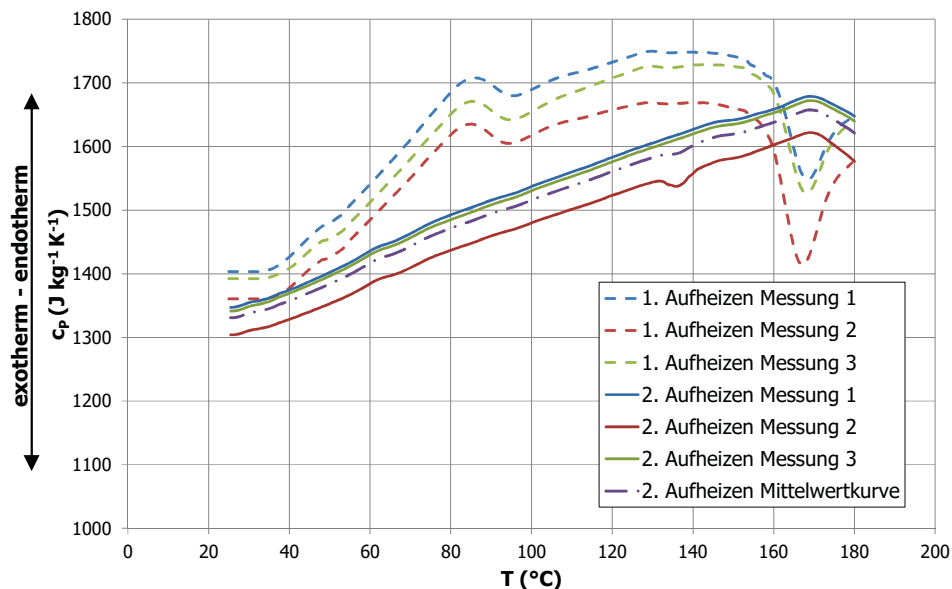


Abbildung 50: Spezifische Wärmekapazität für SBR, jeweils für das erste und zweite Aufheizen.

Beim ersten Aufheizen treten bei dem EPDM-Kautschuk zwischen 40 °C und 50 °C und erneut bei 80 °C bis 90 °C endotherme Peaks auf. Sie deuten abermals auf Schmelzvorgänge von Verarbeitungshilfen oder Alterungsschutzmitteln hin. Die genaue Ursache ist unbekannt, da auch für dieses Material keine Batchzusammensetzung verfügbar war. Bei zwei Messungen treten zusätzlich endotherme Peaks in verschiedenen Ausprägungen im Bereich von 130 °C bis 160 °C auf. In diesem Bereich schmelzen kristalline Domänen des Polymers auf. Die unterschiedliche Ausprägung deutet auf eine unregelmäßige Verteilung dieser Domänen im Kautschuk hin. Sie werden sehr stark von den bei der Produktion herrschenden Abkühlbedingungen beeinflusst. Direkt danach beginnt der exotherme Vernetzungsspeak. Beim zweiten Aufheizen tritt im Bereich von 80 °C der schon beim ersten Aufheizen beobachtete endotherme Phasenübergang in abgeschwächter Form auf. Die Kurvenverläufe sind bis zu einer Temperatur von 130 °C ident. Erst ab dieser Temperatur weicht Messung 1 davon ab. Schon beim ersten Aufheizen zeigten für diese Kurve keine markanten endothermen Ausprägungen in diesem Temperaturbereich. Es wird keine Energie für das



## 5. Ergebnisse und Diskussion

Schmelzen benötigt und steht früher als Aktivierungsenergie für die Vernetzung zur Verfügung. Die Abweichung könnte somit durch einen weiter fortgeschrittenen Zustand der Vernetzung erklärt werden.

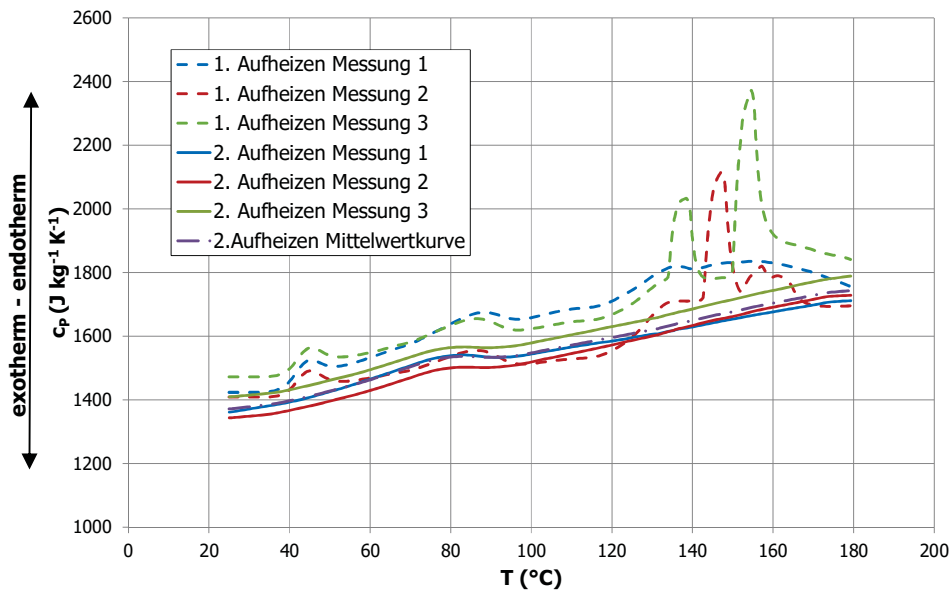


Abbildung 51: spezifische Wärmekapazität EPDM, jeweils für das erste und zweite Aufheizen.

### Stationäre Wärmeleitfähigkeitsmessung

Die Versuchseinstellungen sind in Kap. 4.3.5 aufgeführt. Aus Abbildung 52 ist die Wärmeleitfähigkeit der SBR-Mischung und aus Abbildung 53 die der EPDM-Mischung ersichtlich. Bei den in den Diagrammen gezeigten Messpunkten handelt es sich um Einzelmessungen. Die zugehörigen Messwerte sind in Kap. 8 zu finden. Die Messungen wurden für beide Materialien an vorvernetzten Prüfkörpern durchgeführt. Die Temperaturabhängigkeit ist bei beiden Materialien sehr gering. Bei den Messwerten lassen sich keine eindeutigen Trends erkennen.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

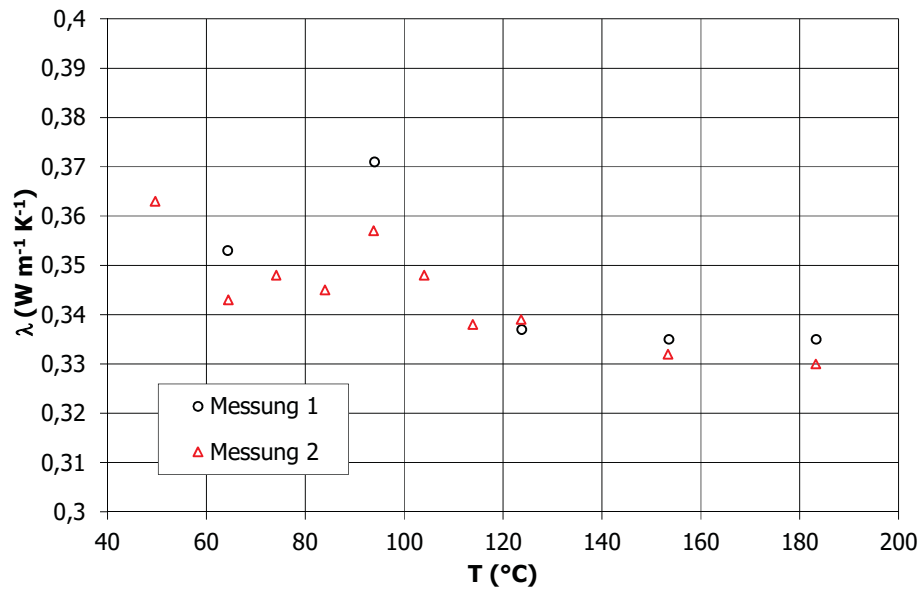


Abbildung 52: Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit der Temperatur, gemessen am SBR-Kautschuk.

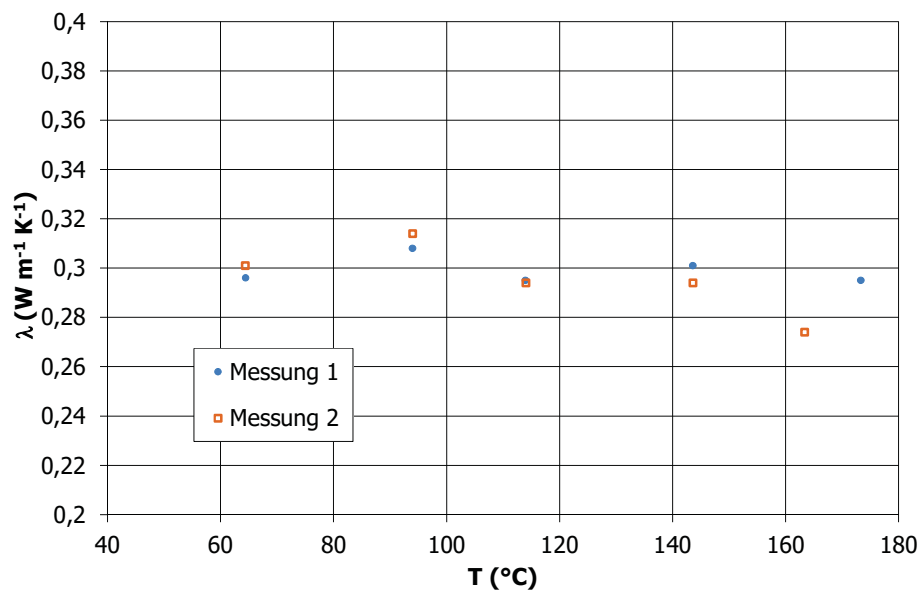


Abbildung 53: Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit der Temperatur gemessen am EPDM-Kautschuk.

### 5.2 Spritzgießmaschinenrheometrie

#### 5.2.1 Versuche mit dem ESGMR des Lehrstuhles für Spritzgießen von Kunststoffen

##### SBR

In Abbildung 54 ist die Reproduzierbarkeitsüberprüfung von den ESGMR Versuchen mit der SBR-Mischung dargestellt. Die Reproduzierbarkeit wurde anhand der Druckdifferenzen bei einem niedrigen, einem mittleren und einem hohen Einspritzvolumenstrom evaluiert. Bei 2,7; 50 und 100 cm<sup>3</sup>s<sup>-1</sup> wurden jeweils vier Messungen durchgeführt und der Messpunkt als Mittelwert eingetragen. Die maximale und die minimale Abweichung vom Mittelwert sind als Fehlerbalken ersichtlich. Während den Messungen mit 120 °C kam es wegen der bei dieser Temperatur schneller ablaufenden Vernetzungsreaktion immer wieder zu Problemen. Die Probleme traten vor allem bei hohen Einspritzvolumenströmen wegen des zusätzlichen Dissipationswärmeeintrags auf. Die Temperatur von 120 °C stellt für diesen vernetzenden SBR-Batch die absolute Messgrenze dar. Daher wurden bei dieser Temperatur für die mittleren und hohen Volumenströme keine Reproduzierbarkeitsmessungen durchgeführt. Die Messungen führen zu reproduzierbaren Ergebnissen. Die Auswertzeit wurde nach Methode 1 am Ende der Einspritzzeit gewählt. An dieser Stelle ist es aufgrund des sich einstellenden Gegendrucks schwierig, einen geeigneten Auswertzeitpunkt zu finden.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

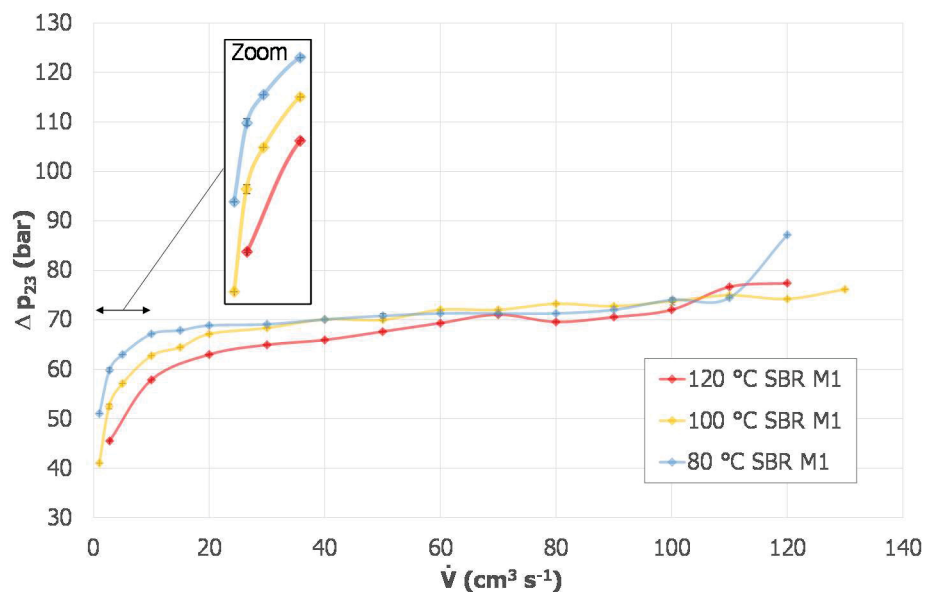


Abbildung 54: Reproduzierbarkeit der ESGMR Versuche für SBR nach Methode 1 ausgewertet.

Abbildung 55 zeigt eine Gegenüberstellung der adiabat berechneten Starttemperatur mit der gemessenen Wandtemperatur im Schlitz zum Auswertzeitpunkt für die Messvolumenströme. Bei allen Messtemperaturen sind bei niedrigen Volumenströmen die berechneten Starttemperaturen höher als die gemessenen Wandtemperaturen im Rheometerschlitz. Auf den ersten Blick ist das physikalisch nicht schlüssig. Jedoch sind bei niedrigen Volumenströmen die Randbedingungen für die adiabate Berechnung nicht erfüllt. Das führt dazu, dass die adiabate Berechnung vor allem bei niedrigen Volumenströmen den Temperatureintrag überschätzt. Sie wurde dennoch für die weitere Versuchsauswertung herangezogen. In weiterer Folge wurde eine bessere Methodik zur Bestimmung der Starttemperatur entwickelt. Dabei wird die Starttemperatur nicht mehr kalkuliert sondern gemessen. Die Wandtemperaturen bei 80 °C und bei 100 °C führen bei höheren Volumenströmen zu ähnlichen Werten. Das zeigt die Schwäche der Wandtemperaturmessung im Schlitz mit diesen Sensoren bei hohen Einspritzvolumenströmen auf. Die Wandtemperatur wird aufgrund der hohen Drücke nicht direkt im Messspalt bestimmt, sondern 0,8 mm dahinter im Stahl des Werkzeugs. Durch die Wärmeleitung zu den Sensoren besitzt das System eine gewisse Trägheit. Am Ende der Einspritzzeit befindet sich die auf diese Weise ermittelte Temperatur noch in einem steilen Anstieg. Die Wandtemperatur kann daher mit dem aufdosierten Spritzvolumen nicht ermittelt werden. Bei

## 5. Ergebnisse und Diskussion

niedrigen Einspritzvolumina erreicht das Temperatursignal früher ein Plateau. Deshalb ist die Bestimmung möglich.

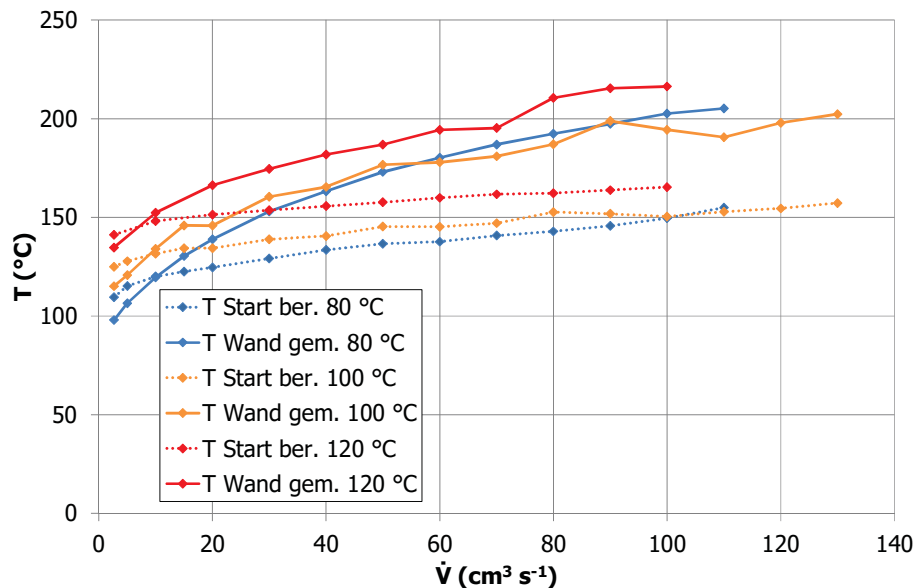


Abbildung 55: Gegenüberstellung der kalkulierten und gemessenen Temperaturen des SBR-Kautschuks im Schlitz bei 80 °C, 100 °C und 120 °C bei den unterschiedlichen Messvolumenströmen.

### Ohne Temperaturkorrektur

In Abbildung 56 sind die Viskositätskurven für den SBR Kautschuk, nach Weissenberg-Rabinowitsch korrigiert, dargestellt. Der Auswertzeitpunkt wurde nach Methode 1 am Ende der Einspritzzeit gewählt. Die Druckdifferenzen zur Ermittlung der Schubspannung sind deshalb gegendruckbehaftet. Die zugehörigen Messdaten sind aus Kap. 8 ersichtlich. Im niedrigen Schergeschwindigkeitsbereich weisen die Kurven einen Viskositätsunterschied infolge der unterschiedlichen Messtemperaturen auf. Eine erhöhte Temperatur führt zu verbesserten Fließeigenschaften. Im höheren Schergeschwindigkeitsbereich fallen die Kurven zunehmend zusammen. Bei höheren Scherraten kommt es zu einem größeren Temperatureintrag durch Dissipation. Eine mögliche Erklärung für den Kurvenverlauf ist der große Einfluss der Materialausgangstemperatur auf die Dissipationserwärmung. Die absolute Temperaturerhöhung infolge von Dissipation ist bei niedrigerer Massetemperatur höher. Die Massetemperatur im Schlitz gleicht sich bei hohen Scherraten an und ergibt ähnliche Viskositätswerte. Eine weitere Erklärungsmöglichkeit bietet die zunehmende Materialschädigung bei höheren Scherraten. Diese wird dadurch verstärkt, dass es sich bei Kautschuk um ein hochgefülltes System handelt. Das Material könnte durch den hohen Temperatureintrag bereits thermisch degradiert sein.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

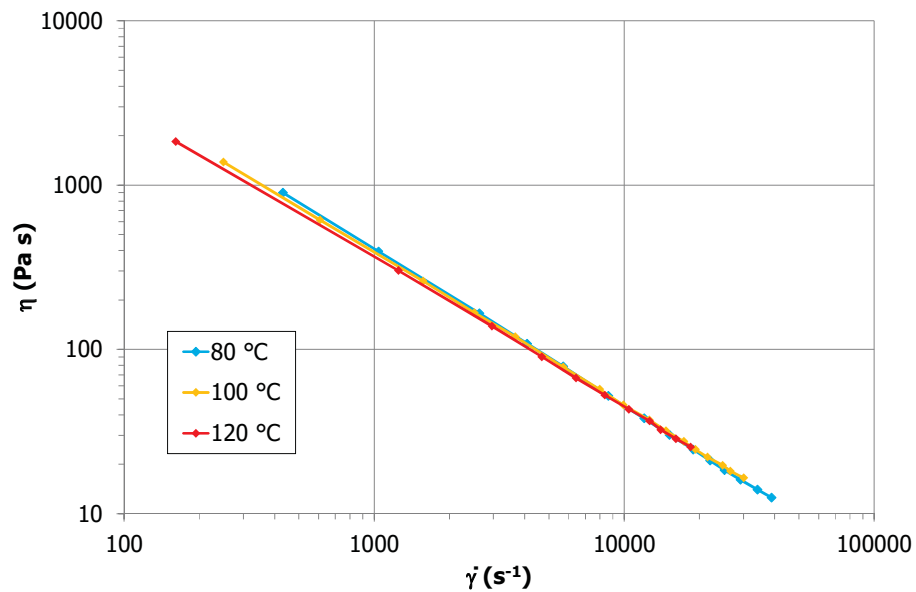


Abbildung 56: SGMR Kurven des SBR Kautschuks bei 80 °C, 100 °C und 120 °C.

### Mit Temperaturkorrektur

Abbildung 57 zeigt die Viskositätskurvenschar für das SBR Material. Es wurden sowohl die Temperaturkorrektur, als auch die Weissenberg-Rabinowitsch-Korrektur durchgeführt. Im Anhang sind die ermittelten Werte tabellarisch aufgeführt. Die Temperaturkorrektur berücksichtigt für jeden Messpunkt die vorherrschende Temperatur im Messschlitz auf Basis der Starttemperatur und der gemessenen Materialdaten. Die Viskositätsdaten werden vor allem im höheren Schergeschwindigkeitsbereich zu niedrigeren Scherraten verschoben und die Viskosität erhöht sich. Dennoch fallen die Kurvenverläufe im hohen Schergeschwindigkeitsbereich zusammen. Eine mögliche Erklärung ist der Einfluss der Starttemperatur auf die Temperaturkorrektur. Für die Versuche mit dem SBR Kautschuk wurde sie rechnerisch auf Basis des Spritzdrucks und der Drücke im Messschlitz ermittelt. Der adiabate Ansatz dürfte zu einer wesentlichen Überschätzung der einlaufbedingten Temperaturerhöhung führen. Das zeigt die Wichtigkeit der Temperaturmessung kurz vor und im Messschlitz für die Auswertung auf.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

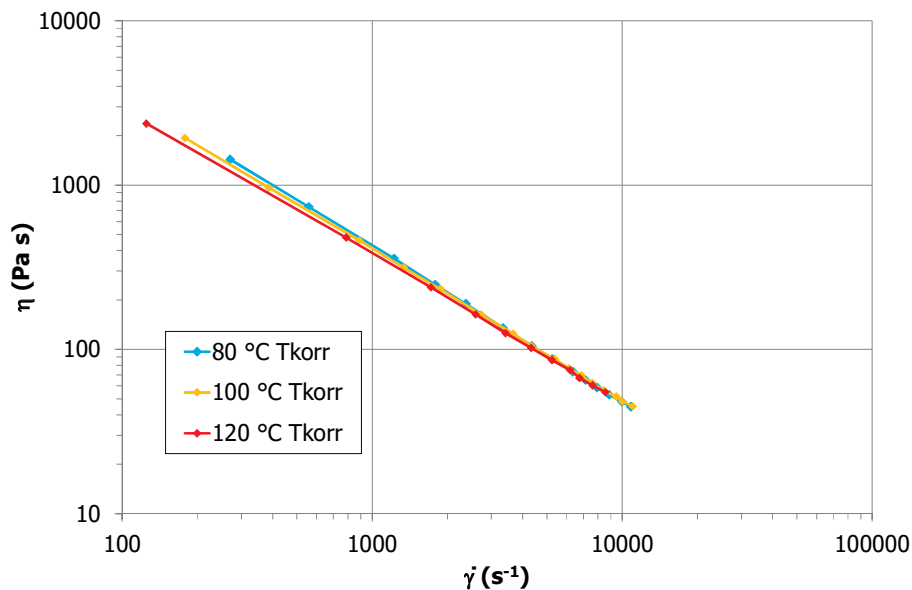


Abbildung 57: SGMR Kurven des SBR-Kautschuks bei 80 °C, 100 °C und 120 °C samt Temperaturkorrektur.

### Vergleich der Messmethoden

In Abbildung 58 sind die Ergebnisse der Viskositätsmessungen mit dem RPA, dem HKR und dem SGMR für den SBR-Kautschuk dargestellt. Sowohl die HKR Messwerte, als auch die SGMR Messwerte wurden temperaturkorrigiert. Bei den RPA Daten wurde aufgrund der niedrigen Scherraten keine Temperaturkorrektur durchgeführt. Der Cox-Merz-Zusammenhang hat in diesem Fall keine Gültigkeit, da es sich bei Kautschuk um ein komplexes hochgefülltes System handelt und die mit den unterschiedlichen Messgeräten ermittelten Viskositätskurvenniveaus nicht übereinstimmen. Der Hauptgrund für die ungleiche Lage der Viskositätsniveaus liegt in der unterschiedlichen Materialvorgeschichte. Für die Messung der Viskosität mit dem RPA wird ein Kautschukstreifen in die Prüfkammer eingebracht, durch Wärmeleitung temperiert und durch Vorscherung konditioniert. Dabei wird das Füllstoffnetzwerk aufgebrochen. Die Messung erfolgt im linear elastischen Bereich, indem der Zustand des Füllstoffnetzwerks einen großen Einfluss hat. Bei der HKR Messung werden Kautschukstreifen in einen Zylinder eingebracht und ebenfalls durch Wärmeleitung temperiert. Bei der Messung stellt sich eine Druckströmung ein. Im Düsenlaufbereich kommt es durch die lokale Strömungssituation zu Scher und Dehnerwärmung und zum Aufbrechen des Füllstoffnetzwerks in einem nicht bekannten Ausmaß. Bei der Messung mit dem ESGMR wird das Material während der Dosierphase sowohl durch Wärmeleitung über die Zylinderheizung als auch durch Dissipationserwärmung infolge der Schneckenrotation

## 5. Ergebnisse und Diskussion

erwärmt. Dabei wird auch das Füllstoffnetzwerk aufgebrochen, und zwar in einem weit größeren Ausmaß als beim HKR.

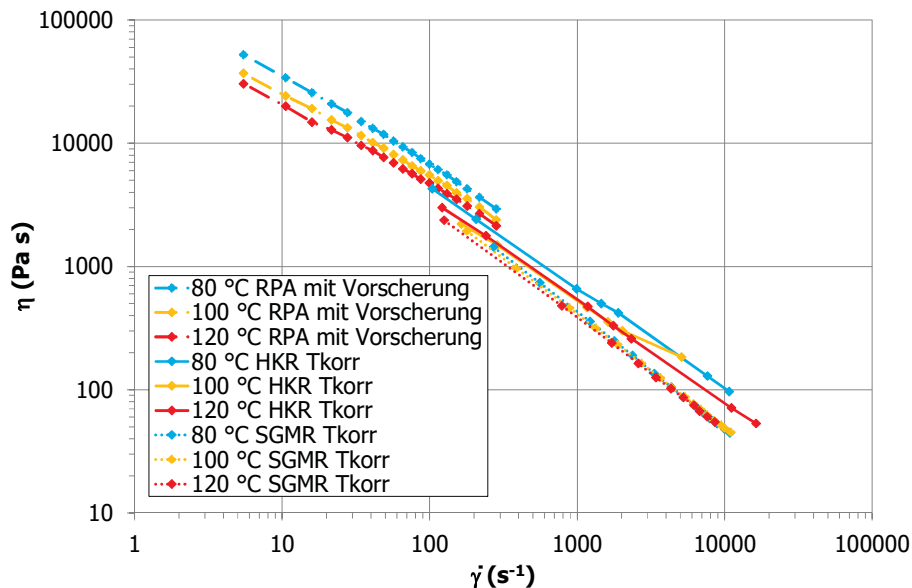


Abbildung 58: Zusammenschau der Viskositätsmessungen mit den unterschiedlichen Messmethoden für den SBR-Kautschuk bei 80 °C, 100 °C und 120 °C.

### EPDM

#### Messung der Materialausgangstemperatur im Schneckenorraum

Für zusätzliche Erkenntnisse über das lokale Auftreten von Temperaturerhöhungen bei der Viskositätsmessung mit dem ESGMR ist die Materialausgangstemperatur im Schneckenorraum von großer Bedeutung. Diese wurde allerdings nicht als axiales Temperaturprofil, sondern als Einpunktwert bestimmt. Es wurde wie in Kap. 4.4 beschrieben vorgegangen. Während der Temperierzeit zwischen den Temperaturstufen wurde die Spritzeinheit leergefahren um Materialvernetzung vorzubeugen. Außerdem wurde vor der ersten Messung zwei Mal hintereinander aufdosiert und ausgespritzt um eventuell in der Spritzeinheit verbliebene vernetzte Materialreste zu entfernen. Abbildung 59 zeigt für alle Messtemperaturen bei Messung 1 einen erhöhten Temperatureintrag durch das erneute Aufdosieren. Bei den Folgemessungen ist dieser Dosiereinfluss durch das Verstreichen der Messzeit vor dem erneuten Aufdosieren nicht mehr ermittelbar. Obwohl sich die Niveaus unterscheiden, sind für alle Temperaturen ähnliche Kurvenverläufe erkennbar. Nach dem Einführen des Thermoelements erreicht das Temperatursignal schnell ein Maximum. Dieses eignet sich für die Ermittlung der Massetemperatur im Schneckenorraum am besten. Nach dem Maximum fällt das Temperatursignal mit fortschreitender Messzeit ab. Dafür ist der Temperatureintrag infolge von Wärmeleitung durch das metallische Thermoelement



## 5. Ergebnisse und Diskussion

verantwortlich. Die Messungen zeigen, dass bei einer eingestellten Zylindertemperatur von 60 °C die ermittelten Temperaturen um 4 °C darüber liegen. Bei einer Zylindertemperatur von 80 °C liegt die gemessene Temperatur um 1,5 °C darunter und bei 100 °C um 5 °C. Die axialen Einpunktmessungen zeigen den Einfluss der Dissipationserwärmung während des Dosierprozesses auf die Endtemperatur im Schneckenorraum. Es zeigt sich, dass bei niedrigen Temperaturen der Wärmeintrag infolge Dissipation höher ist.

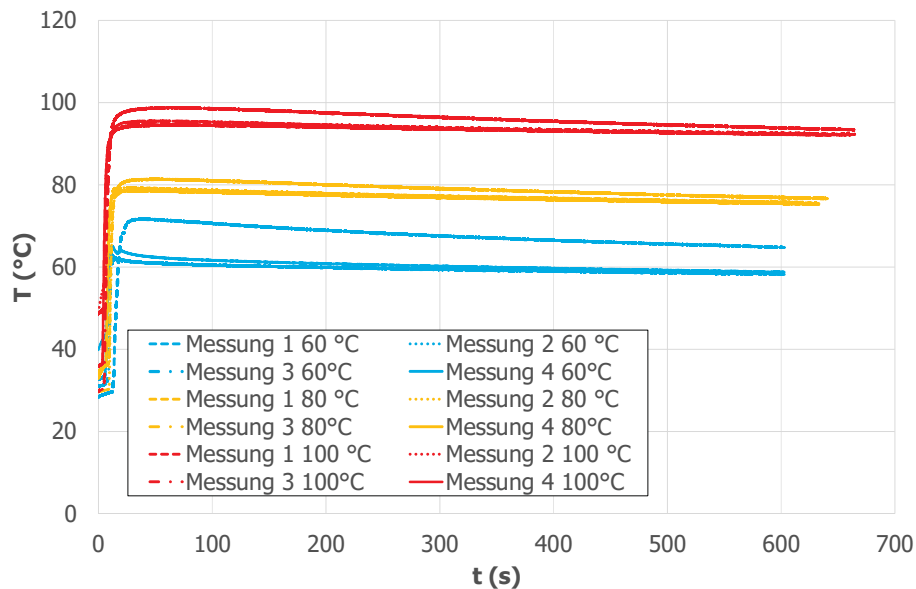


Abbildung 59: Messung der Temperatur im Schneckenorraum EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C.

### Auswertemethode 1

In Abbildung 60 sind die Temperaturverläufe bei den Messvolumenströmen für den EPDM-Kautschuk dargestellt. Der Auswertzeitpunkt wurde nach Methode 1 bestimmt. Neben der gemessenen Wandtemperatur sind die kalkulierte Temperatur am Schlitzanfang und die am Schlitzanfang gemessene Temperatur aufgetragen. Die gemessene Temperatur bildet sich wie in Kap. 4.4 beschrieben als Mittelwert aus drei Messungen. Der Vergleich mit der im Schneckenorraum gemessenen Temperatur zeigt den großen Einfluss der generierten Dissipationserwärmung durch das Einspritzen bei den Messvolumenströmen auf. Obwohl die im Schneckenorraum gemessenen Temperaturen teilweise unter den eingestellten Messtemperaturen liegen, sind die gemessenen Temperaturen am Schlitzanfang selbst bei niedrigen Volumenströmen deutlich erhöht. Außerdem zeigt die gemessene Temperatur am Schlitzanfang im Vergleich mit der kalkulierten Temperatur eine wesentlich bessere Übereinstimmung mit den Wandtemperaturen. Der Unterschied zur Kalkulation ergibt sich dadurch, dass dabei von adiabaten Verhältnissen ausgegangen wird und somit die

## 5. Ergebnisse und Diskussion

tatsächliche Temperaturerhöhung überschätzt wird. Die Randbedingungen für adiabate Verhältnisse liegen im niedrigen Einspritzvolumenstrombereich nicht vor. Im niedrigen Volumenstrombereich wurden ähnliche Starttemperaturen und Wandtemperaturen gemessen. Das liegt an der geringeren Dissipationserwärmung in diesem Bereich. Für die gemessenen Wandtemperaturen gelten im hohen Schergeschwindigkeitsbereich dieselben Einschränkungen wie beim SBR-Kautschuk. Die Messung der Starttemperatur stellt eine Verbesserung der Messmethodik dar. Dennoch ist sie mit einigen Einschränkungen verbunden. Die Temperatur kann nur bei geöffnetem Werkzeug ermittelt werden. Dabei herrschen andere Bedingungen als bei der Messung. Eine weitere Schwierigkeit ist die Ermittlung der Temperatur selbst. Sie erfolgt zeitversetzt mithilfe eines Einstichthermometers. Am Beginn des Zyklus ausgespritztes Material kühlt mit fortlaufender Einspritzzeit bereits wieder ab. Die Temperaturverteilung innerhalb des Kautschukbands stellt eine weitere Herausforderung dar. Durch die Kugelbildung wurde versucht, die Temperatur zu homogenisieren. Dennoch hat der Ort, an dem die Temperatur bestimmt wurde, einen großen Einfluss. Eine exaktere Möglichkeit zu Temperaturbestimmung würden kalorimetrische Verfahren bieten.

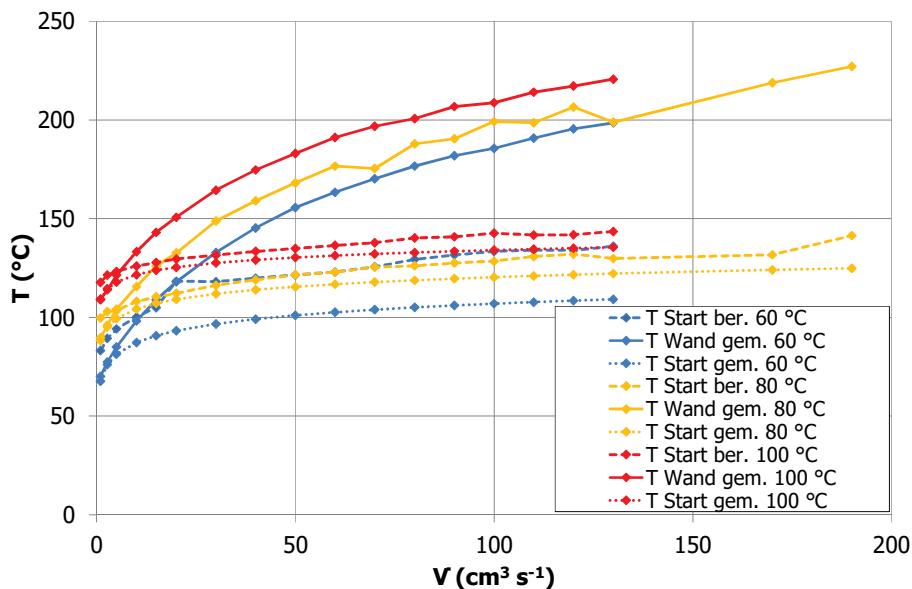


Abbildung 60: Gegenüberstellung der kalkulierten und gemessenen Temperaturen des EPDM-Kautschuks im Schlitz bei 60 °C, 80 °C und 100 °C bei den Messvolumenströmen.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Abbildung 61 zeigt die Reproduzierbarkeitsüberprüfung für den EPDM-Kautschuk ausgewertet nach Methode 1. Wie beim SBR Material sind für niedrige, mittlere und hohe Einspritzvolumenströme die Mittelwerte und ihre maximalen und minimalen Abweichungen dargestellt. Die Wiederholungsgenauigkeit der Versuche ist trotz der Auswertung im Bereich des Druckanstiegs gut.

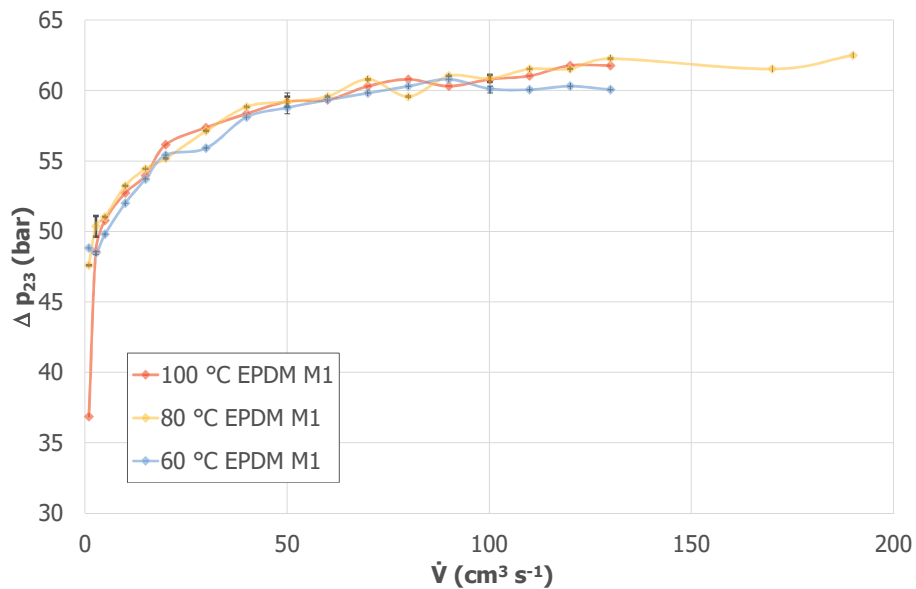


Abbildung 61: Reproduzierbarkeit der ESGMR Versuche mit dem EPDM Kautschuk ausgewertet nach Methode 1.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

### Ohne Temperaturkorrektur

In Abbildung 62 sind die Viskositätskurven bei den Temperaturen 60, 80 und 100 °C ausgewertet nach Methode 1 dargestellt. Die Scherrate wurde nach Weissenberg-Rabinowitsch korrigiert. Die zugehörigen Messdaten befinden sich im Anhang. Trotz der großen Temperaturdifferenz von 20 °C zwischen den Messtemperaturen liegen die Viskositätskurven bei allen Scherraten aufeinander. Für die Auswertung wurden gegendruckbehaftete Druckdifferenzen zur Ermittlung der Schubspannung herangezogen.

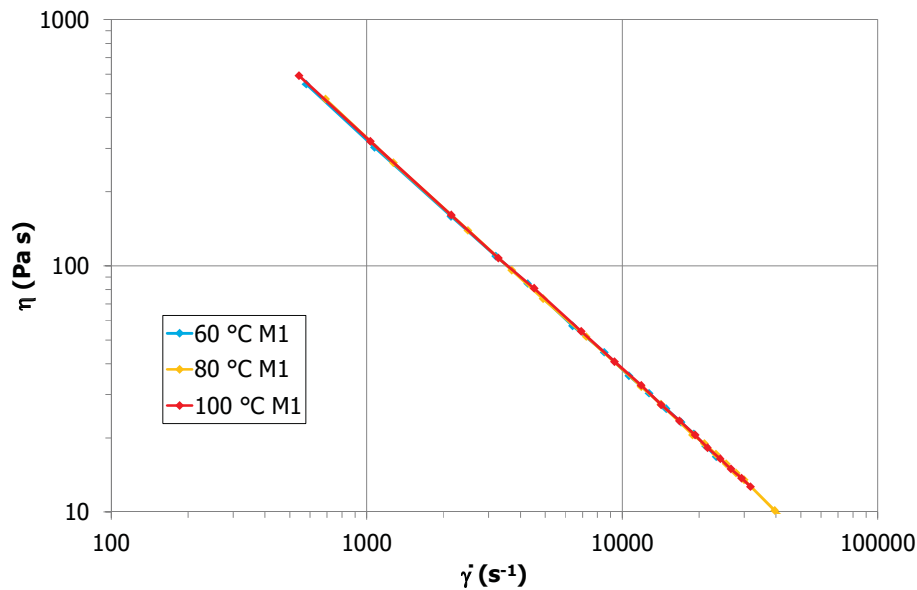


Abbildung 62: SGMR Kurven des EPDM-Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C nach Methode 1 ausgewertet.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

### Mit Temperaturkorrektur

Abbildung 63 zeigt die ermittelten Viskositätskurvenverläufe samt Temperaturkorrektur und Weissenberg-Rabinowitsch-Korrektur. Die zugehörigen Messdaten sind aus dem Anhang ersichtlich. Für die Temperaturkorrektur wurde die kalkulierte Starttemperatur am Schlitzanfang herangezogen. Sie verschiebt bei allen Temperaturen die Messwerte im hohen Schergeschwindigkeitsbereich zu niedrigeren Scherraten und hebt die Kurvenniveaus an. Der bei den HKR Versuchen beobachtete Unterschied in der Fließfähigkeit infolge der unterschiedlichen Messtemperaturen tritt trotz Temperaturkorrektur der Messwerte nicht auf. Um verbesserte Ergebnisse zu erzielen, wurden dieselben Versuche deshalb nach Methode 2 ausgewertet.

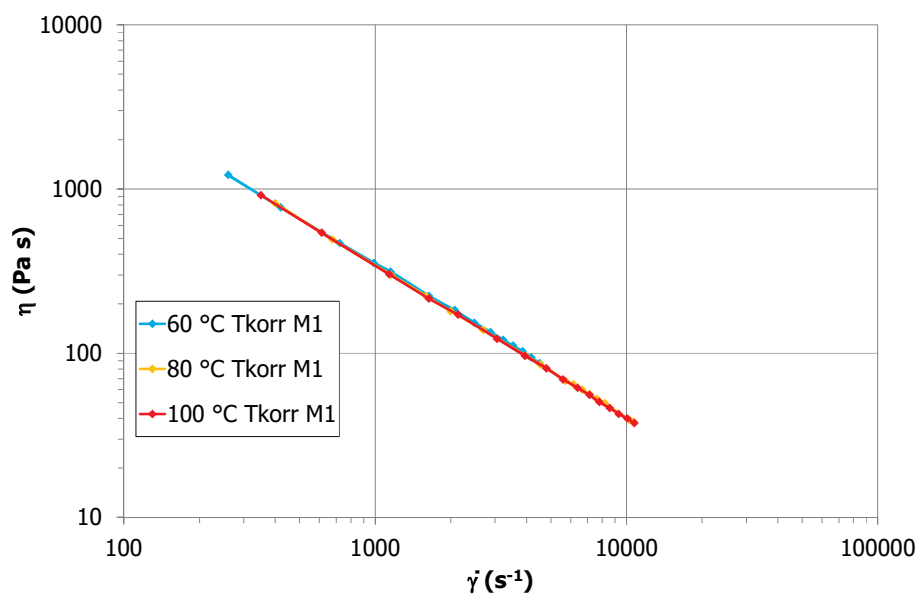


Abbildung 63: Temperaturkorrigierte SGMR Kurven des EPDM Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C nach Methode 1 ausgewertet.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

### Auswertemethode 2

Aus Abbildung 64 ist die Reproduzierbarkeitsüberprüfung für den EPDM Kautschuk nach Methode 2 ersichtlich. Der Auswertezeitpunkt wird zu Beginn des während der Messung auftretenden Druckplateaus gewählt. Damit sind die aufgetragenen Druckdifferenzen vom Gegendruck am Ende der Einspritzzeit unabhängig. Die gemessenen Wandtemperaturen werden nicht evaluiert, da sie sich zum Auswertezeitpunkt noch in einem steilen Anstieg befinden. Die Messungen weisen bei den Kontrollvolumenströmen eine gute Reproduzierbarkeit auf.

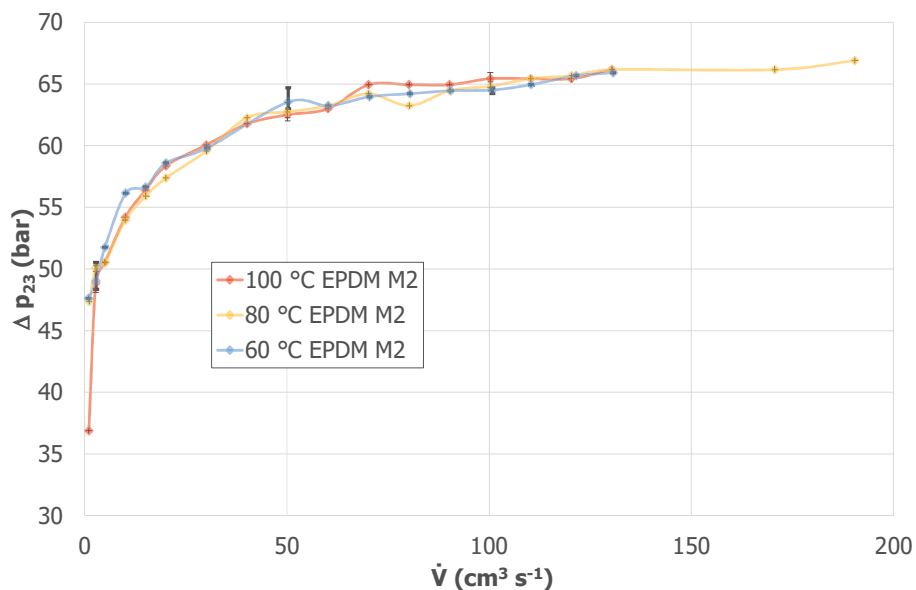


Abbildung 64: Reproduzierbarkeit der ESGMR Versuche mit dem EPDM Kautschuk nach Methode 2 ausgewertet.

### Ohne Temperaturkorrektur

Abbildung 65 zeigt die Viskositätskurvenschar bei 60, 80 und 100 °C für den EPDM-Kautschuk ausgewertet nach Methode 2. Es wurde die Weissenberg-Rabinowitsch-Korrektur durchgeführt. Im Anhang sind die gezeigten Messdaten zu finden. Erneut weisen die Viskositätskurven trotz der Temperaturdifferenz ähnliche Verläufe auf.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

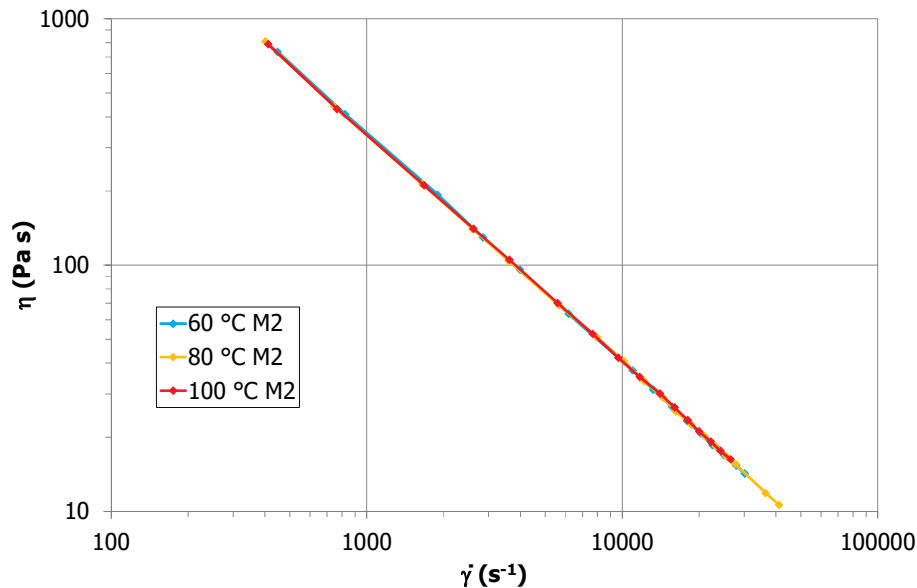


Abbildung 65: SGMR Kurven des EPDM Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C nach Methode 2 ausgewertet.

### Mit Temperaturkorrektur

In Abbildung 66 sind die temperaturkorrigierten Viskositätskurven dargestellt. Die zugehörigen Messdaten sind im Anhang aufgeführt. Für die Temperaturkorrektur wurde die gemessene Starttemperatur am Schlitzanfang herangezogen. Trotz der verbesserten Messmethodik konnten nur minimal bessere Ergebnisse erzielt werden. Ähnlich wie bei der Auswertung nach Methode 1 führt die Temperaturkorrektur zu einer Verschiebung der Messwerte zu niedrigeren Scherraten und zu einer Anhebung des Viskositätskurvenniveaus. Die aufgrund der Temperaturdifferenz erwarteten Viskositätsunterschiede konnten nicht festgestellt werden. Daher wurden die Druckverläufe näher betrachtet. Die in Abbildung 64 dargestellten Druckdifferenzen weisen für alle Messtemperaturen einen ähnlichen Verlauf auf und erreichen bei hohen Volumenströmen dasselbe Plateau. Der Kurvenverlauf wird neben dem beschriebenen Temperatureinfluss womöglich auch durch Wandgleiteneffekte beeinflusst. Die dem Kautschuk beigemengten Alterungsschutzwachse und Verarbeitungshilfen könnten an die Wand migrieren und dort eine Zone mit wesentlich geringerer Viskosität erzeugen. Eine weitere mögliche Ursache stellen thermische Abbauprodukte dar. Bei allen Messungen wurden im Schlitz bei höheren Volumenströmen Temperaturen von über 200 °C erreicht. Bei diesen Temperaturen könnten niedermolekulare Spaltungsprodukten erzeugt werden, die ebenfalls zur Bildung einer Schicht mit geringerer Viskosität führen könnte. Um Wandgleiten nachzuweisen, müsste nach Mooney vorgegangen werden [24]. Dazu müssten die Versuche mit einem Werkzeugeinsatz mit unterschiedlicher Spalthöhe wiederholt werden. Aus diesen

## 5. Ergebnisse und Diskussion

Messwerten könnte dann der reduzierte Volumenstrom für konstante Schubspannungen ermittelt werden. Dieser müsste im Mooney-Diagramm über der reziproken Spalthöhe aufgetragen werden. Bei Wandhaften würden die reduzierten Volumenströme für verschiedene Düsen zusammenfallen. Liegt Wandgleiten oder Scherfließen mit überlagerten Wandgleiten vor, würde das nicht auftreten.

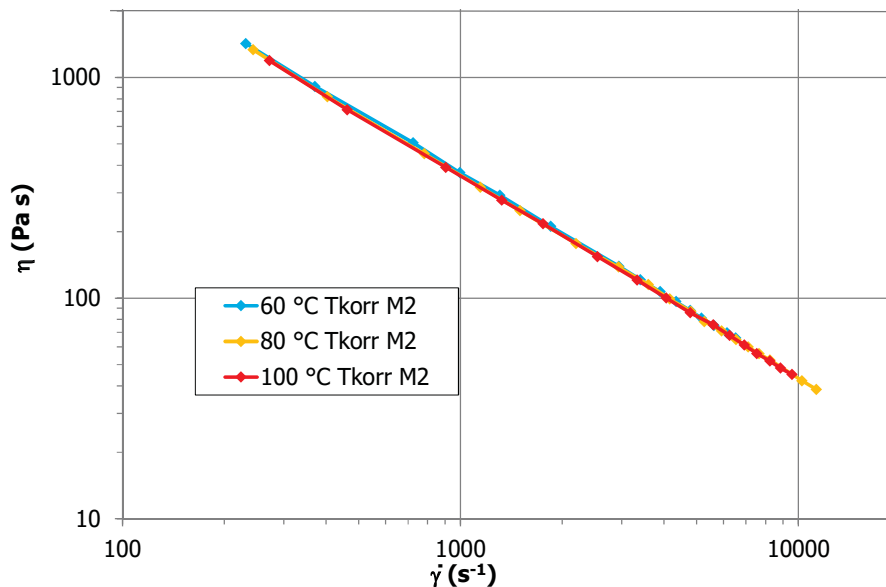


Abbildung 66: Temperaturkorrigierte SGMR Kurven des EPDM-Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C nach Methode 2 ausgewertet.

### Vergleich der Messmethoden

Die in Abbildung 67 dargestellten Viskositätskurven für den EPDM-Kautschuk wurden bei drei Temperaturen mit dem RPA, dem HKR und dem ESGMR ermittelt. Bei den HKR- und den ESGMR-Messungen wurde die Temperaturkorrektur durchgeführt. Zwischen den mit den unterschiedlichen Messgeräten ermittelten Viskositätskurven zeigt sich abermals der Niveauunterschied infolge der verschiedenen Materialvorgeschichte. Die Cox-Merz-Regel hat keine Gültigkeit. Ebenso kommt es bei den HKR-Messungen zu einem Versatz in  $\dot{\gamma}$ -Richtung bei annähernd gleichbleibender Viskosität. Das deutet auf den Beginn einer Fließanomalie wie z.B. Wandgleiten hin oder aber auch auf beginnende Vernetzung. Wandgleiten tritt nach Friesenbichler [12] schubspannungsabhängig auf, wobei sehr hohe Schubspannungen das Auftreten von Wandgleiten begünstigen. Allerdings müsste in diesem Fall die Viskosität sinken. Warum am ESGMR im Vergleich zum HKR bei gleicher Schergeschwindigkeit keine derart hohen Schubspannungen auftreten, ist entweder auf das vollkommene Aufbrechen des Füllstoffnetzwerkes oder aber auf möglichen Molmassenabbau in Wandnähe zurückzuführen. Beide Effekte konnten im Rahmen dieser Arbeit nicht untersucht werden.



## 5. Ergebnisse und Diskussion

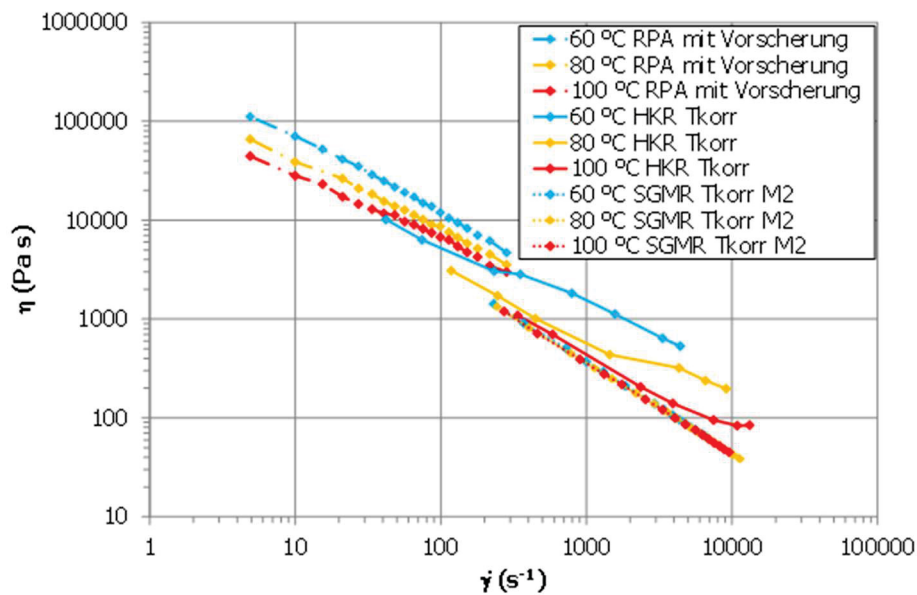


Abbildung 67: Zusammenschau der Viskositätsmessungen des EPDM-Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C.

### 5.2.2 Versuche mit dem DESMA-ESGMR

Abbildung 68 zeigt die Reproduzierbarkeitsüberprüfung für den EPDM-Kautschuk mit dem DESMA ESGMR. Es wurden für alle Messpunkte zusätzlich zwei Reproduzierbarkeitsmessungen durchgeführt. Die Werte ergeben sich als Mittelwert aus allen Messungen. Die für jeden Messpunkt dargestellten Fehlerbalken zeigen die Abweichung von diesem Mittelwert. Die Reproduzierbarkeit ist generell gut. Eine Ausnahme stellen jedoch zwei Messpunkte der 60 °C Kurve dar. Die einzelnen Druckwerte weichen deutlich vom Mittelwert ab. Womöglich traten bei diesen Messpunkten Dosierprobleme auf.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

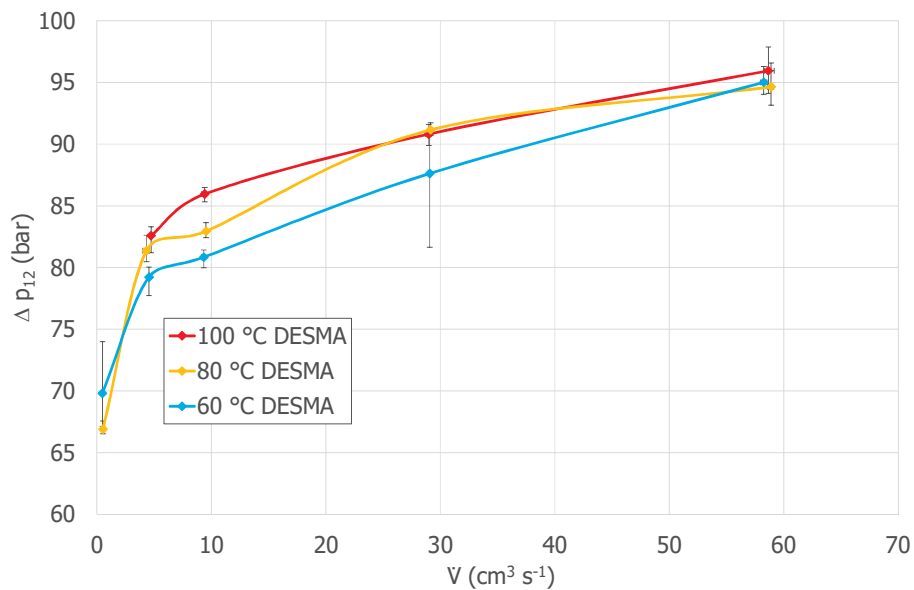


Abbildung 68: Reproduzierbarkeit der DESMA ESGMR Versuche mit dem EPDM Kautschuk ausgewertet nach Methode 2.

Aus Abbildung 69 sind die gemessenen Temperaturen vor dem Messschlitz ersichtlich. Die Starttemperatur wurde mit einem Einstichfühler wie in Kap. 4.4 beschrieben ermittelt. Dafür wird das Werkzeug nach dem ersten Teil des Umwandlungselements vom Kreisquerschnitt der Angussbuchse zum Rechteckquerschnitt des Messschlitzes getrennt. Der Messort stellt die erste Einschränkung für diese Art der Temperaturmessung dar. Im zweiten Teil dieses Elements folgt ein sich auf die Schlitzgeometrie verjüngendes rechteckiges Element, das für eine zusätzliche Temperaturerhöhung sorgt. Eine Möglichkeit diese zu erfassen und die Messwerte damit zu verbessern wäre die Berechnung der an dieser Stelle generierten Dehnerwärmung. Die Einlauftemperaturen wurden mit einem kombinierten p-T Sensor gemessen (Messort an der Wand). Dieser befindet sich auch im ersten Teil des Umwandlungselements und es gelten dieselben Einschränkungen. Eine weitere Schwierigkeit ergibt sich über die Auswertung nach Methode 2. Der Auswertzeitpunkt wird zu Beginn des Druckplateaus gewählt. Ähnlich wie bei den Messungen der Wandtemperaturen im Schlitz befinden sich die gemessenen Einlauftemperaturen an dieser Stelle noch im Anstieg. Allerdings werden bei der direkten Bestimmung der Einlauftemperaturen an der Wand mithilfe des p-T Sensors bessere Ergebnisse als bei der Wandtemperaturmessung im Schlitz erzielt. Das liegt an der unterschiedlichen Sensorbauweise. Bei der Temperaturermittlung mit dem p-T Sensor ist die Trägheit infolge von Wärmeleitung geringer. Die Messungen zeigen, dass die Bestimmung der Starttemperatur mit dem Einstichfühler bei niedrigen Einspritzvolumenströmen zu höheren Temperaturen führt. Bei hohen Volumenströmen

## 5. Ergebnisse und Diskussion

kommt es bei allen drei Temperaturen zu einer Plateaubildung. Diese ist bei den Messungen mit dem p-T Sensor nicht zu beobachten. Höhere Einspritzvolumenströme führen zu höheren Temperaturen. Dieser zusätzliche Temperaturanstieg ist mit dem Einstichfühler nicht messbar. Aufgrund der Scherdissipation kommt es offensichtlich nur in der Randschicht zu einer derartig hohen Temperaturentwicklung.

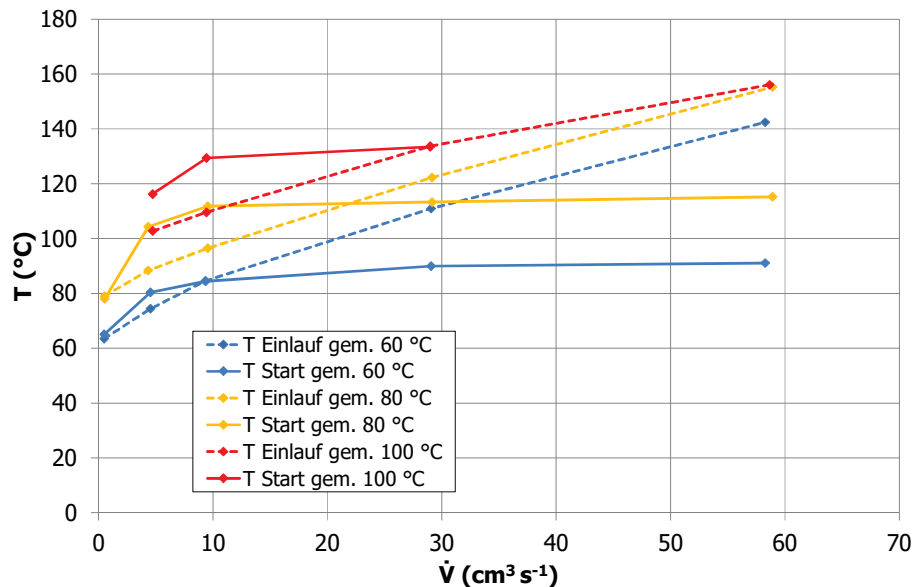


Abbildung 69: Gegenüberstellung der Temperaturen vor dem Schlitz ( $T_{Start}$  über eine Einstichfühlermessung,  $T_{Einlauf}$  über den p-T-Sensor) bei den DESMA Versuchen für den EPDM-Kautschuk bei 60 °C, 80 °C und 100 °C.

### Ohne Temperaturkorrektur

In Abbildung 70 sind die mit dem DESMA ESGMR ermittelten Viskositätskurven für den EPDM-Kautschuk bei 60, 80 und 100 °C dargestellt. Die Auswertung erfolgte nach Methode 2. Die scheinbare Schergeschwindigkeit wurde nach Weissenberg-Rabinowitsch korrigiert. Im Anhang sind die zugehörigen Messdaten ersichtlich. Ähnlich wie bei den Versuchen mit ESGMR des Lehrstuhls für Spritzgießen von Kunststoffen zeigt sich beim EPDM-Kautschuk trotz der Temperaturdifferenz kein Viskositätsunterschied.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

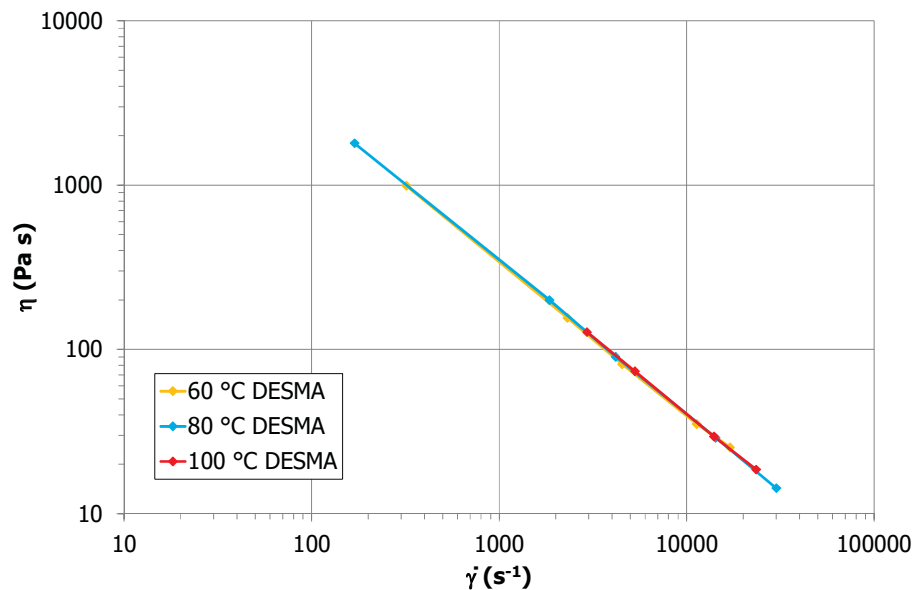


Abbildung 70: DESMA SGMR Kurven des EPDM-Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C.

### Mit Temperaturkorrektur

Abbildung 71 zeigt die zusätzlich temperaturkorrigierten Viskositätskurven für die Messungen mit dem DESMA ESGMR. Aus dem Anhang sind die dazugehörigen Messdaten ersichtlich. Um die Vergleichbarkeit mit den Versuchen am ESGMR des Lehrstuhls für Spritzgießen von Kunststoffen zu gewährleisten, wurden die mit dem Einstichfühler ermittelten Starttemperaturen zur Durchführung der Temperaturkorrektur herangezogen. Generell erfolgte die Bestimmung der Auswertezeit nach Methode 2. Durch die Temperaturkorrektur werden die Viskositätspunkte zu niedrigeren Scherraten verschoben. Außerdem kommt es bei hohen Scherraten zu einer Steigungsänderung. Das Kurvenniveau hebt sich leicht an. Dennoch unterscheiden sich die Kurvenniveaus kaum voneinander. Das legt, wie bei den Versuchen mit dem ESGMR des Lehrstuhls für Spritzgießen von Kunststoffen, das Auftreten von Wandgleiteneffekten nahe. Bei der Betrachtung des ausgespritzten Streifens fiel bei höheren Scherraten zudem ein örtliches Voreilen des Kautschuks im Randbereich auf.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

---

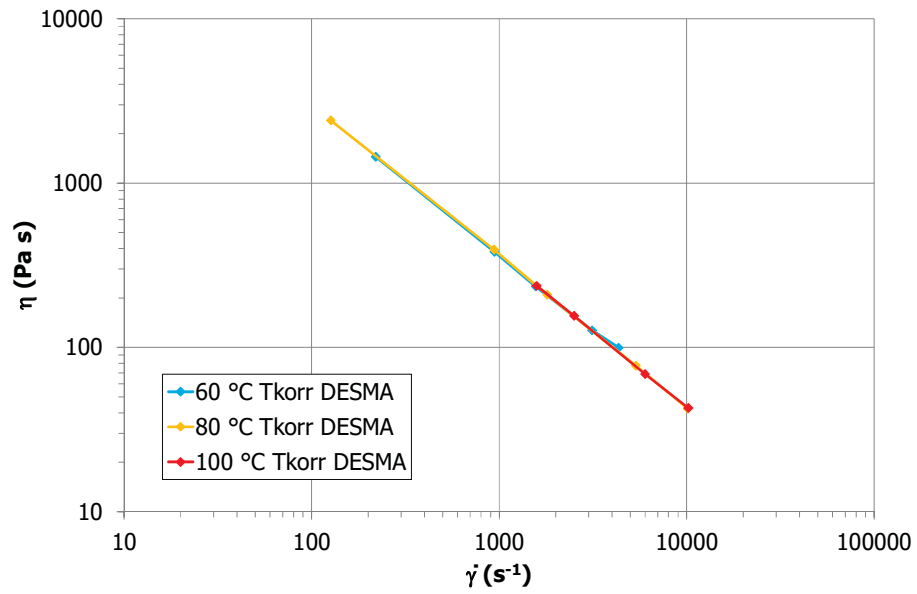


Abbildung 71: DESMA SGMR Kurven des EPDM-Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C samt Temperaturkorrektur.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

### Vergleich der Messmethoden

In Abbildung 72 sind für den EPDM-Kautschuk die HKR und RPA Viskositätskurven mit den DESMA ESGMR Viskositätskurven gegenübergestellt. Bei den HKR und den ESGMR Messungen wurde die Temperaturkorrektur durchgeführt. Es zeigt sich erneut der Niveausprung zwischen den einzelnen Messmitteln infolge der unterschiedlichen Materialvorgeschichte. Die Cox-Merz-Regel besitzt keine Gültigkeit. Erneut sind beim HKR die Sprünge zu höheren  $\dot{\gamma}$  bei annähernd gleichbleibender Viskosität zu beobachten, wobei diese am ESGMR nicht auftreten.

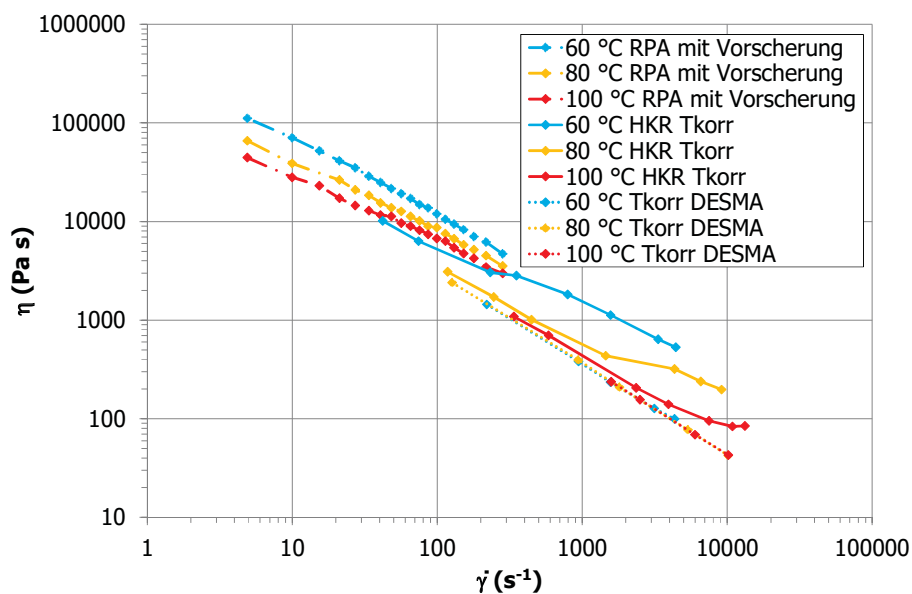


Abbildung 72: Zusammenschau der Viskositätsmessungen bei den DESMA Versuchen für den EPDM-Kautschuk bei 60 °C, 80 °C und 100 °C.

## 5. Ergebnisse und Diskussion

### Vergleich der Messungen mit dem DESMA ESGMR und dem ESGMR des Lehrstuhls für Spritzgießen von Kunststoffen

In Abbildung 73 sind die mit beiden ESGMR ermittelten Viskositätskurven bei den drei Messtemperaturen separat dargestellt. Sie wurden nach Methode 2 ausgewertet. Anschließend wurden die Temperaturkorrektur und die Weissenberg-Rabinowitsch-Korrektur durchgeführt. Trotz der unterschiedlichen Geometrien des Einlaufs und des Messschlitzes zeigt sich eine gute Übereinstimmung der Viskositätskurven bei allen Temperaturen. Die Aussagekraft in Hinblick auf die Vergleichbarkeit der beiden Messmittel wird dadurch verringert, dass vermutlich bei beiden Messmitteln Wandgleiteffekte auftraten.

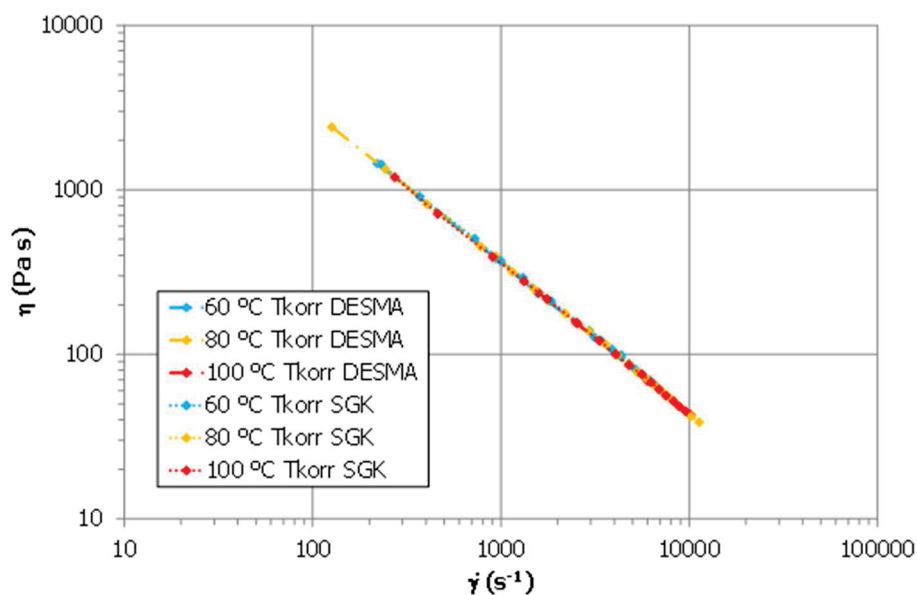


Abbildung 73: Gegenüberstellung der Viskositätsmessungen mit dem DESMA ESGMR und dem SGK ESGMR für den EPDM-Kautschuk bei 60 °C, 80 °C und 100 °C.

# 6 Zusammenfassung und Ausblick

Die Bestimmung der Viskosität vom Vielstoffsystem Kautschuk ist wegen der zahlreichen Einflussfaktoren komplex. Die Ermittlung der Viskosität mit einem Spritzgießmaschinenrheometer mit Rechteckspalt stellt eine Verbesserung der gängigen Messpraxis dar. Im Rahmen des Projektes DESMA Online-Rheometrie wurde versucht, das bestehende Elastomerspritzgießmaschinenrheometer des Lehrstuhls für Spritzgießen von Kunststoffen zu vereinfachen und industriell umzusetzen. Als Resultat wurde das DESMA Elastomerspritzgießmaschinenrheometer gebaut. Bei den Messungen mit dem Spritzgießmaschinenrheometern wird versucht, praxisnahe Bedingungen herzustellen. Diese haben einen signifikanten Einfluss auf das Viskositätsniveau. Beim Aufdosieren wird der Kautschuk durch die Zylinderheizung temperiert. Außerdem kommt es durch die Schneckenrotation zu einem zusätzlichen Wärmeintrag infolge von Scherung und zum Aufbrechen des Füllstoffnetzwerks. Das führt dazu, dass sich die Temperatur im Schneckenorraum von der eingestellten Temperatur unterscheidet. Beim Einspritzen kommt es zu erneuten Temperaturerhöhungen durch die Querschnittsveränderungen im Bereich der Maschinendüse und des Umwandlungselements auf die Messschlitzgeometrie. Im Rechteckspalt nimmt die Temperatur infolge von Scherung weiter zu. Bei hohen Einspritzvolumenströmen wurden dort resultierende Wandtemperaturen von über 200 °C gemessen. Um diese zu berücksichtigen, ist die Durchführung einer Temperaturkorrektur notwendig. Dabei werden die ermittelten Messpunkte von der im Rheometerspalt herrschenden Temperatur auf die ursprüngliche Massetemperatur zurückgeführt. Hierfür sind zusätzliche Messungen von rheologischen und thermischen Stoffdaten erforderlich. Dazu wurde die Viskosität mit dem Hochdruckkapillarrheometer und dem Rubber Process Analyser bestimmt. Außerdem wurden die Wärmeleitfähigkeit, die spezifische Wärmekapazität und die Dichte gemessen. Durch eine praxisnahe Temperaturermittlung zu Beginn des Rheometerspalts konnte die bisherige Vorgehensweise bei der Temperaturkorrektur verbessert werden. Für beide Rheometer wurden Validierungsversuche anhand eines Materials bei drei Temperaturen durchgeführt. Beide Elastomerspritzgießmaschinenrheometer lieferten übereinstimmende Viskositätswerte. Jedoch konnten die erwarteten Fließfähigkeitsunterschiede infolge der unterschiedlichen Messtemperaturen nicht nachgewiesen werden. Bei den Messungen kam es vermutlich zu Wandgleiten. Für weitere Versuche mit Elastomerspritzgießmaschinenrheometern empfiehlt sich daher die Überprüfung auf Wandgleiteffekte. Eine Möglichkeit dafür stellt die Mooney-Methode dar. Bei der Gegenüberstellung der Viskositätskurven des



## 6. Zusammenfassung und Ausblick

---

Hochdruckkapillarrheometers und der Elastomerspritzgießmaschinenrheometer wird der Einfluss der Materialvorgeschichte deutlich. Die Messungen mit den Elastomerspritzgießmaschinenrheometern führten zu geringeren Viskositätsniveaus.

# 7 Literaturverzeichnis

- [1] Agassant, J.-F.: Polymer Processing, Hanser, Munich, 1991.
- [2] Aho, J., Syrjälä, S.: Shear viscosity measurements of polymer melts using injection molding machine with adjustable slit die, *Polymer Testing* 30, 2011, 595–601.
- [3] anonym: Application Manual D-MDR 3000, MonTech Werkstoffprüfmaschinen GmbH, Buchen, Deutschland, 2008.
- [4] anonym: product sheet DTC - 300, TA Instruments Inc., New Castle, United States of America, 2015.
- [5] ASTM D6204: Test Method for Rubber-Measurement of Unvulcanized Rheological Properties Using Rotorless Shear Rheometers, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2015.
- [6] Bariani, P. F., Salvador, M., Lucchetta, G.: Development of a test method for the rheological characterization of polymers under the injection molding process conditions, *Journal of Materials Processing Technology* 191, 2007, 119–122.
- [7] Bersted, B. H.: Refinement of the converging flow method of measuring extensional viscosity in polymers, *Polymer Engineering and Science* 16, 1993, 1079–1083.
- [8] Binding, D. M.: An approximate analysis for contraction and converging flows, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 27, 1988, 173–189.
- [9] Cogswell, F. N.: Converging flow of polymer melts in extrusion dies, *Polymer Engineering and Science* 12, 1972, 64–73.
- [10] DIN 53529-3: Prüfung von Kautschuk und Elastomeren Vulkametrie Bestimmung des Vernetzungsverhaltens mit rotorlosen Vulkameter, Beuth, Berlin, 1983.
- [11] Ehrenstein, G. W., Riedel, G., Trawiel, P.: Praxis der thermischen Analyse von Kunststoffen, 2. Aufl., Hanser, München, 2003.
- [12] Friesenbichler, W.: Ermittlung von rheologischen Kenndaten für wandgleitende PVC-U Mischungen und ihre Anwendung für Düsenberechnungen beim Extrudieren, Dissertation, Montanuniversität Leoben, 1992.
- [13] Friesenbichler, W., Duretek, I., Rajaganesch, J., Kumar, S. R.: Measuring the pressure dependent viscosity at high shear rates using a new rheological injection mould, *Polimery* 56, 2011, 58–62.
- [14] Friesenbichler, W., Neunhäuserer, A., Duretek, I.: Rheometry of polymer melts using processing machines, *Korea-Australia Rheology Journal* 28 (3), 2016, 167–174.

## 7. Literaturverzeichnis

---

- [15] Fröhlich, J., Niedermeier, W., Luginsland, H.-D.: The effect of filler-filler and filler-elastomer interaction on rubber reinforcement, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 36, 2005, 449–460.
- [16] Höhne, G. W. H., Hemminger, W. F., Flammersheim, H.-J.: *Differential Scanning Calorimetry*, 2. Aufl., 2003.
- [17] Holzer, C.: Ein Messverfahren zur praxisnahen rheologischen Charakterisierung von Kautschuken, Dissertation, Montanuniversität Leoben, 1996.
- [18] International Symposium on Plastics Testing and Standardization, American Society for Testing Materials, Philadelphia, 1958.
- [19] ISO 11443: Kunststoffe - Bestimmung der Fließfähigkeit von Kunststoffen unter Verwendung von Kapillar- und Schlitzdüsen-Rheometern, Beuth, Berlin, 2014.
- [20] Krumböck, E.: Zum Wandgleiten von PVC-Hart Mischungen im fließfähigen Zustand, Dissertation, Montanuniversität Leoben, 1984.
- [21] Leblanc J.: Rubber–filler interactions and rheological properties in filled compounds, *Progress in Polymer Science* 27, 2002, 627–687.
- [22] Mager, C.: Nachweis relevanter Verarbeitungseigenschaften für Kautschukmischungen mittels RPA und DSC, Bachelorarbeit, Montanuniversität Leoben, 2016.
- [23] Menges, G.: *Werkstoffkunde Kunststoffe*, 5. Aufl., Hanser, München, Wien, 2002.
- [24] Mooney, M.: Explicit Formulas for Slip and Fluidity, *Journal of Rheology* 2, 1931, 210–222.
- [25] Morrison, N. J., Porter, M.: Temperature Effects on the Stability of Intermediates and Crosslinks in Sulfur Vulcanization, *Rubber Chemistry and Technology* 1, 57, 63–85.
- [26] Obendrauf, W.: Neue Methoden zur Temperatur- und Dehnviskositätsmessung für die Simulation von Kunststoffverarbeitungsprozessen, Dissertation, Montanuniversität Leoben, 1996.
- [27] Pahl, M., Gleißle, W., Laun, H.-M.: *Praktische Rheologie der Kunststoffe und Elastomere*, VDI-Verlag, Düsseldorf, op. 1991.
- [28] Perko, L.: Heizzeitverkürzung im Kautschukspritzguss unter Ausnutzung der Scher-, Dehn- und Kompressionserwärmung, Dissertation, Montanuniversität Leoben, 2014.
- [29] Röthemeyer, F., Sommer, F.: *Kautschuk-Technologie*, 2. Aufl., Hanser, München, 2006.
- [30] Schuschnigg, S.: Rheologische Untersuchungen bei hohen Schergeschwindigkeiten mit Hilfe eines Mikrorheologie - Schlitzdüsen Messsystems, Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, 2004.
- [31] Szücs, A., Belina, K.: Rheological and thermal analysis of the filling stage of injection moulding, *eXPRESS Polymer Letters* 6, 2012, 672–679.

## 7. Literaturverzeichnis

---

- [32] Tadmor, Z., Klein, I.: Engineering principles of plasticating extrusion, Van Nostrand Reinhold Company, New York, 1970.
- [33] Tremblay, B.: Estimation of the elongational viscosity of polyethylene blends at high deformation rates, *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics* 33, 137–164.
- [34] Wegenberger, A.: Vergleich verschiedener Auswertemethoden zur Bestimmung der uniaxialen Dehnviskosität aus Einlaufdruckverlusten im Kapillarrheometer, Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, 1995.

## 8 Anhang

### Rubber Process Analyser

#### SBR

Tabelle 27 zeigt nur die Messwerte bei definierten Vernetzungsgraden. Diese werden in der Praxis zur Modellbildung verwendet.

Tabelle 27: Vernetzungsisothermen für SBR

Vernetzungsgrad	Vernetzungszeit 140 °C	Vernetzungszeit 150 °C	Vernetzungszeit 160 °C	Vernetzungszeit 170 °C	Vernetzungszeit 180 °C	Vernetzungszeit 190 °C
(/)	(s)	(s)	(s)	(s)	(s)	(s)
0,1	351	219,6	126,6	78	51	39
0,2	381	238,2	138	85,8	56,4	42,6
0,3	403,8	251,4	146,4	90,6	60	45,6
0,5	463,2	281,4	163,2	100,8	67,2	51
0,9	1073,4	570	314,4	176,4	70,2	70,5
1	2594,4	1297,8	682,8	322,8	201,6	138,6

## 8. Anhang

Tabelle 28: Amplitudensweep für SBR

Auslenkung	G' 80 °C	G' 100 °C	G' 120 °C
(°)	(Pa)	(Pa)	(Pa)
0,01	370665,23	222170,38	191831,52
0,03	457988,87	292442,69	184223,27
0,06	409130,53	308473,69	247610,35
0,09	437591,08	298110,39	236629,51
0,11	425862,10	296106,61	247108,18
0,22	402720,86	284771,37	229755,87
0,34	377541,75	268847,22	217897,92
0,46	356875,38	256044,70	208012,02
0,59	343085,04	243158,91	197195,70
0,72	327275,93	233018,53	188948,41
0,87	312917,25	223715,20	181535,84
1,03	299237,16	213903,59	171202,63
1,21	285548,26	204941,88	163023,21
1,40	271116,29	193354,28	154585,73
1,61	257300,27	184485,90	145807,46
1,84	243234,47	174664,35	137634,04
2,11	228660,62	164485,68	129553,97
2,42	214590,30	154131,09	121538,80
2,78	199889,29	144103,18	112986,73
3,23	184017,44	133043,61	103867,49

## 8. Anhang

Tabelle 29: Frequenzsweep für SBR bei 80 °C

Messung 1		Messung 2		Messung 3	
$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
282,74	4113,99	282,74	4019,55	25255,56	3728,14
217,34	4908,61	217,34	4958,57	31155,59	4600,48
179,07	5823,39	179,07	5817,09	36549,88	5374,69
151,93	6523,81	151,93	6537,02	41073,33	6105,57
130,88	7348,13	130,88	7371,98	46319,53	6813,09
113,66	8270,49	113,66	8180,43	51399,18	7453,19
99,15	9151,69	99,15	9002,32	56563,25	8384,34
86,52	10065,82	86,52	10050,38	63148,40	9380,68
75,40	11082,89	75,40	11014,02	69203,13	10491,36
65,47	12279,00	65,47	12531,15	78735,52	11732,03
56,49	13679,64	56,49	13757,52	86441,08	12793,45
48,25	15493,10	48,25	15450,70	97079,64	14203,28
40,72	17719,26	40,72	17644,72	110865,02	16412,86
33,74	20083,34	33,74	20014,38	125754,08	18733,20
27,21	23470,89	27,21	23649,84	148596,30	22178,20
21,11	28221,19	21,11	27942,98	175570,90	25231,49
15,39	36020,56	15,39	36096,26	226799,47	32223,12
9,99	47133,79	9,99	46353,50	291247,64	43259,89
4,90	77241,31	4,90	78553,05	493563,35	72402,71
0,06	1921361,42	0,06	1860046,54	11687017,11	1656025,90

## 8. Anhang

Tabelle 30: Frequenzsweep für SBR bei 100 °C

Messung 1		Messung 2		Messung 3	
$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
282,74	3162,48	282,74	3108,60	282,74	3187,00
217,34	3867,06	217,34	3887,09	217,34	3829,10
179,07	4311,14	179,07	4389,16	179,07	4402,66
151,93	4814,50	151,93	4955,98	151,93	4915,82
130,88	5393,56	130,88	5534,52	130,88	5515,25
113,66	6010,48	113,66	6158,70	113,66	6091,60
99,15	6701,77	99,15	6751,39	99,15	6753,73
86,52	7468,91	86,52	7496,26	86,52	7419,21
75,40	8177,20	75,40	8381,71	75,40	8395,87
65,47	9045,83	65,47	9291,65	65,47	9140,03
56,49	9998,62	56,49	10239,19	56,49	10159,92
48,25	11503,56	48,25	11452,71	48,25	11421,83
40,72	12654,77	40,72	13146,54	40,72	12848,97
33,74	14332,47	33,74	14482,72	33,74	14494,90
27,21	16781,79	27,21	17001,58	27,21	16705,74
21,11	19944,54	21,11	20188,73	21,11	19746,00
15,39	24552,05	15,39	24661,16	15,39	24617,90
9,99	31906,01	9,99	32298,51	9,99	32812,25
4,90	53398,87	4,90	51323,12	4,90	53258,59
0,06	1435087,01	0,06	1253684,41	0,06	1164135,80



## 8. Anhang

Tabelle 31: Frequenzsweep für SBR bei 120 °C

Messung 1		Messung 2		Messung 3	
$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
282,74	2825,69	282,74	2861,67	(rad)	2929,63
217,34	3540,90	217,34	3520,46	217,34	3555,38
179,07	3974,28	179,07	4023,28	179,07	3967,24
151,93	4521,60	151,93	4476,63	151,93	4417,73
130,88	4986,76	130,88	5016,88	130,88	4914,65
113,66	5548,04	113,66	5510,60	113,66	5452,04
99,15	6041,02	99,15	6072,06	99,15	6073,31
86,52	6571,06	86,52	6708,31	86,52	6665,93
75,40	7519,71	75,40	7410,19	75,40	7277,94
65,47	8148,76	65,47	8011,58	65,47	8166,68
56,49	8840,15	56,49	8821,18	56,49	8950,50
48,25	9674,10	48,25	10065,34	48,25	9701,97
40,72	11286,00	40,72	11218,27	40,72	11127,34
33,74	12128,22	33,74	12515,90	33,74	12397,52
27,21	14367,48	27,21	14374,66	27,21	14309,79
21,11	16529,80	21,11	17176,78	21,11	17648,51
15,39	20451,55	15,39	20776,72	15,39	20859,40
9,99	26925,96	9,99	28261,69	9,99	26482,86
4,90	43328,24	4,90	43093,41	4,90	45854,46
0,06	9292005,33	0,06	9251091,83	0,06	8999574,34

## 8. Anhang

Tabelle 32: Frequenzsweep für SBR mit Vorscherung bei 80 °C

Messung 1		Messung 2		Messung 3	
$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
282,74	2898,35	282,74	2904,92	282,74	2989,62
217,46	3665,72	217,46	3650,48	217,46	3634,85
179,26	4210,05	179,26	4305,95	179,26	4282,33
152,18	4846,53	152,18	4876,22	152,18	4900,88
131,19	5557,48	131,19	5449,19	131,19	5618,22
114,04	6035,73	114,04	6113,64	114,04	6157,09
99,53	6681,15	99,53	6716,44	99,53	6895,56
86,90	7470,29	86,90	7478,40	86,90	7599,09
75,84	8439,45	75,84	8447,24	75,84	8374,61
65,91	9279,39	65,91	9385,90	65,91	9316,62
56,93	10357,91	56,93	10534,53	56,93	10301,56
48,76	11945,52	48,76	11622,60	48,76	11820,92
41,22	13044,47	41,22	13237,10	41,22	13288,41
34,24	15082,41	34,24	14862,55	34,24	15050,23
27,71	17822,97	27,71	17337,16	27,71	17958,98
21,61	20653,32	21,61	20684,62	21,61	21357,31
15,96	25098,43	15,96	26243,98	15,96	25816,53
10,56	33527,74	10,56	33743,31	10,56	34631,03
5,47	51601,33	5,47	52513,90	5,47	52354,88
0,63	206730,87	0,63	219224,58	0,63	204665,09

## 8. Anhang

Tabelle 33: Frequenzsweep für SBR mit Vorscherung bei 100 °C

Messung 1		Messung 2		Messung 3	
$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
282,74	2418,37	282,74	2354,87	282,74	2389,65
217,46	3007,41	217,46	3073,81	217,46	3058,51
179,26	3563,06	179,26	3537,65	179,26	3525,30
152,18	3998,14	152,18	3904,12	152,18	3984,51
131,19	4538,81	131,19	4457,58	131,19	4598,24
114,04	4941,19	114,04	4977,27	114,04	4974,59
99,53	5483,78	99,53	5560,52	99,53	5535,54
86,90	6005,18	86,90	5961,91	86,90	6001,47
75,84	6413,57	75,84	6677,60	75,84	6538,64
65,91	7264,94	65,91	7404,38	65,91	7270,11
56,93	8252,17	56,93	8122,60	56,93	7956,07
48,76	9025,69	48,76	9295,22	48,76	9150,56
41,22	10125,02	41,22	9960,87	41,22	10151,63
34,24	11574,60	34,24	11575,09	34,24	11466,55
27,71	13543,49	27,71	13016,94	27,71	13487,82
21,61	15364,95	21,61	15471,58	21,61	15499,87
15,96	19570,03	15,96	17878,39	15,96	19828,90
10,56	23541,53	10,56	24445,14	10,56	24477,56
5,47	36809,29	5,47	38300,89	5,47	35626,48
0,63	122309,29	0,63	146570,05	0,63	151398,97

## 8. Anhang

Tabelle 34: Frequenzsweep für SBR mit Vorscherung bei 120 °C

Messung 1		Messung 2		Messung 3	
$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
282,74	2167,50	282,74	2121,04	282,74	2136,40
217,46	2699,96	217,46	2638,64	217,46	2708,68
179,26	3106,28	179,26	3054,26	179,26	3101,91
152,18	3534,46	152,18	3505,25	152,18	3513,46
131,19	3861,22	131,19	3845,51	131,19	3955,76
114,04	4241,45	114,04	4402,42	114,04	4284,90
99,53	4802,66	99,53	4723,23	99,53	4762,68
86,90	5073,22	86,90	5129,26	86,90	5118,29
75,84	5691,78	75,84	5616,05	75,84	5681,78
65,91	6246,62	65,91	6085,83	65,91	6200,67
56,93	7103,59	56,93	6840,46	56,93	6831,71
48,76	7792,11	48,76	7677,00	48,76	7561,58
41,22	8604,50	41,22	8843,80	41,22	8619,45
34,24	9377,96	34,24	9577,28	34,24	9848,99
27,71	11149,38	27,71	10952,97	27,71	11224,10
21,61	12391,24	21,61	12877,55	21,61	13164,69
15,96	14659,17	15,96	15606,51	15,96	14256,89
10,56	19998,96	10,56	19789,47	10,56	19962,51
5,47	32279,98	5,47	30033,35	5,47	28950,16
0,63	98390,74	0,63	122388,10	0,63	125390,34

## 8. Anhang

---

### EPDM

In Tabelle 35 sind die Messwerte bei definierten Vernetzungsgraden der Vernetzungsisothermen dargestellt.

Tabelle 35: Vernetzungsisothermen für EPDM

Vernetzungsgrad	Vernetzungszeit 140 °C	Vernetzungszeit 150 °C	Vernetzungszeit 160 °C	Vernetzungszeit 170 °C	Vernetzungszeit 180 °C	Vernetzungszeit 190 °C
(/)	(s)	(s)	(s)	(s)	(s)	(s)
0,1	339,6	294,6	167,4	97,2	60	43,8
0,2	550,8	372	210	120,6	72,6	51
0,3	657	427,2	240,6	136,8	81	57
0,5	837,6	532,8	298,8	168,6	102	68,4
0,9	3730,2	1764	835,2	408	283,8	156,6
1	6949,8	5523	2249,4	1284	798,6	342

## 8. Anhang

Tabelle 36: Amplitudensweep für EPDM

Auslenkung	G' 60 °C	G' 80 °C	G' 100 °C
(°)	(Pa)	(Pa)	(Pa)
0,01	901137,42	476755,46	238082,97
0,03	944148,92	510318,72	338349,41
0,06	914220,65	477425,93	352889,58
0,09	910030,59	442992,89	344621,18
0,11	880605,40	412776,24	331101,21
0,22	807970,39	383822,26	308694,53
0,34	739672,06	361538,14	288776,85
0,46	689899,80	341975,67	265079,28
0,59	644830,80	322189,32	243294,59
0,72	608539,27	304528,26	226241,61
0,87	572038,82	285452,31	212363,47
1,03	542889,31	270096,35	198988,45
1,21	511016,48	254449,60	187318,22
1,40	482681,66	240119,40	175833,50
1,61	454747,74	225519,31	166431,29
1,84	427987,01	210386,04	157648,27
2,11	401022,24	195343,86	148295,21
2,42	376225,08	180576,38	139691,00
2,78	349418,47	163083,93	131454,12
3,23	322567,91	141755,81	123160,60

## 8. Anhang

Tabelle 37: Frequenzsweep für EPDM bei 60 °C

Messung 1		Messung 2		Messung 3	
$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
282,74	7018,13	282,74	8518,96	282,74	8677,71
217,34	9111,20	217,34	10807,98	217,34	11196,98
179,07	10724,01	179,07	12791,36	179,07	13067,44
151,93	12361,04	151,93	14525,20	151,93	14786,78
130,88	13967,34	130,88	16429,70	130,88	16509,82
113,66	15923,92	113,66	18739,93	113,66	19222,76
99,15	17981,84	99,15	21181,97	99,15	21787,78
86,52	19570,70	86,52	23652,98	86,52	24245,75
75,40	22038,65	75,40	26828,65	75,40	27660,02
65,47	25181,95	65,47	29438,45	65,47	30680,33
56,49	27001,72	56,49	33290,67	56,49	34794,46
48,25	31102,37	48,25	37076,67	48,25	38456,39
40,72	35812,45	40,72	44461,34	40,72	44776,24
33,74	40157,25	33,74	50018,24	33,74	50104,24
27,21	48871,53	27,21	59577,26	27,21	61106,24
21,11	62060,54	21,11	69607,06	21,11	71599,97
15,39	78640,10	15,39	89806,70	15,39	89957,19
9,99	101826,21	9,99	120291,27	9,99	132830,34
4,90	181208,87	4,90	190655,06	4,90	216260,96
0,06	4791767,35	0,06	7074401,00	0,06	6484392,19

## 8. Anhang

Tabelle 38: Frequenzsweep für EPDM bei 80 °C

Messung 1		Messung 2		Messung 3	
$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
282,74	5382,54	282,74	5095,95	282,74	5410,87
217,34	6518,42	217,34	6713,42	217,34	6518,97
179,07	7628,95	179,07	7449,06	179,07	7795,61
151,93	8358,46	151,93	8619,27	151,93	8395,47
130,88	9637,48	130,88	9737,23	130,88	9679,18
113,66	10519,95	113,66	10849,27	113,66	10929,95
99,15	12043,34	99,15	11700,04	99,15	11643,49
86,52	13689,80	86,52	13890,02	86,52	13032,40
75,40	15048,47	75,40	14884,19	75,40	15265,13
65,47	15452,90	65,47	17147,51	65,47	16111,52
56,49	18487,76	56,49	18919,24	56,49	17181,36
48,25	20039,25	48,25	20705,51	48,25	21438,08
40,72	23424,54	40,72	23982,31	40,72	22170,93
33,74	25776,36	33,74	25491,74	33,74	25624,69
27,21	30414,58	27,21	29029,09	27,21	30337,22
21,11	35658,03	21,11	34667,28	21,11	37382,00
15,39	36203,54	15,39	44488,11	15,39	45249,44
4,90	93897,76	4,90	79310,08	4,90	78621,38
0,06	3902708,09	0,06	2920204,06	0,06	3452967,91



## 8. Anhang

Tabelle 39: Frequenzsweep für EPDM bei 100 °C

Messung 1		Messung 2		Messung 3	
$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
282,74	4406,57	282,74	4478,88	282,74	4308,21
217,34	5404,58	217,34	5681,22	217,34	5523,07
179,07	6121,71	179,07	6266,35	179,07	6159,25
151,93	6869,99	151,93	7162,73	151,93	6975,73
130,88	7875,92	130,88	8042,04	130,88	8283,49
113,66	8847,92	113,66	9043,65	113,66	8852,34
99,15	10410,17	99,15	9992,79	99,15	9493,82
86,52	10818,86	86,52	10701,75	86,52	10973,05
75,40	11906,10	75,40	11782,80	75,40	11928,50
65,47	12560,38	65,47	12554,66	65,47	14353,57
56,49	14177,69	56,49	15111,41	56,49	14960,35
48,25	15738,91	48,25	16140,86	48,25	15531,99
40,72	16709,58	40,72	18397,57	40,72	18924,00
33,74	20392,64	33,74	20514,93	33,74	21651,31
27,21	22027,28	27,21	24323,80	27,21	24626,94
21,11	27152,29	21,11	28863,69	21,11	27260,00
15,39	31289,13	15,39	37534,30	15,39	33102,43
9,99	36415,53	9,99	48009,93	9,99	39406,65
4,90	46864,13	4,90	73073,83	4,90	72832,73
0,06	3936777,66	0,06	2898860,02	0,06	3918192,48

## 8. Anhang

Tabelle 40: Frequenzsweep für EPDM mit Vorscherung bei 60 °C

Messung 1		Messung 2		Messung 3	
$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
282,74	4475,75	282,74	4818,49	282,74	4792,98
217,34	6317,79	217,34	5905,59	217,34	6327,67
179,07	7251,21	179,07	6943,31	179,07	6945,66
151,93	8602,90	151,93	8209,42	151,93	8044,65
130,88	9530,94	130,88	9485,82	130,88	9182,11
113,66	10374,13	113,66	11225,36	113,66	10110,31
99,15	11790,28	99,15	12146,20	99,15	11994,51
86,52	14123,42	86,52	13558,11	86,52	13520,90
75,40	15387,20	75,40	14991,55	75,40	14228,41
65,47	16769,67	65,47	17334,90	65,47	17423,29
56,49	18933,77	56,49	19957,24	56,49	18431,10
48,25	22318,03	48,25	21900,71	48,25	20659,30
40,72	25378,98	40,72	24895,93	40,72	24393,22
33,74	29083,85	33,74	28023,02	33,74	29405,82
27,21	35933,36	27,21	34589,16	27,21	34734,76
21,11	41889,37	21,11	42799,61	21,11	39284,24
15,39	49273,92	15,39	56862,67	15,39	50839,90
9,99	67735,54	9,99	72300,13	9,99	72385,56
4,90	118569,01	4,90	113209,09	4,90	102519,66
0,06	2887609,72	0,06	4303530,07	0,06	3620322,79

## 8. Anhang

Tabelle 41: Frequenzsweep für EPDM mit Vorscherung bei 80 °C

Messung 1		Messung 2		Messung 3	
$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
282,74	3395,92	282,74	3596,66	282,74	3621,75
217,34	4566,38	217,34	4641,50	217,34	4325,59
179,07	5265,72	179,07	5106,64	179,07	5160,36
151,93	5929,18	151,93	5694,40	151,93	5825,61
130,88	6821,74	130,88	6637,24	130,88	6572,11
113,66	7815,79	113,66	7719,06	113,66	7192,41
99,15	8460,74	99,15	9192,15	99,15	8389,06
86,52	8934,29	86,52	9279,15	86,52	8711,62
75,40	10996,27	75,40	9506,31	75,40	9939,39
65,47	11438,86	65,47	11120,91	65,47	11178,39
56,49	13277,79	56,49	12462,59	56,49	12283,63
48,25	13983,69	48,25	13298,71	48,25	14140,74
40,72	14948,45	40,72	15922,10	40,72	15654,24
33,74	18897,75	33,74	18159,71	33,74	18250,85
27,21	21275,16	27,21	20936,23	27,21	20744,91
21,11	24367,25	21,11	26191,53	21,11	28767,38
9,99	44566,10	9,99	36109,91	9,99	35870,80
4,90	65761,29	4,90	79858,71	4,90	52239,72
0,06	2661919,54	0,06	2892338,99	0,06	3194093,27

## 8. Anhang

Tabelle 42: Frequenzsweep für EPDM mit Vorscherung bei 100 °C

Messung 1		Messung 2		Messung 3	
$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$	$\omega$	$\eta^*$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
282,74	2908,44	282,74	2968,62	282,74	3092,25
217,34	3320,90	217,34	3625,36	217,34	3404,20
179,07	4217,46	179,07	4277,79	179,07	4241,72
151,93	4840,94	151,93	4713,63	151,93	4631,95
130,88	5123,75	130,88	5835,37	130,88	5335,06
113,66	6085,27	113,66	6086,95	113,66	6821,42
99,15	6479,00	99,15	6469,35	99,15	7314,31
86,52	7439,51	86,52	7326,78	86,52	7531,92
75,40	8601,01	75,40	7717,51	75,40	8151,51
65,47	9046,76	65,47	8717,76	65,47	9143,14
56,49	9877,08	56,49	9308,85	56,49	9716,42
48,25	11977,68	48,25	9889,20	48,25	12001,26
40,72	12800,99	40,72	10944,83	40,72	11242,92
33,74	13557,59	33,74	11626,94	33,74	13567,19
27,21	13357,50	27,21	14880,17	27,21	15397,10
21,11	14824,79	21,11	18680,48	21,11	18248,26
15,39	22582,33	15,39	21445,34	15,39	25241,61
9,99	25569,77	9,99	34181,39	9,99	24650,93
4,90	44573,66	4,90	42961,18	4,90	45965,11
0,06	3061176,58	0,06	3147150,37	0,06	3418042,60

### pVT Messung

#### SBR

## 8. Anhang

Tabelle 43: pVT Isobaren für SBR

P	200 bar	400 bar	600 bar	800 bar	1000 bar	1200 bar	1400 bar	1600 bar
T	v	v	v	v	v	v	v	v
(°C)	(cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> )	(cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> )	(cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> )	(cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> )	(cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> )	(cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> )	(cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> )	(cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> )
50	0,740	0,730	0,721	0,713	0,705	0,697	0,690	0,682
52	0,741	0,731	0,722	0,714	0,706	0,698	0,690	0,683
54	0,742	0,732	0,723	0,714	0,706	0,699	0,691	0,684
56	0,743	0,733	0,724	0,715	0,707	0,699	0,691	0,684
58	0,744	0,733	0,724	0,715	0,707	0,700	0,692	0,685
60	0,744	0,734	0,725	0,716	0,708	0,700	0,693	0,685
62	0,745	0,735	0,725	0,716	0,709	0,701	0,693	0,686
64	0,746	0,735	0,726	0,717	0,709	0,701	0,694	0,686
66	0,746	0,736	0,727	0,718	0,710	0,702	0,694	0,687
68	0,747	0,737	0,727	0,719	0,710	0,702	0,695	0,687
70	0,748	0,738	0,728	0,719	0,711	0,703	0,695	0,688
72	0,749	0,738	0,728	0,720	0,712	0,704	0,696	0,688
74	0,749	0,739	0,729	0,720	0,712	0,704	0,696	0,689
76	0,750	0,740	0,730	0,721	0,713	0,705	0,697	0,690
78	0,751	0,740	0,731	0,722	0,713	0,705	0,698	0,690
80	0,751	0,741	0,732	0,722	0,714	0,706	0,698	0,691
82	0,752	0,742	0,733	0,723	0,715	0,707	0,699	0,691
84	0,753	0,743	0,733	0,724	0,715	0,707	0,699	0,692
86	0,754	0,743	0,734	0,724	0,716	0,708	0,700	0,692
88	0,755	0,744	0,734	0,725	0,716	0,708	0,701	0,693
90	0,755	0,745	0,735	0,726	0,717	0,709	0,701	0,693
92	0,756	0,746	0,736	0,726	0,718	0,710	0,702	0,694
94	0,757	0,746	0,736	0,727	0,718	0,710	0,702	0,694
96	0,758	0,747	0,737	0,728	0,719	0,711	0,703	0,695
98	0,759	0,748	0,738	0,728	0,720	0,711	0,703	0,696
100	0,760	0,749	0,739	0,729	0,720	0,712	0,704	0,696
102	0,760	0,749	0,739	0,730	0,721	0,713	0,705	0,697
104	0,761	0,749	0,740	0,731	0,721	0,713	0,705	0,697
106	0,762	0,751	0,741	0,731	0,722	0,714	0,706	0,698

## 8. Anhang

108	0,763	0,752	0,742	0,732	0,723	0,714	0,706	0,698
110	0,764	0,752	0,742	0,732	0,723	0,715	0,707	0,699
112	0,765	0,753	0,743	0,733	0,724	0,716	0,707	0,700
114	0,766	0,754	0,744	0,734	0,725	0,716	0,708	0,700
116	0,766	0,755	0,744	0,734	0,725	0,717	0,709	0,701
118	0,767	0,755	0,745	0,736	0,726	0,717	0,709	0,701
120	0,768	0,756	0,746	0,737	0,727	0,718	0,710	0,702
122	0,769	0,757	0,746	0,737	0,727	0,719	0,710	0,703
124	0,770	0,758	0,747	0,737	0,728	0,719	0,711	0,703
126	0,770	0,759	0,748	0,738	0,728	0,720	0,712	0,704
128	0,771	0,759	0,749	0,739	0,729	0,720	0,712	0,704
130	0,772	0,760	0,749	0,739	0,730	0,721	0,713	0,705
132	0,773	0,761	0,750	0,740	0,731	0,722	0,713	0,705
134	0,774	0,762	0,751	0,741	0,731	0,722	0,714	0,706
136	0,775	0,762	0,752	0,741	0,732	0,723	0,715	0,706
138	0,775	0,764	0,752	0,742	0,733	0,723	0,715	0,707
140	0,776	0,764	0,753	0,743	0,733	0,724	0,716	0,708
142	0,777	0,765	0,754	0,743	0,734	0,725	0,716	0,708
144	0,778	0,765	0,754	0,744	0,735	0,725	0,717	0,709
146	0,779	0,767	0,755	0,745	0,735	0,726	0,717	0,709
148	0,780	0,767	0,756	0,746	0,736	0,727	0,718	0,710
150	0,781	0,768	0,757	0,746	0,736	0,727	0,719	0,710
152	0,782	0,769	0,757	0,747	0,737	0,728	0,719	0,711
154	0,783	0,770	0,758	0,748	0,738	0,728	0,720	0,711
156	0,784	0,771	0,759	0,748	0,738	0,729	0,720	0,712
158	0,785	0,772	0,759	0,749	0,739	0,730	0,721	0,713
160	0,785	0,772	0,760	0,749	0,740	0,730	0,722	0,713
162	0,786	0,773	0,761	0,750	0,740	0,731	0,722	0,714
164	0,787	0,774	0,762	0,751	0,741	0,732	0,723	0,714
166	0,788	0,775	0,763	0,752	0,742	0,732	0,723	0,715
168	0,789	0,775	0,764	0,752	0,742	0,733	0,724	0,715
170	0,790	0,776	0,764	0,753	0,743	0,734	0,725	0,716
172	0,791	0,777	0,765	0,753	0,744	0,734	0,725	0,717

## 8. Anhang

---

174	0,792	0,778	0,766	0,755	0,744	0,735	0,726	0,717
176	0,793	0,778	0,767	0,756	0,745	0,735	0,726	0,718
178	0,794	0,779	0,767	0,756	0,746	0,736	0,727	0,718
180	0,795	0,780	0,768	0,757	0,746	0,737	0,727	0,719
182	0,796	0,781	0,769	0,757	0,747	0,737	0,728	0,719
184	0,797	0,782	0,770	0,757	0,748	0,738	0,729	0,720
186	0,798	0,783	0,770	0,758	0,748	0,739	0,729	0,721
188	0,798	0,784	0,771	0,760	0,749	0,739	0,730	0,721
190	0,799	0,785	0,772	0,761	0,750	0,740	0,731	0,722

## 8. Anhang

### EPDM

Tabelle 44: pVT Isobaren für EPDM

P	200 bar	400 bar	600 bar	800 bar	1000 bar	1200 bar	1400 bar	1600 bar
T	v	v	v	v	v	v	v	v
(°C)	(cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> )	(cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> )	(cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> )	(cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> )	(cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> )	(cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> )	(cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> )	(cm <sup>3</sup> g <sup>-1</sup> )
50	0,809	0,797	0,786	0,777	0,767	0,758	0,750	0,741
52	0,810	0,798	0,787	0,777	0,768	0,759	0,751	0,742
54	0,811	0,799	0,788	0,778	0,769	0,760	0,751	0,743
56	0,812	0,800	0,789	0,779	0,770	0,761	0,752	0,744
58	0,813	0,801	0,790	0,780	0,770	0,761	0,753	0,745
60	0,814	0,802	0,791	0,781	0,771	0,762	0,754	0,745
62	0,815	0,803	0,792	0,781	0,772	0,763	0,754	0,746
64	0,816	0,803	0,792	0,782	0,773	0,764	0,755	0,747
66	0,817	0,804	0,793	0,783	0,774	0,764	0,756	0,747
68	0,817	0,805	0,794	0,784	0,774	0,765	0,756	0,748
70	0,818	0,806	0,795	0,784	0,775	0,766	0,757	0,749
72	0,819	0,807	0,795	0,785	0,776	0,766	0,757	0,749
74	0,820	0,808	0,796	0,786	0,776	0,767	0,758	0,750
76	0,821	0,808	0,797	0,787	0,777	0,767	0,759	0,750
78	0,822	0,809	0,798	0,787	0,778	0,768	0,759	0,751
80	0,823	0,810	0,799	0,788	0,778	0,769	0,760	0,752
82	0,824	0,811	0,799	0,789	0,779	0,770	0,761	0,752
84	0,825	0,812	0,800	0,789	0,780	0,770	0,761	0,753
86	0,826	0,813	0,801	0,790	0,780	0,771	0,762	0,753
88	0,827	0,814	0,802	0,791	0,781	0,772	0,763	0,754
90	0,828	0,814	0,803	0,792	0,782	0,773	0,763	0,755
92	0,828	0,815	0,803	0,792	0,783	0,773	0,764	0,755
94	0,829	0,816	0,804	0,793	0,783	0,774	0,765	0,756
96	0,831	0,817	0,805	0,794	0,784	0,775	0,765	0,757
98	0,832	0,818	0,806	0,795	0,785	0,775	0,766	0,757
100	0,833	0,818	0,807	0,796	0,786	0,776	0,767	0,758
102	0,834	0,820	0,808	0,796	0,786	0,777	0,767	0,759



## 8. Anhang

104	0,835	0,821	0,808	0,797	0,787	0,777	0,768	0,759
106	0,835	0,822	0,809	0,798	0,788	0,778	0,769	0,760
108	0,836	0,822	0,810	0,799	0,789	0,779	0,769	0,760
110	0,837	0,823	0,811	0,800	0,789	0,779	0,770	0,761
112	0,838	0,824	0,812	0,801	0,790	0,780	0,771	0,762
114	0,839	0,825	0,813	0,801	0,791	0,781	0,772	0,762
116	0,840	0,826	0,813	0,802	0,792	0,782	0,772	0,763
118	0,841	0,827	0,814	0,803	0,792	0,782	0,773	0,764
120	0,842	0,828	0,815	0,804	0,793	0,783	0,774	0,764
122	0,843	0,829	0,816	0,805	0,794	0,784	0,774	0,765
124	0,844	0,830	0,817	0,805	0,795	0,785	0,775	0,766
126	0,845	0,831	0,818	0,806	0,795	0,785	0,776	0,766
128	0,846	0,832	0,818	0,807	0,796	0,786	0,776	0,767
130	0,847	0,832	0,819	0,808	0,797	0,787	0,777	0,768
132	0,848	0,833	0,820	0,808	0,797	0,787	0,778	0,768
134	0,849	0,834	0,821	0,809	0,798	0,788	0,778	0,769
136	0,850	0,834	0,822	0,810	0,799	0,789	0,779	0,770
138	0,851	0,836	0,823	0,811	0,800	0,790	0,780	0,770
140	0,852	0,837	0,823	0,812	0,801	0,790	0,780	0,771
142	0,853	0,838	0,824	0,812	0,801	0,791	0,781	0,772
144	0,854	0,839	0,825	0,813	0,802	0,792	0,782	0,773
146	0,855	0,839	0,826	0,814	0,803	0,792	0,782	0,773
148	0,856	0,840	0,827	0,815	0,804	0,793	0,783	0,774
150	0,857	0,841	0,828	0,815	0,804	0,794	0,784	0,774
152	0,858	0,842	0,829	0,816	0,805	0,794	0,784	0,775
154	0,859	0,843	0,829	0,817	0,806	0,795	0,785	0,776
156	0,860	0,844	0,830	0,818	0,806	0,796	0,786	0,776
158	0,861	0,845	0,831	0,819	0,807	0,796	0,786	0,777
160	0,862	0,846	0,832	0,819	0,808	0,797	0,787	0,778
162	0,863	0,847	0,833	0,820	0,809	0,798	0,788	0,778
164	0,864	0,848	0,834	0,821	0,809	0,799	0,788	0,779
166	0,865	0,849	0,835	0,822	0,810	0,799	0,789	0,780
168	0,866	0,850	0,836	0,823	0,811	0,800	0,790	0,780

## 8. Anhang

170	0,867	0,851	0,836	0,823	0,812	0,801	0,790	0,781
172	0,869	0,852	0,837	0,824	0,812	0,802	0,791	0,782
174	0,870	0,853	0,838	0,825	0,813	0,802	0,792	0,782
176	0,871	0,854	0,839	0,826	0,814	0,803	0,792	0,783
178	0,872	0,855	0,840	0,827	0,815	0,804	0,793	0,783
180	0,873	0,856	0,841	0,828	0,816	0,804	0,794	0,784
182	0,874	0,857	0,842	0,828	0,816	0,805	0,794	0,785
184	0,875	0,857	0,843	0,829	0,817	0,806	0,795	0,785
186	0,876	0,859	0,843	0,830	0,818	0,806	0,796	0,786
188	0,877	0,860	0,844	0,831	0,819	0,807	0,796	0,787
190	0,878	0,861	0,845	0,832	0,819	0,808	0,797	0,787

### Hochdruckkapillarrheometrie

#### SBR

Tabelle 45: HKR Viskositätsdaten für SBR bei 80 °C, 100 °C und 120 °C, unkorrigiert

T	80 °C	T	100 °C	T	120 °C
$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
146,40	3039,77	109,50	3321,31	109,50	3321,31
239,01	2088,35	225,72	1902,76	225,72	1902,76
921,20	706,72	1099,81	490,69	1099,81	490,69
1427,23	509,96	1613,20	357,25	1613,20	357,25
2083,68	383,14	2097,70	290,74	2097,70	290,74
14647,63	67,21	6687,59	140,54	6687,59	140,54
24162,38	42,84			5710,02	201,97

## 8. Anhang

Tabelle 46: HKR Viskositätsdaten für SBR bei 80 °C, 100 °C und 120 °C, temperaturkorrigiert

T	80 °C	T	100 °C	T	120 °C
$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
104,03	4278,08	168,37	2160,01	121,41	3000,178
206,09	2421,95	293,44	1463,64	240,71	1770,97
990,44	657,31	1167,13	462,39	1176,61	473,33
1454,32	500,46	1622,32	355,24	1755,50	330,94
1899,27	420,35	2018,01	302,22	2330,76	258,97
7624,68	129,11	4763,75	197,30	11111,31	71,23
10711,43	96,63			16296,92	53,30

## EPDM

Tabelle 47: HKR Viskositätsdaten für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C, unkorrigiert

T	60 °C	T	80 °C	T	100 °C
$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
60,69	6188,24	129,24	2505,36	343,08	953,70
98,13	4196,44	258,40	1429,58	595,49	608,04
210,76	2887,16	471,03	827,36	2473,57	166,63
508,45	1702,98	1402,01	381,57	4158,02	111,92
2608,16	451,56	9865,08	112,42	8313,70	70,68
5204,15	226,08	15882,91	72,79	13892,82	51,73
12671,04	100,03	22627,89	53,09	19999,83	42,77
15312,02	79,54				

## 8. Anhang

Tabelle 48: HKR Viskositätsdaten für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C, temperaturkorrigiert

T	60 °C	T	80 °C	T	100 °C
$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
41,95	10145,32	117,71	3095,30	337,28	1085,64
74,48	6317,69	245,74	1715,71	585,92	699,61
232,56	3048,70	447,70	1012,64	2349,95	206,08
351,34	2839,14	1450,45	436,35	3932,60	140,23
794,98	1826,56	4333,83	320,17	7471,82	95,15
1570,55	1125,18	6572,67	238,84	10845,64	83,54
3332,10	639,17	9126,84	197,60	13217,88	84,57
4412,25	532,93				

## 8. Anhang

### Dynamische Wärmestrom Differenzkalorimetrie

#### SBR

Tabelle 49: spezifische Wärmekapazität für SBR, erstes Aufheizen

Messung 1		Messung 2		Messung 3	
T	cp	T	cp	T	cp
(°C)	(J kg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	(°C)	(J kg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	(°C)	(J kg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )
25	1400	25	1360	25	1390
30	1400	30	1360	30	1390
35	1410	35	1360	35	1390
40	1430	40	1380	40	1410
45	1460	45	1410	45	1440
50	1480	50	1430	50	1460
55	1510	55	1450	55	1480
60	1540	60	1480	60	1510
65	1580	65	1520	65	1550
70	1610	70	1550	70	1580
75	1650	75	1590	75	1620
80	1690	80	1620	80	1650
85	1710	85	1640	85	1670
90	1700	90	1620	90	1660
95	1680	95	1610	95	1640
100	1690	100	1620	100	1650
105	1700	105	1630	105	1670
110	1710	110	1640	110	1680
115	1720	115	1650	115	1700
120	1730	120	1660	120	1710
125	1740	125	1660	125	1720
130	1750	130	1670	130	1730
135	1750	135	1670	135	1720
140	1750	140	1670	140	1730

## 8. Anhang

---

145	1750	145	1670	145	1730
150	1740	150	1660	150	1730
155	1730	155	1650	155	1710
160	1700	160	1590	160	1680
165	1600	165	1440	165	1570
170	1560	170	1450	170	1540
175	1620	175	1540	175	1610

## 8. Anhang

Tabelle 50: spezifische Wärmekapazität für SBR, zweites Aufheizen

Messung 1		Messung 2		Messung 3		Mittelwerte	
T	cp	T	cp	T	cp	T <sub>mittel</sub>	C <sub>p</sub> mittel
(°C)	(J kg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	(°C)	(J kg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	(°C)	(J kg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	(°C)	(J kg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )
25,00	1347,26	25,00	1304,34	25,00	1341,57	25,00	1331,06
30,21	1353,98	30,21	1312,81	30,20	1349,43	30,21	1338,74
34,87	1362,61	34,87	1322,36	34,86	1358,84	34,87	1347,94
40,19	1381,57	40,20	1338,70	40,19	1377,55	40,19	1365,94
44,85	1394,48	44,87	1350,27	44,85	1390,78	44,86	1378,51
50,18	1409,67	50,19	1365,46	50,18	1407,14	50,18	1394,09
54,84	1427,28	54,86	1382,35	54,84	1425,52	54,85	1411,72
60,17	1451,39	60,18	1404,57	60,17	1450,25	60,17	1435,40
64,83	1468,79	64,85	1421,05	64,83	1467,48	64,84	1452,44
70,16	1477,00	70,17	1428,19	70,16	1475,46	70,16	1460,22
74,82	1484,65	74,84	1437,17	74,82	1483,80	74,83	1468,54
80,15	1494,50	80,17	1449,36	80,15	1494,31	80,15	1479,39
84,81	1506,64	84,83	1461,62	84,81	1506,35	84,82	1491,54
90,14	1519,92	90,16	1474,74	90,13	1519,80	90,14	1504,82
94,80	1532,49	94,82	1486,94	94,80	1532,32	94,81	1517,25
100,13	1547,79	100,15	1501,43	100,12	1547,23	100,13	1532,15
105,46	1561,30	104,81	1514,52	104,78	1560,38	104,79	1545,40
110,12	1572,22	109,47	1523,80	109,45	1570,76	109,46	1555,59
114,78	1581,58	114,80	1533,41	114,77	1579,47	114,78	1564,82
120,11	1594,69	120,12	1546,51	120,10	1591,77	120,11	1577,66
124,77	1606,08	124,79	1557,49	124,76	1602,63	124,77	1588,73
130,09	1619,61	130,11	1570,50	130,09	1615,42	130,10	1601,84
134,76	1631,25	134,78	1581,41	134,75	1626,31	134,76	1612,99
140,08	1643,80	140,10	1593,74	140,08	1638,11	140,09	1625,22
144,74	1653,84	144,76	1603,59	144,74	1647,71	144,75	1635,05
150,07	1662,36	150,09	1612,10	150,06	1656,33	150,07	1643,60
154,73	1669,73	154,75	1618,71	154,72	1664,05	154,74	1650,83

## 8. Anhang

---

160,06	1677,68	160,08	1625,26	160,05	1671,51	160,06	1658,15
164,72	1685,63	164,74	1632,24	164,71	1679,42	164,72	1665,76
170,05	1695,38	170,07	1640,64	170,04	1689,29	170,05	1675,10
174,71	1702,44	174,73	1647,00	174,70	1696,60	174,71	1682,01
179,37	1706,82	179,39	1651,16	179,36	1701,52	179,37	1686,50



## 8. Anhang

### EPDM

Tabelle 51: spezifische Wärmekapazität für EPDM, erstes Aufheizen

Messung 1		Messung 2		Messung 3	
T	cp	T	cp	T	cp
(°C)	(J kg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	(°C)	(J kg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	(°C)	(J kg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )
25	1423,4	25	1408,70	25	1472,20
30	1423,4	30	1408,70	30	1472,20
35	1425,4	35	1409,50	35	1473,30
40	1458,3	40	1432,10	40	1498,00
45	1524,7	45	1491,30	45	1563,60
50	1506,1	50	1464,10	50	1539,40
55	1512,6	55	1459,30	55	1537,00
60	1532,6	60	1469,10	60	1548,50
65	1554,8	65	1481,30	65	1565,20
70	1576,1	70	1493,00	70	1581,80
75	1606,0	75	1513,80	75	1607,40
80	1638,4	80	1536,60	80	1634,10
85	1667,1	85	1553,90	85	1653,70
90	1672,8	90	1546,10	90	1645,60
95	1654,6	95	1517,00	95	1621,00
100	1658,2	100	1514,10	100	1623,20
105	1673,1	105	1522,30	105	1634,50
110	1684,8	110	1528,50	110	1645,20
115	1691,2	115	1533,80	115	1650,50
120	1709,8	120	1554,60	120	1667,90
125	1744,5	125	1597,20	125	1701,60
130	1787,5	130	1664,30	130	1752,10
135	1818,1	135	1709,40	135	1923,50
140	1811,0	140	1711,40	140	1909,10
145	1824,2	145	2043,30	145	1780,20
150	1831,5	150	1817,20	150	1815,10

## 8. Anhang

---

155	1835,6	155	1796,00	155	2373,80
160	1829,9	160	1785,70	160	1921,60
165	1816,7	165	1749,40	165	1888,50
170	1799,5	170	1697,20	170	1870,90
175	1776,7	175	1693,70	175	1854,70

## 8. Anhang

Tabelle 52: spezifische Wärmekapazität für EPDM, zweites Aufheizen

Messung 1		Messung 2		Messung 3		Mittelwert e	
T	cp	T	cp	T	cp	T <sub>mittel</sub>	C <sub>p</sub> mittel
(°C)	(J kg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	(°C)	(J kg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	(°C)	(J kg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	(°C)	(J kg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )
25,00	1361,38	25,00	1343,55	25,00	1409,61	25,00	1371,51
30,18	1371,68	30,18	1348,85	30,17	1415,04	30,18	1378,52
34,84	1381,17	34,84	1354,61	34,83	1420,69	34,84	1385,49
40,17	1393,40	40,17	1367,33	40,16	1431,95	40,16	1397,56
44,83	1407,24	44,83	1380,07	44,82	1445,20	44,83	1410,84
50,16	1426,30	50,16	1396,36	50,15	1462,15	50,15	1428,27
54,82	1443,77	54,82	1411,39	54,81	1476,42	54,81	1443,86
60,14	1465,66	60,14	1429,97	60,13	1495,17	60,14	1463,60
64,80	1485,24	64,80	1448,29	64,79	1513,63	64,80	1482,39
70,13	1508,10	70,13	1470,11	70,12	1534,91	70,13	1504,37
74,79	1526,82	74,79	1488,54	74,78	1552,88	74,79	1522,75
80,12	1538,76	80,12	1500,47	80,11	1564,32	80,11	1534,52
84,78	1540,25	84,78	1502,62	84,77	1565,76	84,77	1536,21
90,11	1534,11	90,11	1502,09	90,09	1563,93	90,10	1533,38
94,77	1534,93	94,77	1506,99	94,76	1568,00	94,76	1536,64
100,10	1544,02	100,09	1519,27	100,08	1579,10	100,09	1547,46
104,76	1554,48	104,75	1531,77	104,74	1591,02	104,75	1559,09
110,09	1566,32	110,08	1545,79	110,07	1604,71	110,08	1572,27
114,75	1575,36	114,74	1557,91	114,73	1616,27	114,74	1583,18
120,07	1584,83	120,06	1572,44	120,05	1630,20	120,06	1595,82
124,73	1594,68	124,72	1586,08	124,71	1641,81	124,72	1607,52
130,06	1606,21	130,05	1600,90	130,04	1655,64	130,05	1620,92
134,72	1616,56	134,71	1616,57	134,70	1669,56	134,71	1634,23
140,05	1629,24	140,03	1633,82	140,02	1685,42	140,03	1649,49
144,71	1641,10	144,69	1648,37	144,68	1700,28	144,69	1663,25
150,03	1653,88	150,02	1661,84	150,00	1715,11	150,02	1676,94
154,69	1664,79	154,67	1676,64	154,66	1729,41	154,68	1690,28

## 8. Anhang

160,02	1676,50	160,00	1691,13	159,99	1743,83	160,00	1703,82
165,34	1688,00	165,32	1704,20	165,31	1758,34	165,33	1716,85
170,00	1697,87	169,98	1715,78	169,97	1770,85	169,98	1728,17
174,66	1707,95	174,64	1725,83	174,63	1781,47	174,64	1738,42
179,32	1711,49	179,30	1728,45	179,28	1788,78	179,30	1742,91

### Stationäre Wärmeleitfähigkeitsmessung

#### SBR

Tabelle 53: Wärmeleitfähigkeit für SBR

Messung 1		Messung 2	
T	$\lambda$	T	$\lambda$
(°C)	(W m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	(°C)	(W m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )
64,27	0,353	35,34	0,378
93,98	0,371	49,63	0,363
123,74	0,337	64,43	0,343
153,51	0,335	74,11	0,348
183,32	0,335	83,95	0,345
		93,81	0,357
		104,02	0,348
		113,88	0,338
		123,65	0,339
		153,33	0,332
		183,2	0,33

## 8. Anhang

---

### EPDM

Tabelle 54: Wärmeleitfähigkeit für EPDM

Messung 1		Messung 2	
T	$\lambda$	T	$\lambda$
(°C)	(W m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )	(°C)	(W m <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> )
64,39	0,301	64,44	0,296
93,99	0,314	93,97	0,308
114,01	0,294	113,96	0,295
143,6	0,294	143,59	0,301
163,35	0,274	173,31	0,295

## 8. Anhang

### SGMR-Versuche mit dem ESGMR des Lehrstuhls für Spritzgießen von Kunststoffen

#### SBR

Tabelle 55: Temperaturermittlung für SBR bei 80 °C, 100 °C und 120 °C

T	80°C		T	100°C		T	120°C	
$\dot{V}$	T <sub>Start ber.</sub>	T <sub>Wand gem.</sub>	T <sub>Start ber.</sub>	T <sub>Wand gem.</sub>	T <sub>Start ber.</sub>	T <sub>Wand gem.</sub>	T <sub>Start ber.</sub>	T <sub>Wand gem.</sub>
(cm <sup>3</sup> s <sup>-1</sup> )	(°C)	(°C)	(°C)	(°C)	(°C)	(°C)	(°C)	(°C)
2,7	109,57	97,98	124,92	115,11	141,19	134,7		
5	115,17	106,52	127,81	120,73				
10	119,98	119,65	131,55	134,02	148,14	152,3		
15	122,52	130,45	134,32	145,90				
20	124,60	138,92	134,34	145,82	151,34	166,2		
30	129,18	152,95	138,84	160,42	153,61	174,6		
40	133,53	163,26	140,57	165,42	155,68	182		
50	136,57	173,04	145,34	176,65	157,61	187		
60	137,69	180,21	145,20	177,90	159,88	194		
70	140,75	186,89	147,03	180,90	161,70	195		
80	142,90	192,34	152,67	187,01	162,23	211		
90	145,70	197,34	151,77	198,84	163,80	215		
100	149,60	202,59	150,41	194,42	165,33	216		
110	154,91	205,15	152,83	190,54	172,89	226		
120	161,07	211,45	154,54	197,88	169,45	229		
130	160,03	216,75	157,24	202,34				

## 8. Anhang

Tabelle 56: SGMR Viskositätsdaten für SBR bei 80 °C, 100 °C und 120 °C

T	80 °C	T	100 °C	T	120 °C
$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
431,84	899,63	249,64	1384,05	160,98	1839,71
1040,61	394,76	606,61	614,20	1250,73	301,71
2632,24	166,34	1571,95	260,31	2959,99	138,78
4089,02	108,25	2512,17	167,32	4687,40	90,35
5698,88	78,79	3661,90	119,57	6411,19	67,05
8639,98	52,15	5699,74	78,22	8359,65	52,76
12004,51	38,07	7977,59	57,28	10435,79	43,33
15156,36	30,26	9905,25	45,97	12635,72	36,67
18901,91	24,60	12597,87	37,28	13990,60	32,43
22052,23	21,08	14697,14	31,96	16078,38	28,62
25202,55	18,45	17311,35	27,59	18419,56	25,50
29147,94	16,11	19245,04	24,65		
34124,40	14,04	21511,50	22,13		
38791,47	12,52	24773,94	19,73		
		26574,85	18,21		
		30082,11	16,51		

## 8. Anhang

Tabelle 57: SGMR Viskositätsdaten für SBR bei 80 °C, 100 °C und 120 °C, temperaturkorrigiert

T	80 °C	T	100 °C	T	120 °C
$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
270,65	1435,45	178,47	1935,94	124,95	2370,10
557,77	736,49	386,07	965,05	787,14	479,41
1223,76	357,80	888,28	460,66	1717,58	239,17
1785,72	247,88	1336,71	314,46	2593,16	163,33
2368,29	189,59	1880,13	232,89	3420,30	125,69
3336,37	135,06	2732,71	163,14	4321,05	102,07
4347,25	105,12	3665,21	124,68	5235,68	86,37
5250,65	87,33	4335,77	105,03	6182,97	74,94
6339,27	73,34	5386,81	87,20	6755,70	67,17
7137,71	65,14	6123,45	76,71	7611,43	60,46
7933,85	58,60	6881,10	69,42	8555,69	54,90
8874,55	52,93	7599,53	62,44		
9973,44	48,05	8452,66	56,32		
10850,05	44,76	9471,46	51,61		
		9990,83	48,45		
		11012,38	45,11		



## 8. Anhang

### EPDM

Tabelle 58: Temperaturermittlung für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C

T	60 °C			T	80 °C			T	100 °C	
$\dot{V}$	$T_{\text{Start ber.}}$	$T_{\text{Start gem.}}$	$T_{\text{Wand gem.}}$	$T_{\text{Start ber.}}$	$T_{\text{Start gem.}}$	$T_{\text{Wand gem.}}$	$T_{\text{Start ber.}}$	$T_{\text{Start gem.}}$	$T_{\text{Wand gem.}}$	
( $\text{cm}^3 \text{ s}^{-1}$ )	(°C)	(°C)	(°C)	(°C)	(°C)	(°C)	(°C)	(°C)	(°C)	
1	83,28	67,67	70,04	99,73	88,18	89,73	117,77	109,26	108,99	
3	89,32	76,14	77,45	102,99	95,12	96,08	121,46	114,61	113,96	
5	94,14	81,39	85,09	103,45	99,43	104,18	123,32	117,93	121,49	
10	100,30	87,30	98,15	108,12	104,27	115,63	126,03	121,67	133,28	
15	104,95	90,76	108,97	110,35	107,11	125,98	127,81	123,85	143,06	
20	118,34	93,21	117,98	112,21	109,12	132,59	129,61	125,40	150,73	
30	118,09	96,67	132,83	116,29	111,95	148,82	131,55	127,59	164,49	
40	119,88	99,13	145,36	119,07	113,96	159,08	133,45	129,14	174,72	
50	121,50	101,03	155,70	121,57	115,52	168,21	134,92	130,34	183,15	
60	122,99	102,58	163,36	122,93	116,80	176,64	136,46	131,33	191,21	
70	125,64	103,90	170,26	125,45	117,87	175,46	137,84	132,16	196,76	
80	129,36	105,04	177	126,13	118,81	187,96	140,27	132,88	200,72	
90	131,61	106,04	181,96	127,54	119,63	190,51	140,82	133,51	206,81	
100	133,45	106,94	185,67	128,51	120,37	199,23	142,70	134,08	208,75	
110	134,11	107,75	190,86	130,92	121,03	198,69	141,71	134,59	214,11	
120	134,00	108,50	195,58	132,02	121,64	206,50	141,92	135,06	217,21	
130	136,12	109,18	198,61	129,81	122,20	198,90	143,49	135,49	220,76	
170				131,73	124,08	218,97				
190				141,45	124,85	227,14				

## 8. Anhang

Tabelle 59: SGMR Viskositätsdaten für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C, nach Methode 1 ausgewertet

T	60 °C	T	80 °C	T	100 °C
$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
579,90	546,39	690,70	474,88	543,37	591,92
1072,44	302,87	1270,63	261,89	1034,16	320,24
2139,81	158,49	2492,04	139,28	2140,38	160,68
3204,04	109,33	3698,31	96,01	3276,13	107,41
4264,71	84,75	4899,89	73,44	4520,66	81,01
6393,99	57,03	7228,00	51,55	6904,10	54,20
8507,26	44,54	11874,60	32,31	9334,43	40,77
10631,61	35,79	14162,91	27,43	11865,59	32,74
12746,27	30,35	18883,88	20,57	14191,88	27,26
14863,93	26,24	20989,07	18,96	16775,29	23,44
16979,72	23,16	23274,61	17,17	19294,87	20,55
19093,69	20,76	25550,83	15,70	21567,94	18,23
21224,65	18,53	27873,63	14,40	24195,38	16,45
23352,34	16,77	30017,16	13,53	26614,58	14,96
		39487,96	10,16	29307,61	13,75
		43784,10	9,31	31749,91	12,69

## 8. Anhang

Tabelle 60: SGMR Viskositätsdaten für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C, temperaturkorrigiert nach Methode 1 ausgewertet

T	60 °C	T	80 °C	T	100 °C
$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
260,25	1217,47	401,11	817,73	351,73	914,44
421,19	771,17	676,63	491,80	612,44	540,76
723,57	468,71	1156,65	300,09	1138,48	302,08
989,06	354,16	1592,29	222,99	1636,20	215,06
1153,14	313,44	1998,48	180,06	2135,78	171,47
1635,87	222,89	2691,75	138,42	3059,07	122,32
2074,86	182,64	3959,81	96,91	3948,50	96,38
2483,76	153,21	4550,07	85,38	4805,95	80,84
2877,53	134,46	5726,01	67,85	5589,07	69,23
3229,70	120,78	6155,18	64,67	6393,46	61,51
3541,72	111,04	6678,48	59,84	7131,17	55,60
3866,07	102,55	7131,20	56,27	7795,37	50,45
4179,17	94,10	7639,09	52,53	8573,50	46,43
4510,12	86,85	8182,82	49,62	9325,09	42,69
		10287,51	39,00	10064,94	40,02
		10649,45	38,28	10759,85	37,44

## 8. Anhang

Tabelle 61: SGMR Viskositätsdaten für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C, nach Methode 2 ausgewertet

T	60 °C	T	80 °C	T	100 °C
$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
448,41	735,02	401,21	809,57	412,19	788,01
824,29	409,51	745,90	441,87	766,55	429,97
1896,62	193,09	1646,14	213,76	1676,87	210,79
2855,85	129,35	2602,76	140,09	2618,67	140,46
3990,68	95,76	3594,48	104,10	3619,89	105,13
6170,26	63,22	5661,22	68,62	5584,67	70,14
10990,86	37,38	7972,37	50,93	7662,76	52,57
13222,13	31,19	10175,43	40,68	9651,54	42,07
15677,56	26,61	12182,36	33,85	11702,78	35,10
17988,09	23,28	14462,34	28,95	14059,59	30,12
20338,85	20,67	16242,38	25,39	16046,13	26,39
22557,61	18,56	18675,16	22,51	18061,31	23,45
25031,45	16,92	21037,99	20,21	20005,00	21,09
27931,21	15,33	23228,30	18,37	22230,08	19,20
30167,52	14,25	25473,00	16,81	24249,53	17,60
		27817,45	15,51	26543,89	16,26
		36401,61	11,85		
		41117,82	10,61		

## 8. Anhang

Tabelle 62: SGMR Viskositätsdaten für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C, temperaturkorrigiert nach Methode 2 ausgewertet

T	60 °C	T	80 °C	T	100 °C
$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
231,48	1423,84	243,41	1334,39	272,42	1192,35
370,74	910,48	403,61	816,62	461,58	714,06
724,81	505,26	781,17	450,45	903,58	391,19
996,86	370,56	1145,85	318,21	1325,60	277,46
1307,85	292,19	1501,52	249,20	1752,17	217,18
1847,67	211,13	2196,77	176,85	2540,80	154,16
2943,72	139,55	2933,75	138,40	3332,85	120,87
3402,15	121,21	3595,73	115,13	4055,57	100,11
3896,85	107,05	4163,95	99,04	4778,86	85,96
4340,06	96,49	4803,97	87,17	5596,52	75,68
4778,59	87,96	5266,36	78,31	6255,57	67,71
5170,75	80,99	5921,50	70,99	6909,95	61,29
5623,55	75,31	6538,07	65,02	7526,19	56,06
6141,25	69,74	7090,81	60,18	8231,87	51,84
6524,46	65,89	7647,68	56,01	8853,60	48,20
		8224,72	52,46	9560,36	45,13
		10223,66	42,21		
		11302,09	38,60		

## 8. Anhang

### Versuche mit dem DESMA ESGMR

Tabelle 63: DESMA SGMR Viskositätsdaten für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C, nach Methode 2 ausgewertet

T	60 °C	T	80 °C	T	100 °C
$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
319,93	991,72	169,24	1796,98	2944,75	127,47
2309,72	155,90	1855,09	199,39	5307,44	73,61
4520,92	81,28	4174,27	90,32	13967,11	29,56
11300,69	35,24	14270,39	29,04	23491,36	18,57
17034,43	25,35	30028,97	14,32		

Tabelle 64: DESMA SGMR Viskositätsdaten für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C, temperaturkorrigiert nach Methode 2 ausgewertet

T	60 °C	T	80 °C	T	100 °C
$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$	$\dot{\gamma}$	$\eta$
(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)	(s <sup>-1</sup> )	(Pa s)
219,96	1442,43	126,43	2405,46	1583,14	237,10
944,10	381,41	937,92	394,36	2505,22	155,96
1564,26	234,91	1803,00	209,10	5992,40	68,89
3131,75	127,17	5355,68	77,37	10180,01	42,84
4331,34	99,72	10124,87	42,48		

## **9 Abbildungsverzeichnis**

- Abbildung 1: Geöffnetes in-line Spritzgießmaschinenrheometer (links) und Schnittdarstellung (rechts): A...Obere Werkzeugplatte, B...Werkzeugaufspannplatten, C...Rechteckschlitz, D...Keil, E...Spritzeinheit, F...Volumenstrommesszylinder, G...Temperierkanäle, T1 und T2...Temperaturmessung, P...Druckmessung [20]. 2
- Abbildung 2: Schnittdarstellung des in-line Kautschukspritzgießmaschinenrheometers: a...hydraulischer Antrieb, b...Spritzeinheit, c...Kalotten-Heiz/Scherteil, d...Messkanal, e...Volumenstrommesszylinder, f...Aufspannplatten [17]. 3
- Abbildung 3: Schnittdarstellung des entwickelten Rheometerkonzepts: 1...Messsystem, 2...Volumenstrommessungseinheit, 3 und 4...Schlitzdüsenkomponenten, 5...Verbindungskanal, 6...Kolben 7 Zylinder, HC...Heizpatronen [6]. 4
- Abbildung 4: Rheologisches Spritzgießwerkzeug im Schnitt: a...Abstreifmesser, b...Druck- und Temperatursensoren, c...Wärmeisolierplatte, d...Heizpatronen, e...wechselbare konische Düseneinsätze, f...wassergekühlte Abstreiferplatte g...Kolben zur Volumenstrommessung [13]. 5
- Abbildung 5: Darstellung der beiden Rheometerwerkzeughälften: a...schließseitige Werkzeughälfte, b...Heizbänder, c...Eingang Kühlkanal, d...spritzseitige Werkzeughälfte, e...Anspritzeinheit, f...Druckaufnehmer und kombinierter Sensor, g...wechselbarer Schlitzdüseneinsatz [31]. 6
- Abbildung 6: Spritzgießmaschinenrheometer montiert auf der Werkzeugplatte (links) Schlitzdüsenwechseleinsätze (rechts) [2]. 7
- Abbildung 7: Schwefelbrücken zwischen Elastomerketten: a...monosulfidisch, b...disulfidisch, c...polysulfidisch [29]. 11
- Abbildung 8: Ablauf der Vernetzungsreaktion nach [25]. 11
- Abbildung 9: Ablauf der Vernetzungsreaktion mit Peroxiden nach [29]. 12
- Abbildung 10: Genutete bikonische Prüfkammer des RPA [3]. 13

## 9. Abbildungsverzeichnis

---

Abbildung 11:	Zeitlicher Verlauf einer Vernetzungsreaktion von Kautschuk gemessen am Vulkameter [29].	14
Abbildung 12:	Schematischer Aufbau der pvT-Messzelle nach [11].	17
Abbildung 13:	Schematische Darstellung HKR mit (a) Runddüse und (b) Schlitzdüse nach [23].	18
Abbildung 14:	Kapillareinlaufströmung nach Binding und Walters samt Eckeinlaufwirbel: $R_1$ ...Zylinderradius, $R_0$ ...Kapillarradius, $\vartheta$ ...Einlaufkegelwinkel [26].	21
Abbildung 15:	Unterteilung der konischen Düse in Kegelstümpfe nach Cogswell [26].	24
Abbildung 16:	Schematischer Aufbau Dynamisches Wärmestrom Differenzkalorimeter [11].	27
Abbildung 17:	Vorgehensweise bei der Elastomerspritzgießmaschinenrheometermessung.	29
Abbildung 18:	Querschnittsänderung Messaufbau: gelb...Flansch-Plastifizieraggregat, grau...Maschinendüse, rot...Angussbuchse.	31
Abbildung 19:	Darstellung des schematischen Viskositätsverlaufs nach Cox Merz.	34
Abbildung 20:	Anlieferungsform des SBR Kautschuks.	35
Abbildung 21:	Strukturformel des SBR Kautschuks [29].	36
Abbildung 22:	Anlieferungsform des EPDM Materials.	36
Abbildung 23:	Strukturformel des EPDM Kautschuks [29].	37
Abbildung 24:	Rubber Process Analyser [3].	37
Abbildung 25:	pvT-Gerät pvT 100.	38
Abbildung 26:	Hochdruckkapillarrheometer: (links) RHEOGRAPH 2002 und (rechts) RHEOGRAPH 50.	38
Abbildung 27:	Thermoanalysesystem DSC 1.	39
Abbildung 28:	Stationäres Wärmeleitfähigkeitsmessgerät DTC 300 [4].	40
Abbildung 29:	Spritzgießmaschine Engel Victory Electric 940/130.	41
Abbildung 30:	Längsschnitt des Elastomerspritzgießmaschinenrheometers (links): a...Messschlitz, b...Speicherzylinder, c...Messkolben für Volumenstommessung;	



## 9. Abbildungsverzeichnis

---

Detailansicht der Düseneinsätze (rechts): a...Wärmestromsensoren, b...Drucksensoren [14].	42
Abbildung 31: Elastomerspritzgießmaschine DESMA 969.300Z (S3).	42
Abbildung 32: Längsschnitt des DESMA Elastomerspritzgießmaschinenrheometers: a...kombinierter Druck-Temperatursensor, b...Drucksensoren, c...Wärmestromsensoren, d...Blindstopfen.	44
Abbildung 33: Amplitudensweep des SBR Kautschuks bei 80 °C, 100 °C und 120 °C.	46
Abbildung 34: Amplitudensweep des EPDM Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C.	48
Abbildung 35: Repräsentative Kurven der Drucksensoren P2 und P3 und der Temperatursensoren T2 und T3 für den SBR Kautschuk bei 80 °C und bei einem Einspritzvolumenstrom $10 \text{ cm}^3\text{s}^{-1}$ .	57
Abbildung 36: Versuchsaufbau für die Materialtemperaturmessung vor dem Schlitz bei dem EPDM Kautschuk.	59
Abbildung 37: Ergebnisse der Materialtemperaturmessung des EPDM Kautschuks vor dem Schlitz.	60
Abbildung 38: Querschnitt des DESMA Elastomerspritzgießmaschinenrheometers.	61
Abbildung 39: Ergebnisse der Materialtemperaturmessung des EPDM Kautschuks vor dem Kompressionselement beim DESMA ESGMR.	62
Abbildung 40: Vernetzungsisothermen des SBR Kautschuks gemessen bei 140 °C, 150 °C, 160 °C, 170 °C, 180 °C, 190 °C.	64
Abbildung 41: Frequenzsweep des SBR-Kautschuks bei 80 °C, 100 °C und 120 °C.	64
Abbildung 42: Vernetzungsisothermen des EPDM-Kautschuks, gemessen bei 140 °C, 150 °C, 160 °C, 170 °C, 180 °C, 190 °C.	65
Abbildung 43: Frequenzsweep des EPDM Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C.	66
Abbildung 44: pvT Isobaren des SBR-Kautschuks.	67
Abbildung 45: pvT Isobaren des EPDM-Kautschuks.	67

## 9. **Abbildungsverzeichnis**

---

Abbildung 46:	HKR Kurvenschar des SBR-Kautschuks bei 80 °C, 100 °C und 120 °C ohne Temperaturkorrektur.	68
Abbildung 47:	HKR Kurvenschar des SBR-Kautschuks bei 80 °C, 100 °C und 120 °C mit Temperaturkorrektur.	70
Abbildung 48:	HKR Kurven des EPDM-Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C ohne Temperaturkorrektur.	71
Abbildung 49:	HKR Kurven des EPDM-Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C samt Temperaturkorrektur.	73
Abbildung 50:	Spezifische Wärmekapazität für SBR, jeweils für das erste und zweite Aufheizen.	74
Abbildung 51:	spezifische Wärmekapazität EPDM, jeweils für das erste und zweite Aufheizen.	75
Abbildung 52:	Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit der Temperatur, gemessen am SBR-Kautschuk.	76
Abbildung 53:	Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit der Temperatur gemessen am EPDM-Kautschuk.	76
Abbildung 54:	Reproduzierbarkeit der ESGMR Versuche für SBR nach Methode 1 ausgewertet.	78
Abbildung 55:	Gegenüberstellung der kalkulierten und gemessenen Temperaturen des SBR-Kautschuks im Schlitz bei 80 °C, 100 °C und 120 °C bei den unterschiedlichen Messvolumenströmen.	79
Abbildung 56:	SGMR Kurven des SBR Kautschuks bei 80 °C, 100 °C und 120 °C.	80
Abbildung 57:	SGMR Kurven des SBR-Kautschuks bei 80 °C, 100 °C und 120 °C samt Temperaturkorrektur.	81
Abbildung 58:	Zusammenschau der Viskositätsmessungen mit den unterschiedlichen Messmethoden für den SBR-Kautschuk bei 80 °C, 100 °C und 120 °C.	82
Abbildung 59:	Messung der Temperatur im Schneckenorraum EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C.	83

## 9. Abbildungsverzeichnis

---

Abbildung 60: Gegenüberstellung der kalkulierten und gemessenen Temperaturen des EPDM-Kautschuks im Schlitz bei 60 °C, 80 °C und 100 °C bei den Messvolumenströmen.	84
Abbildung 61: Reproduzierbarkeit der ESGMR Versuche mit dem EPDM Kautschuk ausgewertet nach Methode 1.	85
Abbildung 62: SGMR Kurven des EPDM-Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C nach Methode 1 ausgewertet.	86
Abbildung 63: Temperaturkorrigierte SGMR Kurven des EPDM Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C nach Methode 1 ausgewertet.	87
Abbildung 64: Reproduzierbarkeit der ESGMR Versuche mit dem EPDM Kautschuk nach Methode 2 ausgewertet.	88
Abbildung 65: SGMR Kurven des EPDM Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C nach Methode 2 ausgewertet.	89
Abbildung 66: Temperaturkorrigierte SGMR Kurven des EPDM-Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C nach Methode 2 ausgewertet.	90
Abbildung 67: Zusammenschau der Viskositätsmessungen des EPDM-Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C.	91
Abbildung 68: Reproduzierbarkeit der DESMA ESGMR Versuche mit dem EPDM Kautschuk ausgewertet nach Methode 2.	92
Abbildung 69: Gegenüberstellung der Temperaturen vor dem Schlitz ( $T_{\text{start}}$ über eine Einstichfühlermessung, $T_{\text{Einlauf}}$ über den p-T-Sensor) bei den DESMA Versuchen für den EPDM-Kautschuk bei 60 °C, 80 °C und 100 °C.	93
Abbildung 70: DESMA SGMR Kurven des EPDM-Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C.	94
Abbildung 71: DESMA SGMR Kurven des EPDM-Kautschuks bei 60 °C, 80 °C und 100 °C samt Temperaturkorrektur.	95
Abbildung 72: Zusammenschau der Viskositätsmessungen bei den DESMA Versuchen für den EPDM-Kautschuk bei 60 °C, 80 °C und 100 °C.	96
Abbildung 73: Gegenüberstellung der Viskositätsmessungen mit dem DESMA ESGMR und dem SGK ESGMR für den EPDM-Kautschuk bei 60 °C, 80 °C und 100 °C.	97

### 10 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1:	Strömungskorrekturfaktoren Schlitzdüse	30
Tabelle 2:	Gerätespezifikation des RHEOGRAPH 2002	39
Tabelle 3:	Gerätespezifikation des RHEOGRAPH 50	39
Tabelle 4:	Technische Spezifikationen der Maschine Engel Victory Electric 940/130	41
Tabelle 5:	Technische Spezifikationen der Maschine DESMA 969.300Z (S3)	43
Tabelle 6:	Messparameter für die Vernetzungsisothermen von SBR und EPDM	45
Tabelle 7:	Messparameter für den Amplitudensweep von SBR	45
Tabelle 8:	Messeinstellungen für den Frequenzsweep von SBR bei 80 °C, 100 °C und 120 °C	46
Tabelle 9:	Messeinstellungen für den Frequenzsweep von SBR mit Vorscherung bei 80 °C, 100 °C und 120 °C	47
Tabelle 10:	Messparameter für den Amplitudensweep von EPDM	47
Tabelle 11:	Messeinstellungen für den Frequenzsweep von EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C	48
Tabelle 12:	Messeinstellungen für den Frequenzsweep von EPDM mit Vorscherung bei 60 °C, 80 °C und 100 °C	49
Tabelle 13:	Versuchseinstellungen für die pvT Messungen im isobaren Aufheizmodus von SBR und EPDM	49
Tabelle 14:	Messparameter für die SBR-Messung am RHEOGRAPH 2002	50
Tabelle 15:	Messparameter für die EPDM-Messung am RHEOGRAPH 50	51
Tabelle 16:	Einstellungen für die Messung der spezifischen Wärmekapazität	52
Tabelle 17:	Dosierbedingungen für SBR bei 80 °C, 100 °C und 120 °C	53
Tabelle 18:	Dosierbedingungen für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C	53
Tabelle 19:	Messeinstellungen für die Viskositätsmessung mit dem ESGMR für SBR bei 80 °C, 100 °C und 120 °C	54
Tabelle 20:	Messparameter für die Viskositätsmessung mit dem ESGMR für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C	54
Tabelle 21:	Dosierbedingungen für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C	55

## 10. Tabellenverzeichnis

---

Tabelle 22: Messeinstellungen für die Viskositätsmessung mit dem DESMA ESGMR für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C	56
Tabelle 23: Messeinstellungen für die Massetemperaturmessung vor dem Schlitz für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C	59
Tabelle 24: Gegenüberstellung der Materialtemperaturmessungen des EPDM-Kautschuks bei beiden Rheometerkonzepten	62
Tabelle 25: Kalkulierte Temperaturerhöhungen des SBR Kautschuks im HKR für die Temperaturkorrektur nach [28]	69
Tabelle 26: Kalkulierte Temperaturerhöhung des EPDM-Kautschuks im HKR für die Temperaturkorrektur nach [28]	72
Tabelle 27: Vernetzungsisothermen für SBR	103
Tabelle 28: Amplitudensweep für SBR	104
Tabelle 29: Frequenzsweep für SBR bei 80 °C	105
Tabelle 30: Frequenzsweep für SBR bei 100 °C	106
Tabelle 31: Frequenzsweep für SBR bei 120 °C	107
Tabelle 32: Frequenzsweep für SBR mit Vorscherung bei 80 °C	108
Tabelle 33: Frequenzsweep für SBR mit Vorscherung bei 100 °C	109
Tabelle 34: Frequenzsweep für SBR mit Vorscherung bei 120 °C	110
Tabelle 35: Vernetzungsisothermen für EPDM	111
Tabelle 36: Amplitudensweep für EPDM	112
Tabelle 37: Frequenzsweep für EPDM bei 60 °C	113
Tabelle 38: Frequenzsweep für EPDM bei 80 °C	114
Tabelle 39: Frequenzsweep für EPDM bei 100 °C	115
Tabelle 40: Frequenzsweep für EPDM mit Vorscherung bei 60 °C	116
Tabelle 41: Frequenzsweep für EPDM mit Vorscherung bei 80 °C	117
Tabelle 42: Frequenzsweep für EPDM mit Vorscherung bei 100 °C	118
Tabelle 43: pVT Isobaren für SBR	119
Tabelle 44: pVT Isobaren für EPDM	122
Tabelle 45: HKR Viskositätsdaten für SBR bei 80 °C, 100 °C und 120 °C, unkorrigiert	124
Tabelle 46: HKR Viskositätsdaten für SBR bei 80 °C, 100 °C und 120 °C, temperaturkorrigiert	125

## 10. Tabellenverzeichnis

---

Tabelle 47: HKR Viskositätsdaten für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C, unkorrigiert	125
Tabelle 48: HKR Viskositätsdaten für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C, temperaturkorrigiert	126
Tabelle 49: spezifische Wärmekapazität für SBR, erstes Aufheizen	127
Tabelle 50: spezifische Wärmekapazität für SBR, zweites Aufheizen	129
Tabelle 51: spezifische Wärmekapazität für EPDM, erstes Aufheizen	131
Tabelle 52: spezifische Wärmekapazität für EPDM, zweites Aufheizen	133
Tabelle 53: Wärmeleitfähigkeit für SBR	134
Tabelle 54: Wärmeleitfähigkeit für EPDM	135
Tabelle 55: Temperaturermittlung für SBR bei 80 °C, 100 °C und 120 °C	136
Tabelle 56: SGMR Viskositätsdaten für SBR bei 80 °C, 100 °C und 120 °C	137
Tabelle 57: SGMR Viskositätsdaten für SBR bei 80 °C, 100 °C und 120 °C, temperaturkorrigiert	138
Tabelle 58: Temperaturermittlung für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C	139
Tabelle 59: SGMR Viskositätsdaten für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C, nach Methode 1 ausgewertet	140
Tabelle 60: SGMR Viskositätsdaten für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C, temperaturkorrigiert nach Methode 1 ausgewertet	141
Tabelle 61: SGMR Viskositätsdaten für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C, nach Methode 2 ausgewertet	142
Tabelle 62: SGMR Viskositätsdaten für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C, temperaturkorrigiert nach Methode 2 ausgewertet	143
Tabelle 63: DESMA SGMR Viskositätsdaten für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C, nach Methode 2 ausgewertet	144
Tabelle 64: DESMA SGMR Viskositätsdaten für EPDM bei 60 °C, 80 °C und 100 °C, temperaturkorrigiert nach Methode 2 ausgewertet	144