



Lehrstuhl für Spritzgießen von Kunststoffen

Dissertation



Prozessmodell zur Beschreibung des
Dosiervorgangs von
Kautschukspritzgießmaschinen

Dipl.-Ing. Roman Christopher Kerschbaumer, BSc

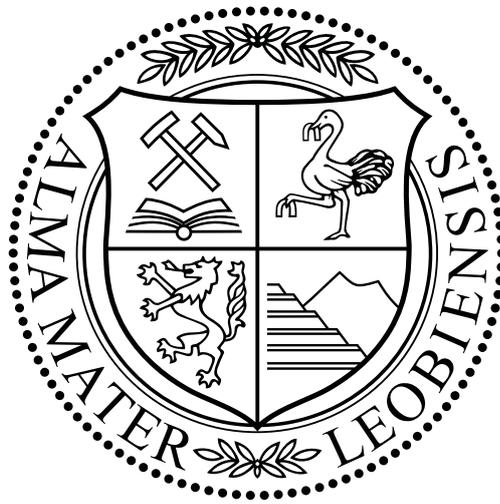
März 2019

DISSERTATION

PROZESSMODELL ZUR BESCHREIBUNG DES
DOSIERVORGANGS VON
KAUTSCHUKSPRITZGIESSMASCHINEN

VERFASST VON

DIPL.-ING. ROMAN CHRISTOPHER KERSCHBAUMER



MONTANUNIVERSITÄT LEOBEN

DEPARTMENT KUNSTSTOFFTECHNIK

LEHRSTUHL FÜR SPRITZGIESEN VON KUNSTSTOFFEN



Leoben, März 2019

Dipl.-Ing. Roman Christopher Kerschbaumer: *Prozessmodell zur
Beschreibung des Dosiervorgangs von Kautschukspritzgießmaschinen*
© März 2019

BETREUUNG:

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

Univ.-Prof. Mag.rer.nat Dr.techn. Wolfgang Kern

ORT:

Leoben

ZEITRAUM:

APRIL 2014–MÄRZ 2019

EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Dissertation selbständig und ohne fremde Hilfe verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und die den benutzten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommenen Stellen als solche erkenntlich gemacht habe.

Leoben, März 2019

Roman Christopher
Kerschbaumer

KURZFASSUNG

Die Temperatur der dosierten Kautschukmischung ist entscheidend, um robuste Prozesse realisieren zu können. Temperaturspitzen während dieser Vorgänge müssen minimiert werden, um einen frühzeitigen Beginn der Vernetzungsreaktionen auszuschließen. Aus diesem Grund wurde im Rahmen dieser Arbeit der komplexe Dosiervorgang wissenschaftlich betrachtet und aufbauend auf den experimentellen Erkenntnissen ein Prozessmodell zur Berechnung der transienten Massetemperatur erstellt.

Um das Prozessmodell zu evaluieren, wurde ein voll sensorierter Prüfstand aus den Komponenten der Spritzeinheit einer Kautschukspritzgießmaschine gefertigt. Dadurch war es möglich, die transiente Massetemperatur sowie die Strömungsverhältnisse im Schneckenkanal prozessnah zu untersuchen. Den signifikantesten Einfluss auf das Niveau der Massetemperatur hat die Plastifizierzylindertemperatur, gefolgt von Schneckendrehzahl und Staudruck. Praxisnahe Prozessparameter führten während des Dosierens von 150 cm^3 zu einem Temperaturanstieg von ungefähr 20 K, einem für chemisch aktive Systeme nicht vernachlässigbarer Wert. Für die mathematische Beschreibung der Strömungsverhältnisse im Schneckenkanal war es essentiell, ob es während des transienten Dosiervorgangs zur Ausbildung von Umlaufströmungen kommt. Visualisierungsversuche mit zweifarbigen Kautschukmischungen haben gezeigt, dass diese existieren.

Die Charakterisierung von industriellen Kautschukmischungen lieferte die für die Beschreibung der Massetemperatur erforderlichen Materialdaten. Außerdem wurden vier Prüfmethoden zur Messung der Wärmeleitfähigkeit vergleichend gegenübergestellt. Unterschiede von bis zu 100 % in den ermittelten Werten wurden detektiert und folglich die stationäre "Guarded Heat Flow Meter-Methode" als am besten geeignet betrachtet.

Experimentell ermittelte und mit dem Prozessmodell berechnete Massetemperaturen wurden vorgestellt. Mit einer geeigneten Auswahl an transienten Randbedingungen konnten Abweichungen, zwischen berechneten und gemessenen Massetemperaturen, von weniger als 6 K erreicht werden.

Auswirkungen von unterschiedlichen Massetemperaturen auf die Formteilqualität wurden untersucht. Die durchgeführten Messungen haben ergeben, dass diese Temperaturvariation die erreichte Formteilqualität nicht signifikant beeinflussen.

Durch die Aufarbeitung des komplexen Dosiervorgangs und dessen numerische Beschreibung kann nun erstmals der komplette Kautschukspritzgießprozess durchgängig beschrieben werden.

ABSTRACT

In injection molding of rubbers, the temperature of the dosed rubber compound is crucial in order to achieve stable processes. Temperature peaks during this process must be minimized to prevent a start of the crosslinking reaction at a too early stage. Within the scope of this work, the complex dosing process is scientifically examined. Based on experimental findings, a process model for calculating the transient mass temperature of the dosed rubber compound is developed.

In order to evaluate the process model, a test stand equipped with sensors was manufactured from the components of the injection unit of a rubber injection molding machine. As a result, it was possible to investigate the transient mass temperature as well as the flow behavior in the screw channel in a manner very close to the actual process. The key influences on the resulting mass temperature level, the temperature setting of the plasticizing cylinder, followed by screw speed, and back pressure could be examined. Thus, practice-oriented process parameters led to temperature rises of about 20 K during the dosing of a volume of 150 cm³, compared to the target setting. This rise in mass temperature is not negligible for chemically active systems. For the mathematical description of the flow conditions in the screw channel, it was essential to verify whether cross-flows occur during the transient dosing process or not. Visualization studies carried out with two-colour rubber compounds have shown that cross-flows are present in the screw channel.

Accurate characterization of industrial rubber compounds provided the material data required for the numerical calculation of the mass temperature. Moreover, four test methods for the characterization of thermal conductivity were compared. Differences of up to 100 % in the determined values were detected. As a result, the stationary "Guarded Heat Flow Meter-method" was considered to be the most suitable method.

Both experimentally determined and calculated mass temperature profiles were introduced and compared. With an appropriate selection of transient boundary conditions, deviations between calculated and measured mass temperatures of less than 6 K could be achieved.

Effects of different mass temperatures on part quality were investigated. However, minor influences on the achieved part quality was detected.

Based on the scientific elaboration of the dosing process, the complete rubber injection molding process can now be simulated without restrictions.

VERÖFFENTLICHUNGEN

Teile der vorliegenden Arbeit sind bereits in folgenden Publikationen erschienen:

FACHZEITSCHRIFTEN

- [1] M. Gschwandl, R. C. Kerschbaumer, B. Schrittester, P. F. Fuchs, S. Stieger und L. Meinhart. "Thermal conductivity measurement of industrial rubber compounds using laser flash analysis: Applicability, comparison and evaluation". In: AIP Conference Proceedings. 2019, S. 030041–1 to 030041–5. DOI: [10.1063/1.5088299](https://doi.org/10.1063/1.5088299).
- [2] R. C. Kerschbaumer, S. Stieger, M. Gschwandl, T. Hutterer und M. Fasching u. a. "Comparison of steady-state and transient thermal conductivity testing methods using different industrial rubber compounds". In: *Polymer Testing, under review* (2019).

IRCO BEST STUDENT PAPER AWARD

In recognition of substantial contributions to rubber science and technology.

- [1] R. C. Kerschbaumer, L. Perko, B. Lechner und W. Friesenbichler. "Visualization of the Inlet Flow Behavior for Different Rubber Compounds using various Die Geometries". In: International Rubber Conference. Kitakyushu, Japan, 2016.

KONFERENZBEITRÄGE

- [1] W. Friesenbichler und R. C. Kerschbaumer. "Das Kautschukspritzgießen: Maschinen-, Prozess- und Werkzeugtechnik". In: *26. Leobener Kunststoff-Kolloquium*: Hrsg. von W. Friesenbichler und G. R. Berger. Schriftenreihe Kunststofftechnik Leoben. Leoben, Austria, 2017, 22 Seiten. ISBN: 978-3-9503248-6-0.
- [2] M. Gschwandl, R. C. Kerschbaumer, B. Schrittester, P. F. Fuchs, S. Stieger und L. Meinhart. "Thermal Conductivity Measurement of Industrial Rubber Compounds using Laser Flash Analysis: Applicability, Comparison and Evaluation". In: Conference Proceedings of the International Conference of the Polymer Processing Society. Taipei, Taiwan, 2018, 5 Seiten.

- [3] R. C. Kerschbaumer, B. Lechner, G. Graninger und W. Friesenbichler. "Characterization of the Temperature Profile during Dosing under Steady State Conditions by Means of a Specially Designed Test Stand". In: Conference Proceedings of the International Conference of the Polymer Processing Society. Lyon, France, 2016, 5 Seiten.
- [4] R. C. Kerschbaumer, B. Lechner, G. Graninger und W. Friesenbichler. "Strömungs- und Temperaturverhältnisse in der Kautschuk-Plastifiziereinheit". In: 26. *Leobener Kunststoff-Kolloquium*: Hrsg. von W. Friesenbichler und G. R. Berger. Schriftenreihe Kunststofftechnik Leoben. Leoben, Austria, 2017, 10 Seiten. ISBN: 978-3-9503248-6-0.
- [5] S. Stieger, R. C. Kerschbaumer, G. R. Berger-Weber und W. Friesenbichler. "Viskoelastische Charakterisierung, Modellierung und Strömungssimulation hochgefüllter Kautschukmischungen". In: 28. *Leobener Kunststoff-Kolloquium*. Schriftenreihe Kunststofftechnik Leoben. Leoben, Austria, 2019, 13 Seiten, in Druck.

VORTRÄGE

- [1] R. C. Kerschbaumer und W. Friesenbichler. "A Model to Describe the Transient Temperature Build Up During Dosing of a Rubber Injection Molding Machine". In: International Conference of the Polymer Processing Society. Taipeh, Taiwan, 2018.
- [2] R. C. Kerschbaumer, L. Perko und W. Friesenbichler. "Characterization of the Axial Temperature Profile in the Injection Chamber under Processing Conditions of a State of the Art FIFO-Rubber Injection Unit". In: 31st Annual Conference of Polymer Processing Society. Jeju Island, Korea, 2015.
- [3] R. C. Kerschbaumer, B. Lechner, L. Perko und W. Friesenbichler. "Visualization of Flow Patterns and Dead Volume in Rubber Processing by Means of Capillary Rheometry with various Die Geometries". In: Regional Conference of the Polymer Processing Society. Graz, Austria, 2015.
- [4] R. C. Kerschbaumer, L. Perko, B. Lechner und W. Friesenbichler. "Visualization of the Inlet Flow Behavior for Different Rubber Compounds using various Die Geometries". In: International Rubber Conference. Kitakyushu, Japan, 2016.
- [5] R. C. Kerschbaumer, B. Lechner, D. Tscharnuter, A. Wanner und W. Friesenbichler. "Determination of Thermal Conductivity of an Industrial Rubber Compound: Challenges, Problems and Comparison of Different Test Methods". In: *RubberCon*. Prague, Czech Republic, 2017.

- [6] S. Stieger, R. C. Kerschbaumer, M. Haselmann, G. R. Berger, M. Fasching und W. Friesenbichler. "Viscoelastic Material Characterization and Modeling of Industrial Rubber Compounds – K-BKZ Model". In: Regional Conference of the Polymer Processing Society. Boston, Massachusetts, 2018.

POSTERS

- [1] R. C. Kerschbaumer, B. Lechner und W. Friesenbichler. "Moffat-Eddies: Existing in Rubber Processing?" In: 26. *Leobener Kunststoff-Kolloquium*: Hrsg. von W. Friesenbichler und G. R. Berger. Schriftenreihe Kunststofftechnik Leoben. Leoben, Austria, 2017, S. 257–258. ISBN: 978-3-9503248-6-0.
- [2] R. C. Kerschbaumer, B. Lechner und W. Friesenbichler. "Advanced Part Quality Testing – Compression Set vs. Non-Destructive and Fast Measurement Device JIDOKA S101II". In: *Conference Proceedings of the DKT*. Nuremberg, Germany, 2018.
- [3] R. C. Kerschbaumer, B. Lechner, G. Graninger, M. Haselmann und W. Friesenbichler. "A First Approach to Visualize the Flow Behavior in the Screw Channel for a CSM – Rubber Compound". In: 25. *Leobener Kunststoff-Kolloquium*: Hrsg. von G. Pinter und G. Pilz. Schriftenreihe Kunststofftechnik Leoben. Leoben, Austria, 2016, S. 195–196. ISBN: 978-3-9503248-5-3.
- [4] R. C. Kerschbaumer, B. Lechner, D. Tscharnuter, A. Wanner und W. Friesenbichler. "Change of Thermal Conductivity within an Injection Molded Rubber Part due to Local Differences in Filler Condition". In: *Conference Proceedings of the RubberCon*. Prague, Czech Republic, 2017, S. 169.

... , Wer immer strebend sich bemüht,
Den können wir erlösen.

— von Goethe (1833)

DANKSAGUNG

Die vorliegende Forschungsarbeit wurde im COMET-Projekt *Verbesserung der Vernetzungsgradhomogenität von Elastomerformteilen durch neue Methoden im Kautschukspritzguss* bzw. *Virtual Rubber Injection Molding Machine* an der Polymer Competence Center Leoben (PCCL) GmbH im Rahmen des Kompetenzzentren-Programms COMET des Bundesministeriums für Verkehr, Innovation und Technologie und des Bundesministeriums für Wissenschaft, Forschung und Wirtschaft unter Beteiligung der Montanuniversität Leoben (Lehrstuhl für Spritzgießen von Kunststoffen) und MAPLAN GmbH, Semperit Technische Produkte Gesellschaft m.b.H., Woco Industrietechnik GmbH, Erwin Mach Gummitechnik GmbH, CAS GmbH & Co. KG, SIGMA Engineering GmbH und PETA Formenbau GmbH durchgeführt und mit Mitteln des Bundes und der Länder Steiermark, Niederösterreich und Oberösterreich gefördert.

Herrn Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Walter Friesenbichler, Vorstand Lehrstuhl für Spritzgießen von Kunststoffen, gilt mein besonderer Dank für die wissenschaftliche Betreuung dieser Arbeit, die laufende Unterstützung sowie für viele konstruktive und zielführende Anregungen.

Herrn Univ.-Prof. Mag.rer.nat. Dr.techn. Wolfgang Kern, Vorstand Lehrstuhl für Chemie der Kunststoffe, gilt mein spezieller Dank für die ständige Unterstützung sowie für die kritische Durchsicht dieser Arbeit.

Während meiner Tätigkeit traten kleinere aber auch größere Herausforderungen auf. Folgenden Personen gilt mein Dank, denn sie haben wesentlich zur Lösung beigetragen: Michael Fasching, Sebastian Stieger, Bernhard Lechner, Matthias Walluch, Thomas Hutterer, Gernot Pacher, Matthias Haselmann, Ivica Duretek, Petra Dobnik, Martin Payer, Julia Hildenbrandt, Eduard Leitner, Franz Grassegger sowie Rudolf Schatzer.

Abschließend bedanke ich mich bei meiner Familie für die fortwährende Unterstützung und den Rückhalt, den sie mir in allen Lebenslagen gaben.

INHALTSVERZEICHNIS

I EINLEITUNG

1	MOTIVATION UND ZIELSETZUNG	3
1.1	Motivation	3
1.2	Zielsetzung	5
1.2.1	Zusammenhänge zwischen der Prozessführung während des Dosiervorgangs und der Kautschukmasse-temperatur	5
1.2.2	Einfluss der Kautschukmasse-temperatur nach dem Dosiervorgang auf die Formteilqualität	6
1.2.3	Kennzahl zur Überwachung des Dosiervorgangs	6
1.2.4	Prozessmodell zur Vorhersage der Kautschukmasse- temperatur während des Dosiervorgangs	7
2	STAND DER TECHNIK	9
2.1	Dosiervorgang	9
2.1.1	Masse-temperatur während des Dosiervorgangs	10
2.1.2	Strömungsvorgänge im Schneckenkanal	12
2.2	Messmethoden zur Ermittlung der Masse-temperatur	15
2.2.1	Mantelthermoelemente	15
2.2.2	Raster aus dünnen Thermo-leitungen	16
2.2.3	Infrarot-Sensoren	16
2.2.4	Ultraschall-Sensoren	17
2.2.5	Weitere Methoden	17
2.3	Prozessoptimierungssoftware Jidoka P101III	18
3	VORGEHENSWEISE	21

II THEORETISCHE GRUNDLAGEN

4	AUFBAU, HERSTELLUNG UND EIGENSCHAFTEN VON KAUSCHUKMISCHUNGEN	25
4.1	Wirkung von verstärkenden Füllstoffen	26
4.1.1	Ruß	27
4.1.2	Kieselsäuren und Silikate	30
4.1.3	Theorie des „Payne-Effekts“	34
4.2	Verfahren zur Herstellung von Kautschukmischungen	37
4.3	Vernetzungsreaktionen bei Kautschukmischungen	40
4.3.1	Reaktionsarten	41
4.3.2	Reaktionskinetik	46
5	MATERIALCHARAKTERISIERUNG	51

5.1	Rheologisches Verhalten von Kautschukmischungen	51
5.1.1	Rubber Prozess Analyzer (RPA)	52
5.1.2	Hochdruck-Kapillarrheometer	56
5.1.3	Materialmodell zur Beschreibung der Viskosität	57
5.2	pvT-Verhalten	58
5.3	Spezifische Wärmekapazität	60
5.4	Wärmeleitfähigkeit	62
5.4.1	Guarded Heat Flow Meter (GHF)	63
5.4.2	Transient Line Source (TLS)	63
5.4.3	Transient Plane Source (TPS) oder Hot Disk [®]	65
5.4.4	Transient Laser Flash (LFA)	66
5.5	Vernetzungscharakteristik	67
6	STATISTISCHE VERSUCHSPLANUNG	69
7	BEURTEILUNG DER QUALITÄT VON KAUTSCHUKFORMTEILEN	73
7.1	Härte nach Shore A	74
7.2	Bleibende Verformung – Druckverformungsrest	75
7.3	Dynamisch-Mechanische Analyse an Formteilen	76
III MODELLIERUNG		
8	MODELLIERUNG DES DOSIERVORGANGS	81
8.1	Eingabewerte für die Berechnung	81
8.2	Ermittlung der Strömungsverhältnisse im Schneckenkanal	88
8.2.1	Fall I: Druckgradient und Schubspannung positiv	92
8.2.2	Fall II: Druckgradient positiv, Schubspannung wechselt Vorzeichen	93
8.2.3	Fall III: Druckgradient negativ, Schubspannung positiv	94
8.2.4	Fall IV: Druckgradient negativ, Schubspannung wechselt Vorzeichen	94
8.3	Volumenstrom in Förderrichtung	95
8.3.1	Volumenstrom für Fall I: Druckgradient und Schubspannung positiv	95
8.3.2	Volumenstrom für Fall II: Druckgradient positiv, Schubspannung wechselt Vorzeichen	95
8.4	Anpassen der Konsistenz	96
8.5	Ermitteln einer effektiven Viskosität	98
8.6	Lösen der Energiebilanz am Volumenelement	99
8.7	Mittlere Massetemperatur im Volumenelement	104
8.8	Berücksichtigung der Massenerhaltung	106
8.9	Ausgabe der mittleren Massetemperatur	107

IV EXPERIMENTELLE VORGEHENSWEISE

9 VERWENDETES EQUIPMENT UND UNTERSUCHTE KAUTSCHUKMISCHUNGEN 111

9.1 Messvorrichtung zur Bestimmung der Massetemperatur in der Einspritzkammer einer FIFO-Spritzgießmaschine 111

9.2 Formteilgeometrie und Versuchswerkzeug 115

9.3 Praxisnaher Prüfstand zur Untersuchung des Dosiervorgangs 116

 9.3.1 Ziele und Anforderungen an den Prüfstand 116

 9.3.2 Aufbau des Prüfstandes 118

9.4 Untersuchte Kautschukmischungen 125

10 PRAKTISCHE VERSUCHSDURCHFÜHRUNG 129

10.1 Charakterisierung der Kautschukmischungen 129

 10.1.1 Viskosität 129

 10.1.2 pvT-Verhalten 132

 10.1.3 Spezifische Wärmekapazität 132

 10.1.4 Wärmeleitfähigkeit 133

 10.1.5 Vernetzungscharakteristik 136

10.2 Axiale Massetemperatur in der Einspritzkammer 137

10.3 Erforderliche Zykluszeit zur Herstellung von optisch einwandfreien Formteilen 138

10.4 Praxisnaher Prüfstand 139

 10.4.1 Generelle Vorgehensweise bei der Versuchsdurchführung am Prüfstand 139

 10.4.2 Versuchspläne 144

10.5 Evaluierung ausgewählter Analysemethoden anhand von unter idealen Bedingungen gepressten Prüfplatten 148

10.6 Auswirkungen von Prozessparametern während des Dosiervorgangs auf die Formteilqualität 149

10.7 Lokale Unterschiede in der Wärmeleitfähigkeit 150

10.8 Qualitätsprüfung von Kautschukformteilen 151

 10.8.1 Härte nach Shore A 151

 10.8.2 Bleibende Verformung – Druckverformungsrest . . . 151

 10.8.3 Dynamisch-mechanische Analyse mit dem Prüfgerät JIDOKA S101II 153

V ERGEBNISSE UND DISKUSSION

11 CHARAKTERISIERUNG DER KAUTSCHUKMISCHUNGEN 157

11.1 Viskosität 157

 11.1.1 CSM 157

 11.1.2 EPDM 160

 11.1.3 SBR 165

11.1.4	SBR-1	167
11.2	pvT-Verhalten	170
11.2.1	EPDM	170
11.2.2	SBR	171
11.2.3	SBR-1	172
11.3	Spezifische Wärmekapazität	174
11.3.1	EPDM	174
11.3.2	SBR	175
11.3.3	SBR-1	176
11.4	Wärmeleitfähigkeit	181
11.4.1	EPDM	181
11.4.2	SBR	183
11.4.3	SBR-1	184
11.5	Vernetzungscharakteristik	186
11.5.1	CSM	186
11.5.2	EPDM	187
11.5.3	SBR	188
11.5.4	SBR-1	189
12	AXIALE MASSETEMPERATUR IN DER EINSPRITZKAMMER EINER MAPLAN FIFO-SPRITZGIESSMASCHINE	191
13	ERFORDERLICHE ZYKLUSZEIT ZUR HERSTELLUNG VON OPTISCH EINWANDFREIEN FORMTEILEN	195
14	PRAXISNAHER PRÜFSTAND	197
14.1	Axiale Masse­temperatur während des Dosiervorgangs	197
14.1.1	CSM	197
14.1.2	EPDM	198
14.1.3	SBR	201
14.1.4	SBR-1	201
14.2	Umlaufströmung im Schneckenkanal	202
14.2.1	CSM	203
14.2.2	EPDM	205
14.3	Dosierparameter	206
15	EVALUIERUNG AUSGEWÄHLTER ANALYSEMETHODEN ANHAND VON UNTER IDEALEN BEDINGUNGEN GEPRESSTEN PRÜF- PLATTEN	209
16	AUSWIRKUNGEN VON PROZESSPARAMETERN WÄHREND DES DOSIERVORGANGS AUF DIE FORMTEILQUALITÄT	213
17	LOKALE UNTERSCHIEDE IN DER WÄRMELEITFÄHIGKEIT EINES SPRITZGEGOSSENEN FORMTEILS	219
18	GEGENÜBERSTELLUNG VON GEMESSENEN UND BERECHNETEN MASSETEMPERATUREN	223

VI ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK	
19 ZUSAMMENFASSUNG	235
20 AUSBLICK	239
VII ANHANG	
A EXPERIMENTELL BESTIMMTE TRANSIENTE RANDBEDINGUNGEN	243
LITERATUR	279

Teil I

EINLEITUNG

MOTIVATION UND ZIELSETZUNG

Das Spritzgießen von Kunststoffen ist eine der fortschrittlichsten Verarbeitungstechnologien unserer Zeit. Spritzgießen liefert ursprünglich kaum voraussehbare, aber in Nutzen und Wirkung stets nachvollziehbare und kontrollierbare Anwendungen für praktisch alle Bereiche industrieller Nutzung und des täglichen Gebrauchs [100]. Obwohl das Spritzgießen von Kunststoffen eines der innovativsten Verarbeitungsverfahren unserer Zeit ist, gibt es speziell im Kautschukbereich Herausforderungen, die es zu lösen gilt.

1.1 MOTIVATION

Kautschukmischungen bestehen im Wesentlichen aus einem oder mehreren Polymeren, verstärkenden Füllstoffen, dem Vernetzungssystem und Zusatzstoffen wie Verarbeitungshilfs- oder Alterungsschutzmitteln. Diese Komponenten werden im industriellen Maßstab mittels Innenmischer – Fassungsvermögen von ca. 150 kg – chargenweise gemischt und anschließend zu Rundschnüren oder rechteckigen Streifen weiterverarbeitet, um eine Zuführung zur Plastifiziereinheit¹ von Kautschukspritzgießmaschinen zu ermöglichen.

Je nach Formteilgeometrie und Anzahl der zu füllenden Kavitäten wird das erforderliche Einspritzvolumen aufdosiert und bei spezifischen Materialdrücken von bis ca. 3000 bar in das auf die Vernetzungstemperatur beheizte Spritzgießwerkzeug eingespritzt. Anschließend findet die Vernetzungsreaktion und damit einhergehend die Formstabilisierung statt. Die für die Vernetzungsreaktion benötigte Zeit – als Heiz- oder Vulkanisationszeit bezeichnet – ist vor allem bei dickwandigen Formteilen zykluszeitbestimmend, da die Energieeinbringung in diesem Prozessschritt nur durch Wärmeleitung erfolgen kann. Während der Vernetzungsreaktion expandiert die in das Werkzeug eingespritzte Kautschukmischung, wodurch dickwandige Formteile oftmals manuell entformt werden müssen. Je nach

¹ Der Begriff *Plastifizierung* bezeichnet den Übergang vom festen in einen formbaren und fließfähigen Zustand. Allerdings ist dieser Zustand per Definition für Kautschukmischungen bereits unter 0 °C erreicht. Der Begriff *Plastifizierung* bzw. *plastifizieren* wurde von der Thermoplastverarbeitung übernommen und hat sich in den Sprachgebrauch eingebürgert. Demzufolge wird diese Bezeichnung in dieser Arbeit übernommen, um konsistent mit den Begriffsbezeichnungen in der Literatur zu sein.

verwendeter Kautschukmischung und deren Zusammensetzung ist einhergehend von einer mehr oder wenig ausgeprägten Formbelagbildung des Spritzgießwerkzeuges auszugehen. Folglich ist bei der manuellen Entnahme das Spritzgießwerkzeug auf Verunreinigungen zu kontrollieren und dieses gegebenenfalls durch das Bedienpersonal zu reinigen. Ziel bei dem soeben beschriebenen Zyklus zur Herstellung von spritzgegossenen Formteilen ist die Erreichung einer vorgegebenen Formteilqualität – Zyklus für Zyklus.

Nicht nur die chargenweise Herstellung und Lagerung der Kautschukmischung vor der Formgebung beeinflussen die vom Kunden geforderte Formteilqualität. Oftmals treten auch Messunsicherheiten – nicht selten im Ausmaß von mehr als $\pm 10\%$ – bei der Chargeneingangskontrolle auf. Diese Messunsicherheiten erschweren die Detektion von geringen Änderungen in den Mischungseigenschaften, welche aber signifikante Auswirkungen auf das Verarbeitungsverhalten bzw. auf die zu erreichende Formteilqualität haben können. Ferner sei die Prozessführung während der Dosier-, Einspritz- und Heizphase sowie der Faktor Mensch als wichtiges Qualitätskriterium zu erwähnen. Ein Überblick über weitere mögliche Einflussfaktoren auf die Formteilqualität ist [Abbildung 1.1](#) zu entnehmen.

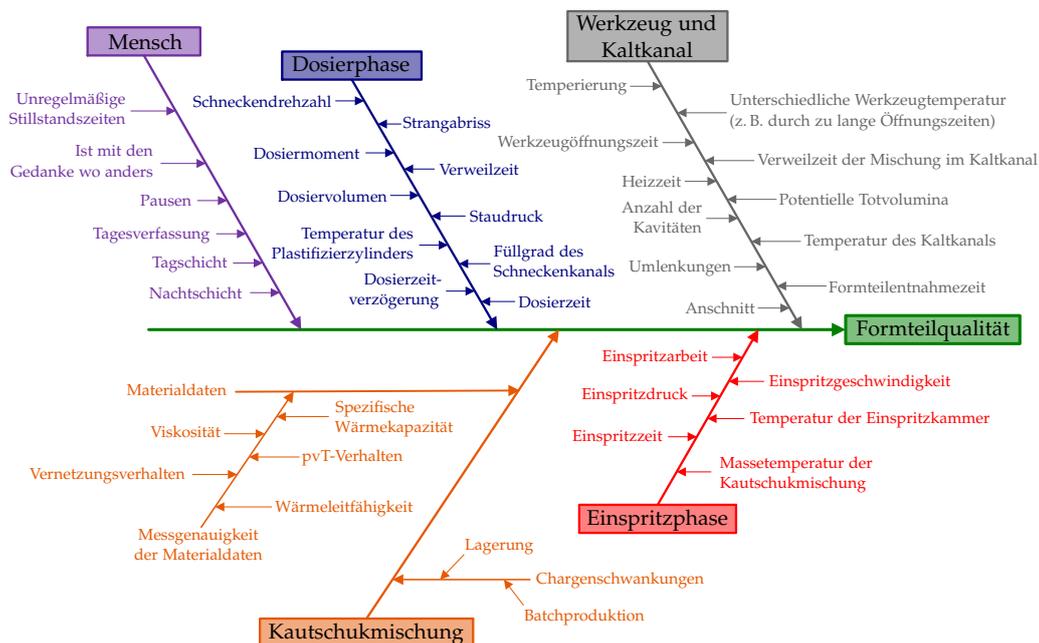


Abbildung 1.1: Mögliche Einflussfaktoren auf die Qualität von spritzgegossenen Kautschukformteilen.

Um die erwähnten Einflussfaktoren auf die Formteilqualität minimal zu halten, ist es in der Industrie noch immer üblich, den Kautschukspritzgießprozess nicht am optimalen Betriebspunkt zu betreiben. Verringerungen

in der Produktivität sowie Ausschuss werden geduldet, jedoch sind diese nicht erwünscht.

Allerdings werden im Zeitalter von Industrie 4.0 immer häufiger Softwarepakete wie z. B. Sigmasoft[®] (Sigma Engineering GmbH, Aachen, Deutschland), Cadmould[®] 3D-F (Simcon kunststofftechnische Software GmbH, Würselen, Deutschland) oder Moldex3D[®] (CoreTech System Co. Ltd., Chupei City, Taiwan) herangezogen um (1) optimale Prozesseinstellungen virtuell zu ermitteln, (2) Auswirkungen von unterschiedlichen Prozesseinstellungen bzw. Chargenschwankungen auf die Formteilqualität aufzuzeigen, (3) Korrelationen zwischen simulierten Formteileigenschaften und real geprüften Formteilen herzustellen [47] sowie (4) Werkzeugkonstruktionen inkl. Temperiersysteme zu optimieren.

Herausfordernd hierbei ist allerdings, dass alle erwähnten Softwarehersteller den Dosierprozess als "Blackbox" behandeln. Dies bedeutet, dass die komplette Vorgeschichte vom Einzug der Kautschukmischung in den Plastifizierzylinder über die Einbringung von Schererwärmung während der Förderung im Schneckenkanal bzw. Dehnerwärmung während der Durchströmung der Rückstromsperre sowie der Wärmeleitung während der Stillstandszeit bis zum nächsten Dosiervorgang nicht simuliert wird. Infolgedessen wird die für die Simulation erforderliche Massetemperatur vor dem Einspritzvorgang als konstant eingestellt. Sigmasoft[®] ermöglicht es bereits, ein axiales Massetemperaturprofil – existent im Schneckenorraum bzw. in der Einspritzkammer – mit zu berücksichtigen. Im Allgemeinen ist die Massetemperatur bzw. das axiale Massetemperaturprofil nicht bekannt und messtechnisch schwer zugänglich.

1.2 ZIELSETZUNG

Diese Arbeit dient der wissenschaftlichen Aufbereitung der in [Kapitel 1.1](#), Seite 3 genannten Einschränkungen mit Fokus auf die Dosierphase. Um ein Prozessmodell zur Beschreibung des Dosiervorgangs erstellen und dadurch die Vorgeschichte der Kautschukmischung beim Dosiervorgang mitberücksichtigen zu können, werden folgende Teilziele definiert.

1.2.1 *Zusammenhänge zwischen der Prozessführung während des Dosiervorgangs und der Kautschukmassetemperatur*

Zur Erarbeitung eines umfassenden Verständnisses der komplexen Zusammenhänge zwischen der Prozessführung während des Dosiervorgangs und dessen Auswirkungen auf die Kautschukmassetemperatur wird ein Prüfstand inkl. schnell ansprechendem Temperaturmesssystem – bestehend

aus der Spritzeinheit einer MAPLAN Spritzgießmaschine – konstruiert und entwickelt. Unter Verwendung von statistischer Versuchsplanung (Design of Experiments) werden Einflussgrößen auf die Massetemperatur wie (1) Temperatur des Plastifizierzylinders, (2) Schneckendrehzahl und (3) Staudruck untersucht und Modelle abgeleitet. Des Weiteren werden Untersuchungen zur Visualisierung der Umlaufströmung (Strömung normal zur Fließrichtung) im Schneckenkanal durchgeführt. Ziel hierbei ist es herauszufinden, ob diese während des transienten Dosiervorgangs auftritt. Die gewonnenen Informationen werden in weiterer Folge für die mathematische Beschreibung der Kautschukmasstemperatur verwendet (siehe [Kapitel 1.2.4](#), Seite 7).

1.2.2 *Einfluss der Kautschukmasstemperatur nach dem Dosiervorgang auf die Formteilqualität*

Nachdem die komplexen Zusammenhänge zwischen der Prozessführung während des Dosiervorgangs und dessen Einfluss auf die Kautschukmasstemperatur mit dem Prüfstand erarbeitet worden sind, können diese, aufgrund der gleichen Bauform des Prüfstandes und der verwendeten MAPLAN Spritzgießmaschine, einfach auf den Produktionsprozess übertragen werden. Unter Verwendung eines Versuchswerkzeuges zur Herstellung von dickwandigen Formteilen werden Einflüsse von unterschiedlichen Massetemperaturprofilen bzw. unterschiedlicher Prozessführung während des Dosiervorgangs auf die Formteilqualität dargestellt.

Ziel hierbei ist es, aufzuzeigen, ob unterschiedliche Massetemperaturprofile nach dem Dosiervorgang einen Einfluss auf die Formteilqualität haben bzw. ob eine Änderung in der Formteilqualität mit den in der Kautschuk verarbeitenden Industrie üblichen Prüfmethoden detektierbar sind.

1.2.3 *Kennzahl zur Überwachung des Dosiervorgangs*

Bei Herstellern von Kautschukspritzgießmaschinen ist es "Stand der Technik", eine Kennzahl für die Einspritzphase – die sogenannte Einspritzarbeit – Zyklus für Zyklus zu analysieren, um Veränderungen während des Einspritzvorganges detektieren zu können. Allerdings gibt es keine vergleichbare Kennzahl für den Dosiervorgang bei hydraulisch betriebenen Kautschukspritzgießmaschinen.

Ziel ist es demnach, mit den an der Spritzgießmaschine vorhandenen Signalen, eine repräsentative Kennzahl zur Überwachung des Dosiervorgangs bereitzustellen.

1.2.4 *Prozessmodell zur Vorhersage der Kautschukmassetemperatur während des Dosiervorgangs*

Nach erfolgreicher Erarbeitung der Zusammenhänge zwischen der Prozessführung während des Dosiervorgangs und der Temperatur der dosierten Kautschukmischung (siehe [Kapitel 1.2.1](#), Seite 5) wurde die Grundlage für die mathematisch-physikalische Beschreibung der Transportvorgänge im Schneckenkanal geschaffen. Die erarbeiteten Erkenntnisse werden unter Verwendung der Erhaltungssätze für Impuls, Energie und Masse mit Materialmodellen kombiniert und die unter Einbeziehung von Vereinfachungen und Randbedingungen hergeleiteten Gleichungen mit dem numerischen Softwarepaket Matlab R2015b (The MathWorks Inc., Natic (NA), USA) realisiert. Aufgrund der Komplexität der Beziehungen und Gleichungen werden numerische Lösungsverfahren herangezogen.

Ziel ist es, durch Eingabe der Prozessparameter unter Berücksichtigung der Materialdaten von der verwendeten Kautschukmischung, ein Prozessmodell zur Beschreibung des Dosiervorgangs zu entwickeln, mit dessen Funktionalität es möglich sein soll, das transiente Massetemperaturprofil der dosierten Kautschukmischung zu berechnen.

STAND DER TECHNIK

Das vorliegende Kapitel liefert einen Überblick über den Stand der Technik und soll zeigen, auf welchen Grundlagen in dieser Arbeit aufgebaut wird bzw. welche weiterführenden Untersuchungen durchgeführt werden.

2.1 DOSIERVORGANG

Der Dosiervorgang ist an der Spritzgießmaschine die erste Phase am Weg zum spritzgegossenen Formteil. Die Kautschukmischung, welche meistens als Rundschnur oder in Streifenform vorliegt, wird von der rotierenden Schnecke eingezogen, komprimiert und gegen einen einstellbaren Staudruck in den sich vor der Schneckenspitze vergrößernden Schneckenvorraum transportiert (Schneckenkolben-Spritzeinheit, siehe [Abbildung 2.1a](#), Seite [10](#)) und dabei, ausgehend von Raumtemperatur, erwärmt. Bei dieser Bauform, bei welcher die Schnecke nach dem Dosieren des erforderlichen Einspritzvolumens die Funktion des Einspritzkolbens übernimmt, ist zu beachten, dass die Schnecke zur Schaffung des Schneckenvorraums axial beweglich ausgeführt ist. Infolgedessen nimmt die *effektive Schneckenlänge* für die Einbringung der Scherarbeit (Dissipation) direkt proportional mit dem Dosierweg ab.

Wird die Kautschukmischung allerdings in einen Speicher gefördert (Kolbenspritzeinheit mit Schneckenvorplastifizierung ([Abbildung 2.1b](#), Seite [10](#)), Schneckenkolben-Spritzeinheit mit Speicher ([Abbildung 2.1c](#))), wird von dem in der Kautschukindustrie sehr verbreiteten Verfahren der *Kolbeninjektion mittels Schneckenvorplastifizierung* gesprochen. Bei diesen Bauformen ändert sich die effektive Schneckenlänge zur Einbringung der Scherarbeit nicht, da die Schnecke in einem Zylinder bzw. Kolben integriert ist.

Um die Kautschukmischung zu dosieren, werden in der Regel Einzonenschnecken – sogenannte Förderschnecken – verwendet. Diese Förderschnecken sind im Vergleich zur Thermoplastverarbeitung tiefer geschnitten und können auch kernprogressiv ausgeführt sein.

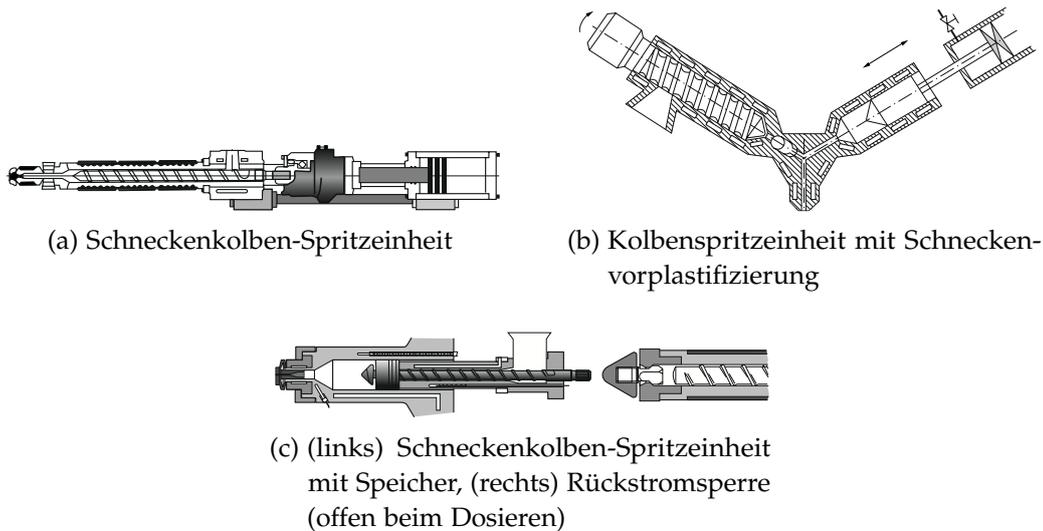


Abbildung 2.1: Bauformen von Spritzeinheiten [153].

2.1.1 *Massetemperatur während des Dosiervorgangs*

Die während des Dosiervorgangs in die Kautschukmischung eingebrachte Dissipationsenergie führt zu einer mehr oder weniger stark ausgeprägten Temperaturerhöhung. Folglich ist von einem axialen Massetemperaturprofil in Abhängigkeit von der Bauform der Spritzeinheit auszugehen (siehe [Abbildung 2.2](#), Seite 11).

Bei der Dosierung mit der Schneckenkolben-Spritzeinheit ist die Temperaturerhöhung im ersten dosierten Volumenelement vernachlässigbar gering (siehe [Abbildung 2.2a](#)), da die Kautschukmischung nur kurze Zeit durch Scherung beansprucht wird. In den nachfolgenden Volumenelementen steigt die Verweilzeit im Schneckenkanal an, wodurch mehr Scherung in die Kautschukmischung eingebracht werden kann. Dies zeigt sich durch einen Anstieg der Massetemperatur bis zu einem Maximum. Allerdings nimmt die effektive Schneckenlänge direkt proportional mit dem Dosierweg ab, wodurch sich die eingebrachte Scherdissipation verringert und daraus folgend die Massetemperatur wieder absinkt.

In [Abbildung 2.2b](#) wird das erforderliche Einspritzvolumen durch eine im Kolben integrierte Schnecke in den Speicher vor dem Kolben gefördert. Diese Bauform der Spritzeinheit wird in der Industrie als *“First-In First-Out“* oder nur als *“FIFO“* bezeichnet. Die eingebrachte Friktionswärme ist aufgrund der unterschiedlich langen Partikelwege differierend, wodurch die Massetemperatur ansteigt und ein Maximum in Abhängigkeit vom dosierten Volumen ausgebildet wird. Dieses Maximum der Massetemperatur wird erhalten, wenn in einem Zyklus frisch eingezogenes Material den gesamten Schneckenkanal durchlaufen hat. Ab diesem Zeitpunkt ist die

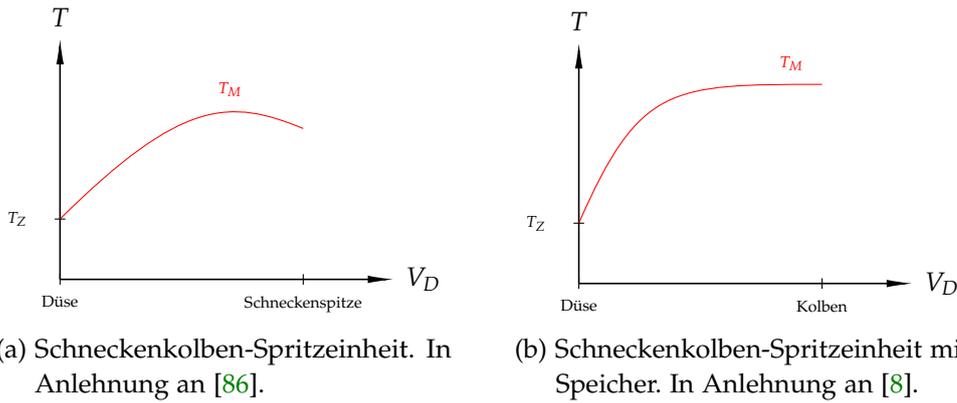
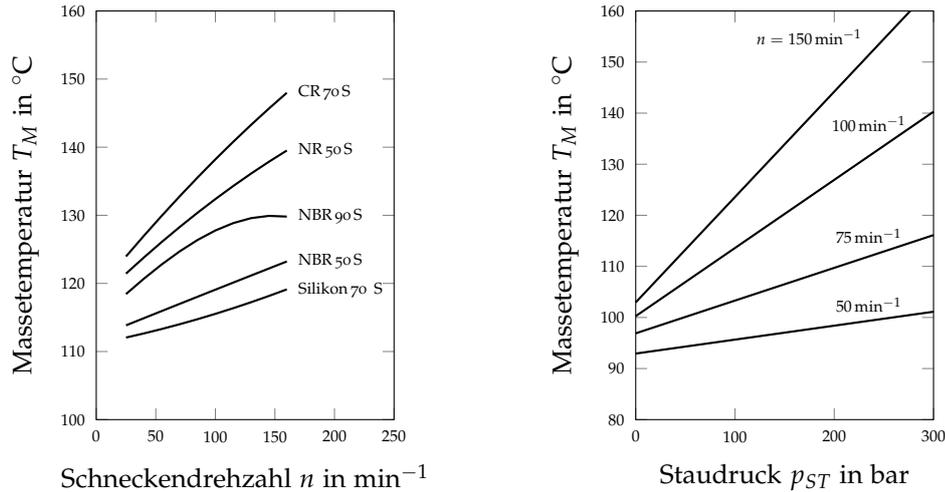


Abbildung 2.2: Schematische Darstellung axialer Massetemperaturprofile T_M im Schneckenraum bzw. Speicher einer Kautschukspritzgießmaschine bei Verwendung unterschiedlicher Bauformen von Spritzeinheiten. Temperatur T , Zylindertemperatur T_Z und Dosiervolumen V_D .

Verweilzeit im Schneckenkanal für jedes Partikel ähnlich, wodurch kein weiterer Anstieg in der Massetemperatur verzeichnet werden kann.

Bei der Kolbenspritzeinheit mit Schneckenvorplastifizierung – in der Industrie als *“First-In Last-Out“* oder nur als *“FILO“* bezeichnet – ist von einem ähnlichen axialen Massetemperaturprofil wie bei der FIFO-Spritzeinheit auszugehen. Jedoch stellt sich ein vom Kolben zur Düse hin ansteigendes axiales Massetemperaturprofil ein [8].

Neben der herangezogenen Bauform der Spritzeinheit wirken sich Prozessparameter wie (1) Zylindertemperatur T_Z , (2) Schneckendrehzahl n , (3) Staudruck p_{ST} , (4) Wechselwirkungen zwischen Drehzahl n und Staudruck p_{ST} sowie (5) das erforderliche Dosiervolumen V_D auf das axiale Massetemperaturprofil T_M aus (siehe [Abbildung 2.3](#), Seite 12). Ein weiterer wichtiger Einflussfaktor ist die Viskosität der zu verarbeitenden Kautschukmischung. Egil [42] detektierte für eine scherempfindliche Chloropren-Kautschukmischung mit einer Härte von 70 Shore A bei einer Schneckendrehzahl von 150 min^{-1} eine Massetemperaturdifferenz im Schneckenraum während des Dosiervorgangs von 23 K. Bei einer wenig Scherwärme erzeugenden NBR-Kautschukmischung mit einer Härte von 50 Shore A konnte eine Massetemperaturdifferenz von ca. 10 K detektiert werden. Im Fall des Chloropren-Kautschukes resultierten Schwankungen im Einzugsverhalten des Kautschukstreifens in einem Anstieg der Massetemperaturdifferenz von 23 K auf 42 K. Demnach führen Schwankungen im Einzugsverhalten bzw. bei der Streifen- oder Rundschnurgeometrie zu einer zusätzlichen Schererwärmung der Kautschukmischung.



(a) Einfluss der Schneckendrehzahl n und unterschiedlichen Kautschukmischungen bei einer Zylindertemperatur (Öltemperatur) von 110°C . In Anlehnung an [42].

(b) Maximale Massetemperatur im Schneckenorraum, direkt nach dem Dosieren gemessen, als Funktion von Staudruck p_{ST} und Schneckendrehzahl n . In Anlehnung an [156].

Abbildung 2.3: Einflüsse von Prozessparametern und unterschiedlichen Kautschukmischungen auf das axiale Massetemperaturprofil.

Da Kautschukmischungen aufgrund der Zugabe von Vernetzungsmitteln auf Basis von Schwefel oder Peroxiden chemisch aktive Systeme sind, bewirkt eine Temperaturerhöhung von 10 K eine Halbierung der Inkubationszeit (siehe Punkt 2 und Gleichung 4.16, Seite 48). Demnach ist es von grundlegender Bedeutung, für die Prozessstabilität die Massetemperatur während des Dosiervorgangs zu kennen bzw. numerisch abzubilden, um regelnd in die Prozessführung eingreifen zu können. Dadurch kann der Prozess am optimalen Betriebspunkt betrieben und ein frühzeitiges Anspringen der Kautschukmischung errechnet und verhindert werden.

2.1.2 Strömungsvorgänge im Schneckenkanal

Die Strömungsvorgänge im Schneckenkanal sind wissenschaftlich in der Thermoplast- als auch in der Kautschukverarbeitung mit Modellen, basierend auf der Impulsgleichung, beschrieben sowie anhand von Experimenten verifiziert worden [10, 16, 17, 115, 161, 183–185]. Prinzipiell kann die Strömung im Schneckenkanal eines Extruders als eine überlagerte Strömung angesehen werden. Diese setzt sich aus einer Längsströmung – Strömung in Kanalrichtung – und einer Umlaufströmung – Strömung normal zum Schneckenkanal – zusammen (siehe Abbildung 2.4, Seite 13). In

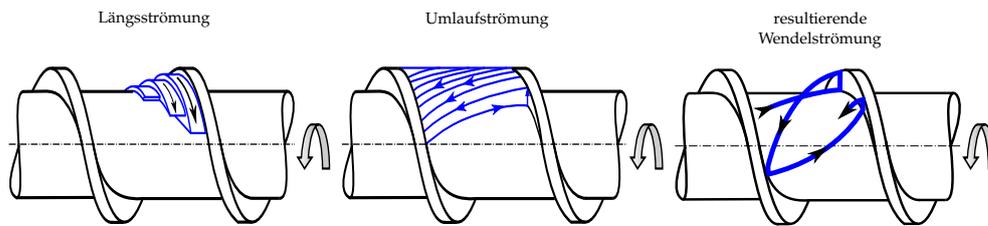


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung von Strömungsvorgängen im Schneckenkanal. (links) In Kanalrichtung, (Mitte) Normal zum Schneckenkanal (Umlaufströmung), (rechts) Resultierende Wendelströmung. In Anlehnung an [10].

Hinblick auf das Vorhandensein der Umlaufströmung im Schneckenkanal gibt es im Extrusionsbereich zahlreiche experimentelle Untersuchungen [16, 17, 49, 65, 66]. Graf et al. [65, 66] führten dem Extruder zwei verschiedenfarbige, niedrigviskose EPDM-Kautschukstreifen zu. Nach Erreichung von stationären Bedingungen wurde der Extrusionsprozess gestoppt und die Kautschukmischung durch Erhöhen der Zylindertemperatur vulkanisiert. Anschließend wurde die Schnecke aus dem Zylinder gezogen, der vernetzte Kautschuk abgewickelt und an definierten Positionen geschnitten. Diese Vorgehensweise ermöglicht es, die Strömungsvorgänge im Schneckenkanal zu visualisieren. In [Abbildung 2.5](#) ist eine Visualisierung von der Entstehung der Umlaufströmung ersichtlich. Es ist erkennbar, dass

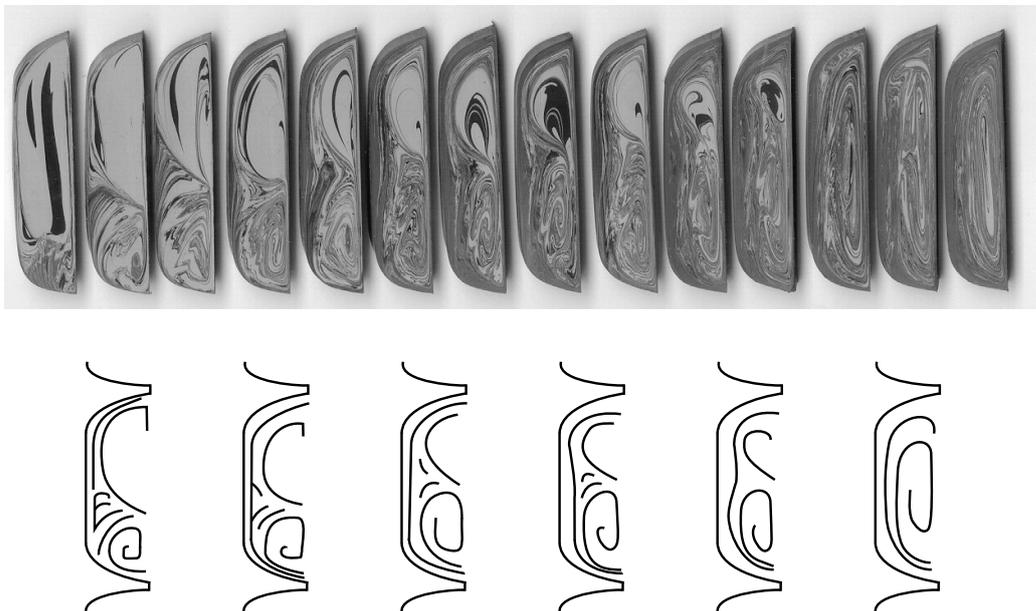


Abbildung 2.5: Visualisierung und schematische Darstellung der Umlaufströmung im Schneckenkanal eines Extruders unter Verwendung einer niedrigviskosen EPDM-Kautschukmischung. In Anlehnung an [65, 66].

eine Hauptströmung am aktiven Schneckensteg entsteht und in Richtung Schnecken spitze zunimmt, bis die Umlaufströmung vollständig ausgebildet ist. Die Strömungsvorgänge in der Plastifiziereinheit von Spritzgießmaschinen wurden aufgrund des transienten Dosierprozesses wenig untersucht. Gornik [63] entwickelte einen Prüfstand, um den Plastifiziervorgang von thermoplastischen Materialien zu erforschen. Ergebnis seiner Untersuchungen ist, dass die Umlaufströmung im Schneckenkanal existent ist, obwohl die Strömungen im Vergleich zur Extrusion nicht vollständig entwickelt sind. Des Weiteren lässt sich bei einer Gegenüberstellung mit den Untersuchungen von Graf et al. [65, 66] erkennen, dass sich eine vollständig ausgebildete Umlaufströmung im Schneckenkanal von Extrudern und von transienten Dosiervorgängen ähnlich entwickeln. Jedoch ist die Entstehung und Entwicklung der Umlaufströmung in der Kautschukverarbeitung differierend zu jener in der Thermoplastverarbeitung. Der Grund hierfür ist das in der Thermoplastverarbeitung auftretende Feststoffbett.

Ob die Umlaufströmung während des transienten Dosiervorgangs in der Spritzeinheit von Kautschukspritzgießmaschinen, aufgrund der deutlich höheren Viskositäten von Kautschukmischungen im Vergleich zu Thermoplasten, existent ist, soll unter anderem in der vorliegenden Arbeit untersucht werden.

Kautschukmischungen sind im Allgemeinen hochgefüllte Systeme und enthalten eine Vielzahl von Zusatzstoffen, wodurch sich neben dem laminaren Scherfließen mit angenommener Wandhaftung oftmals ein partieller Gleitvolumenstrom ergibt. Die Annahme des Wandhaftens trifft allerdings nicht für alle Polymerschmelzen zu. Vor allem Polymere, welche eine Vielzahl an Zusatzstoffen enthalten, wie z. B. PVC-U oder Kautschukmischungen, können ein ausgeprägtes Wandgleitverhalten aufweisen [52, 82]. In der Literatur wird prinzipiell zwischen zwei grundlegenden Modellvorstellungen zur Beschreibung des Wandgleitens unterschieden (siehe [Abbildung 2.6](#), Seite 15). Das von Umland [172] entwickelte Coulombsche Wandgleitmodell beruht auf dem Auftreten von Coulombscher Reibung zwischen Polymerschmelze und Kapillarwand und wird für nicht benetzende Flüssigkeiten angewandt. Für benetzende Flüssigkeiten wird das Gleitfilm-Modell herangezogen. Dieses Modell beruht auf der Ausbildung einer niedrigviskosen Grenzschicht, dem sogenannten Gleitfilm, an der Kapillarwand. Wird die Dicke der Gleitschicht immer geringer und folglich nicht mehr existent, wird vom Mooney-Modell [127] gesprochen.

Das Auftreten und die Intensität von Wandgleiten können zusammenfassend folgenden Einflüssen unterliegen [52, 57, 82, 99, 148, 161, 177]: (1) Polymertyp, (2) Zusatzstoffe, (3) Druckniveau innerhalb der Kapillare, (4) Wandbeschaffenheit und/oder Oberfläche der Kapillare, (5) Temperatur entlang der Kapillare, (6) Kapillargeometrie sowie (7) Wandschub-

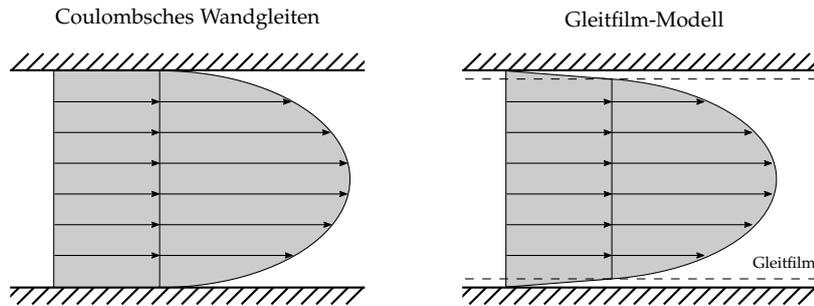


Abbildung 2.6: Modellvorstellungen von Wandgleiten. (links) Coulombsches Wandgleiten, (rechts) Gleitfilm-Modell. In Anlehnung an [14].

spannung. Infolge dessen stellt das Phänomen des Wandgleitens eine schwierig zu beschreibende Fließanomalie bei Kautschukmischungen dar. Ferner existieren in der Literatur weder einheitlichen Modellvorstellungen noch verlässliche Messmethoden zur Detektion und Quantifizierung [14].

2.2 MESSMETHODEN ZUR ERMITTLUNG DER MASSETEMPERATUR

Fundamental ist das Interesse der kunststoffverarbeitenden Industrie, die Temperatur der Polymerschmelze zu kennen, da diese signifikant die Qualität des Endproduktes beeinflusst. Unterschiedliche Messmethoden zur Ermittlung der Massetemperatur wurden entwickelt [3] und werden im Folgenden für den Einsatz im Kautschukbereich diskutiert.

2.2.1 Mantelthermoelemente

Thermoelemente beruhen auf dem sogenannten Seebeck-Effekt, welcher besagt, dass in einem Stromkreis die Berührungsspannung zwischen zwei verschiedenen elektrischen Leitern temperaturabhängig ist. Daher werden für Thermoelemente Metalle eingesetzt, die in der thermoelektrischen Spannungsreihe weit auseinander liegen und dadurch zu einer "hohen" Thermospannung führen. Häufig eingesetzte Metallkombinationen sind beispielsweise Eisen-Konstantan oder Nickel Chrom-Nickel. Mantelthermoelemente bestehen demnach aus zwei Thermoleitungen unterschiedlichen Metalls, welche in einem metallischen Gehäuse untergebracht und an der Spitze verschweißt sind.

Um Mantelthermoelemente im Schmelzestrom positionieren zu können, müssen diese robust ausgeführt werden. Damit einhergehend ergeben sich folgende Herausforderungen: Durch die robuste Bauweise (1) sinkt die Ansprechzeit bei sich schnell ändernden Temperaturen, (2) ist von einer nicht zu vernachlässigbaren Schererwärmung am Messpunkt auszugehen und (3) es wird dadurch die Strömung beeinflusst. Es sei auch

erwähnt, dass die Wärmeleitung in axialer Richtung des Mantelthermoelementes den Absolutwert der zu messenden Temperatur beeinflussen kann und zumeist “nur“ die Temperatur des Zylinders bzw. der Düse erfasst werden [135, 143].

2.2.2 Raster aus dünnen Thermoleitungen

Um die Beeinflussung der Strömung durch die robuste Bauweise von Mantelthermoelementen zu minimieren, wurde versucht, die Massetemperatur mit einem Raster aus dünnen Thermoleitungen – sogenannte “thermocouple-meshes“ – zu messen. Aussagekräftige Ergebnisse konnten mit dieser Methode in der Thermoplastextrusion erzielt werden [15]. Vorteilhaft hierbei ist die Möglichkeit, die Temperatur an mehreren Messpunkten im Strömungskanal bestimmen zu können, ohne die Strömung signifikant zu beeinflussen. Nachteilig ist jedoch die Kurzlebigkeit bzw. geringe Robustheit dieses Systems. Demzufolge ist der Einsatz in der Kautschukverarbeitung nicht sinnvoll, da die Viskositäten und folgend die Beanspruchung des Systems viel höher sind als in der Thermoplastverarbeitung.

2.2.3 Infrarot-Sensoren

Infrarot-Sensoren (IR) basieren auf der Messung von elektromagnetischer Strahlung, die jeder Körper aufgrund der Wärmebewegung seiner Moleküle und Atome aussendet. Die Intensität dieser elektromagnetischen Strahlung hängt von der Temperatur T , vom Emissionskoeffizienten ϵ sowie von der Wellenlänge λ_{IR} ab und kann für einen schwarzen Körper mit dem Plank’schen Strahlungsgesetz [81] beschrieben werden. Kunststoffe sind selektive Strahler, das Absorptions- und Emissionsverhalten ist folglich signifikant von der Temperatur und der Wellenlänge abhängig. Hinzu kommt, dass vor allem Kautschukmischungen hochgefüllte Systeme sind, weshalb der Absorptionskoeffizient α_{IR} hoch ist und dadurch die Eindringtiefe der Infrarotstrahlung sehr begrenzt bzw. das Messvolumen zur Temperaturermittlung nicht bekannt ist [19]. Untersuchungen von Obendrauf [135] zufolge sind Eindringtiefen $< 0,1$ mm zu erwarten. Zu den weiteren Herausforderungen dieser Methode zählen zum einen die nicht vernachlässigbare Eigenstrahlung des IR-Sensors, wenn dieser nicht aufwendig gekühlt wird [25] und zum anderen die nicht triviale Ermittlung des Absorptionskoeffizienten α_{IR} , welcher signifikant von Temperatur und Wellenlänge abhängt [135], sowie die aufwändige Kalibrierung für jede zu untersuchende Kautschukmischung [179].

2.2.4 Ultraschall-Sensoren

Eine vielversprechende Methode zur Charakterisierung der Massetemperatur stellen nicht-invasive Ultraschall-Sensoren dar. Da die longitudinale Schallgeschwindigkeit c_L in einer Polymerschmelze – generell im Bereich von $c_L = 1000 \text{ m s}^{-1}$ bis 1500 m s^{-1} – von Druck und Temperatur abhängt, kann die Laufzeit von Ultraschallimpulsen durch die Polymerschmelze zur Auswertung der mittleren Schmelztemperatur herangezogen werden. Werden mehrere Ultraschall-Empfänger am Umfang des Zylinders positioniert, ist es ferner möglich, die radiale Temperaturverteilung auszuwerten [147]. Ultraschall-Sensoren wurden in den letzten Jahren stets verbessert und weiterentwickelt. Gab es im Jahre 2009 noch Herausforderungen in Hinblick auf die Robustheit dieser Systeme, die gelöst werden mussten – Müller et al. [130] präsentierten eine neue Ultraschallsonde die Drücken bis 200 bar und Temperaturen bis 300°C standhielten – stellten Praher et al. [146] im Jahre 2013 eine neue Technologie zur Ermittlung der Massetemperatur in Spritzgießmaschinen dar, welche im Jahre 2014 erfolgreich im Thermoplastbereich umgesetzt wurde. Diese Ultraschallsonde hält Drücken >1000 bar und Temperaturen $>200^\circ\text{C}$ stand. Essentiell an dieser Technologie ist, dass durch die einstellbare Ultraschallfrequenz f – üblicherweise im Frequenzbereich um ca. $f = 10 \text{ MHz}$ – nicht aufgeschmolzene Granulatkörner ab einer Größe von $50 \mu\text{m}$ – $70 \mu\text{m}$ detektiert werden können [147]. Dies macht den Einsatz in der Kautschukverarbeitung interessant, da je nach Frequenz f das Material für Ultraschallwellen durchlässig ist und es keine Einflüsse aufgrund des hohen Füllstoffanteils, wie z. B. bei der IR-Messung, gibt. Hutterer et al. [86] zeigten erstmals mit der von Praher et al. entwickelten Methode den erfolgreichen Einsatz in der Kautschukverarbeitung. Folglich ist der Einsatz von Ultraschall-Sensoren in der kautschukverarbeitenden Industrie denkbar. Allerdings zeigten Hutterer et al. [86] erst im Jahre 2018 den erfolgreichen Einsatz für Kautschukmischungen. Daher konnten diese Erkenntnisse bei der Messmethodenauswahl für diese Arbeit nicht berücksichtigt werden.

2.2.5 Weitere Methoden

Zur Vollständigkeit werden nachfolgend weitere Methoden erwähnt, welche wenig für den Einsatz im Kautschukbereich geeignet oder noch in Entwicklung sind. Bur et al. [19] verwendeten eine Fluoreszenztechnik, um die Massetemperatur in der Extrusion zu ermitteln. Gottwald et al. [64] nutzten eine Kernspinresonanz-Methode (NMR), allerdings ist hierbei noch umfangreiche Forschungs- und Entwicklungsarbeit erforderlich.

2.3 PROZESSOPTIMIERUNGSSOFTWARE JIDOKA P101III

Die Idealvorstellung von der Prozessführung beim Kautschukspritzgießen wurde von Masberg et al. [121] als *Quick-Vulkanisation* bezeichnet. Die Quick-Vulkanisation strebt einen Idealfall an, bei dem der Vulkanisationsvorgang durch einen weitgehenden Abbau der Inkubationszeit einer Kautschukmischung und einer möglichst hohen Startmassestemperatur beim Eintritt in die Kavität eines Werkzeuges, weitgehend ungestört von Wärmeleitungsproblematiken in allen Formteilbereichen möglichst homogen beginnt und abläuft. Wird diese Idealvorstellung durch eine optimierte Prozessführung erreicht, kann die kürzest mögliche Vulkanisationszeit erzielt werden.

Komplexe Zusammenhänge und deren Auswirkungen auf die Formteilqualität (siehe [Abbildung 1.1](#), Seite 4) können vom Bediener bei der konventionellen Formteilherstellung ohne Prozessregelung nicht mehr vollständig erfasst werden (siehe [Abbildung 2.7](#), links). Eine nachgeschaltete, manuelle und demnach kostenintensive Endkontrolle liefert zumeist erst Tage später Informationen über die Qualität von den spritzgegossenen Formteilen. Folglich ist von mehr oder weniger Ausschuss, von schwankender Formteilqualität oder geringerer Produktivität auszugehen.

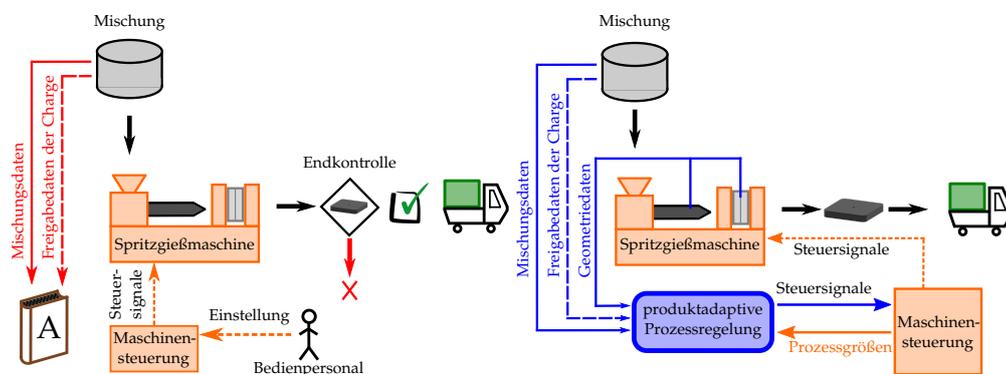


Abbildung 2.7: Spritzgießprozess ohne und mit Prozessregelung. (links) Konventionelle Herstellung von Elastomerformteilen ohne Prozessregelung, (rechts) Produktionskette mit Prozessoptimierungssoftware JIDOKA P101III. In Anlehnung an [8].

Diesen Herausforderungen hat sich CAS-Computerunterstützte Automatisierungssysteme GmbH & Co. KG angenommen und die Prozessoptimierungssoftware Jidoka P101III [8, 9] entwickelt. Diese Software kann an jeder industriellen Kautschukspritzgießmaschine implementiert werden und entkoppelt den Prozess von Prozesseingriffen von meist wechselnden Maschinenbedienpersonal (siehe [Abbildung 2.7](#), rechts). Des Weiteren wer-

den die bekannten Mischungs- sowie Freigabedaten der Charge nicht wie bei der konventionellen Produktionskette nur einmalig zum Einrichten des Prozesses, sondern Zyklus für Zyklus zur Berechnung der für chemische Systeme essentiellen Massetemperatur herangezogen. Durch die ständige Kommunikation von Jidoka P101III mit der Maschinensteuerung sind die Ist-Zyklusdaten bekannt, der Regelkreis ist somit geschlossen, wodurch der signifikant von der Temperatur der Kautschukmischung abhängige Inkubationszustand stets ermittelt werden kann. Diese Information wird für die Berechnung des Vernetzungsgrades herangezogen. Da die Formteilqualität im direkten Zusammenhang mit dem Vernetzungsgrad steht (siehe [Abbildung 7.1](#), Seite 73), wird dieser als Optimierungsgröße eingesetzt.

Ziel dieser verfahrenstechnischen Prozessoptimierung ist es, zunächst die "historischen" Sicherheitszuschläge aufgrund der komplexen Zusammenhänge zu minimieren und anschließend die vorgefundene Vernetzungsgradverteilung auf einem anderen Weg, mit einer geeigneteren Prozesseinstellung in kürzerer Zeit zu erreichen [121]. Masberg et al. [121] sprechen von einer Produktivitätssteigerung bei der Vulkanisation von 20-40 % unter Verwendung von Jidoka P101III. Ähnliche Ergebnisse konnte Rüb [155], anhand von umfangreichen Versuchen mit und ohne Prozessoptimierungssoftware Jidoka P101III und deren Auswirkungen auf die Formteilqualität, zeigen.

Das von CAS stammende Prozessoptimierungssystem Jidoka P101III berechnet – als einziges am Markt befindliches System – die Veränderung der Kautschukmischung beginnend (1) vom Einzug des Kautschuks in den Schneckenkanal, (2) über das Einspritzen, (3) die Vulkanisationsphase bis (4) zum abgekühlten Formteil. Ein Überblick der Teilprozessmodelle der produktadaptiven Prozessoptimierungssoftware Jidoka P101III ist [Abbildung 2.8](#), Seite 20 zu entnehmen.

Das Ziel von Prozessoptimierungssystemen ist es allerdings nicht, den exakten Vernetzungszustand im Formteil zu berechnen, sondern vielmehr ist das Interesse der Industrie, die mechanischen Eigenschaften der Formteile auch bei schwankenden Prozessgrößen und Chargenabweichungen konstant zu halten [145].

Aus wissenschaftlicher Betrachtungsweise ist es allerdings essentiell, die Prozesskette genauestens abbilden zu können. Folgend werden in dieser Arbeit, aufbauend auf dem Prozessmodell für die Dosierphase von CAS [8], Einflüsse wie (1) exakte transiente Temperaturen von der Zylinderwand des Plastifizierzylinders sowie (2) experimentell ermittelte Druckverläufe im Schneckenkanal vom Einzug bis zur Schnecken spitze mitberücksichtigt, um das sich einstellende axiale Massetemperaturprofil akkurat beschreiben zu können.

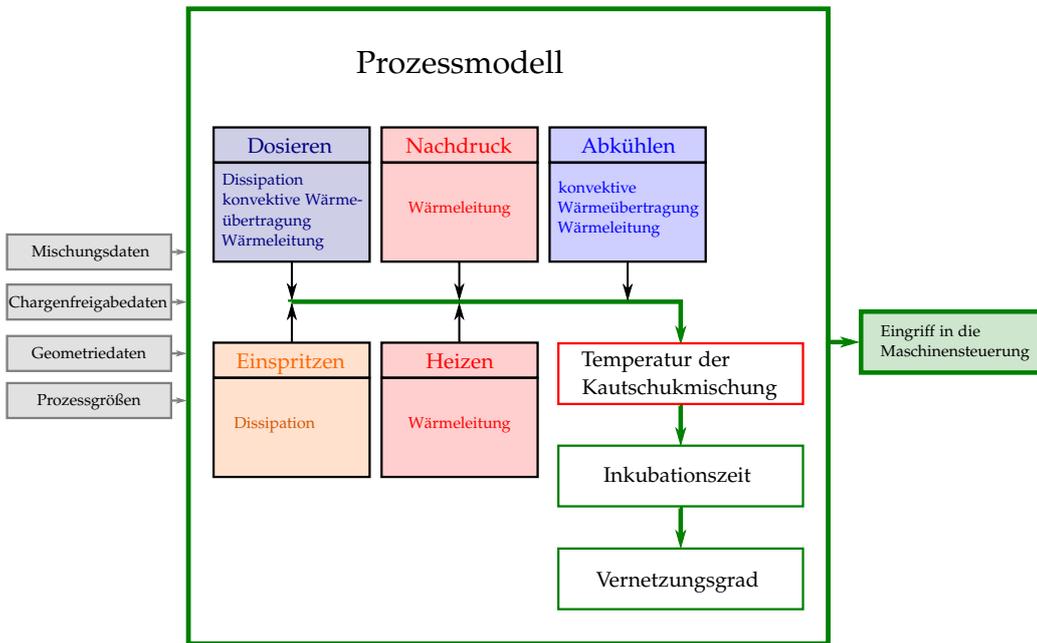


Abbildung 2.8: Prozessmodell der Optimierungssoftware JIDOKA P101III zur produktadaptiven Prozessregelung. In Anlehnung an [8].

VORGEHENSWEISE

Um die in [Kapitel 1.2](#), Seite 5, definierten Ziele zu erreichen, wurden die in [Abbildung 3.1](#), Seite 22 dargestellten Aufgaben und Tätigkeiten definiert.

Die vorliegende Arbeit begann mit der Auswahl von geeigneten Kautschukmischungen, die zunächst charakterisiert wurden, um das Verarbeitungsfenster bzw. statistische Versuchspläne (Design of Experiment) definieren zu können. Gleichzeitig wurde ein Spritzgießwerkzeug zur Herstellung von dickwandigen Formteilen ausgewählt sowie ein voll sensorierter Prüfstand inkl. schnell ansprechendem Temperaturmesssystem entwickelt und konstruiert.

Unter Verwendung von definierten Versuchsplänen wurden Einflüsse von Prozessparametern während der Dosierphase untersucht. Hauptaugenmerk wurde hierbei auf die Temperatur der dosierten Kautschukmischung sowie auf die Existenz und Ausbildung der Umlaufströmung im Schneckenkanal gelegt. Da der entwickelte Prüfstand ein Abbild der Spritzeinheit der verwendeten MAPLAN Spritzgießmaschine mit der Bezeichnung MTF750/160edition ist, können die ermittelten Erkenntnisse direkt auf die Spritzgießmaschine übertragen werden. Mit zwei unterschiedlichen Massetemperaturprofilen wurden Formteile produziert. Diese wurden unterschiedlichen Prüfmethoden unterzogen, um Struktur-Eigenschafts-Beziehungen aufzustellen und einen eventuellen Einfluss der Massetemperatur auf die Formteilqualität detektieren zu können. Des Weiteren wurde der Prüfstand verwendet, um das erstellte Prozessmodell für die Dosierphase zu evaluieren.

Aufbauend auf den experimentellen Erkenntnissen wurde ein Prozessmodell zur Berechnung der transienten Massetemperatur während des Dosiervorgangs erstellt. Dieses Prozessmodell basiert auf (1) einem ebenen Rinnenmodell, (2) den Erhaltungsgleichungen sowie (3) ausgewählten Randbedingungen. Ergebnisse dieser Arbeit sind: (1) die Haupteinflussgrößen während des Dosiervorgangs auf die Massetemperatur, (2) ein Prozessmodell zur Berechnung der transienten Massetemperatur während des Dosiervorgangs, sowie (2) eine Kennzahl zur Überwachung des Dosiervorgangs an der hydraulischen Kautschukspritzgießmaschine.

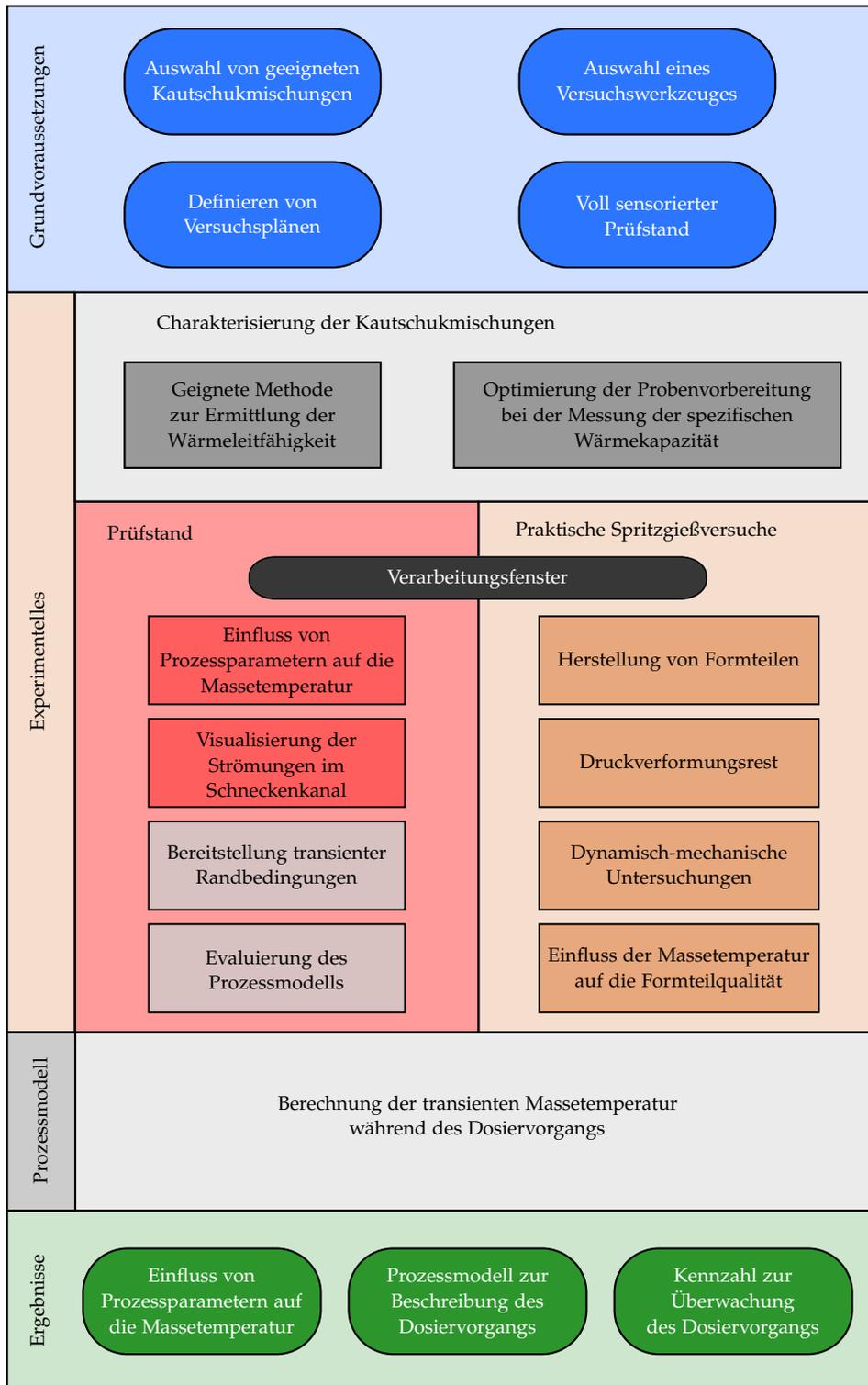


Abbildung 3.1: Aufgaben und Tätigkeiten zur Erreichung der definierten Ziele.

Teil II

THEORETISCHE GRUNDLAGEN

AUFBAU, HERSTELLUNG UND EIGENSCHAFTEN VON KAUSCHUKMISCHUNGEN

Je nach Einsatzgebiet des Elastomerproduktes besteht die Kautschukmischung aus einer Vielzahl an Bestandteilen. Wie in [Tabelle 4.1](#) ersichtlich variieren diese je nach geforderten Eigenschaftsprofil, wie z. B. (1) hoher Abriebwiderstand, (2) hohe Nassrutschfestigkeit, (3) Medien- und Alterungsbeständigkeit, (4) Ozon- und Wetterbeständigkeit, (5) hohe Elastizität auch bei tiefen Temperaturen, (6) dynamisch-mechanische Eigenschaften oder (7) geringe Entflammbarkeit. Diese Eigenschaften sind ursächlich auf den chemisch-physikalischen Aufbau zurückzuführen und werden

Tabelle 4.1: Hauptbestandteile einer schwefelvernetzenden Naturkautschukmischung in Abhängigkeit des geforderten Eigenschaftsprofils [153].

Bestandteile	phr
Polymer	100
Füllstoffe	0 – 100
Weichmacher	0 – 100
Verarbeitungshilfsstoffe	0 – 5
Alterungsschutzmittel	1 – 5
Ozonschutzwachse	0 – 3
Zinkoxid	3 – 5
Aktivator (Stearinsäure)	1
Beschleuniger/Verzögerer	0,5 – 8
Schwefel	5 – 0,5

teilweise bereits durch eine geeignete Auswahl des Polymers bestimmt. Naturkautschuk (NR) weist eine sehr hohe Abriebfestigkeit auf und wird folglich hauptsächlich im Reifensektor eingesetzt. Wird eine hohe Ozonbeständigkeit für Fensterdichtungen gefordert, fällt die Auswahl höchstwahrscheinlich auf Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk (EPDM), da dieser Kautschuk keine Doppelbindung in der Hauptkette aufweist und folglich ohne Zugabe von Ozonschutzmittel beständig ist. Styrol-Butadien-Kautschuk (SBR) bzw. Acrylnitril-Butadien-Kautschuk (NBR) müssten für denselben Einsatzzweck – aufgrund der Doppelbindungen in der

Hauptkette – mit Ozonschutzmittel versehen werden. Eine ausgezeichnete Mineralöl- und Kraftstoffbeständigkeit wird hingegen mit NBR, aufgrund der polaren Nitrilseitenkette, erreicht. Für einen Chemikalienschlauch fällt die Auswahl auf Chlorsulfoniertes-Polyethylen (CSM), da von einer exzellenten Alterungsbeständigkeit sowie einer guten Chemikalienfestigkeit auszugehen ist. Strukturformeln von den erwähnten Makromolekülen sind in [Abbildung 4.1](#) ersichtlich.

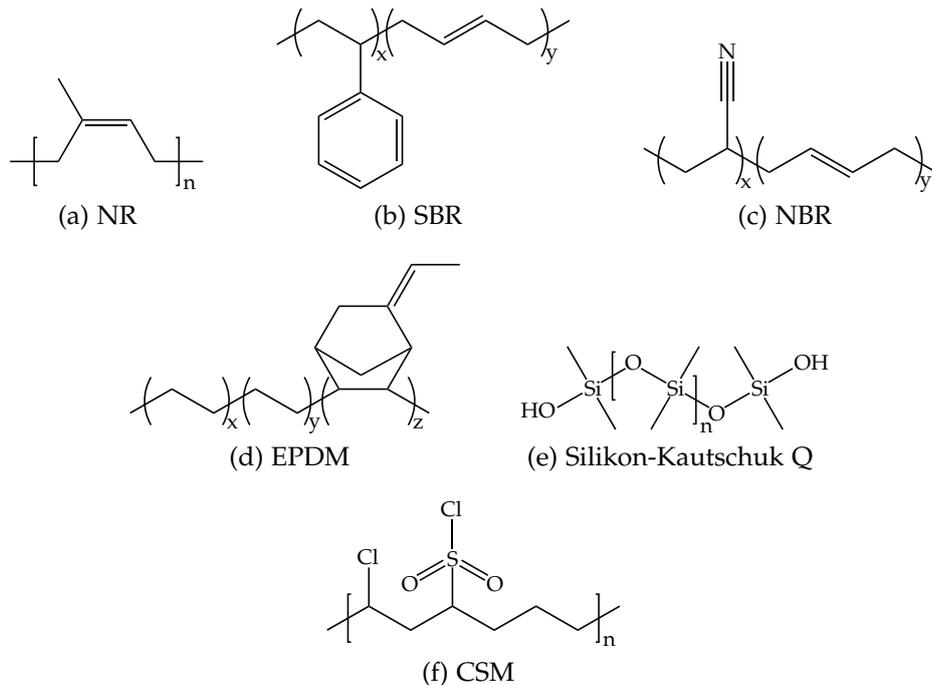


Abbildung 4.1: Strukturformeln von ausgewählten Makromolekülen.

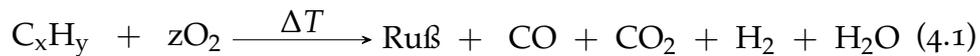
4.1 WIRKUNG VON VERSTÄRKENDEN FÜLLSTOFFEN

Für das Eigenschaftsprofil des Elastomerproduktes ist neben dem chemischen Aufbau und dem Vernetzungssystem die Zugabe von Füllstoffen von grundlegender Bedeutung. *Inaktive Füllstoffe*, wie z. B. Kaolin, Talk oder Kreide, verdünnen die Polymermatrix, verbessern die Verarbeitungseigenschaften, reduzieren die Gasdurchlässigkeit sowie Quellung und dienen des weiteren zur Streckung und Verbilligung des elastomeren Produkts. Inaktive Füllstoffe gehen nicht in Wechselwirkung mit dem Kautschukpolymer und zeigen folgend keine verstärkende Wirkung. *Aktive* bzw. verstärkende *Füllstoffe*, wie z. B. Ruß oder Kieselsäure, verändern durch die Wechselwirkung mit der Kautschukmatrix und der Wechselwirkung mit sich selbst die viskoelastischen Eigenschaften. Sie erhöhen die Viskosität der Kautschuke und verbessern das Bruchverhalten der Vulkanisate,

was sich durch erhöhte Reißfestigkeit, Härte und Weiterreißwiderstand sowie durch einen geringeren Abrieb und Druckverformungsrest zeigt [153].

4.1.1 Ruß

Über 98 % der für die Kautschukverarbeitung verwendeten Ruße wird heutzutage durch thermisch-oxidative Spaltung von Kohlenwasserstoffen nach dem Furnace-Verfahren hergestellt [41]. Dem Reaktionsschema (Gleichung 4.1) ist zu entnehmen, dass Ruß nur durch unterstöchiometrisches Kohlenwasserstoff-Sauerstoffverhältnis entstehen kann. Folglich muss $x > 2z$ sein.



Der Reaktor des Furnace-Verfahrens (siehe Abbildung 4.2) besteht aus einer Vorbrennkammer (1), wo Gas mit vorgeheizter Luft verbrannt wird, um die Reaktionszone (3) auf 1300 – 1900 °C aufzuheizen. Der vorgewärmte Feedstock – Öl mit hohem Aromatenanteil und niedrigem Schwefelgehalt – wird in die Mischzone (2) eingedüst und dabei mit den heißen Verbrennungsgasen intensiv vermischt [41]. Der Mechanismus der Rußbildung

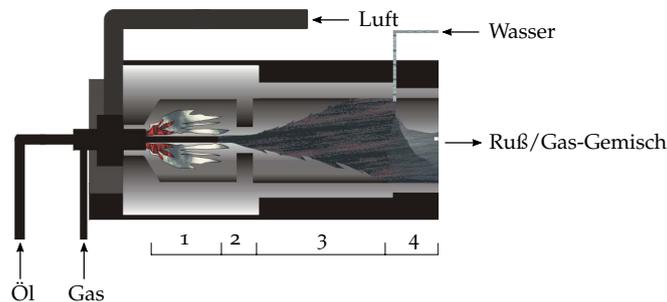


Abbildung 4.2: Prinzipieller Aufbau eines Furnace-Reaktors. 1 Vorbrennkammer, 2 Mischzone, 3 Reaktionszone, 4 Quench-Zone. In Anlehnung an [41, 159].

ist noch nicht vollständig geklärt, angenommen wird allerdings folgender Ablauf [12, 41, 153]: In der Reaktionszone werden unter reduzierenden Thermolysebedingungen zuerst C₂- bis C₄-Radikale gebildet, die danach Polyethin bzw. polyzyklische Aromaten ausbilden (siehe Abbildung 4.3, Seite 28). Bei Überschreitung der Sättigungsbedingungen kondensieren diese Aromaten zu Tröpfchen. Gleichzeitig findet eine Dehydrierung statt, die Viskosität nimmt zu und die Tröpfchen fusionieren zu mehr oder weniger sphärischen und größeren Tröpfchen. Je nach Prozessbedingungen organisieren sich die sphärischen und noch viskosen Primärteilchen zu kettenförmigen Zusammenschlüssen. Durch Zugabe von Kalium- bzw.

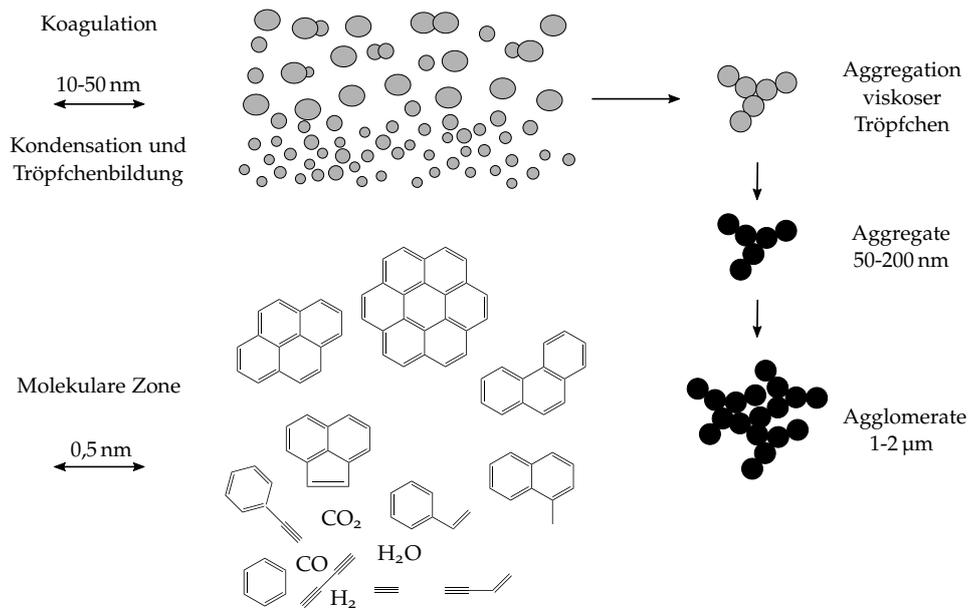


Abbildung 4.3: Schematischer Ablauf der Rußbildung im Furnace-Verfahren. In Anlehnung an [12].

Calciumsalzen sind die Strukturen der Aggregate in ihrer Gestalt einstellbar. Bedingt durch eine fortschreitende Dehydrierung carbonisieren die viskosen Primärteilchen zu Aggregaten. In der sogenannten *Quench-Zone* (4) wird das Reaktionsgemisch schlagartig durch Eindüsen von Wasser auf ca. 700 °C abgekühlt, um nicht graphitisierten Ruß mit einer möglichst ungeordneten Oberfläche zu erhalten. Diese ungeordnete Oberfläche ist für die Oberflächenaktivität des Rußes bestimmend [163]. Die dadurch entstandenen Aggregate sind so stabil, dass sie selbst unter Einwirkung hoher Scherdeformation während des Einmischens in den Kautschuk nicht getrennt werden können. Durch die hohe Oberflächenenergie bildet sich allerdings eine nächstgrößere Struktureinheit aus – die sogenannten Agglomerate. Diese werden durch Van-der-Waals Kräfte zusammengehalten und können beim Mischprozess wieder aufgebrochen werden.

Die flexible Prozessführung beim Furnace-Verfahren erlaubt es, durch gezielte (1) Änderung der Ölmenge, (2) Verweilzeit in der Reaktionszone, (3) Prozesstemperatur sowie durch (4) Zugabe von Kalium- oder Calciumsalzen, die Größe der Primärteilchen sowie deren Aggregatstruktur zu steuern. Dadurch wird es ermöglicht, Ruße mit unterschiedlichen Oberflächenaktivitäten herzustellen. Ist die Kautschuk-Füllstoff-Wechselwirkung energetisch günstiger als die Füllstoff-Füllstoff-Wechselwirkung, so wird der Füllstoff besser dispergiert und eine größere Grenzfläche zwischen Kautschuk und Füllstoff ausgebildet. Die Wechselwirkungen zwischen Füllstoff und Kautschuk werden durch die Oberflächenaktivität der Füllstoffe und durch den chemischen Aufbau der Kautschuke beeinflusst.

In [Abbildung 4.4](#) ist ein Primärrußteilchen mit den für die Aktivität relevanten Defektstellen ersichtlich. Diese Defektstellen weisen eine höhere Adsorptionsenergie auf, als jene der graphithaltigen geordneten Bereiche [\[163\]](#). Folglich tritt das Polymer mit Defektstellen bevorzugt in Wechsel-

Primärrußteilchen mit Defektstellen

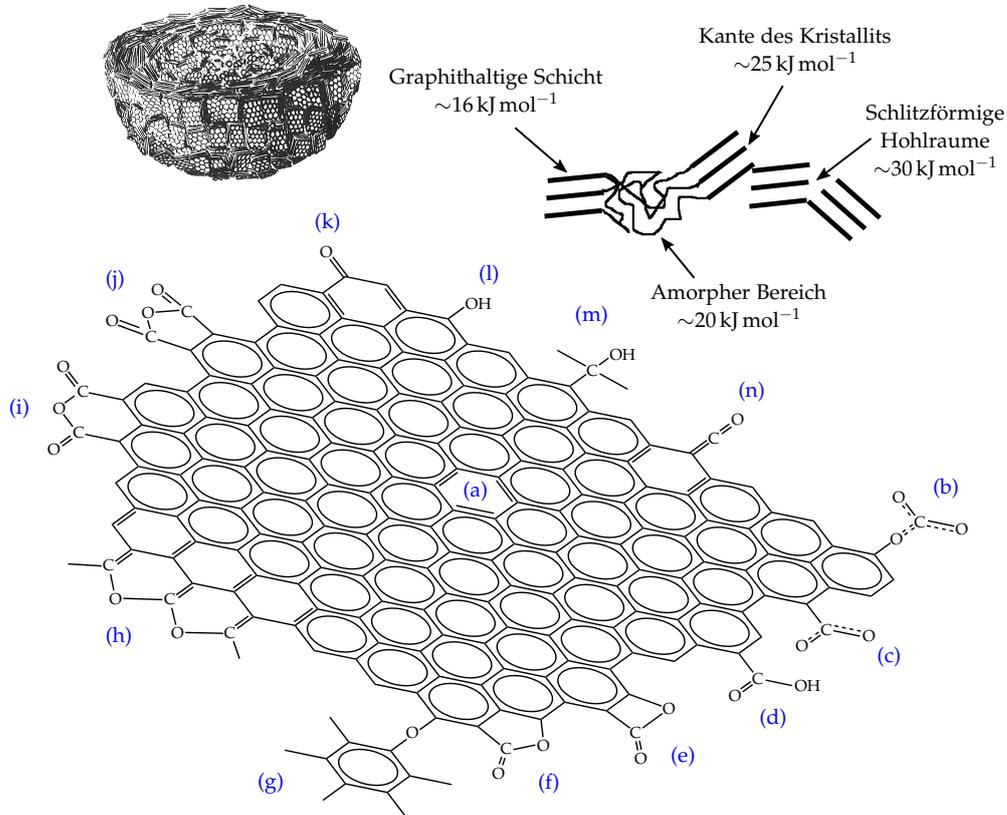


Abbildung 4.4: (links) Aufbau eines Primärrußteilchens mit Defektstellen [\[41\]](#), (rechts) Adsorptionsenergien an der graphithaltigen Schicht sowie an Defektstellen, in Anlehnung an [\[163\]](#), (unten) Funktionelle Gruppen eines Rußpartikels: (a) Aromatische Verbindung, (b) und (c) Carbonat, (d) Carbonsäure, (e) und (f) Lactone, (g) Etherbrücke, (h) zyklische Ether, (i) und (j) zyklische Anhydride, (k) Keton, (l) Phenol, (m) Alkohol, (n) Keten. In Anlehnung an [\[45\]](#).

wirkung, wobei diese Bereiche neben Carboxyl- und Hydroxy-Gruppen einen hohen Anteil polarer funktioneller Gruppen, wie z. B. Aldehyde, Lactone und Ketone aufweisen (siehe [Abbildung 4.4](#)). Jedoch ist es immer noch umstritten, ob die ausgeprägten Wechselwirkungen der Polymermoleküle mit den Rußaggregaten auf einen chemischen oder physikalischen Mechanismus zurückzuführen sind [\[55\]](#). Ghosh et al. [\[59\]](#) verwendeten Dicumylperoxid (DCP), um Fettsäure an funktionellen Gruppen des Rußes chemisch zu binden und dadurch die Verstärkungswirkung

zu erhöhen. Die Fettsäure dient dabei als flexible Verbindung zwischen Rußaggregat und Polymer. Dies wurde auch erreicht, allerdings reduzierte sich der bound rubber Gehalt (siehe [Abbildung 4.8](#), Seite 36), welcher maßgeblich für die Wechselwirkung zwischen Rußaggregat und Polymer verantwortlich ist, signifikant.

Mittels CO₂ oder Plasma ist es möglich, die Rußoberfläche zu aktivieren, um dadurch hydrophile Gruppen zu realisieren. Dies erhöht die Benetzbarkeit und dadurch die Wechselwirkung mit dem Polymer [5, 102, 138]. Ao et al. [5] konnten mittels CO₂-Aktivierung die spezifische Oberfläche um den Faktor 9 im Bezug auf den unmodifizierten Ruß N₃₃₀ – spezifische Oberfläche von 80 m² g⁻¹ – erhöhen. Trotz eines geringeren Rußanteils in der Polymermatrix konnten dadurch die mechanischen Eigenschaften signifikant verbessert werden. Bedingt durch die hohe Aktivität des Rußes reduzierten sich, ab einer Füllstoffzugabe von 30 phr, die mechanischen Eigenschaften allerdings signifikant, da es durch die hohe Aktivität nicht mehr möglich war, den Ruß in der Polymermatrix zu dispergieren. Die Füllstoff-Füllstoff Wechselwirkung war stärker, sodass eine Agglomeratbildung energetisch begünstigt war. Um die Verarbeitbarkeit von Kautschukmischungen sicherzustellen, ist es in der Industrie jedoch nicht üblich, Ruße mittels unterschiedlicher Methoden zu modifizieren.

4.1.2 *Kieselsäuren und Silikate*

Kieselsäuren und Silikate sind kolloide anorganische Füllstoffe mit spezifischen Oberflächen von 25 – 700 m² g⁻¹ und einer dem Ruß ähnlichen Morphologie. Diese aktiven Füllstoffe werden zur Herstellung von hellen Elastomerprodukten und aufgrund ihrer speziellen Eigenschaften auch als Ergänzung zur Rußpalette verwendet. Wie in [Tabelle 4.2](#), Seite 31 ersichtlich, werden unterschiedliche Verfahren und Rohstoffe zur Herstellung von Kieselsäuren und Silikaten herangezogen.

Für die kautschukverarbeitende Industrie sind allerdings nur synthetisch hergestellte Kieselsäuren und Silikate von Bedeutung, da (1) bergmännisch abgebaute Kieselerden nur geringe Verstärkungswirkungen aufweisen und (2) pyrogene Kieselsäuren schwer in Festkautschuke einmischbar sind. Aufgrund der hohen Fluidität und der geringen Schüttdichte werden pyrogene Kieselsäuren überwiegend zur Verstärkung in Silikonkautschuk eingesetzt [153]. Als Ausgangsrohstoff bei Fällungsverfahren zur Herstellung von Kieselsäuren bzw. Silikaten werden Alkalisilikatlösungen – vorzugsweise Natronwasserglas – eingesetzt. Wird Schwefelsäure für die Fällung verwendet, zeigen Kieselsäuren einen amorphen Aufbau.

Tabelle 4.2: Verfahren und Rohstoffe für die Herstellung von Kieselsäuren und Silikaten. In Anlehnung an [153].

	Rohstoffe	Produkte
Fällungs- verfahren	Wasserglas + Säure	Kieselsäure
	Wasserglas + Al ₂ (SO ₄) ₃	Aluminiumsilikat
	Wasserglas + CaCl ₂ + Säure	Calciumsilikat
Bergmännisch	Kieselerde, Kaolin, Talkum	Sillitin, Aluminium- und Magnesiumsilikat
Thermische Verfahren	SiCl ₄ + H ₂ + O ₂	Pyrogene Kieselsäure
	SiO ₂ + Na ₂ CO ₃ - CO ₂	Wasserglas

In Gleichung 4.2 ist die Reaktion von Natronwasserglas zu Siliciumdioxid und Natriumsulfat dargestellt.



Durch die zusätzliche Zugabe von Metallsalzen, wie z. B. CaCl₂ oder Al₂(SO₄)₃, werden Calcium- bzw. Aluminiumsilikate differierender Zusammensetzung erhalten [74]. Durch Variation der Fällungsbedingungen während der Reaktion – Elektrolytkonzentration, pH-Wert, Temperatur und Fälldauer – können die Eigenschaften gezielt gesteuert werden. Im Gegensatz zu Rußen, bei denen Struktur und Oberfläche in einem weiten Bereich unabhängig voneinander variierbar sind, ist dies bei Kieselsäuren nicht möglich [153]. Für die Herstellung von Elastomerprodukten werden allerdings nur Kieselsäuren mit einer spezifischen Oberfläche zwischen 50 und 230 m² g⁻¹ und Silikate zwischen 20 und 130 m² g⁻¹ eingesetzt [119].

Während des Fällungsprozesses entstehen, ähnlich wie bei der Rußherstellung, zunächst Primärteilchen, die danach Aggregate ausbilden. Jedoch haben diese Aggregate, aufgrund der funktionellen Gruppen an der Oberfläche und der daraus folgenden Wasserstoffbrückenbildung, eine hohe Tendenz zu agglomerieren. Wird Kieselsäure in Kautschukmischungen zur Verstärkung eingemischt, bilden sich ab dem Erreichen der Perkolationsschwelle sogenannte *Cluster* aus [160].

In Abbildung 4.5, Seite 32 ist der schematische Aufbau eines kugelförmigen Kieselsäure-Primärteilchens dargestellt. Dieses besteht aus einem amorphen Gerüst von Siliciumdioxid-Molekülen und reaktiven Gruppen an der Oberfläche. Für die Verstärkungswirkung sind Siloxanverbindungen und Hydroxylgruppen verantwortlich. Jedoch sind die reaktiven Gruppen unregelmäßig an der Oberfläche verteilt. Damit einhergehend ist die Grenzfläche teilweise polar und teilweise unpolar [122].

Die Füllstoff-Kautschuk und Füllstoff-Füllstoff Wechselwirkungen werden durch die Oberflächenenergie γ_O beschrieben. Diese setzt sich aus einem dispersiven (unspezifischen) Anteil γ_D und einem spezifischen (polaren) Anteil γ_{Sp} zusammen. γ_D beschreibt die Wechselwirkung des Füllstoffes mit unpolaren Stoffen und charakterisiert die Füllstoff-Wechselwirkung mit unpolaren Kautschuken. γ_{Sp} hingegen beschreibt die Füllstoff-Füllstoff Wechselwirkung. Bei Kieselsäuren ist der disperse Anteil der Oberflächenenergie niedriger als bei Rußen, der polare Anteil hingegen wesentlich höher. Der niedrige disperse Anteil repräsentiert eine geringere Kautschuk-Füllstoff Wechselwirkung, der hohe polare Anteil resultiert in ausgeprägten Füllstoff-Füllstoff Wechselwirkungen. Aufgrund der Oberflächenenergie und der Möglichkeit, Wasserstoffbrückenbindungen zwischen den einzelnen Aggregaten auszubilden, ist die Bildung von Kieselsäurenetzwerken in Kautschukmischungen wesentlich stärker ausgeprägt als im Vergleich zu rußgefüllten Kautschukmischungen (schwächere Van-der-Waals Wechselwirkungen) [153, 174, 178].

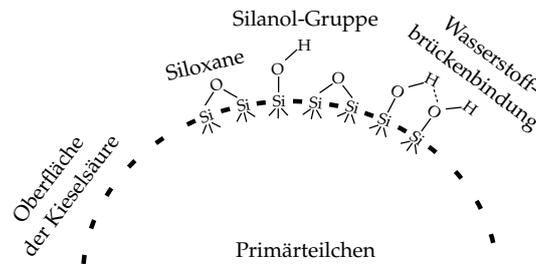


Abbildung 4.5: Funktionelle Gruppen an der Oberfläche eines Kieselsäure-Primärteilchens. In Anlehnung an [13].

Unbehandelte Kieselsäuren beeinflussen die Vernetzungsreaktion auf Schwefelbasis, sie verlängern die Inkubationszeit und reduzieren die Vernetzungsgeschwindigkeit. Es wird angenommen, dass die Silanolgruppen (Si-OH) die polaren Beschleuniger adsorbieren oder den ersten Schritt der Vernetzungsreaktion – den Aufbau polysulfidischer Bindungen – blockieren. Vernetzungsreaktionen auf Peroxidbasis – außer bei Verwendung von säureempfindlichen Peroxiden – werden im Allgemeinen durch unbehandelte Kieselsäuren nicht beeinträchtigt [153, 173]. Wird die Silanolgruppe durch eine chemische Reaktion blockiert – die sogenannte *Silanisierung* – steigt die Vernetzungsdichte erwartungsgemäß an. Des Weiteren wird durch Silanisierung von Kieselsäuren der polare Anteil der Oberflächenenergie signifikant reduziert und zeitgleich der disperse Anteil erhöht. Bei der Silanisierung werden Si-OH-Gruppen zu Siloxangruppen (Si-O-Si) umgewandelt. Daraus folgend sind silanisierte Kieselsäuren im Verhalten zu Rußen ähnlich. Pro Quadratnanometer befinden sich ungefähr fünf Silanolgruppen an der Oberfläche von Kieselsäuren [181].

Diese können chemisch mit Organosilanen umgesetzt werden, um dadurch (1) die vormalig hydrophile Kieselsäureoberfläche hydrophober zu gestalten, (2) die Wechselwirkung mit polaren Kautschuken signifikant zu verbessern, (3) die Wasserstoffbrückenbindung zu schwächen, um dadurch die ausgeprägte Tendenz zur Agglomeration zu reduzieren, (4) die beeinflussende Wirkung auf die Schwefelvulkanisation zu mindern und (5) die Produkteigenschaften zu verbessern. *Monofunktionelle Organosilane* werden beim Mischvorgang beigegeben, reagieren mit den Silanolgruppen und bewirken dadurch eine Hydrophobierung der Kieselsäureoberfläche. Einhergehend damit sinken die Mischungsviskosität sowie die Spannungswerte. Sind allerdings hohe Spannungswerte bei gleichbleibend geringen Mischungsviskositäten sowie eine geringe Hysterese gefordert, werden *bifunktionelle Organosilane* eingesetzt (siehe [Abbildung 4.6](#)).

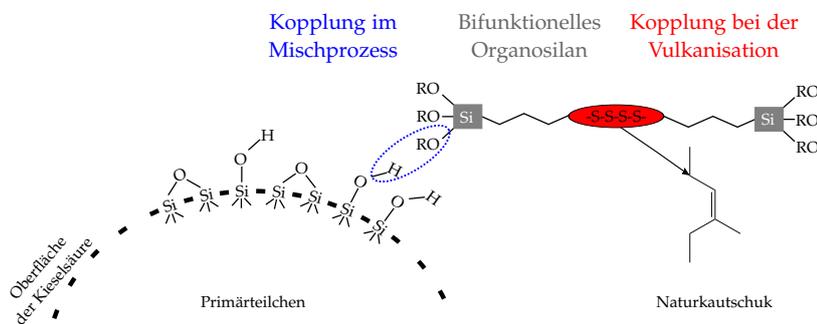


Abbildung 4.6: Schematische Darstellung der Silanisierungsreaktion unter Verwendung eines bifunktionellen Organosilans. Schritt 1: Kopplung des Organosilans an das Primärteilchen. Schritt 2: Kopplung der Tetrasulfidgruppe an das Polymer während der Vernetzungsreaktion. In Anlehnung an [13, 77].

Bifunktionelle Organosilane reagieren einerseits mit Kieselsäuren während des Mischvorganges und binden diese chemisch an sich. Andererseits enthalten diese vernetzungsreaktive Gruppen, um mit dem Kautschuk-Makromolekül während der Vernetzungsreaktion kovalente Bindungen auszubilden. Als ein wichtiger und oftmals verwendeter Vertreter dieser Gruppe sei Bis(triethoxysilylpropyl)tetrasulfid (TESPT) genannt. TESPT wird z. B. für Elastomerprodukte auf Dienkautschukbasis verwendet, welche dynamischen Beanspruchungen genügen müssen. Ein weiterer Einsatz von TESPT ist die Oberflächenmodifizierung von Metalleinlege-teilen [186]. Weitere mono- und bifunktionelle Organosilane und deren Einsatzzwecke sind in [Tabelle 4.3](#), Seite 34 zusammengefasst.

Tabelle 4.3: Mono- und bifunktionelle organische Silane und deren Anwendung.
In Anlehnung an [153].

Chemische Formel	Anwendung	Vernetzungssystem
Monofunktionelle Organosilane		
$(\text{EtO})_3\text{-Si-C}_3\text{H}_7$	Silanisierung von Kieselsäuren	
$(\text{EtO})_3\text{-Si-C}_8\text{H}_{17}$	Silanisierung von Kieselsäuren, Kaolin und Silikaten	
Bifunktionelle Organosilane		
$(\text{EtO})_3\text{-Si-(CH}_2)_3\text{Cl}$	Halogenhaltige Kautschuke (CR)	MgO- Thioharnstoff
$(\text{EtO})_3\text{-Si-CH=CH}_2$	EPDM, gesättigte Kautschuke	Peroxide
$(\text{EtO})_3\text{-Si-(CH}_2)_3\text{NH}_2$	EPDM, Dien- kautschuk	SBS ^a
$(\text{EtO})_3\text{-Si-(CH}_2)_3\text{SH}$	Dienkautschuk	SBS ^a
$[(\text{EtO})_3\text{-Si-(CH}_2)_3\text{S}_2]_2$	Dienkautschuk, dyn. beanspruchte Artikel	SBS ^a -poly- sulfidisch
$(\text{EtO})_3\text{-Si-(CH}_2)_3\text{SCN}$	Dienkautschuk, stat. beanspruchte Artikel	SBS ^a -mono- sulfidisch

^a Die Abkürzung SBS steht hier für Schwefel-Beschleuniger System

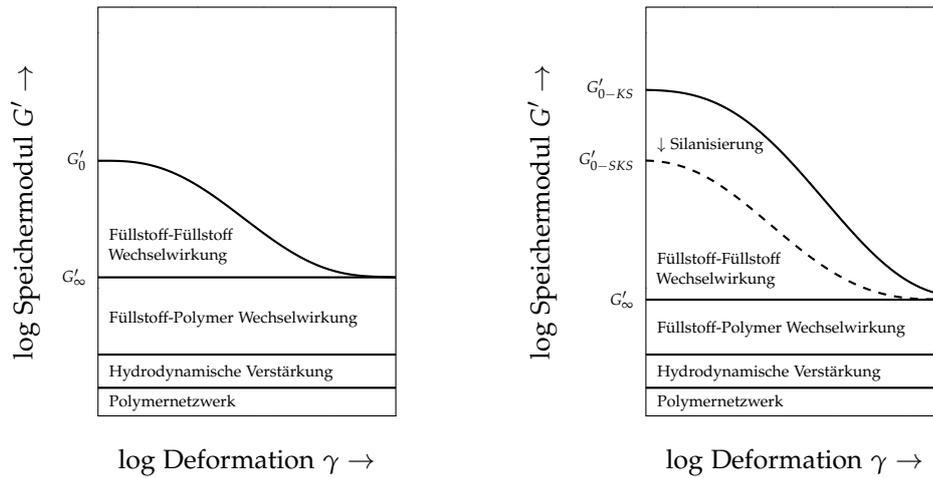
4.1.3 Theorie des „Payne-Effekts“

Verstärkende Füllstoffe wie Ruß, Silika, Kieselsäuren und silanisierte Kieselsäuren treten mit dem Kautschukpolymer in Wechselwirkung und verändern dadurch die viskoelastischen Eigenschaften. Allerdings kommt es ab einer bestimmten Füllstoffkonzentration in der Polymermatrix – der sogenannten Perkolationsschwelle – zu einem Wechsel des Verstärkungsmechanismus. Ab dieser Perkolationsschwelle ist der Abstand zwischen den Füllstoffaggregaten so gering, dass sich über Van-der-Waals Kräfte ausgeprägte dreidimensionale Füllstoffnetzwerke ausbilden [182]. Da die geforderten Eigenschaften an ein Elastomerprodukt überwiegend dynamischen Ursprungs sind, ist es von grundlegender Bedeutung, zu verstehen, wie sich hochgefüllte Systeme bei dynamischen Beanspruchun-

gen Verhalten. Waring [175] konnte in seinen Untersuchungen zeigen, dass mit steigender Amplitude der dynamische Modul abfällt. Er ordnete dieses Verhalten dem Zusammenbruch des Füllstoffnetzwerkes zu. Mit zeitgleich durchgeführten elektrischen Leitfähigkeitsmessungen konnte nachgewiesen werden, dass es sich dabei um keinen Temperatureffekt handelt. Diese signifikanten Änderungen des dynamischen Moduls konnten allerdings nicht für alle untersuchten Materialien bestätigt werden. Gui et al. [71] führten systematische Untersuchungen durch und zeigten, dass das nichtlineare Verhalten des dynamischen Moduls bei Verwendung von verstärkenden Füllstoffen am deutlichsten ist. Aufbauend auf diesen Erkenntnissen untersuchten Fletcher et al. [50] rußgefüllte Kautschuksysteme. Ein amplitudenunabhängiger Bereich des dynamischen Moduls wurde vermutet, konnte allerdings aufgrund des Messaufbaus nicht eindeutig bestätigt werden. Der amplitudenunabhängige Bereich des dynamischen Moduls konnte mit dem Versuchsaufbau von Payne [140, 141] nachgewiesen werden. Folgend beschrieb Payne den Verstärkungsmechanismus von aktiv gefüllten Kautschuksystemen mit dem nach ihm benannten *Payne-Effekt*.

Wie in [Abbildung 4.7](#), Seite 36 ersichtlich, setzt sich der dynamische Modul aus verformungsunabhängigen und verformungsabhängigen Komponenten zusammen. Zu diesen zählen: (1) das Polymernetzwerk, (2) hydrodynamische Verstärkung, (3) Füllstoff-Polymer Wechselwirkungen und (4) Füllstoff-Füllstoff Wechselwirkungen.

Der Verstärkungsbeitrag des *Polymernetzwerkes* hängt von der Art des Polymers, seiner Molmasse und, falls vernetzt, von der Vernetzungsdichte ab. Die *hydrodynamische Verstärkung* basiert auf einer Beanspruchungsüberhöhung, da eine nicht verformbare harte Phase (Füllstoff) sich in einer weichen verformbaren Phase (Polymer) befindet. Folglich ist die innere Beanspruchung der Polymermatrix höher als die extern aufgebrachte [54]. Diese Art der Verstärkung tritt sowohl bei inaktiven als auch bei aktiven Füllstoffen auf. Die große spezifische Oberfläche von nanoskaligen Füllstoffen einerseits und die räumliche Ausdehnung der Polymerketten andererseits führen dazu, dass ein Großteil der Polymerketten an der Füllstoffoberfläche adsorbiert werden kann – *Füllstoff-Polymer Wechselwirkung*. Sind Polymerketten mit einer linearen Ausdehnung von 100 nm mit jeweils einem Segment an dem Füllstoff mit einer spezifischen Oberfläche von $100 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ "befestigt", ergibt sich für ein Füllstoff-Polymer Masseverhältnis von 1 : 10 ein adsorbiertes Polymervolumen von ungefähr 1 cm^3 je g Polymermasse – was etwa dem gesamten spezifischen Volumen eines Polymers entspricht. An einer realen Füllstoffoberfläche wird eine einzige Polymerkette i. d. R. an mehreren Stellen adsorbiert sein. Diese Überschlagsrechnung soll jedoch den immobilisierenden Ef-



(a) Payne-Effekt von rußgefüllten Elastomeren. In Anlehnung an [141].

(b) Payne-Effekt von Kieselsäure (KS) und mit silanisierter Kieselsäure (SKS) gefüllten Elastomeren. In Anlehnung an [40, 182].

Abbildung 4.7: Schematische Darstellung des Payne-Effekts bei mit Ruß bzw. Kieselsäure verstärkten Elastomeren. Die Verstärkungswirkung durch die Füllstoff-Füllstoff bedingten Wechselwirkungen sind mit $G'_0(\gamma \rightarrow 0) - G'_\infty(\gamma \rightarrow \infty)$ gekennzeichnet.

fekt veranschaulichen, den ein aktiver Füllstoff auf einen großen Teil der Polymermatrix eines gefüllten Elastomers hat [118]. Die immobilisierten Polymerketten, welche direkt an die Füllstoffoberfläche gebunden sind, werden als "bound rubber" bezeichnet und sind für ein rußgefülltes Polymer in [Abbildung 4.8](#) dargestellt. Durch die Ausbildung eines

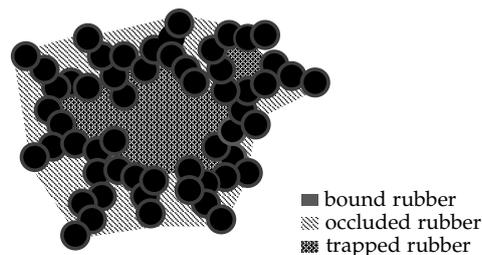


Abbildung 4.8: Schematische Darstellung eines Rußfüllstoffnetzwerkes. In Anlehnung an [110].

Füllstoffnetzwerkes wird ein gewisser Anteil an Polymeren innerhalb der Füllstoffaggregate eingeschlossen – als "trapped rubber" bezeichnet. Der Kautschukanteil, welcher die Hohlräume der mehr oder weniger stark verzweigten Aggregate ausfüllt, wird als "occluded rubber" bezeichnet. Diese gegen jegliche Verformung abgeschirmten Anteile erhöhen somit den effektiven Füllstoffgehalt, was zu einem verformungsunabhängigen

Beitrag zum dynamischen Modul führt. Die Wechselwirkung zwischen Füllstoff und Polymer kann sowohl auf physikalische (Van-der-Waals Kräfte) als auch auf chemische Verbindungen oder einer Kombination aus beiden Faktoren zurückgeführt werden. Im Falle von Kieselsäuren-Silan-Systemen wird diese Wechselwirkung durch chemische Verbindungen gebildet (wie in [Kapitel 4.1.2](#), Seite 30 beschrieben) [54].

Füllstoffnetzwerke bzw. *Füllstoff-Füllstoff Wechselwirkungen* beeinflussen wesentlich das dynamische Verhalten eines gefüllten Elastomers. Die infolge der Netzwerkbildung erreichte Steigerung des Speichermoduls G'_0 übersteigt die drei zuvor diskutierten Anteile an der Verstärkung mehrfach. G'_0 wird bei sehr geringen Deformationsamplituden $< 0,1\%$ gemessen und kann wichtige Aufschlüsse über die mikromechanischen Parameter des Füllstoff-Polymernetzwerks geben. Experimentell ist bei ähnlichen Füllstoffen und unabhängig vom Polymer ein Potenzgesetz zwischen dem Füllgrad Φ und Speichermodul G'_0 beobachtbar, wobei der Exponent ca. 3,5 beträgt [112, 118]. Wie in [Abbildung 4.7b](#), Seite 36 ersichtlich, führt eine Silanisierung von Kieselsäuren zu einer Reduktion des Payne-Effekts, da durch die Silanisierung die polare Oberflächenbeschaffenheit des Füllstoffes drastisch vermindert wird. Dies ist einerseits auf die verringerten Möglichkeiten Wasserstoffbrückenbindungen auszubilden und andererseits auf die verbesserte Dispergierbarkeit des nun wesentlich unpolaren Füllstoffs zurückzuführen.

Die wesentlichen Einflussfaktoren auf die Höhe der Verstärkungswirkung sind: (1) der Einsatz von aktiven oder inaktiven Füllstoffen, (2) der primäre Partikeldurchmesser des Rußes und die daraus resultierende Oberflächenaktivität, (3) die Struktur der Aggregate, (4) der Füllgrad, (5) die Oberflächenaktivität bei Kieselsäuren und (5) die Dispergierung und homogene Verteilung des Füllstoffes während des Mischvorganges der Kautschukmischung.

4.2 VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON KAUSCHUKMISCHUNGEN

Wie in [Tabelle 4.1](#), Seite 25 dargestellt, sind Kautschukmischungen *Vielstoffgemische* aus Polymeren, Füllstoffen, Weichmachern und verschiedenen Chemikalien um einerseits die Verarbeitung sicherzustellen und andererseits die geforderten Produkteigenschaften zu gewährleisten. Infolgedessen ist die Herstellung von Kautschukmischungen aus einer Vielzahl an Bestandteilen der erste und grundlegende Verfahrensschritt eines kautschukverarbeitenden Betriebes [153]. Schwankungen bei der Einwaage von Mischungsbestandteilen, eine differierende Prozessführung in Hinblick auf Temperaturführung bzw. Mischwirkung, Füllstoffinkorporations- und Dispersionsvorgänge sowie Lagerungseinflüsse nach der Produktion

von Kautschukmischungen bis zur Verarbeitung an Spritzgießmaschinen oder Extrusionsanlagen zählen zu den wichtigsten Störgrößen. Diese Störgrößen, auch als Chargenschwankung bezeichnet, wirken sich signifikant auf die Mischungscharakteristik wie z. B. die Viskosität aus und beeinflussen den Produktionsprozess in Hinblick auf die Temperaturführung sowie die geforderte Produktqualität maßgeblich. Um die Wichtigkeit des Mischprozesses besser nachvollziehen zu können, wird folgend auf diesen näher eingegangen.

Bei der Herstellung einer Kautschukmischung im Innenmischer wird zwischen drei Grundarten des Mischens unterschieden, welche parallel zueinander ablaufen. Diese Grundarten des Mischens beinhalten einen dispersiven, distributiven und laminaren Anteil und sind in [Abbildung 4.9](#) gegenübergestellt. Der Mischvorgang beginnt zunächst mit der Inkorporation

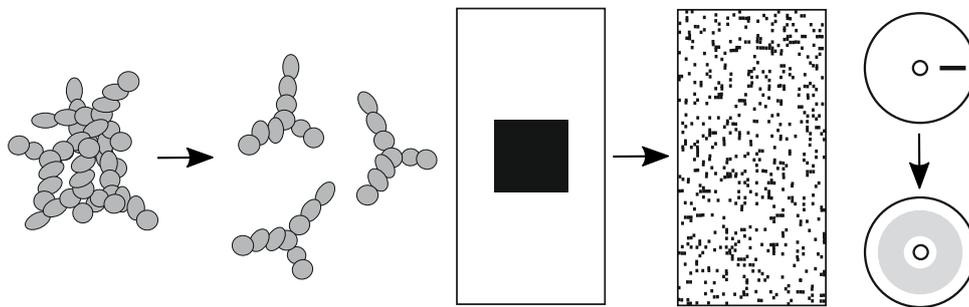


Abbildung 4.9: Grundarten des Mischens. (links) dispersives Mischen, (Mitte) distributives Mischen, (rechts) laminares Mischen. In Anlehnung an [153].

ration der Mischungsbestandteile, speziell des aktiven Füllstoffes, um eine Wechselwirkung mit dem Polymer zu erzielen (siehe [Abbildung 4.8](#), Seite 36). Dabei werden mit fortschreitendem Prozess und der damit einhergehenden Erhöhung der Mischungstemperatur durch den für das disperse Mischen benötigten Energieeintrag, die mit Luft gefüllten Hohlräume des Füllstoffes (abhängig von dessen Struktur) zunehmend durch das fließfähige Polymer ersetzt. Somit kommt es zur Ausbildung eines Füllstoff-Polymer Netzwerks, welches ausschlaggebend für die Materialeigenschaften ist. Das *dispersive Mischen* bezeichnet eine Reduzierung der Partikelgröße von Feststoffkomponenten (Füllstoffe oder unlösliche Additive wie z. B. Zinkoxid) durch Einbringen von Scher- und Dehnkräften während des Mischprozesses (siehe [Abbildung 4.9](#), links). In Bezug auf Füllstoffe bedeutet dispersives Mischen ein Aufbrechen der Agglomeratstruktur bzw. ein Überwinden von Bindungsenergien (in der Regel Van-der-Waals Kräfte bei Ruß und Wasserstoffbrückenbindungen bei Kieselsäuren) zwischen untereinander verbundenen Füllstoffaggregaten hin zu kleineren Partikelgrößen. Durch die Reduzierung der Partikelgröße

des Füllstoffs wird gleichzeitig die Grenzfläche zwischen aktivem Füllstoff und dem Polymer erhöht. Das *distributive Mischen* (siehe [Abbildung 4.9](#), Seite 38, Mitte) beschreibt hingegen die gleichmäßige Verteilung von löslichen Komponenten, wie z. B. Schwefel und dispergierten Feststoffpartikeln über dem Batchvolumen. Dies ist neben der Dispersion der Partikel ebenfalls mitentscheidend für das Erreichen der Mischungshomogenität. Mit diesem durch Platzwechselforgänge im Innenmischer initiierten Vorgang ist keine Änderung der Partikelgröße verknüpft.

Das *laminare Mischen* beschreibt die Deformation von viskoelastischen Substanzen im Strömungsfeld des Innenmischers (siehe [Abbildung 4.9](#), Seite 38, rechts). Betrachtet werden dazu vereinfacht zwei separat vorliegende fließfähige Komponenten mit einer gemeinsamen Grenzfläche, die während des Mischprozesses sowohl einer Dehn- als auch einer Scherbeanspruchung unterworfen sind. Durch die Deformation der Schichten kommt es zu einer Reduzierung der Dicke und des Abstandes der Schichten zueinander bei einer gleichzeitigen Vergrößerung der Oberfläche. Je größer die Deformation, desto geringer ist der Abstand zwischen den beiden Schichten und desto schwieriger ist es, die beiden Schichten optisch gegeneinander abzugrenzen. Eine Art "Mischeffekt" setzt ein. Im Gegensatz zum distributiven Mischen kommt es beim laminaren Mischen jedoch nicht zu einer direkten Vermischung von Komponenten, sondern lediglich zur Grenzflächenvergrößerung [111].

Die Vereinigung der Einzelkomponenten zur Mischung kann in der Regel nicht in einem Arbeitsgang erfolgen. Dies gilt insbesondere bei Mischungen für Produkte mit hohen Festigkeitskennwerten, die (1) den Einsatz feinteiliger Hochstrukturuße, (2) Naturkautschuk als Polymerbasis, welcher aufgrund seiner hohen Viskosität mastiziert werden muss, (3) das Verschneiden verschiedener Kautschuke bzw. (4) die Silanisierungsreaktion erforderlich machen. Da beim Einarbeiten und Dispergieren hochaktiver Füllstoffe leicht Temperaturen über 130 °C entstehen, müssen Vernetzungschemikalien gegebenenfalls in einem nachfolgenden Arbeitsgang, dem *Fertigmischprozess*, zugegeben werden. Neben dem Polymer und den Füllstoffen sind Weichmacher mengenmäßig die drittgrößte zugegebene Komponente. Weichmacher werden bei der Herstellung der *Grundmischung* zudosiert und dienen der Verbesserung der Verarbeitungs- und Vulkanisationseigenschaften sowie der Mischungsverbilligung. In erster Linie senken sie die Mischungsviskosität und erleichtern damit alle von Fließprozessen abhängigen Vorgänge beim Mischen, wie z. B. die Füllstoffinkorporation. Sie halten damit auch die Temperaturentwicklung in Grenzen. Auf der anderen Seite werden die übertragbaren Schub- und Zugspannungen gesenkt und damit die Füllstoffdispersion verschlechtert. Für den Mischprozess ist ihre Verträglichkeit mit den Polymeren bzw. Füll-

stoffen wichtig, wobei ganz allgemein gilt, dass polare Weichmacher mit polaren Zusatzstoffen und unpolare Weichmacher mit unpolaren Zusatzstoffen verträglich sind [153]. Weichmacher sind auf Mineralölbasis oder werden synthetisch hergestellt. Wichtige Vertreter von Esterweichmachern mit guten Allzweck-eigenschaften sind [Abbildung 4.10](#) zu entnehmen.

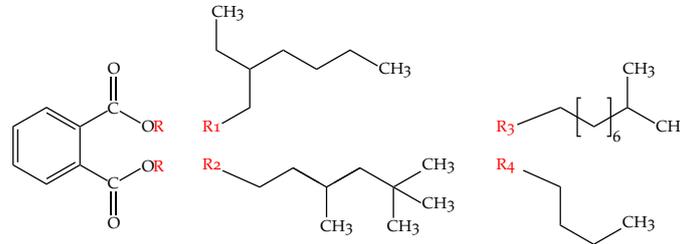


Abbildung 4.10: Wichtige Vertreter von Esterweichmachern mit guten Allzweck-eigenschaften. $R = R_1$: Dioctylphthalat, $R = R_2$: Diisononylphthalat, $R = R_3$: Diisodecylphthalat, $R = R_4$: Dibutylphthalat. In Anlehnung an [153].

Nach dem Mischvorgang fällt die Mischung meistens als zusammenhängender Klumpen aus dem Innenmischer auf ein Walzwerk und wird durch sogenannte "Batch-Off" bzw. "Streifenkühlanlagen" weiterverarbeitet. Das Walzwerk dient hier in erster Linie dazu, die Mischung zu kühlen und bietet die Möglichkeit durch ein Ausschneidewerk beliebig breite Kautschukstreifen herzustellen. Diese Streifen werden für die Weiterverarbeitung an Spritzgießmaschinen bzw. Extrusionsanlagen benötigt. Schwankungen in der Streifengeometrie haben signifikante Auswirkungen auf das Masse-temperaturprofil nach dem Dosiervorgang in der Einspritzkammer bzw. Schneckenvorraum [42].

4.3 VERNETZUNGSREAKTIONEN BEI KAUTSCHUKMISCHUNGEN

Mit der Erfindung der Vulkanisation von Naturkautschuk mit Schwefel durch *Charles Goodyear* [62] im Jahre 1839 bzw. deren praktischen Anwendung durch *Thomas Hancock* [75] im Jahre 1843, wurde ein neuer Werkstoff geschaffen, dessen einzigartigen Eigenschaften wesentlich zur Entwicklung der modernen Technik beigetragen haben [153].

Wenn Makromoleküle im Zustand der Entropie-Elastizität vorliegen, können diese bei äußerer Krafteinwirkung aneinander abgleiten. Ein solches Material fließt, es ist plastisch. Um das Abgleiten zu verhindern, müssen die Moleküle untereinander verknüpft werden. Dies wird durch eine chemische Vernetzungsreaktion erzielt, bei der ein weitmaschiges, dreidimensionales Netzwerk entsteht. Die Vulkanisationsreaktionen sind in erheblichen Maße von der Art der eingesetzten Vulkanisationschemika-

lien, dem angewandten Vulkanisationsprozess sowie von der Temperatur und Reaktionszeit abhängig. Die Anzahl der gebildeten Vernetzungsstellen – für Schwefelsysteme sind diese im Mittel ca. 30 bis 100 Monomeinheiten voneinander entfernt [153] – beeinflussen eine Vielzahl von technologischen Eigenschaften [61]. Die Veränderung der technologischen Eigenschaften in Abhängigkeit des Vernetzungsgrades wird in [Kapitel 7](#), Seite 73 näher erläutert.

4.3.1 Reaktionsarten

Die Vernetzung von Kautschukmischungen zu Elastomerprodukten mit Peroxiden ist nach der Schwefelvulkanisation die wichtigste Vernetzungsmethode. Neben diesen genannten Methoden gibt es weitere Möglichkeiten, die Vernetzungsreaktion durchzuführen, wobei diese in der vorliegenden Arbeit nur eingeführt, aber nicht näher beschrieben werden. Zu diesen zählen: (1) Vernetzung mit reaktiven Harzen, (2) Vernetzung mit Chinondioxim-Verbindungen, (3) Vernetzung mit Isocyanaten, (4) Vernetzungssysteme für Kautschuke mit aktiven Halogenatomen sowie (5) Strahlenvernetzung [153]. Schwefel- sowie Peroxidvernetzung sind die im Spritzgießprozess am häufigsten eingesetzten Vulkanisationssysteme und werden in Folge näher erläutert.

4.3.1.1 Schwefelvernetzung

Das wichtigste Vernetzungsmittel für Dienkautschuke ist nach wie vor Schwefel. Voraussetzung für die Schwefelvernetzung ist, dass der Kautschuk entweder in der Hauptkette – sogenannte Dienkautschuke – oder in der Seitenkette Doppelbindungen aufweist. Ein großer Vorteil der Schwefelvulkanisation ist im Vergleich zur Vernetzung mittels Peroxiden, dass die Vernetzungsreaktion unempfindlich gegen die meisten Mischungsbestandteile sowie Wasser und Sauerstoff ist. Allerdings wirken basische Bestandteile beschleunigend, saure Bestandteile verzögernd. Für das Erreichen bestimmter mechanischer, chemischer und dynamischer Eigenschaften, aber auch um die Vernetzungsreaktion rascher durchzuführen, ist die Verwendung von Beschleunigern und Aktivatoren unerlässlich. Die Schwefelvulkanisation ohne Beschleuniger ist wegen der damit verbundenen Nachteile (lange Reaktionszeiten, schlechtes Alterungsverhalten) nur mehr von wissenschaftlichem Interesse, um die bis dato noch nicht vollständig geklärten Vorgänge und auftretenden Phänomene während der Reaktion zu klären [153].

Die Schwefelmenge, welche üblicherweise elementar in Form von S₈-Ringern vorliegt, beeinflusst die Anzahl der Vernetzungsstellen – die so-

genannte Vernetzungsdichte – maßgeblich. Die Dissoziationsenergie der Ringöffnung beträgt 226 kJ mol^{-1} . Dies erklärt die hohe Reaktionsträgheit der unbeschleunigten Schwefelreaktion. Die Öffnung des S_8 -Ringes lässt sich durch polare organische Verbindungen – die sogenannten Beschleuniger – aktivieren. Als Beschleuniger eignen sich organische Stickstoffverbindungen, die sich von Anilin, Harnstoff oder Thioharnstoff ableiten. Kombinationen verschiedener Beschleuniger werden zur Optimierung der Systeme in Hinblick auf die unterschiedlichen Verarbeitungsprozesse herangezogen. Eine Übersicht über einige Substanzklassen von Beschleunigern ist [Abbildung 4.11](#) zu entnehmen.

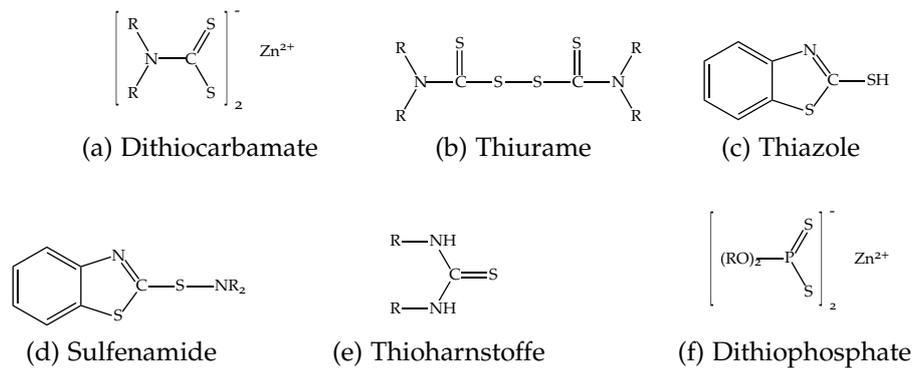


Abbildung 4.11: Übersicht der wichtigsten Beschleunigerklassen für die Schwefelvulkanisation. In Anlehnung an [153].

Morrison und Porter [128] haben die wichtigsten Schritte der Schwefel-Beschleuniger-Reaktionen, wie in [Abbildung 4.12](#) dargestellt, schematisch zusammengefasst. Nach diesem Schema bildet sich vor Beginn der Ver-

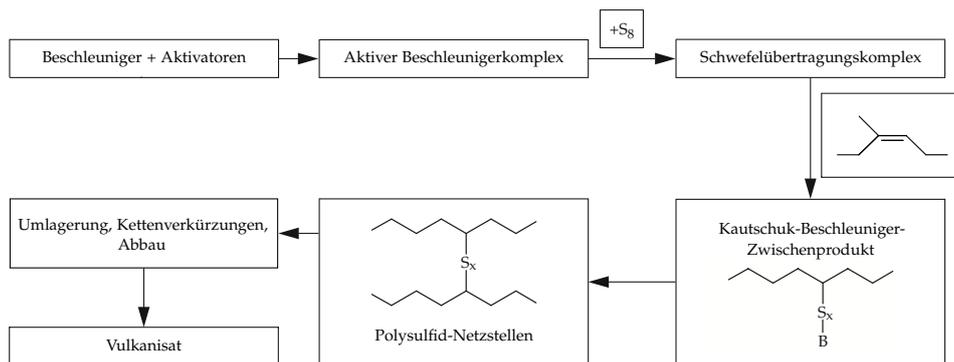


Abbildung 4.12: Schematische Darstellung des Reaktionsablaufes der Schwefel (S)-Beschleuniger (B)-Reaktionen mit Dienkautschuken. In Anlehnung an [128, 153].

netzung ein aktiver Beschleuniger-Komplex, der die Dauer der Induktionsperiode bestimmt. Eingehend untersucht wurde die Reaktion des Systems Schwefel-Mercaptobenzothiazol-Zinkoxid mit Naturkautschuk [26–28, 103]. Gesichert ist, dass in Gegenwart von Zinkionen Komplexe gebildet werden, die im Kautschuk löslich sind und die in [Abbildung 4.13](#) dargestellte Struktur haben [113, 120, 153]. Der Beschleunigerkomplex reagiert mit

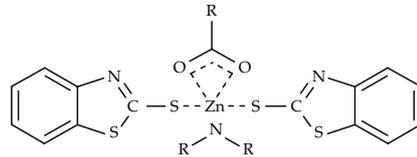


Abbildung 4.13: Mercaptobenzthiazyl (MBT)-Zinkionen-Komplex mit Amine- und Fettsäurenliganden. In Anlehnung an [153].

Schwefel (S_8) und bildet den aktiven Schwefel-Übertragungskomplex. Die Liganden (L) an dem dargestellten Komplex sind Fettsäuren und Amine. Danach erfolgt die Schwefelübertragung an den Kautschuk und die Vernetzung (siehe [Abbildung 4.14](#)). Es werden letztendlich Disulfid-Brücken zwischen Allyl-Kohlenstoffatomen von Kautschukmolekülen gebildet. Neben diesem vereinfachten Reaktionsablauf finden noch eine

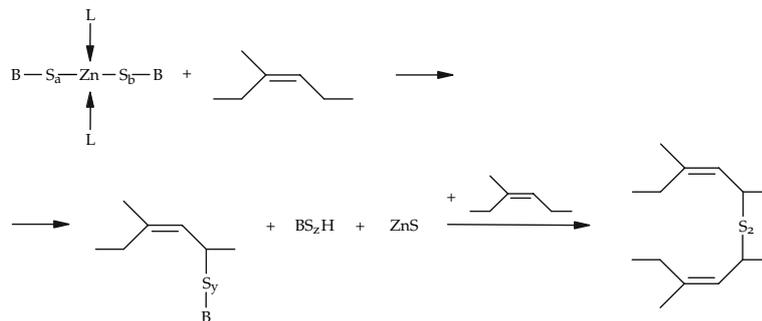


Abbildung 4.14: Reaktionen des Schwefel-Beschleuniger-Zinkionen-Komplexes mit Allylwasserstoffatomen von Naturkautschuk und Bildung einer Schwefelvernetzungsstelle. In Anlehnung an [153].

Reihe von Folge- und Parallelreaktionen statt. Diese Reaktionen haben unterschiedliche Aktivierungsenergien und können daher abhängig von der jeweiligen Temperatur und Reaktionszeit unterschiedliche Reaktionsprodukte ergeben. Die Induktionszeit ist von der Bildungsgeschwindigkeit des aktiven Beschleuniger-Komplexes abhängig. Basen (Amine) verkürzen die Scorch-Zeit und erhöhen die Vernetzungsgeschwindigkeit. Sie aktivieren als Liganden die Bildungsgeschwindigkeit und Reaktivität des Beschleuniger-Komplexes. Säuren inhibieren die Komplexbildung und verzögern die Reaktion [153].

4.3.1.2 Peroxidvernetzung

Dicumylperoxide wurden erstmals 1915 zur Vernetzung von Naturkautschuk eingesetzt. Jedoch hatte diese Art der Vernetzung gravierende Nachteile gegenüber der Schwefelvernetzung. Erst durch die Entwicklung gesättigter Kautschuke wurde die Vernetzung mit Peroxiden wieder aktuell und ist derzeit nach der Schwefelvulkanisation die wichtigste Vernetzungsmethode. Die Effizienz kann durch Verwendung radikalübertragender Substanzen – sogenannte *Coagentien* – wesentlich verbessert werden. Bei der Verarbeitung – welche unter Luftausschluss zu erfolgen hat – weisen sie den Nachteil eines ungünstigen Verarbeitungsfensters auf. Peroxidvernetzte Elastomere haben im Vergleich zu schwefelvernetzten Elastomeren eine bessere Wärmebeständigkeit und einen niedrigen Verformungsrest. Schlechter sind allerdings die Werte hinsichtlich der Reiß- und Weiterreißfestigkeit. Der Ablauf der peroxidischen Vernetzungsreaktion gliedert sich in (1) Initiierung, (2) Radikalübertragung, (3) Vernetzung und (4) Abbruchreaktionen [153]. Die einzelnen Schritte werden in Folge erläutert und sind, wenn nicht explizit angegeben, auszugsweise aus [153] übernommen.

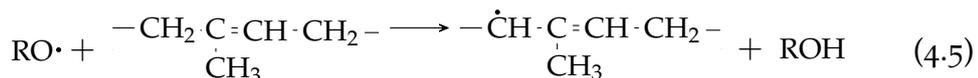
1. Initiierung

Initiiert wird die Reaktion durch den thermischen Zerfall des Peroxides, welches zur Bildung von zwei Radikalen führt (siehe [Gleichung 4.3](#)). Dieser Schritt ist für die gesamte Reaktion geschwindigkeitsbestimmend.



2. Radikalübertragung

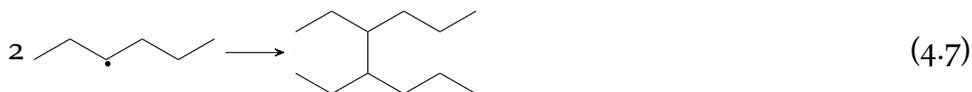
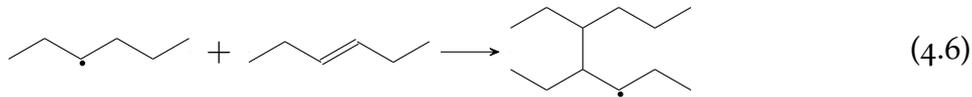
Die Radikalübertragung an das Makromolekül kann entweder durch Addition des Radikals an die Doppelbindung ([Gleichung 4.4](#)) oder durch Abstraktion eines Wasserstoffatoms ([Gleichung 4.5](#)) erfolgen. Bei Dienkautschuken erfolgt die Abstraktion entsprechend der Stabilität der C-H-Bindung an einer Allyl-Position bevorzugt.



3. Vernetzung

Die Vernetzung erfolgt nur durch die bimolekularen Reaktionen [Gleichung 4.6](#) und [Gleichung 4.7](#), die im Wettbewerb mit den Abbruchreaktionen (siehe [Punkt 4](#), Seite [46](#)) stehen. Welche dieser Reaktionen

vorzugsweise ablaufen, wird von der Radikalkonzentration, der Resonanzstabilität und von sterischen Faktoren bestimmt. Vernetzung findet statt, wenn allylische oder sekundäre Kohlenwasserstoffradikale gebildet werden. Entstehen dagegen tertiäre Kohlenstoffradikale, wie das bei Vorliegen von Propylensequenzen der Fall ist, kommt es zu der in [Gleichung 4.8](#) dargestellten Kettenspaltung.



Die Vernetzungsausbeute ist vom chemischen Aufbau des Kautschuks abhängig und kann signifikant unterschiedlich sein. Bei Naturkautschuk kommt es zur Wasserstoffabstraktion und zur Bildung stabiler Allyl-Strukturen. Die Vernetzung erfolgt bevorzugt nach [Gleichung 4.6](#), wobei die Vernetzungsausbeute – Verhältnis Peroxid zu Vernetzungsstellen – bei etwa eins liegt [170]. Bei SBR und BR liegt die Vernetzungsausbeute wesentlich höher, insbesondere wenn seitenständige Vinylgruppen vorhanden sind [85]. Die Vernetzung von Polybutadien erfolgt überwiegend durch Addition der Polymerradikale an die Doppelbindung ([Gleichung 4.6](#)). Durch Zusatz mehrfach ungesättigter organischer Verbindungen (Coagenzien) können die durch thermische Spaltung entstandenen Polymerradikale stabilisiert werden. Dadurch werden die vernetzungsinaktiven Reaktionen (siehe [Punkt 4](#)) zurückgedrängt und die Vernetzungsausbeute somit erhöht. Als Beispiele für Coagenzien seien an dieser Stelle Triallylcyanurat (TAC) und Ethylenglycoldimethacrylat (EDMA) genannt (siehe [Abbildung 4.15](#)).

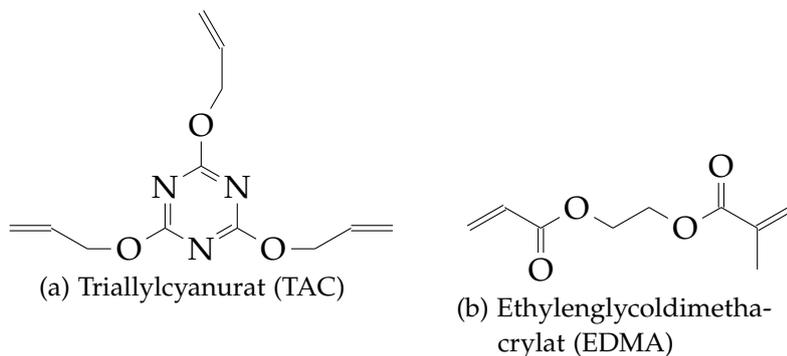
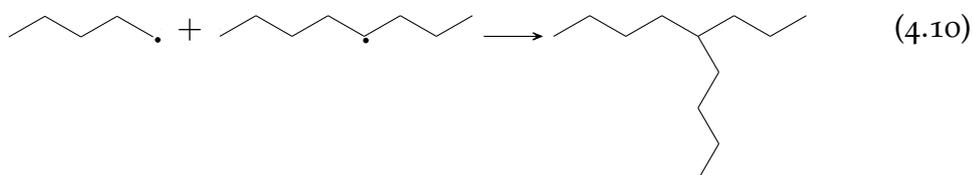
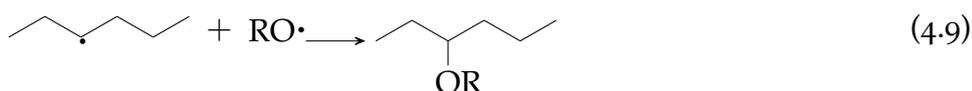
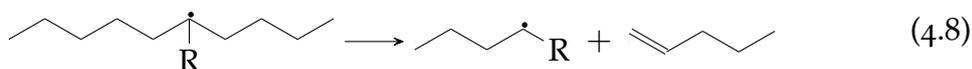


Abbildung 4.15: Ungesättigte organische Verbindungen zur Stabilisierung und Erhöhung der Ausbeute bei der Peroxidvernetzung.

4. Abbruchreaktionen

Die Abbruchreaktionen konkurrieren mit den Vernetzungsreaktionen, wobei Kettenspaltung ([Gleichung 4.8](#)), Kombination von Radikalen ([Gleichung 4.9](#)), Seitenkettenbildung ([Gleichung 4.10](#)) oder Zyklisierung ([Gleichung 4.11](#)) auftreten können.



4.3.2 Reaktionskinetik

Das Vernetzungsverhalten bzw. der zeitliche Reaktionsverlauf kann durch Auswertung der exothermen Reaktionsenergie – ermittelt anhand Differential Scanning Calorimeter (DSC) Untersuchungen – sowie mit dem Rubber Process Analyzer (RPA) bestimmt werden. Letztgenannte ist die gebräuchlichste und schnellste Prüfmethode zur Detektion der Vernetzungscharakteristik. Dabei wird auf eine Probe eine oszillierende Auslenkung aufgebracht und die dabei übertragene Schubkraft F_S in Phase mit der Auslenkung ausgewertet. Die übertragene Schubkraft wird als proportional zur fortschreitenden Vernetzungsreaktion betrachtet und ist in [Abbildung 4.16](#), Seite 47 schematisch dargestellt. Der Verlauf der Vernetzungsisothermen kann in (1) Inkubationsphase, (2) Vernetzungsphase und (3) Folgereaktionen unterteilt werden.

1. Inkubationsphase

Bei nahezu allen Vernetzungssystemen beginnt die Vernetzungsreaktion nicht sprunghaft, sondern setzt zeitverzögert ein. Die Zeit bis zum Beginn der Vernetzungsreaktion wird als Inkubationszeit t_i bezeichnet und

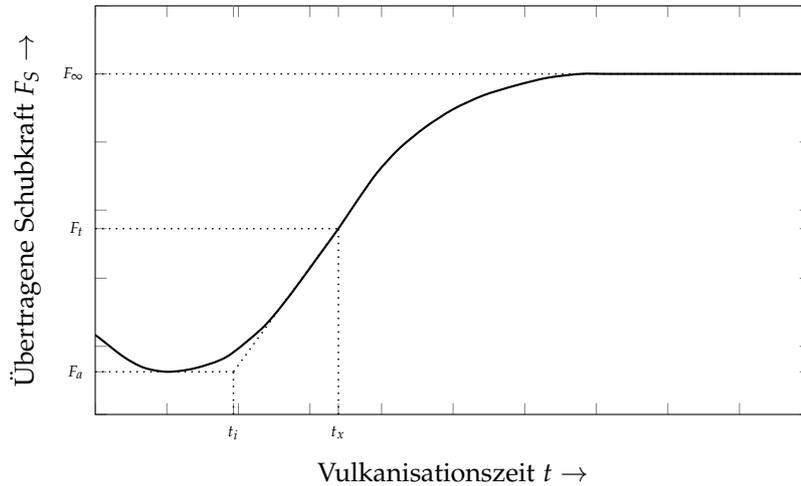


Abbildung 4.16: Schematischer Verlauf der Vernetzungsisothermen einer Kautschukmischung ohne Reversion. In Anlehnung an ISO 6502 [90].

umfasst sowohl gerätebedingte Aufheizvorgänge als auch vorgelagerte chemische Reaktionen, wie z. B. die Komplexbildung bei der Schwefelvulkanisation [153]. Die Inkubationszeit darf sowohl bei der Mischungsherstellung als auch während der formgebenden Prozesse nicht überschritten werden. Wird die Inkubationszeit während der Mischungsherstellung bereits zu einem Großteil abgebaut, kann es folgend zu einem frühzeitigen Anvernetzen der Mischung während des Verarbeitungsprozesses, wie z. B. während des Einspritzvorganges in die Kavität, kommen. Fehlerhafte Formteile wären die Folge. Die Inkubationszeit t_i ist signifikant von der Temperatur T abhängig und mittels Arrhenius-Ansatz beschreibbar (Gleichung 4.12).

$$t_i(T) = t_{i0} e^{\frac{E_A}{R_G} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right)}, \quad (4.12)$$

mit der Inkubationszeit t_{i0} bei Referenztemperatur T_0 , der Aktivierungsenergie E_A und der universellen Gaskonstante R_G . Der zeitliche Verlauf der Inkubationsphase bzw. der Abbau der Inkubationszeit ist als Scorch-Index S definiert (Gleichung 4.13). Dieser Index ist auf Werte zwischen "Null" und "Eins" normiert, wobei ein Wert von $S = 1$ bedeutet, dass die Inkubationszeit vollständig abgebaut ist und die Bildung von Netzwerkstellen startet.

$$S(T) = \int_t \frac{1}{t_i(T)} dt \quad (4.13)$$

2. Vernetzungsphase

Wie in [Abbildung 4.16](#), Seite 47 ersichtlich, steigt die übertragene Schubkraft F_S nach dem Durchlauf der Minimalkraft F_a und ab einem Scorch-Index von $S = 1$ überproportional an. In dieser Phase werden die Netzwerkbrücken zwischen den Makromolekülen ausgebildet – die viskose Kautschukmischung erhält die typischen elastischen Eigenschaften eines elastomeren Produktes. Dabei nimmt die Konzentration c des Vernetzungsmediums kontinuierlich ab. Dies äußert sich in einer Plateaubildung mit der maximal möglichen übertragbaren Schubkraft F_∞ . Allerdings tritt ein Plateau nur bei Mischungen auf, wenn keine konkurrierenden Reaktionen bzw. thermischer Abbau stattfindet (siehe [Punkt 3](#), Seite 49). Aus dem Verlauf der Vernetzungsisothermen und der Annahme der Proportionalität zwischen der übertragenen Schubkraft und dem Vernetzungsgrad ist die Umsatzvariable X folgend definiert:

$$X = \frac{c_t}{c_\infty} = \frac{F_t - F_a}{F_\infty - F_a}, \quad (4.14)$$

mit der Vernetzungsdichte c_t zur Zeit t , der maximal erreichbaren Vernetzungsdichte c_∞ sowie die übertragene Schubkraft F_t zur Zeit t . Das überwiegend Verwendung findende Modell zur empirischen Beschreibung des Vernetzungsgrades ist jenes von Isayev et al. [[96](#), [97](#)] vereinfachte Modell von Kamal et al. [[101](#)], welches unter dem Namen *Deng-Isayev Modell* bekannt ist ([Gleichung 4.15](#)).

$$X = \frac{K(T)t^n}{1 + K(T)t^n}, \quad (4.15)$$

mit der Zeit t und der Reaktionsordnung n . Wie in [Gleichung 4.16](#) ersichtlich, ist die Reaktionsgeschwindigkeit K exponentiell von der Temperatur T abhängig und anhand des Arrhenius-Ansatzes beschreibbar.

$$K(T) = K_0 e^{-\frac{E_A}{R_G} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right)}, \quad (4.16)$$

mit der Reaktionsgeschwindigkeit K_0 und der Referenztemperatur T_0 . Aus der mathematischen Beschreibung der Reaktionsgeschwindigkeit K folgen essentielle Erkenntnisse für die Praxis. Bei einer angenommenen mittleren Aktivierungsenergie von $E_A = 107 \text{ kJ mol}^{-1}$, einer Temperaturerhöhung von $\Delta T = 10 \text{ K}$ ausgehend von einer Referenztemperatur T_0 von 170 °C folgt eine Erhöhung der Reaktionsgeschwindigkeit K um dem Faktor 1,9. Dementsprechend ist nahezu von einer Halbierung der erforderlichen Vernetzungszeit auszugehen. Ferner sei an dieser Stelle noch erwähnt, dass durch den in [Gleichung 4.16](#) dargestellten Zusammenhang

die Massetemperatur der dosierten Kautschukmischung von grundlegender Bedeutung ist, da dadurch alle nachfolgenden Prozessschritte beeinflusst werden. Dies soll die Wichtigkeit des in [Kapitel 1.2.4](#), Seite 7, definierten Ziels *Prozessmodell zur Vorhersage der Kautschukmasse-temperatur während des Dosiervorgangs* unterstreichen.

3. Folgereaktionen

In Abhängigkeit des verwendeten Vernetzungssystems und Kautschuks kann es jedoch zur Ausbildung eines Maximums oder zu einem kontinuierlichen Anstieg der Vernetzungsisothermen kommen – des sogenannten *marching modulus*. Zeigt sich ein Maximum mit anschließendem Abfall des Kurvenverlaufs, findet zeitgleich zur Vernetzungsreaktion ein Abbau des Netzwerkes statt, welche als *Reversion* bezeichnet und insbesondere bei Naturkautschuk beobachtet wird.

Im folgenden Kapitel werden jene Messmethoden vorgestellt, die benötigt werden, um den erforderlichen Materialdatensatz ermitteln zu können. Dieser dient für die mathematisch-physikalische Berechnung der Masstemperatur mit dem Prozessmodell.

5.1 RHEOLOGISCHES VERHALTEN VON KAUSCHUKMISCHUNGEN

Wie bereits in [Kapitel 4.1.3](#), Seite 34 vorgestellt, beeinflusst der Payne-Effekt nicht nur das dynamische Verhalten von vernetzten Elastomeren, sondern maßgeblich die rheologischen Eigenschaften der Kautschukmischung. In Abhängigkeit (1) des Polymers, (2) des Füllstoffes (aktiv und/oder passiv), (3) der Füllstoffmenge und -dispersion, (4) der Lagerdauer (speziell Kieselsäure-gefüllte Kautschukmischungen bilden starke Füllstoffnetzwerke aus) sowie (5) der Belastungshöhe und -art, ist das verstärkende Füllstoff-Füllstoff Netzwerk unterschiedlich ausgeprägt. Folglich müssen die erwähnten Einflüsse auf das rheologische Verhalten während der Verarbeitungsprozesse in den jeweiligen Messverfahren mitberücksichtigt werden. Die Anforderungen an ein Messverfahren zur Ermittlung der Scherviskosität sind daher dem im eigentlichen Verarbeitungsprozess auftretenden Belastungsbereich (Scherrate bzw. Schergeschwindigkeit) anzupassen sowie die Messung mit einer der Verarbeitung sehr ähnlichen Materialbeanspruchung – wie z. B. entsprechender Belastungsvorgeschichte im Dosierprozess – durchzuführen [47]. [Abbildung 5.1](#), Seite 52 veranschaulicht den Effekt unterschiedlicher Füllgrade auf die Viskosität einer mit Ruß beladenen Polystyrolschmelze. Mit steigendem Volumenanteil an Ruß wird ein Newtonsches Plateau im Bereich der Nullviskosität unterdrückt und die Viskosität zu höheren Werten verschoben. Musialek [131] sowie Geiger et al. [58] führten Viskositätsmessungen an unterschiedlichen Polymeren mit einer Variation der Füllstoffart sowie des Füllstoffanteils durch und begründeten den Anstieg der Viskosität anhand des dreidimensionalen Füllstoffnetzwerkes, welches die Polymerschmelze immobilisiert und damit die Scherviskosität erhöht. Der Anstieg der Viskosität in Abhängigkeit des Füllstoffanteils ist im Bereich hoher Scherraten geringer, da die ausgeübten Schubspannungen groß genug sind, um die interpartikulär auftretenden Kräfte zu überwinden. Kautschukmischungen verhalten sich bei Aufbringung einer äußeren Belastung viskos und elastisch, ösie

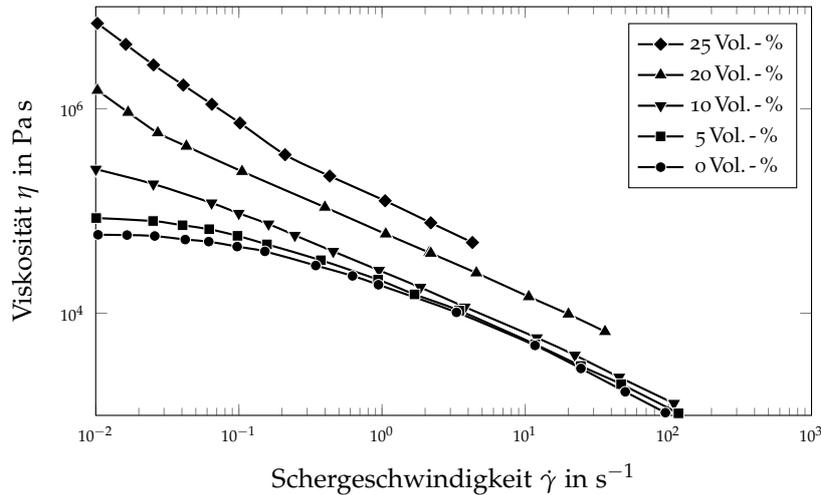


Abbildung 5.1: Einfluss des Rußgehalts auf die Viskosität einer Polystyrolschmelze. In Anlehnung an [116].

zeigen viskoelastisches Materialverhalten. Um die Strömungsvorgänge dieser Materialien wissenschaftlich exakt beschreiben zu können, sind viskoelastische Materialmodelle wie z. B. das K-BKZ Modell [124] erforderlich. Mitsoulis et al. [125] konnten unter Verwendung des K-BKZ Modells den Druckverbrauch, der durch die Einlaufströmung in eine Kapillare auftritt, exakt simulieren. Allerdings erfordert dieser Ansatz die Charakterisierung des Materialverhaltens über mindestens sechs Relaxationszeiten. Stieger et al. [167] zeigten die Komplexität der Ermittlung der erforderlichen Relaxationszeiten für eine im industriellen Maßstab hergestellte hydrierte Acrylnitrilbutadien-Kautschuk (HNBR) Mischung. Neben diesen Herausforderungen kommen noch numerische hinzu. Infolge der Komplexität ist das K-BKZ Modell bis heute in noch keiner Kautschukspritzgieß-Simulationssoftware implementiert und wird demnach in dieser Arbeit nicht verwendet.

Um den für die Dosierphase erforderlichen Schergeschwindigkeitsbereich abdecken zu können, werden in dieser Arbeit die nachfolgenden Messmethoden eingesetzt und im Detail beschrieben.

5.1.1 Rubber Prozess Analyzer (RPA)

Der Rubber Prozess Analyzer ist ein dynamisch-mechanisches Prüfgerät, das mit dem Ziel entwickelt wurde, die Eigenschaften von Kautschukmischungen vor, während und nach der Vulkanisation zu charakterisieren. In [Abbildung 5.2](#), Seite 53 ist schematisch die Prüfkammer eines typischen Schwingungsrheometers für die Analyse von Kautschukmischungen dargestellt. Der Schnitt durch die Prüfkammer zeigt, dass der Prüfkörper

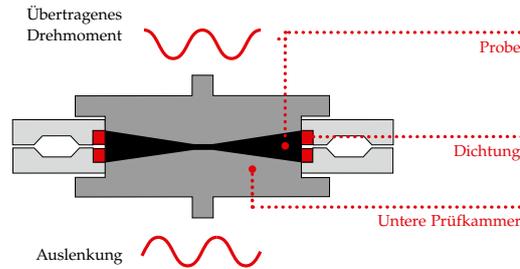


Abbildung 5.2: Schematische Darstellung der Prüfkammer eines typischen Schwingungsrheometers für die Charakterisierung von Kautschukmischungen. In Anlehnung an [132].

bikonisch mit einem Öffnungswinkel von $\beta \sim 3,58^\circ$ [1] ausgeführt ist. Dadurch ergibt sich im Inneren der zu vermessenden Kautschukmischung eine annähernd homogene Verteilung der Scherdeformation. Als Reaktion auf die Deformation γ mit der Kreisfrequenz ω (Gleichung 5.1), welche durch die untere Hälfte der Prüfkammer in die zu untersuchende Probe eingebracht wird, stellt sich eine ebenfalls oszillierende Schubspannung ein, die für kleine Scheramplituden γ_0 proportional zur Deformation γ ist. Im Gegensatz zu einem stationären Scherversuch am Hochdruck-Kapillarrheometer ist das dreidimensionale Füllstoffnetzwerk von der Messung kaum beeinflusst und liefert somit einen wesentlichen Beitrag zum Messergebnis [142].

$$\gamma(t) = \gamma_0 \sin \omega t \quad (5.1)$$

Von der oberen Hälfte der Prüfkammer wird die übertragene Schubkraft F_S bzw. das übertragene Drehmoment S^* detektiert und daraus ein elastischer S' und ein viskoser Anteil S'' berechnet. Diese Informationen sowie der Gerätefaktor k werden herangezogen, um den Speichermodul G' (Gleichung 5.2) und Verlustmodul G'' (Gleichung 5.3) zu bestimmen [134].

$$G' = \frac{kS'}{\gamma} \quad (5.2)$$

$$G'' = \frac{kS''}{\gamma} \quad (5.3)$$

Definiert ist der Phasenwinkel¹ δ bzw. der Verlustfaktor $\tan(\delta)$ mit Gleichung 5.4.

$$\tan \delta = \frac{S''}{S'} = \frac{G''}{G'} \quad (5.4)$$

¹ Auch als Verlustwinkel bezeichnet.

Die komplexe Viskosität η^* wird anhand von [Gleichung 5.5](#), unter Verwendung des Realteils η' ([Gleichung 5.6](#)) und Imaginärteil η'' ([Gleichung 5.7](#)) der Viskosität, berechnet.

$$\eta^* = \sqrt{\eta'^2 + \eta''^2} \quad (5.5)$$

$$\eta' = \frac{G'}{\omega} \quad (5.6)$$

$$\eta'' = \frac{G''}{\omega} \quad (5.7)$$

Im Allgemeinen wird das RPA für die Ermittlung der komplexen Viskosität bis zu einer Kreisfrequenz von $\omega \leq 300 \text{ rad s}^{-1}$ eingesetzt. Höhere Kreisfrequenzen wären aus technischer Sicht keine Herausforderung, jedoch neigen Kautschukmischungen in den meisten Fällen zum Wandgleiten (siehe [Abbildung 2.6](#), Seite 15). Um die auftretenden Einflüsse des Wandgleitens bereits bei Kreisfrequenzen $\leq 300 \text{ rad s}^{-1}$ zu minimieren, ist die in [Abbildung 5.3](#) ersichtliche und vernetzte RPA-Probe mit "Radialnuten" an der Oberfläche versehen. Abgesehen vom limitierten Kreisfrequenzbereich



Abbildung 5.3: Darstellung einer typischen RPA-Probe mit "Radialnuten" an der Oberfläche um Wandgleiteneffekte zu minimieren.

bietet ein RPA allerdings eine hohe Reproduzierbarkeit, exakte Steuerung der Temperatur und Kreisfrequenz im Vergleich zu Untersuchungen der stationären Viskosität mittels Hochdruck-Kapillarrheometrie (HKR, siehe [Kapitel 5.1.2](#), Seite 56). Als Hauptnachteil sei der signifikante Beitrag des Füllstoffnetzwerks auf das Messergebnis, der weder vollständig quantifiziert noch vermieden werden kann, erwähnt. Um die Viskosität in einem für die Verarbeitung essentiellen und breiteren Schergeschwindigkeitsbereich detektieren zu können, wird das in [Kapitel 5.1.2](#) beschriebene HKR herangezogen. Um jedoch die komplexe mit der stationären Viskosität

vergleichen zu können, wurde von Cox et al. [29] die in [Gleichung 5.8](#) dargestellte empirische Beziehung, die sogenannte *Cox-Merz Regel*, aufgestellt.

$$\eta^*(\omega) = \eta(\dot{\gamma})|_{\omega=\dot{\gamma}} \quad (5.8)$$

Generell ist die Cox-Merz Regel für hochgefüllte Systeme, wie es Kautschukmischungen sind, nicht gültig. Dick et al. [39] untersuchten eine mit unterschiedlichen Füllstofftypen und Füllgraden von $\Phi = 15 - 75 \text{ phr}$ gefüllte SBR-Mischung und kamen zu folgenden Erkenntnissen: (1) für geringe Füllgrade ist die Übereinstimmung mit der Cox-Merz Regel gegeben, (2) mit steigendem Füllstoffanteil ist die mittels RPA ermittelte komplexe Viskosität immer höher als die stationäre Viskosität, (3) ein signifikanter Einfluss der Scheramplitude γ_0 ist mit steigendem Füllstoffanteil beobachtbar und (4) bei Verwendung von aktiven Füllstoffen ist eine sehr gute Übereinstimmung mit der Cox-Merz Regel gegeben, wenn die Scheramplitude γ_0 zunimmt. Fasching [47] untersuchte den Einfluss der Scheramplitude γ_0 sowie der Kreisfrequenz ω auf das Füllstoffnetzwerk. Es konnte gezeigt werden, dass vor der eigentlichen Ermittlung der komplexen Viskosität ein Aufbrechen des Füllstoffnetzwerkes ohne Schädigung des Polymernetzwerkes mit folgenden Einstellungen annähernd möglich ist: Eine Scheramplitude von $\gamma_0 = 3^\circ$ bei einer Kreisfrequenz von $\omega = 10\pi \text{ rad s}^{-1}$ sollten für eine Messzeit von $t = 4 \text{ min}$ auf die zu charakterisierende Kautschukmischung aufgebracht werden, um einen größtmöglichen Abbau des Füllstoffnetzwerkes ohne Schädigung der Polymerketten zu erreichen und dadurch die Anwendung der Cox-Merz Regel zu ermöglichen.

In dieser Arbeit wird, wie in [Kapitel 1.2.4](#), Seite 7 bereits vorgestellt, ein Prozessmodell für die Vorhersage der Kautschukmasstemperatur während des Dosiervorgangs entwickelt. Bei den betrachteten Geometrien des Plastifizierzylinders bzw. der Schnecke treten allerdings nur Schergeschwindigkeiten von $\dot{\gamma} \leq 300 \text{ s}^{-1}$ auf. Eine Ermittlung der komplexen Viskosität mittels RPA ist somit ausreichend. Die nachfolgend beschriebene Methode zur Ermittlung der stationären Viskosität mit dem HKR wird nur herangezogen, um zu überprüfen, ob die von Fasching [47] beschriebenen Vorscherparameter ($\gamma = 3^\circ$, $\omega = 10\pi \text{ rad s}^{-1}$) bewirken, dass das Füllstoffnetzwerk aufgebrochen wurde und die Cox-Merz Regel anwendbar ist. Dies ist grundlegend, da während des Dosiervorgangs ähnliche Vorgänge stattfinden.

5.1.2 Hochdruck-Kapillarrheometer

Ein Hochdruck-Kapillarrheometer wird für die Charakterisierung der stationären Viskosität bei Schergeschwindigkeiten $\dot{\gamma} \geq 100 \text{ s}^{-1}$ eingesetzt. Diesem Prüfgerät liegt ein einfaches Messprinzip zugrunde (siehe [Abbildung 5.4](#)). Eine Flüssigkeit (z. B. Polymer) strömt bei konstantem Volu-

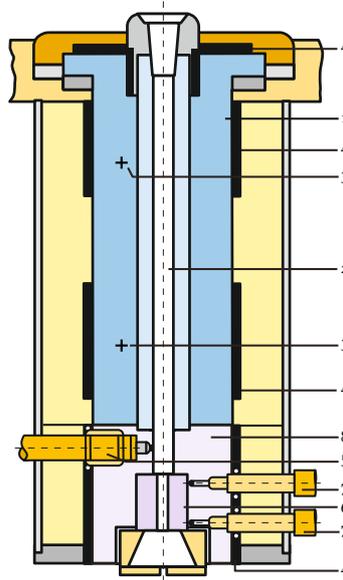


Abbildung 5.4: Schnittdarstellung der Prüfkammer eines Hochdruck-Kapillarrheometers mit Runddüsenkonfiguration. (1) Prüfkammerkörper, (2) Kanal für das Prüfmedium und zur Kolbenführung, (3) Temperatursensor, (4) Heizung, (5) Drucksensor, (6) Düse mit Rundlochkapillare, (7) Thermoelement, (8) Düsenaufnahmekörper. In Anlehnung an [68, 137].

menstrom durch eine Kapillare – in der Regel kreisförmig oder rechteckig ausgeführt – und der dabei entstehende Druckabfall wird im Fall der Rundloch-Kapillare mit einem Druckaufnehmer vor bzw. bei Verwendung einer rechteckigen Geometrie entlang der Kapillare detektiert. Die daraus ermittelte stationäre Scherviskosität unterliegt folgenden Annahmen [162]: (1) die Flüssigkeit zeigt newtonsches Verhalten, (2) sei inkompressibel, (3) die Strömung in der Kapillare ist vollständig entwickelt, laminar und isotherm, (4) keine chemischen Reaktionen während der Messung sowie (4) Wandgleiteneffekte treten nicht auf.

Eine detailliert beschriebene Auswertung der stationären Viskosität ist in [162] zu finden und wird in dieser Arbeit auszugsweise für eine kreisförmige Kapillare vorgestellt. Die an der Kapillare auftretende Wand Schubspannung τ ist durch [Gleichung 5.9](#) gegeben.

$$\tau = \frac{D(p - p_E)}{4L}, \quad (5.9)$$

wobei p der vor der Kapillare gemessene Druck ist, p_E bezeichnet den Einlaufdruckverlust, L beschreibt die Länge und D den Durchmesser der Rundlochkapillare. Der Einlaufdruckverlust wird entweder mit der von Bagley [6] beschriebenen *Bagley-Korrektur* oder anhand von Druckmessungen unter Verwendung einer Rundlochdüse mit einem sehr geringen Längen-zu-Durchmesser Verhältnis ($L/D = 0.2$) ermittelt. Die letztgenannte Methode hat sich in früheren Arbeiten als zuverlässiger erwiesen [46, 143]. Da ein newtonsches Verhalten der zu prüfenden Flüssigkeit angenommen wurde, kann vorerst nur eine scheinbare Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}_S$ bestimmt werden (Gleichung 5.10).

$$\dot{\gamma}_S = \frac{32\dot{V}}{\pi D^3}, \quad (5.10)$$

wobei \dot{V} das pro Zeiteinheit durch die Kapillare strömende Volumen darstellt. Über den für newtonsche Flüssigkeiten bestehenden Zusammenhang zwischen Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}$ und Schubspannung τ ist die stationäre scheinbare Viskosität η_S nach Gleichung 5.11 definiert.

$$\eta_S = \frac{\tau}{\dot{\gamma}_S} \quad (5.11)$$

Da Kautschukmischungen ein strukturviskoses Materialverhalten aufweisen, muss die in Gleichung 5.12 ersichtliche *Weissenberg-Rabinowitsch Korrektur* [149] angewandt werden, um aus den scheinbaren Größen eine "wahre" stationäre Viskosität η_W berechnen zu können (Gleichung 5.13).

$$\dot{\gamma}_W = \frac{\dot{\gamma}_S}{4} \left(3 + \frac{d \log \dot{\gamma}_S}{d \log \tau} \right) \quad (5.12)$$

$$\eta_W = \frac{\tau}{\dot{\gamma}_W} \quad (5.13)$$

Perko [143] zeigte anhand von HKR-Untersuchungen bei Verwendung einer SBR-Kautschukmischung, dass bei Schergeschwindigkeiten von $\dot{\gamma} > 1000 \text{ s}^{-1}$ nicht mehr von isothermen Bedingungen ausgegangen werden kann, da ab diesen Schergeschwindigkeiten mit einem signifikanten Anstieg der Massetemperatur zu rechnen ist. Folgend ist es zwingend erforderlich eine Temperaturkorrektur durchzuführen. Da in der vorliegenden Arbeit die zu nichtisothermen Bedingungen führenden Schergeschwindigkeitsbereiche nicht relevant sind, wird an dieser Stelle auf die Fachliteratur verwiesen [53, 143, 152].

5.1.3 Materialmodell zur Beschreibung der Viskosität

Es gibt in der Literatur eine Vielzahl an Modellen, um den Verlauf der Viskosität bestmöglich zu approximieren. Die meisten Modelle wurden

allerdings für thermoplastische Polymere entwickelt, die in der Regel ein ausgeprägtes newtonsches Plateau im Bereich niedriger Schergeschwindigkeiten aufweisen. Am häufigsten werden in Simulationsprogrammen wie z. B. Sigmasoft® jene von Cross [30] und Carreau [20] eingesetzt, da mit diesen Modellen eine Krümmung des Kurvenverlaufs bzw. ein newtonsches Plateau mitberücksichtigt werden kann. Kautschukmischungen zeigen im Allgemeinen aufgrund der hohen Füllstoffanteile kein ausgeprägtes newtonsches Plateau, wodurch eine Beschreibung mit dem Ostwald-deWale Modell [176] – auch bekannt als Potenzgesetz – in den meisten Fällen ausreichend ist. Vorteilhaft bei dem in Gleichung 5.14 dargestellten Potenzgesetz ist die einfachere Handhabung bei numerischen Berechnungen, da die Viskosität η mit der Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}$ nur durch zwei Parameter (Konsistenz K , Fließindex n) und dem in Gleichung 5.15 definierten Temperaturverschiebungsfaktor $a_T(T)$ verknüpft ist.

$$\eta(T, \dot{\gamma}) = a_T(T) K \dot{\gamma}^{n-1} \quad (5.14)$$

$$a_T(T) = e^{\frac{E_A}{R_G} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right)}, \quad (5.15)$$

mit der Aktivierungsenergie E_A , universelle Gaskonstante R_G , aktuell herrschende Temperatur T sowie Bezugstemperatur T_0 .

5.2 PVT-VERHALTEN

Das spezifische Volumen v als Funktion von Temperatur T und Druck p ist ein entscheidender Faktor für die Berechnung von Schwindungs- und Verzugsvorgängen. Speziell im kautschukverarbeitenden Bereich ist das pvT-Verhalten für die Beschreibung des Werkzeuginnendruckes sowie der Massetemperatur während des Vernetzungsvorganges und infolge dessen für die akkurate Berechnung des Vernetzungszustandes verantwortlich. In Abbildung 5.5, Seite 59 sind zwei Methoden zur Charakterisierung der pvT-Eigenschaften von Polymeren dargestellt. Diese unterteilen sich in direkte – sogenannte Kolben-pvT – und indirekte Methoden, wobei letztgenannte mit einer einschließenden Flüssigkeit als Druckübertragungsmedium arbeitet [43]. Die direkte Methode wird in der vorliegenden Arbeit herangezogen und folgend erläutert. In einem temperierten Zylinder wird die Probe mit der Masse m von einem Kolben mit Druck beaufschlagt. Die dabei auftretende Längenänderung Δl wird von einem Wegaufnehmer erfasst. Mit Einbeziehung der Geometrie der Prüfkammer (Radius R) ist

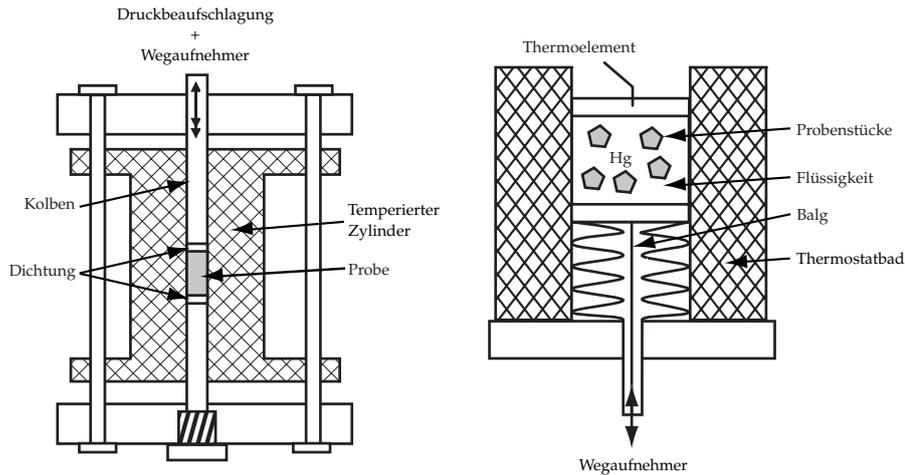


Abbildung 5.5: pvT-Messprinzip. (links) Direkte Methode mittels Kolben, (rechts) Indirekte Methode mit einer einschließenden Flüssigkeit (Quecksilber) als Druckübertragungsmedium. In Anlehnung an [43].

die Änderung des spezifischen Volumens Δv des zu prüfenden Polymers mit Gleichung 5.16 gegeben.

$$\Delta v = \frac{\pi R^2 \Delta l(p, T)}{m} \quad (5.16)$$

Die direkte Methode geht davon aus, dass kein Druckgradient innerhalb der Probe existiert [43]. Diese Annahme ist für Kautschukmischungen ohne Vernetzungssystem im relevanten Temperaturbereich von $T = 40 - 200^\circ\text{C}$ erfüllt, da dieser Temperaturbereich weit entfernt von der Glasübergangstemperatur ist ($T_g \ll 0^\circ\text{C}$) und der Kautschuk dadurch die Eigenschaft einer Flüssigkeit aufweist. Fasching [47] untersuchte den Einfluss des Vernetzungssystems auf das pvT-Verhalten. Es konnte kein Unterschied zwischen Kautschukmischungen mit und ohne Vernetzungssystem im pvT-Verhalten detektiert werden.

Es gibt mehrere mathematische Ansätze, wie z.B. das Schmidt-Modell [158] oder die Tait-Gleichung [168], um das pvT-Verhalten zu approximieren. In Gleichung 5.17 ist das Schmidt-Modell – auch bekannt als IKV-Modell – ersichtlich, welches es ermöglicht, den erstarrten sowie den Schmelzebereich zu beschreiben.

$$v(p, T) = \frac{K_1}{K_4 + p} + \frac{K_2}{K_3 + p} T + K_5 e^{K_6 T - K_7 p}, \quad (5.17)$$

mit dem spezifischen Volumen $v(p, T)$, dem Druck p , der aktuellen Temperatur T und den Modellparametern K_1 - K_7 .

5.3 SPEZIFISCHE WÄRMEKAPAZITÄT

Die spezifische Wärmekapazität c_p einer Probe bezeichnet die Energiemenge die bei konstantem Druck benötigt wird, um die Probestemperatur um 1 K zu erhöhen. Wie alle thermodynamischen Materialeigenschaften ist c_p entscheidend für die akkurate Simulation der Materialtemperatur beim Kautschukspritzgießen und damit einhergehend für die Beschreibung der Vernetzungsreaktion grundlegend. Wird die spezifische Wärmekapazität bei konstantem Volumen ermittelt (c_v), gilt zwischen c_p und c_v folgender Zusammenhang [180]:

$$c_p - c_v = \frac{T\alpha^2}{\rho\kappa}, \quad (5.18)$$

wobei T die absolute Temperatur, α der Volumenausdehnungskoeffizient, ρ die Dichte und κ die Kompressibilität beschreiben. Aufgrund des messtechnisch relativ einfachen Zugangs zur spezifischen Wärmekapazität bei konstantem Druck und der in Gleichung 5.19 ersichtlichen geringen Differenz zwischen c_p und c_v , wird für Berechnungen vorwiegend c_p herangezogen [164, 165].

$$\frac{c_p - c_v}{c_p} < 0,1 \quad (5.19)$$

Die spezifische Wärmekapazität c_p wird mit der *Differential-Scanning-Calorimetry (DSC)* untersucht. Mit Hilfe der DSC wird die Wärmemenge quantifiziert, die von einer Probe bei einer physikalischen und/oder chemischen Veränderung aufgenommen oder abgegeben wird. Zwei unterschiedliche Messmethoden – Wärmestrom- bzw. Leistungsdifferenz – sind in [31, 87] erwähnt, wobei in dieser Arbeit die Wärmestrom-DSC verwendet wird (siehe Abbildung 5.6).

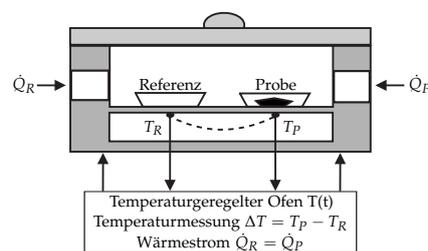


Abbildung 5.6: Schematische Darstellung einer Wärmestrom-DSC zur Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität. Probestemperatur T_P , Referenztemperatur T_R , Wärmestrom vom Ofen zum Probentiegel \dot{Q}_P , Wärmestrom vom Ofen zum Referenztiegel \dot{Q}_R . In Anlehnung an [43].

Die zu quantifizierende Probe mit unbekannter spezifischer Wärmekapazität und ein Referenzmaterial werden gemeinsam nach einem Temperaturprogramm erwärmt bzw. gekühlt. Als Referenzmaterial kann Saphir, dessen spezifische Wärmekapazität linear mit der Temperatur zusammenhängt, eingesetzt werden. Während des Temperaturprogramms wird die Proben- und Referenztiegeltemperatur stets detektiert. Treten in der zu untersuchenden Probe chemische Reaktionen auf, wie es z. B. bei Vernetzungsreaktionen bei Kautschukmischungen der Fall ist, entsteht zwischen Probe und Referenz eine Temperaturdifferenz. Diese Differenz ist dem Wärmestrom proportional. Um die spezifische Wärmekapazität c_p mit [Gleichung 5.20](#) berechnen zu können, ist eine weitere Kalibriermessung mit einem leeren Tiegel, zur Bestimmung der Basislinie, erforderlich [[43](#), [157](#)].

$$c_p = \frac{m_R}{m_P} c_R \frac{\phi_P - \phi_0}{\phi_R - \phi_0}, \quad (5.20)$$

mit der spezifischen Wärmekapazität der gemessenen Probe bei konstantem Druck c_p , Masse der Referenz m_R , Probenmasse m_P , spezifische Wärmekapazität der Referenzsubstanz c_R , Wärmestrom in die Probe ϕ_P , Wärmestrom in die Referenzsubstanz ϕ_R , Wärmestrom der Nulllinie (leerer Tiegel) ϕ_0 .

Die zur Quantifizierung der spezifischen Wärmekapazität heranzuziehende Probenmasse soll zwischen 20 und 40 mg liegen, um auftretende Schwankungen bei Wiederholmessungen gering zu halten [[43](#)]. Fasching [[47](#)] analysierte den Einfluss der Probenmasse, konnte allerdings keinen eindeutigen Einfluss auf die gemessenen Ergebnisse feststellen. Jedoch konnte er zeigen, dass bei wiederholtem Messen derselben Kautschukmischung ohne Vernetzungssystem eine Reproduzierbarkeit gegeben ist. Fasching [[47](#)] schlussfolgerte, dass auftretende Schwankungen einerseits von Mischungsinhomogenitäten und andererseits von der Lagerungsvorgeschichte stammen. In der vorliegenden Arbeit wird näher auf die Probenpräparation und deren Einfluss auf die beschriebenen Schwankungen eingegangen (siehe [Kapitel 10.1.3](#), Seite [132](#) und [Kapitel 11.3.3](#), Seite [176](#)).

5.4 WÄRMELEITFÄHIGKEIT

Liegt in einem ruhenden Körper eine ungleichförmige Temperaturverteilung T vor, so stellt sich unter stationären Verhältnissen ein Wärmestrom \dot{q} ein, der dem Temperaturgradienten ∇T folgt und sich dazu proportional verhält [123]. Fourier [51] formulierte unter Berücksichtigung eines Proportionalitätsfaktors, der Wärmeleitfähigkeit λ , das *Fourier'sche Wärmeleitungsgesetz*:

$$\dot{q} = -\nabla(\lambda T). \quad (5.21)$$

Das Minuszeichen in [Gleichung 5.21](#) berücksichtigt den zweiten Hauptsatz der Thermodynamik, wonach Wärme von selbst nur in Richtung geringerer Temperaturen fließt. Der Temperatureinfluss auf die Wärmeleitfähigkeit von Kautschukmischungen ist vergleichbar mit amorphen thermoplastischen Materialien. Eiermann et al. [44] beobachteten unter anderem für Naturkautschuk und Silikon, dass λ bis zum Erreichen der Glasübergangstemperatur T_g ansteigt und bei weiterer Temperaturzunahme wieder abfällt, bis sich im Bereich der Raumtemperatur eine konstante Wärmeleitfähigkeit einstellt. Weitere Einflussfaktoren auf die Wärmeleitfähigkeit werden nachfolgend kurz erwähnt und sind detailliert in [109] erläutert. Neben der Temperatur haben Art, Menge und Verteilung der Füllstoffe einen erheblichen Einfluss auf die Wärmetransporteigenschaften, da z. B. Ruß eine wesentlich höhere Wärme- sowie Temperaturleitfähigkeit aufweist als das Basispolymer [56, 136]. Darüber hinaus unterscheiden sich die Aggregate verschiedener Rußtypen in deren Partikelgröße, Anzahl der Primärpartikel und Anisometrie [153]. Hands [76] schlussfolgerte, dass ein Druckanstieg von 30 MPa die Wärmeleitfähigkeit um ca. 3 % erhöht und folglich viel geringer beeinflusst als Variationen in der Probenvorbereitung, deren Einfluss ca. 25 % betragen kann. Ein weiterer Faktor, der die Wärmeleitfähigkeit aufgrund einer Änderung in der Morphologie beeinflusst, ist die Vernetzungsreaktion selbst. Cheheb et al. [24] zeigten, dass die Vernetzungsreaktion mit einer Erhöhung der Wärmeleitfähigkeit von 9,5 % einhergehen kann.

Die Wärmeleitfähigkeit λ quantifiziert demnach die Fähigkeit eines Materials Wärme zu transportieren. Sie ist von den zuvor beschriebenen Faktoren signifikant abhängig und direkt proportional zur Temperaturleitfähigkeit a (siehe [Gleichung 5.25](#), Seite 66). λ bzw. a sind somit zwei Materialeigenschaften, die essentiell für die mathematische Beschreibung der Vernetzungsphase beim Kautschukspritzgießprozess sind, da in dieser Prozessphase die erforderliche Energie nur in Form von Wärmeleitung von der "heißen" Werkzeugoberfläche in das zumeist dickwandige Formteil eingebracht werden kann. Neben den materialspezifischen Gegeben-

heiten zählt die Wahl einer geeigneten Charakterisierungsmethode zu den weiteren Herausforderungen bei der Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit. Da es in der Literatur keine Empfehlung für eine zu verwendende Charakterisierungsmethode gibt, werden die nachfolgend vorgestellten Methoden auf deren Eignung evaluiert.

5.4.1 *Guarded Heat Flow Meter (GHF)*

Die in [Abbildung 5.7](#) schematisch dargestellte GHF-Methode zählt zu den stationären Verfahren zur Charakterisierung der Wärmeleitfähigkeit. Eine vulkanisierte Probe mit bekannten Abmessungen wird zwischen einer "heißen" oberen und einer "kalten" unteren Platte positioniert. Eine geringe Druckbeaufschlagung soll einen perfekten Kontakt zwischen den Platten und der Probe sicherstellen. Nach Erreichen eines thermischen Gleichgewichts wird die Temperaturdifferenz und der resultierende stationäre Wärmestrom detektiert. Die Auswertung der Wärmeleitfähigkeit erfolgt nach dem Fourier'schen Wärmeleitungsgesetz (siehe [Gleichung 5.21](#), Seite 62). Für die Kautschukverarbeitung ist der größte Vorteil dieser Methode, dass die Wärmeleitfähigkeit in Dickenrichtung des Prüfkörpers ermittelt wird [109]. Die GHF-Methode entspricht der Norm ASTM E1530-06 [169] bei einer angegebenen Wiederholgenauigkeit von $\pm 5\%$.

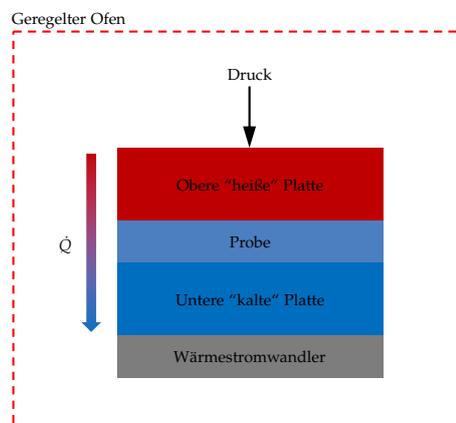


Abbildung 5.7: Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus zur Charakterisierung der Wärmeleitfähigkeit mit der stationären Guarded Heat Flow Meter Methode. In Anlehnung an [109].

5.4.2 *Transient Line Source (TLS)*

Die in [Abbildung 5.8](#), Seite 64 schematisch dargestellte TLS-Methode zählt zu den transienten Verfahren und ist z. B. als spezielles Zubehör für ein Hochdruck-Kapillarrheometer erhältlich. Eine linienförmige Wärmequelle

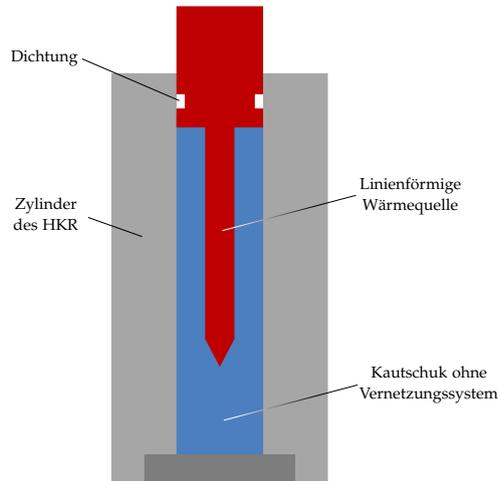


Abbildung 5.8: Schematische Darstellung der Messanordnung zur Charakterisierung der Wärmeleitfähigkeit mittels der TLS-Methode. In Anlehnung an [109].

und ein Thermoelement sind von einem nadelförmigen Gehäuse ummantelt, wobei sich das Thermoelement in der mittleren Position entlang der Längsachse befindet. Nach Erreichen eines thermischen Gleichgewichts wird eine vordefinierte Wärmemenge Φ' von der linienförmigen Wärmequelle in das zu untersuchende Material eingebracht und der daraus resultierende Temperaturanstieg ΔT in Abhängigkeit von der Messzeit ($t_1 \rightarrow t_2$) aufgezeichnet. Unter Berücksichtigung der Fourier'schen Wärmeleitungsgleichung ist die Wärmeleitfähigkeit λ nach Gleichung 5.22 definiert [117].

$$\lambda = \frac{\kappa}{4\pi} \Phi' C, \quad (5.22)$$

mit dem Kalibrierfaktor κ und dem in Gleichung 5.23 ersichtlichen Faktor C .

$$C = \frac{\ln \frac{t_2}{t_1}}{\Delta T} \quad (5.23)$$

Dieser Faktor beschreibt die reziproke Temperaturzunahme als Funktion der Messzeit, wobei für die Auswertung von C Anfahrereffekte vernachlässigt werden und folgend nur der lineare Bereich zwischen der Temperatur T und der Messzeit t verwendet wird. Vorteilhaft bei der TLS-Methode am HKR ist die Möglichkeit, die Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit des Druckes sowie im unvernetzten Zustand zu ermitteln. Letztgenanntes kann allerdings auch als nachteilig angesehen werden, da bei der Ermittlung von λ das Vernetzungssystem fehlt, welches ebenfalls einen Beitrag zu den Wärmetransportphänomenen liefert. Weitere Details zur Prüfmethode sind der Norm [2] zu entnehmen. ASTM D5930 erklärt eine Wiederholgenauigkeit von ca. $\pm 7\%$ für das untersuchte und ungefüllte Polycarbonat.

5.4.3 *Transient Plane Source (TPS) oder Hot Disk®*

Die in [Abbildung 5.9](#) schematisch dargestellte TPS-Methode – welche auch unter dem Namen Hot Disk® bekannt ist – zählt zu den transienten Verfahren und ermöglicht eine isotrope sowie anisotrope Charakterisierung der Wärmeleitfähigkeit. Ein typischer Hot Disk®-Sensor besteht aus einem

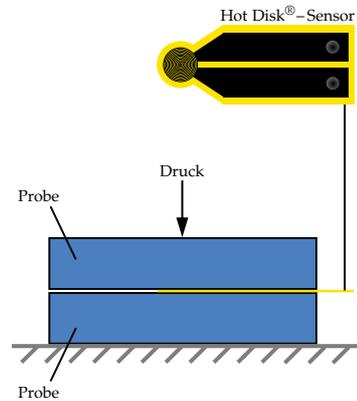


Abbildung 5.9: Schematische Darstellung der Messanordnung zur Charakterisierung der Wärmeleitfähigkeit mittels der TPS-Methode. In Anlehnung an [109].

dünnen Widerstandselement in Form einer bifilaren Spirale und dient dabei als Wärmequelle sowie als Temperatursensor. Dieser Sensor wird durch eine äußere Belastung zwischen einem Paar von planparallelen Prüfkörpern positioniert. Nach Erreichen eines thermischen Gleichgewichts wird eine definierte elektrische Leistung (z. B. 20 mW) an den Sensor angelegt. Dies führt zu einem Temperaturanstieg in der bifilaren Spirale. Einhergehend mit dem Temperaturanstieg des Sensors erhöht sich dessen Widerstand, welcher zu einer entsprechenden Änderung der Spannungsdifferenz führt. Durch Aufzeichnung der Spannungs- und Stromänderung über einen bestimmten Zeitraum können präzise Informationen über den Wärmefluss zwischen dem Sensor und dem zu prüfenden Material gewonnen werden. Die Berechnung der thermischen Eigenschaften (Wärmeleit- und Temperaturleitfähigkeit) erfolgt durch Einsatz komplexer Modelle, die in der Literatur ausführlich beschrieben werden [72, 73]. Darüber hinaus ist es mit der TPS-Methode möglich, die Wärmeleitfähigkeit einer anisotropen Probe in der Sensorebene als auch in Dickenrichtung zu bestimmen. Folgend muss beim anisotropen Messmodus die Dichte sowie spezifische Wärmekapazität als Funktion der Temperatur bekannt sein. Weitere Details zur Prüfmethode und Datenanalyse sind ISO 22007-2 [88] zu entnehmen, welche für dieses Verfahren eine Wiederholgenauigkeit von $\pm 5 - 7\%$ angibt.

5.4.4 Transient Laser Flash (LFA)

Die in [Abbildung 5.10](#) schematisch dargestellte LFA-Methode zählt zu den transienten, indirekten und berührungslosen Verfahren zur Charakterisierung der Wärmeleitfähigkeit in Dickenrichtung einer vernetzten Elastomerprobe. Diese berührungslose Untersuchungsmethode verwendet

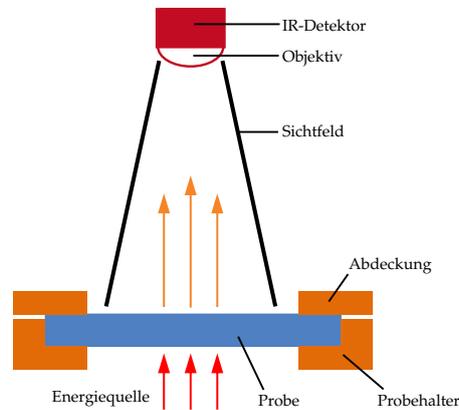


Abbildung 5.10: Schematische Darstellung der Messanordnung zur Charakterisierung der Wärmeleitfähigkeit mittels der LFA-Methode. In Anlehnung an [109].

einen Energieimpuls – von einem Laser oder einer Lichtquelle bereitgestellt – um die Unterseite einer planparallelen Probe zu bestrahlen. Ein Infrarotdetektor erfasst den damit verbundenen Temperaturanstieg an der Oberseite der Probe. Wie Parker et al. [139] anhand von [Gleichung 5.24](#) zeigten, werden das Quadrat der Probendicke d und die Halbwertszeit des Temperaturanstiegs $t_{1/2}$ (Zeitwert bei halber Signalhöhe) zur Berechnung der Temperaturleitfähigkeit a verwendet.

$$a = 0,1388 \frac{d^2}{t_{1/2}} \quad (5.24)$$

Ausgehend von der Temperaturleitfähigkeit a und bei bekannter spezifischen Wärmekapazität c_p sowie Dichte ρ kann unter Verwendung von [Gleichung 5.25](#) die Wärmeleitfähigkeit λ bestimmt werden.

$$\lambda = a(T)\rho(T)c_p(T) \quad (5.25)$$

Die LFA-Methode unterliegt der Annahme, dass die Probe ein perfekter schwarzer Körper ist. Infolgedessen ist es üblich, auf beide Probenoberflächen eine dünne Graphitschicht aufzubringen. Jedoch ist zu beachten, dass die Auftragungsmethode, also ob die Graphitschicht aufgesprüht oder mittels anderer Methoden auf den Prüfkörper aufgetragen wird, einen Einfluss auf die zu bestimmende Wärmeleitfähigkeit aufweisen kann [21]. Weitere Details zur Prüfmethode und Datenanalyse sind in ISO 22007-4 [89]

ersichtlich. Da es sich bei der LFA-Methode um ein indirektes Verfahren zur Charakterisierung der Wärmeleitfähigkeit λ handelt, ist in der Norm keine Reproduzierbarkeit von λ angegeben. Folgend wird in dieser Arbeit eine Gauß'sche Fehlerfortpflanzungsrechnung durchgeführt, um die erzielten Ergebnisse von den einzelnen Methoden vergleichen zu können.

5.5 VERNETZUNGSCHARAKTERISTIK

Die Beeinflussung der Formteileigenschaften durch den Vernetzungsgrad ([Abbildung 7.1](#), Seite 73) sowie die Beschreibung des zeitlichen Verlaufs von Vernetzungsreaktionen ([Kapitel 4.3.2](#), Seite 46) wurden bereits ausführlich diskutiert. Zur Bestimmung der Vernetzungscharakteristik wird das in [Kapitel 5.1.1](#) eingeführte RPA mit konstanter Schwingungsamplitude und -frequenz nach DIN 53529 [33–35] verwendet und das in Phase übertragene Drehmoment S' (proportional zur übertragenen Schubkraft F_S) als Funktion der Vulkanisationszeit dargestellt ([Abbildung 4.16](#), Seite 47). Für eine Kautschukmischung mit Plateaubildung bzw. auftretender Reversion wird das maximal übertragene Drehmoment mit einem relativen Vernetzungsgrad von 100 % definiert. Analog dazu wird das minimal übertragene Drehmoment mit einem relativen Vernetzungsgrad von 0 % definiert. Der zeitliche Verlauf des Vernetzungsgrades ist demnach mit [Gleichung 4.14](#), Seite 48 ermittelbar.

STATISTISCHE VERSUCHSPLANUNG

Experimente werden durchgeführt, um Prozesse oder Systeme zu analysieren (Abbildung 6.1). Dabei ist jedoch eine geeignete Versuchsplanung essentiell, um aus den Versuchen den maximal möglichen Erkenntnisgewinn bei gleichzeitig geringem Versuchsaufwand zu realisieren.

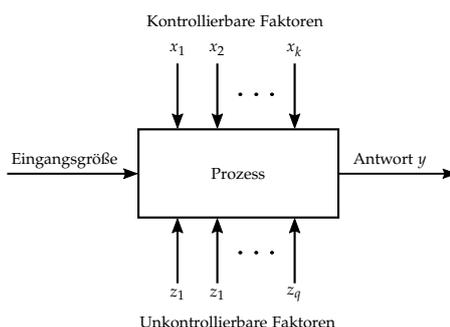


Abbildung 6.1: Allgemeines Modell eines Prozesses oder Systems. In Anlehnung an [126].

Eine nicht systematische Vorgehensweise, welche aber häufig in der Industrie angewandt wird, ist *Versuch und Irrtum*. Diese Methode ist vollkommen abhängig von der Erfahrung der durchführenden Person [126]. Wird z. B. beim Einspritzvorgang der von der Spritzgießmaschine zur Verfügung stehende maximale Einspritzdruck erreicht, kann der Druckbedarf durch Absenken der Einspritzgeschwindigkeit reduziert werden, um somit das auftretende Problem vorerst zu beseitigen. Die Möglichkeit einer zu hohen Massetemperatur während des Dosiervorgangs und ein dadurch einhergehendes Anvulkanisieren der Mischung beim Einspritzvorgang wurde nicht mitberücksichtigt. Diese Vorgehensweise führt i. d. R. nicht zum optimalen Prozess, kann sehr zeitaufwendig sein und ist demnach ohne wissenschaftliche Relevanz. Eine weitere Möglichkeit bietet die *Ein-Faktor-nach-dem-anderen Methode* – auch als *one-factor-at-a-time (OFAT) Methode* bezeichnet. Hierbei wird ein Faktor innerhalb des Versuchsraumes variiert und alle anderen Faktoren konstant gehalten. Diese Vorgehensweise ermöglicht keine Detektion bzw. Quantifizierung von Wechselwirkungen zwischen zwei oder mehreren Faktoren [126].

Ein Grund für den durchschlagenden Erfolg der statistischen Versuchsplanung liegt in der weltweit standardisierten Vorgehensweise, insbesondere der Darstellung der Ergebnisse und Begriffsdefinition [126, 166,

171]. Der in [Abbildung 6.1](#) gezeigte Prozess verwendet bereits Begriffsdefinitionen. Jede Eingangsgröße (Input) in das System wird als *Faktor* bezeichnet. Diese werden unterteilt in kontrollierbare und unkontrollierbare Faktoren. Kontrollierbare Faktoren können geändert werden, wie z. B. Schneckendrehzahl, Temperatur des Plastifizierzylinders und Einspritzgeschwindigkeit. Im Gegensatz dazu sind unkontrollierbare Faktoren während Versuchsserien nicht änderbar. Zu diesen zählen Störfaktoren (Umgebungstemperatur, Schwankungen der Hydrauliköltemperatur), konstante Faktoren (Geometrie der Schnecke und des Plastifizierzylinders, Werkzeugdesign) und qualitative Faktoren, welche nur in diskreten Stufen veränderbar sind (Eigenschaften der Kautschukmischung). Jeder Output aus dem Prozess wird als *Antwort* bezeichnet und ist das Ergebnis des Experiments, wobei die Faktoren auf bestimmten Stufen eingestellt worden sind. Eine *Stufe* ist die Anzahl an Werten die ein untersuchter Faktor annehmen kann (z. B. 80 und 100 min⁻¹). Die Anzahl der gewählten Stufen bestimmt, welche Art von Beziehung zwischen den Faktoren und der Antwort ermittelt werden können – z. B. linear oder quadratisch [[114](#), [126](#)].

Faktorenversuchspläne, auch als *Design of Experiments (DoE)* bezeichnet, werden zur Untersuchung von Prozessen herangezogen, wenn die Versuchsplanung systematisch durchgeführt werden soll sowie eine Detektion von Wechselwirkungen zwischen den einzelnen Faktoren notwendig ist. Ein zweistufiger DoE kombiniert demzufolge die Einstellungen von jedem Faktor auf zwei Stufen, wobei die Anzahl an Versuchseinstellungen n in Abhängigkeit der zu untersuchenden Faktoren durch [Gleichung 6.1](#) gegeben ist.

$$n = 2^k, \quad (6.1)$$

mit der Anzahl an Faktoren k . Für drei Faktoren ergeben sich demnach acht Versuchseinstellungen, wobei die Antwort y durch [Gleichung 6.2](#) linear approximiert werden kann.

$$y = C_0 + \sum_{j=1}^k C_j x_j + \sum_{1 \leq i < j} C_{ij} x_i x_j + \epsilon, \quad (6.2)$$

mit den Modellkoeffizienten C_0 , C_j und C_{ij} , Faktoren x_i bzw. x_j und einem Fehlerterm ϵ . Der durch [Gleichung 6.2](#) gegebene lineare Ansatz erfordert allerdings eine lineare Beziehung zwischen den Faktoren x und der Antwort y . Die Linearität kann durch einen sogenannten Zentralpunkt bzw. Centerpoint überprüft werden. Dazu wird eine weitere Versuchseinstellung vorgenommen, wobei jeder Faktor auf der mittleren Stufe untersucht wird ([Gleichung 6.3](#)).

$$y_{CP} = y + \sum_{j=1}^k C_{jj} x_j^2, \quad (6.3)$$

mit der Antwort y_{CP} eines DoEs mit Zentralpunkt und den Modellkoeffizienten C_{jj} . Ist Linearität gegeben, kann die Untersuchung mit [Gleichung 6.2](#) vollzogen werden. Durch den flexiblen Aufbau der DoEs ist es bei nichtlinearem Verhalten möglich, den Versuchsraum zu erweitern, ohne dass die bereits durchgeführten Versuche verworfen werden müssen, z. B. durch Erweiterung auf ein Central-Composite Design (CCD). Für die Auswertung eines DoEs auf CCD-Basis wird auf die einschlägige Fachliteratur verwiesen [[126](#)].

Die Regressionsanalyse zielt darauf ab, eine Verbindung zwischen den Faktoren x und der Antwort y gemäß einem ausgewählten mathematischen Modell herzustellen (z. B. [Gleichung 6.2](#)). Dazu werden Statistikprogramme wie z. B. Minitab (Minitab Inc., Pennsylvania, USA) herangezogen, wobei eine detaillierte Vorgehensweise der Literatur zu entnehmen ist [[126](#), [166](#)]. Die berechneten Modellkoeffizienten des mathematischen Modells können i. d. R. den Prozess nicht exakt beschreiben. Aus diesem Grund wird an dieser Stelle das Bestimmtheitsmaß R^2 eingeführt um die Modellgüte zu bewerten ([Gleichung 6.4](#)).

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y})^2}{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}, \quad (6.4)$$

mit der Antwort je Einstellung y_i , der ermittelten Antwort des Regressionsmodells \hat{y} und dem Mittelwert der Antwort \bar{y} . Das Bestimmtheitsmaß R^2 kann Werte zwischen null (keine Korrelation zwischen Modell und Antwort) und eins (perfekte Beschreibung durch das Modell) annehmen. Um eine akkurate Beschreibung mit dem Regressionsmodell zu ermöglichen, soll $R^2 > 0.9$ sein [[47](#)]. Abschließend muss mittels Varianzanalyse (p-Wert) geprüft werden, ob jeder Faktor einen signifikanten Einfluss auf die Antwort hat. Zunächst wird angenommen, dass ein Faktor keinen Einfluss auf die Antwort hat (Nullhypothese). Ist der berechnete p-Wert kleiner als ein eingangs angenommenes Signifikanzlevel (typischerweise 0.05), wird die Nullhypothese verworfen und der Faktor hat demzufolge einen signifikanten Einfluss auf die Antwort. Ist der berechnete p-Wert im Gegensatz dazu größer, wird die Nullhypothese angenommen. Folgend ist jener Faktor aus dem Modell zu entfernen [[166](#)].

BEURTEILUNG DER QUALITÄT VON KAUSCHUKFORMTEILEN

In [Kapitel 4.3](#), Seite [40](#), wurden bereits einschlägig die Vernetzungsreaktionen sowie der zeitliche Verlauf der Vernetzungsdichte erläutert. Nachfolgend wird näher auf den signifikanten Einfluss von der Vernetzungsdichte bzw. vom Vernetzungsgrad auf die in [Abbildung 7.1](#) dargestellten technologischen Eigenschaften eingegangen sowie Möglichkeiten zur Charakterisierung der Formteilqualität beschrieben.

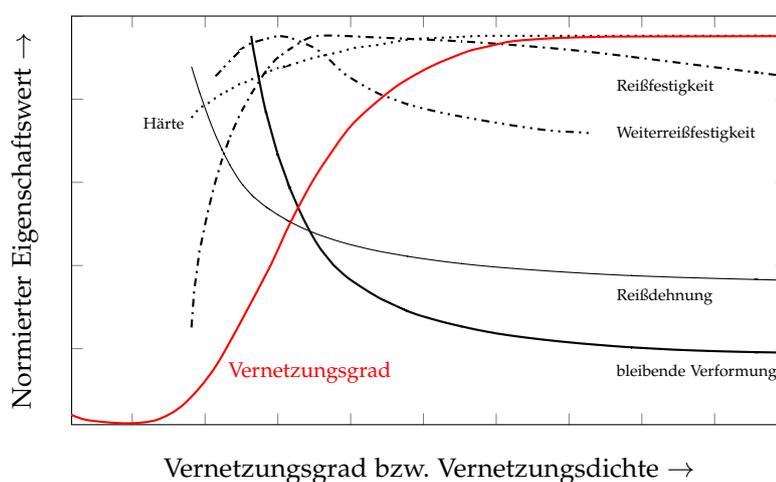


Abbildung 7.1: Schematische Darstellung der technologischen Produkteigenschaften von vernetzten Elastomeren. In Anlehnung an [61].

Mit fortschreitender Reaktionszeit steigt die Anzahl an Vernetzungsstellen – der sogenannte Vernetzungsgrad bzw. Vernetzungsdichte – an. Indirekt proportional zum Vernetzungsgrad verhält sich die bleibende Verformung bzw. die Reißdehnung, wobei die soeben genannten Eigenschaften ein Plateau ausbilden. Eigenschaftswerte wie z. B. Reiß- oder Weiterreißfestigkeit durchlaufen ein Maximum, welches sich bei unterschiedlichen Vernetzungsdichten befindet. Aus diesen Zusammenhängen ist ersichtlich, dass es nicht ausreicht, das Elastomerprodukt solange zu vernetzen bis ein Vernetzungsgrad von 100 % erreicht wird. Vielmehr muss in Abhängigkeit der geforderten Eigenschaften ein Optimum ermittelt werden. Hinzu kommt, vor allem da Kautschukmischungen generell schlechte Wärmeleiter sind, dass von keinem homogenen Vernetzungsgrad sondern vielmehr von einer Vernetzungsgradverteilung im Formteil auszugehen ist. Dies ist bei einer Charakterisierung von Formteilen zwingend mitzubedenken.

Die Detektion von technologischen Formteileigenschaften und insbesondere die akkurate Ermittlung des Vernetzungsgrades stellen grundlegende Herausforderungen dar. Bereiche mit einem sehr geringen Vernetzungsgrad lassen sich optisch anhand von auftretenden Blasen im Querschnitt oder durch Aufwölbung der Formteilerfläche – bedingt durch eine zu geringe Formstabilität – relativ einfach identifizieren (siehe [Abbildung 7.2](#)).

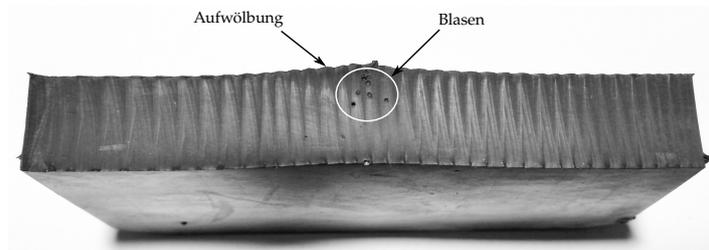


Abbildung 7.2: Optische Beurteilung der Formteile durch Aufschneiden. Erkennbar sind Blasen sowie eine Aufwölbung im Bereich des Angusses einer spritzgegossenen SBR-Kautschumischung nach einer Heizzeit von 250 s.

Um die Formteilqualität jedoch quantitativ beschreiben zu können, werden in dieser Arbeit die Charakterisierungsmethoden (1) Härte nach Shore A, (2) bleibende Verformung sowie (3) dynamische Eigenschaften herangezogen, da diese signifikant mit dem zeitlichen Verlauf des Vernetzungsgrades korrelieren [153].

7.1 HÄRTE NACH SHORE A

Die Härte von Elastomeren, wie sie mit einem Durometer (Shore-Härte) oder IRHD¹-Taschenprüfgerät ermittelt wird, stellt die komplexe Reaktion auf einen erzeugten Eindringversuch dar. Abhängig ist die Messung dabei von: (1) dem Elastizitätsmodul des Elastomers, (2) den viskoelastischen Eigenschaften, (3) der Dicke des Probekörpers, (4) der Geometrie sowie dem ausgeübten Druck des Indentors, (5) der Geschwindigkeit des Druckanstieges und (6) der Zeitdauer, nach der die Härte registriert wird [36]. Bei Metallen findet die Auswertung der Härte nach Entfernen der Kraft durch Bewerten der bleibenden plastischen Verformung statt. Im Gegensatz dazu wird die Härte von Elastomeren während der Kraftaufbringung (nach 3 s [36]) gemessen. Für Thermoplaste können beide Methoden angewendet werden.

Da die Präzision eines IRHD-Taschenprüfgerätes nicht vollständig gegeben ist, dient es nur für Kontrollzwecke [37]. Eine Vielzahl von Elastomeren

¹ International Rubber Hardness Degree

befinden sich im Shore A-Härtebereich zwischen 20 und 90, wodurch die Shore A-Prüfmethode vorwiegend Anwendung findet. Bei der Shore A Prüfung wird ein Kegelstumpf als Indentor herangezogen und mit einer Federkraft belastet. Ein Eindringen des Indentors von 2,5 mm in das zu prüfende Elastomer ist mit einer Shore A-Härte von null definiert. Ist kein Eindringen möglich, spiegelt dies eine Shore A-Härte von 100 wieder. Sollte die Shore A-Härteprüfung Werte außerhalb des Bereiches $20 \leq \text{Shore A} \leq 90$ liefern, ist ein adaptierter Indentor (Kugel bzw. Kegel) heranzuziehen. Detaillierte Informationen sind der Norm zu entnehmen [36].

7.2 BLEIBENDE VERFORMUNG – DRUCKVERFORMUNGSREST

Für die Beurteilung der quasi-statischen viskoelastischen Eigenschaften eines Elastomerproduktes wird die bleibende Verformung – bezeichnet als Druckverformungsrest (DVR) – verwendet. Der DVR ist ein essentielles Maß für die Beurteilung der Langzeitdichtwirkung von statischen Dichtungen sowie eine indirekte Methode, um auf den Vernetzungsgrad zu schließen [38], wobei geringere DVR-Werte einen höheren Vernetzungsgrad widerspiegeln (siehe [Abbildung 7.1](#), Seite 73) [47].

Das Messverfahren zur Bestimmung der bleibenden Verformung ist in DIN ISO 815 [38] genormt, wobei die Norm zwei unterschiedliche Prüfkörpergeometrien beschreibt. Typ-A – zylindrische Scheibe mit einem Durchmesser von $\varnothing 29$ mm und einer Dicke von 12,5 mm – wird für die Prüfung von Elastomeren mit geringen DVR-Werten bevorzugt, um eine höhere Präzision zu erreichen. Im Allgemeinen wird jedoch Typ-B – zylindrische Scheibe mit einem Durchmesser von $\varnothing 13$ mm und einer Dicke von 6,3 mm – in der Kautschukindustrie verwendet, da die Prüfkörper i. d. R. aus einem Produkt entnommen werden müssen. Die zylindrische Scheibe wird für gewöhnlich um 25 % komprimiert (härtere Proben ausgenommen (> 80 IRHD)) und für eine definierte Zeit und Temperatur ausgelagert (z. B. 24 h bei 70°C). Nach Ablauf der Auslagerungszeit bei definierter Temperatur wird die Scheibe entlastet, auf eine Holzunterlage bei Standard-Labortemperatur gelegt und nach einer Entlastungszeit von 30 min wird die Höhe nach Entlastung h_E vermessen. Der Druckverformungsrest, ausgedrückt in Prozent der Ausgangshöhe h_0 , ist durch [Gleichung 7.1](#) gegeben [38, 153].

$$DVR = 100 \frac{h_0 - h_E}{h_0 - h_K}, \quad (7.1)$$

mit der komprimierten Höhe der zylindrischen Scheibe h_K .

7.3 DYNAMISCH-MECHANISCHE ANALYSE AN FORMTEILEN

Je nachdem, welche Beanspruchungsart bei der Anwendung auftritt, werden unterschiedliche dynamische Prüfverfahren [91] auf Basis von z. B. Zug- [94], Druck- [92], Biege- [95] oder Torsionschwingungen [93] zur Charakterisierung herangezogen. Die dynamisch-mechanische Analyse (DMA) findet hierbei im Allgemeinen an einem Prüfkörper und nicht am realen Formteil statt. Da in der vorliegenden Arbeit ein speziell für Elastomerformteile entwickeltes Prüfgerät mit der Bezeichnung JIDOKA S101II (CAS-Computerunterstützte Automatisierungssysteme GmbH & Co. KG, Deutschland) für DMA-Untersuchungen unter Druckbelastung an realen Formteilen Verwendung findet, wird folgend näher auf den modular aufgebauten Prüfablauf mittels JIDOKA S101II eingegangen.

Wie in [Abbildung 7.3](#) schematisch dargestellt, besteht die modular aufgebaute Charakterisierung aus vier Schritten.

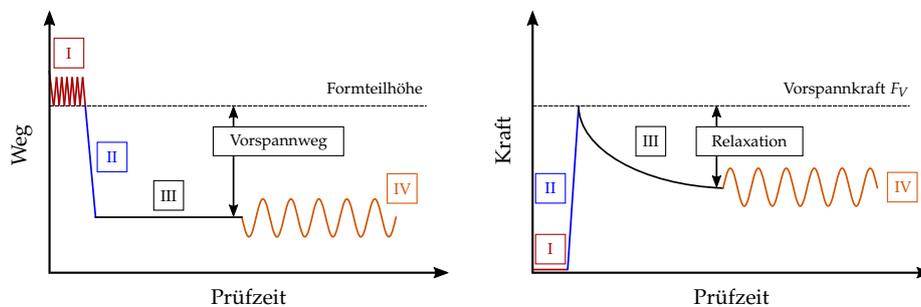


Abbildung 7.3: Schematische Darstellung des modularen Prüfablaufs mittels JIDOKA S101II zur Charakterisierung von statischen sowie dynamischen Kennwerten an realen Formteilen. In Anlehnung an [133].

Zu Beginn (*Schritt I*) wird die Oberfläche des Formteils mit einem zylindrischen Prüfstempel (Durchmesser von $\varnothing 8$ mm) abgetastet, um sicherzustellen, dass die Beanspruchung (weg- oder kraftgesteuert) bei potentiell schwankender Formteilhöhe stets im selben Ausmaß eingeleitet wird. Bedingt durch die darauffolgende dynamische Messung (*Schritt IV*), sollte die Verformung des elastomeren Produktes in Anlehnung an DIN 53 513 [32] mit 20 % vorgenommen werden. Im *Schritt II* wird die gewählte Verformung mit einer definierten Geschwindigkeit aufgebracht und dabei die sogenannte Vorspannkraft F_V mitprotokolliert. Aus der Steigung der Vorspannkraft – Sekante durch die Punkte zwischen 20 und 100 % F_V – wird die sogenannte statische Federkonstante C_S bestimmt. Nach Erreichen der gewählten Verformung findet im Anschluss eine Relaxationsmessung statt (*Schritt III*), die einerseits Auskünfte über viskoelastische Eigenschaften liefert und andererseits zwingend erforderlich ist, um die anschließende DMA-Messung nicht durch Relaxationsvorgänge zu beeinflussen. Abschlie-

ßend wird eine Druck-DMA durchgeführt (*Schritt IV*), welche als Ergebnis den Verlustwinkel δ bzw. $\tan \delta$ sowie eine dynamische Federkonstante C_D – Steigung der Kraft-Weg-Hysterese – liefert. Mit diesem modular aufgebauten Prüfprozedere ist eine Charakterisierung der viskoelastischen Eigenschaften direkt am elastomeren Produkt möglich [83, 133, 151].

In *Abbildung 7.4* ist ein schematischer Verlauf der statischen C_S und dynamischen Federkonstante C_D sowie des Verlustwinkels δ von EPDM-Prüfplatten unterschiedlicher Heizzeit dargestellt, wobei die Vulkanisationstemperatur bei $T_V = 170^\circ\text{C}$ lag. Bei Heizzeiten kleiner 2 min zeigen die Federkonstanten einen signifikant anderen Verlauf als bei längeren Heizzeiten, wo diese Kennwerte mit zunehmender Heizzeit bis zur Bildung eines Plateaus ansteigen. Im Vergleich zu den Federkonstanten zeigt der Verlustwinkel einen reziproken Verlauf. Allerdings weist dieser ein höheres Auflösungsvermögen auf, da sich δ bis zu einer Heizzeit von 8 min noch ändert, wohingegen C_S bzw. C_D ab einer Heizzeit von 4 min konstante Werte liefern.

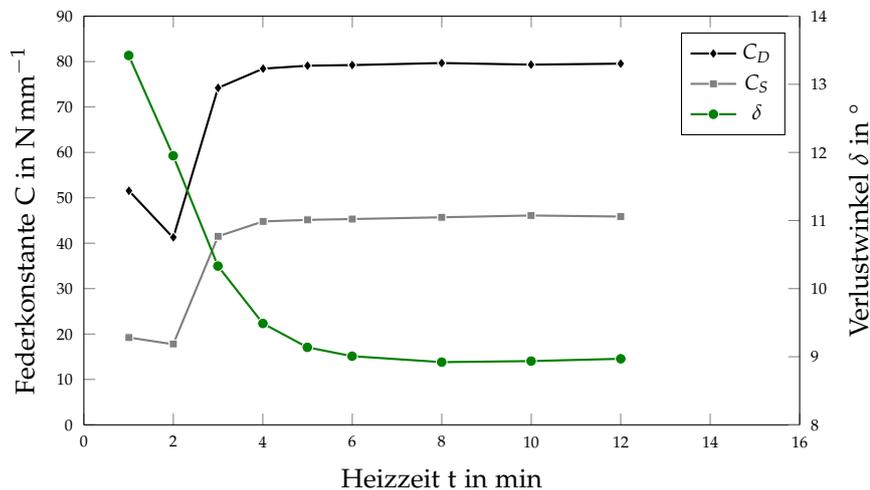


Abbildung 7.4: Schematischer Verlauf der mittels JIDOKA S101II ermittelten statischen C_S und dynamischen Federkonstante C_D sowie des Verlustwinkels δ von EPDM-Prüfplatten in Abhängigkeit von der Heizzeit. In Anlehnung an [151].

Der bedeutendste Vorteil bei der Charakterisierung der Formteile mit dem Prüfgerät JIDOKA S101II ist, dass die Prüfung zerstörungsfrei arbeitet. Demnach können die Formteile im Anschluss weiteren Prüfmethoden unterzogen oder als Gutteil übermittelt werden. Des Weiteren sind damit sehr kurze Prüfzeiten – diese liegen bei ca. 1 – 3,5 min – im Vergleich zur konventionellen DVR-Prüfung – inkl. Probenvorbereitung und Auslagerung mindestens 25 h – realisierbar. Dadurch wäre eine produktionsbegleitende 100 %-Prüfung denkbar.

Teil III

MODELLIERUNG

MODELLIERUNG DES DOSIERVORGANGS

Generell ist das Ziel von prozessbeschreibenden Modellen, das Prozessverhalten bei vorgegebener Anlagenausführung, verwendetem Material und eingestellten Prozessgrößen bestmöglich abzubilden. Das vorliegende Kapitel beschreibt die wesentlichen Annahmen und Vereinfachungen bei den herangezogenen Erhaltungssätzen, um folgend die transiente Masstemperatur der dosierten Kautschukmischung auf numerischem Weg zu beschreiben. In [Abbildung 8.1](#), Seite 82 ist in vereinfachter Form die Vorgehensweise bei den jeweiligen Berechnungsschritten des Prozessmodells, welches mit dem Softwarepaket Matlab R2015b (The MathWorks Inc., Natick (MA), USA) umgesetzt wurde und in den nachfolgenden Unterkapiteln detailliert beschrieben wird, ersichtlich.

8.1 EINGABEWERTE FÜR DIE BERECHNUNG

Im ersten Schritt werden die Laufvariablen μ und τ initialisiert. μ beschreibt hierbei die diskrete Position des betrachteten Volumenelementes in Kanalrichtung (Förderrichtung), wohingegen τ die diskreten Zeitschritte, bei denen die Berechnung durchgeführt wird, darstellt. Im Anschluss daran sind (1) die Geometriedaten der verwendeten Förderschnecke, (2) die Materialdaten der Kautschukmischung sowie (3) die Prozessdaten einzugeben.

1. Geometriedaten der verwendeten Förderschnecke

Kautschukmischungen enthalten bereits alle Mischungsbestandteile (siehe [Tabelle 4.1](#), Seite 25). Demnach werden beim Kautschukspritzgießprozess vorwiegend Förderschnecken mit konstanter Kanalhöhe ohne Scher- bzw. Mischelemente eingesetzt. Kernprogressive Schnecken – lineare Abnahme der Kanalhöhe in Richtung Schneckenspitze – werden bei der verwendeten MAPLAN FIFO-Spritzgießmaschine MTF750/160edition nicht eingesetzt und demnach in der vorliegenden Arbeit nicht mitberücksichtigt. In [Abbildung 8.2](#), Seite 83 sind die für das Prozessmodell erforderlichen Geometriedaten der verwendeten Förderschnecke dargestellt. Die für das Prozessmodell relevanten Informationen sind, (1) der Schneckendurchmesser D (z. B. 32 mm), (2) die Kanalhöhe h (z. B. 6 mm), (3) die Steigung t (z. B. 30 mm) und (4) die axiale Stegbreite e^* (z. B. 3,5 mm), die restlichen

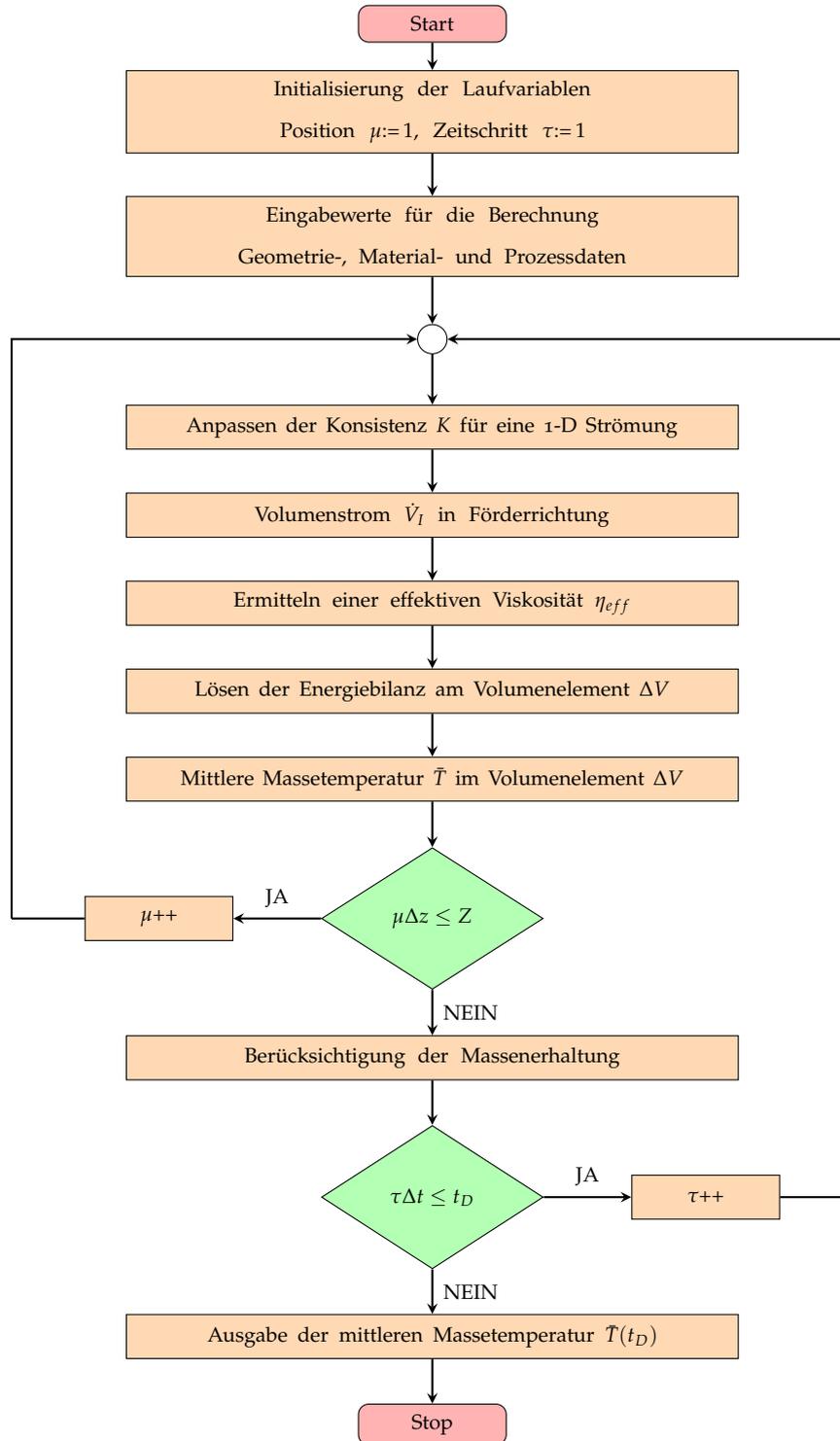


Abbildung 8.1: Ablaufdiagramm für die mathematisch-physikalische Modellierung der Massetemperatur von Kautschukmischungen während des transienten Dosiervorgangs. Breite des Volumenelementes Δz , Länge des abgewickelten Schneckenkanals Z , Zeitschritt Δt und Dosierzeit t_D .

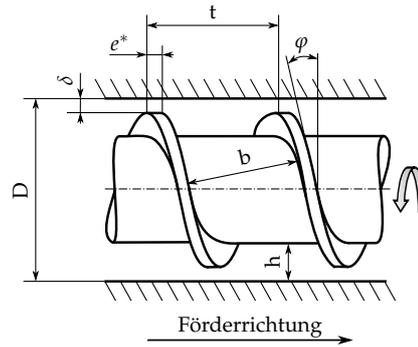


Abbildung 8.2: Schematische Darstellung der geometrischen Zusammenhänge einer Förderschnecke. Durchmesser D , Kanalhöhe h , Steigung t , Steigungswinkel φ , Kanalbreite b , axiale Stegbreite e^* , Leckspalt δ . In Anlehnung an [79].

Daten können anhand von mathematischen Beziehungen ermittelt werden. Der äußere Steigungswinkel φ_A ist durch Gleichung 8.1 definiert.

$$\varphi_A = \tan^{-1} \frac{t}{\pi D} \quad (8.1)$$

Die axiale Kanalbreite b^* ist durch Gleichung 8.2 gegeben.

$$b^* = t - e^* \quad (8.2)$$

Mit Hilfe von Gleichung 8.1 und Gleichung 8.2 ist die Kanalbreite b mit Gleichung 8.3 beschreibbar.

$$b = b^* \cos \varphi_A \quad (8.3)$$

Die Eingabe des Leckspaltes δ ist nicht erforderlich, da dieser in der Berechnung vernachlässigt wird. Um ein frühzeitiges Anspringen der Kautschukmischung und den damit einhergehenden Abbau der Inkubationszeit zu unterbinden, werden die Verarbeitungstemperaturen während des Dosiervorgangs – abhängig von der Kautschukmischung – niedrig ($< 120^\circ\text{C}$) gehalten. Unter diesen Bedingungen ist von vergleichbar hohen Viskositätswerten auszugehen. Somit ist der Einfluss des Leckspaltes minimal und vernachlässigbar. Die letzte erforderliche Eingabegröße ist die axiale Länge L der Förderschnecke. Hierzu wird allerdings nicht die gesamte Schneckenlänge herangezogen, sondern nur die Länge von der Mitte des Streifeneinzugs bis zur Schneckenspitze (z. B. $L = 314 \text{ mm}$). Daraus kann mit Hilfe von Gleichung 8.1 die Kanallänge in Förderrichtung Z ermittelt werden (Gleichung 8.4).

$$Z = \frac{L}{\sin \varphi_A} \quad (8.4)$$

Um die komplexe mathematische Beschreibung zu erleichtern, werden an Stelle von Schrauben- bzw. Zylinderkoordinaten die Strömungsvorgänge im Schneckenkanal anhand von kartesischen Koordinaten beschrieben. Dazu wird der Schneckenkanal "abgewickelt" und als ebene Rinne mit rechteckigem Querschnitt betrachtet. Jede Krümmung, Abrundung des Schneckenkanals sowie der Stegeinfluss werden bei dieser Betrachtungsweise vernachlässigt. Des Weiteren wird eine kinematische Umkehr eingeführt, d. h. die Schnecke ist fix positioniert und die Zylinderwand (ebene Platte) wird mit der in [Abbildung 8.3](#) dargestellten Umfangsgeschwindigkeit v_b entlang des abgewickelten Schneckenkanals bewegt.

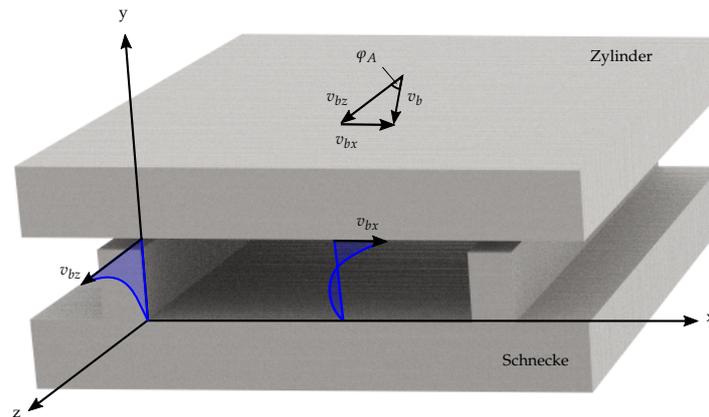


Abbildung 8.3: Schematische Darstellung des ebenen Rinnenmodells. Äußerer Steigungswinkel φ_A sowie Geschwindigkeitskomponenten v_b in Förderrichtung z und normal zum Schneckensteg x . In Anlehnung an [79].

Die Geschwindigkeitskomponente v_{bz} in Förderrichtung z ist durch [Gleichung 8.5](#) sowie v_{bx} normal zum Schneckensteg durch [Gleichung 8.6](#) gegeben.

$$v_{bz} = \pi D n \cos \varphi_A \quad (8.5)$$

$$v_{bx} = \pi D n \sin \varphi_A, \quad (8.6)$$

mit der Schneckendrehzahl n .

2. Materialdaten der Kautschukmischung

Für die Modellierung werden folgende Materialdaten benötigt:

- Viskosität η :

Die ermittelten Viskositäten (siehe [Kapitel 11.1](#), Seite 157) werden mit dem Ostwald-deWale Modell beschrieben (siehe [Kapitel 5.1.3](#), Seite 57). Aus der Regression werden die Konsistenz K , Fließindex n , Referenztemperatur T_0 und Aktivierungsenergie E_A abgeleitet und dem Modell übergeben.

- Dichte ρ :

Das spezifische Volumen kann anhand des Schmidt-Modells [158] beschrieben werden (siehe [Kapitel 5.2](#), Seite 58). Es konnte allerdings gezeigt werden (siehe [Kapitel 11.2](#), Seite 170), dass der Einfluss von Temperatur und Druck auf das spezifische Volumen im prozessrelevanten Bereich weniger als $\pm 2\%$ beträgt. Infolgedessen wird die Dichte für die Berechnung als konstant angesehen.

- Spezifische Wärmekapazität c_p :

Der Verlauf der spezifischen Wärmekapazität als Funktion der Temperatur wird dem Modell übergeben, wobei zwischen den Messpunkten linear interpoliert wird.

- Wärmeleitfähigkeit λ :

Die Wärmeleitfähigkeit ist als Konstante dem Modell zu übergeben (siehe [Kapitel 11.4](#), Seite 181).

3. Prozessdaten

Die Theorie der Schmelzeförderung stammt aus dem Jahr 1922 [154] und wurde für Extrusionsanlagen stets weiterentwickelt. Im Allgemeinen wird hierbei die Schneckendrehzahl n und der Volumenstrom \dot{V} vorgegeben. Die benötigten Größen (z. B. Druckgradient im Schneckenkanal, Strömungsvorgänge, Temperaturentwicklung) können anschließend daraus ermittelt werden. Dies ist aber nur durchführbar, da der Extrusionsprozess stationär ist und jegliche Anfahrprozesse nicht mitberücksichtigt werden. Stationär bedeutet hierbei, dass die Strömung vollständig entwickelt ist und dass von konstanten Zylinderwandtemperaturen auszugehen ist. Bei dem in der vorliegenden Arbeit betrachteten instationären Dosiervorgang von Kautschukspritzgießmaschinen wird jedoch ein Anfahrprozess beschrieben.

Um dies zu ermöglichen, sind neben der Schneckendrehzahl n folgende Prozessdaten für die mathematisch-physikalische Beschreibung unumgänglich:

- Druckverlauf im Schneckenkanal:

Mit dem in [Kapitel 9.3](#), Seite 116 diskutierten praxisnahen Prüfstand ist es möglich, den Druckverlauf im Schneckenkanal als Funktion der Dosierzeit experimentell zu ermitteln, wobei die gemessenen Druckdaten dem Prozessmodell direkt übergeben werden.

- Wirksame Schneckenlänge:

Bei der Regression des Druckverlaufes als Funktion der Schneckenkanallänge wurde beobachtet, dass abhängig von der verwendeten Kautschukmischung, der eingestellten Schneckendrehzahl sowie vom Staudruck, der Schneckenkanal nicht immer über die gesamte Kanallänge gefüllt ist. Infolge dessen wird eine wirksame Schneckenlänge definiert, die angibt, ob im Volumenelement ein Druck vorherrscht oder nicht. Steht das betrachtete Volumenelement nicht unter einer Druckbeanspruchung, wird die Berechnung der Masstemperatur beim nächsten Volumenelement fortgesetzt.

- Wandtemperatur des Plastifizierzylinders:

Mit dem in [Kapitel 9.3](#), Seite 116 beschriebenen Prüfstand kann die transiente Zylinderwandtemperatur T_Z während des Dosiervorgangs aufgezeichnet werden. Diese Information ist essentiell, da im Gegensatz zum stationären Extrusionsprozess die Temperatur der Zylinderwand während des Dosiervorgangs der Kautschukmischung signifikant ansteigt. Der Anstieg ist auf die Scherdissipation zurückzuführen und erreicht erst nach längerer Dosierzeit – wenn der durch Dissipation bedingte Wärmestrom jenem des Temperiermediums entspricht – ein Plateau. Die Zylinderwandtemperatur T_Z wird neben dem konvektiven Wärmestrom \dot{q}_K zur Ermittlung der mittleren Masstemperatur \bar{T}_M in einem Volumenelement ΔV benötigt. Die noch unbekannte Grenzschichttemperatur T_{GS} wird in weiterer Folge als Randbedingung im Prozessmodell eingesetzt und mit Hilfe des konvektiven Wärmestroms berechnet (siehe [Abbildung 8.4](#), Seite 87). Der konvektive Wärmestrom \dot{q}_K ist durch [Gleichung 8.7](#) gegeben.

$$\dot{q}_K = \alpha_Z (T_{GS} - T_Z), \quad (8.7)$$

mit dem Wärmeübergangskoeffizienten α_Z am Zylinder.

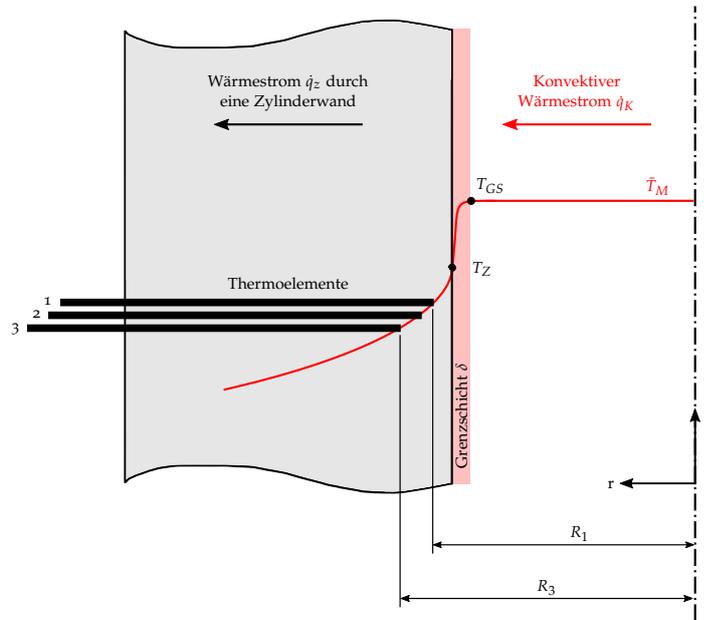


Abbildung 8.4: Idealisierte Darstellung des konvektiven Wärmestroms inkl. anschließender Wärmeleitung durch eine zylindrische Wand, wobei die Temperatur im Zylinder mit Hilfe von drei Thermoelementen bestimmt werden kann. Zylinderwandtemperatur T_Z , Grenzschichttemperatur T_{GS} , mittlere Massetemperatur \bar{T}_M und radiale Abstände R_1 und R_2 zu den Thermoelementen. In Anlehnung an [11].

Durch experimentelle Untersuchungen erhielten Janeschitz-Kriegl und Schijf [98] den in Gleichung 8.8 ersichtlichen Ansatz zur Berechnung des Wärmeübergangskoeffizienten α_Z am Zylinder.

$$\alpha_Z = 1,13\lambda \left(\frac{n}{a}\right)^{\frac{1}{2}}, \tag{8.8}$$

mit der Wärmeleitfähigkeit der Kautschukmischung λ und der Schneckendrehzahl n . Die Temperaturleitfähigkeit a ist durch Gleichung 8.9 gegeben.

$$a = \frac{\lambda}{\rho c_p}, \tag{8.9}$$

mit der Dichte ρ und der spezifischen Wärmekapazität c_p . Um eine analytische Lösung der ohnehin komplexen inhomogenen Differentialgleichung erster Ordnung mit variablen Koeffizienten (siehe Kapitel 8.7, Seite 104) zu ermöglichen, sind an dieser Stelle weitere Annahmen zu treffen. Da in jedem betrachteten Volumenelement die mittlere Massetemperatur berechnet wird und davon auszugehen ist, dass die Grenzschicht (siehe Abbildung 8.4) gering zum restlichen Volumen ist, wird der konvektive Wärmestrom durch

eine Grenzschichttemperatur T_{GS} beschrieben. Dies bedeutet, dass als Randbedingung für das Prozessmodell während des Dosiervorgangs nicht die gemessene Zylinderwandtemperatur T_Z eingesetzt wird, sondern eine um den konvektiven Wärmestrom korrigierte Grenzschichttemperatur T_{GS} . Durch die getroffene Vereinfachung bleibt die inhomogene Differentialgleichung auf analytischem Wege lösbar und die konvektiven Wärmeströme werden dadurch indirekt mitberücksichtigt. Um die Grenzschichttemperatur T_{GS} aus [Gleichung 8.7](#) bestimmen zu können, ist der Wärmestrom \dot{q}_K erforderlich. Mosser [129] führte Untersuchungen zur Ermittlung der Zylinderwandtemperatur durch und konnte den Wärmestrom \dot{q}_Z mit [Gleichung 8.10](#) akkurat beschreiben.

$$\dot{q}_Z = \frac{2\pi\lambda_z(T_1 - T_3)}{\ln \frac{R_3}{R_1}}, \quad (8.10)$$

mit der Wärmeleitfähigkeit des Zylinders λ_Z , der Temperatur eines wandnahen (T_1) und eines wandfernen (T_3) Thermoelementes sowie der dazugehörigen radialen Abstände zu den Thermoelementen R_1 und R_3 . Die Temperatur der Grenzschicht T_{GS} wird durch Gleichsetzen von [Gleichung 8.7](#) und [Gleichung 8.10](#) erhalten ([Gleichung 8.11](#)).

$$T_{GS} = T_Z + \frac{2\pi\lambda_Z(T_1 - T_3)}{\alpha_z \ln \frac{R_3}{R_1}} \quad (8.11)$$

8.2 ERMITTLUNG DER STRÖMUNGSVERHÄLTNISSE IM SCHNECKENKANAL

Basis für die mathematische Beschreibung der Strömungsverhältnisse im Schneckenkanal ist die Impulsgleichung in ihrer allgemeinen Form [4]. Dabei werden folgende Annahmen getroffen:

- Die Kautschukmischung sei wandhaftend und inkompressibel.
- Es handelt sich um eine stationäre und laminare Schichtenströmung.
- Die Geschwindigkeit normal zum Schneckensteg sei viel kleiner als jene in Kanalrichtung. $\Rightarrow v_x \ll v_z$. Dadurch ist eine getrennte Betrachtung beider Strömungen zulässig.
- Dehnströmungen, viskoelastische Effekte sowie Schwer- und Trägheitskräfte seien vernachlässigbar.
- Die Strömung sei isotherm und vollständig entwickelt in den betrachteten Volumenelementen ΔV .

Vor allem der letztgenannte Punkt ist aufgrund des zu beschreibenden Anfahrprozesses nicht für alle Zeitschritte gültig. Aus diesem Grund muss der experimentell ermittelte Druckverlauf im Schneckenkanal mitberücksichtigt werden (siehe [Punkt 3](#), Seite 85), um diese Unzulänglichkeit zu umgehen. Im Folgenden wird das Strömungsfeld $v_z(y)$ in Kanalrichtung hergeleitet. Unter Berücksichtigung der getroffenen Annahmen reduziert sich die Impulsgleichung zu [Gleichung 8.12](#):

$$\frac{\partial p}{\partial z} = \frac{\partial \tau_{yz}}{\partial y}. \quad (8.12)$$

Eine Integration der vereinfachten Impulsgleichung ([Gleichung 8.12](#)) ergibt den Schubspannungsverlauf τ_{yz} als Funktion der Kanalhöhe h ([Gleichung 8.13](#)).

$$\tau_{yz} = \frac{\partial p}{\partial z} y + \tau_z, \quad (8.13)$$

mit dem Druckgradienten $\partial p/\partial z$ und der Schubspannung am Schneckenfundament τ_z . Unter Einbeziehung des Materialgesetzes der Viskosität (Ostwald-deWale Modell, siehe [Kapitel 5.1.3](#), Seite 57) ergibt sich für die Schubspannung folgender Zusammenhang ([Gleichung 8.14](#)):

$$\tau_{yz} = \eta(\dot{\gamma}, \bar{T}) \dot{\gamma} = a_T(\bar{T}) K \left| \frac{\partial v_z}{\partial y} \right|^{n-1} \frac{\partial v_z}{\partial y}. \quad (8.14)$$

Die rechte Seite von [Gleichung 8.14](#) wurde nicht ausmultipliziert, um eine mathematische Fallunterscheidung zu ermöglichen. Durch Gleichsetzen von [Gleichung 8.13](#) und [Gleichung 8.14](#) ergibt sich der in [Gleichung 8.15](#) dargestellte Zusammenhang.

$$\frac{\partial p}{\partial z} y + \tau_z = a_T(\bar{T}) K \left| \frac{\partial v_z}{\partial y} \right|^{n-1} \frac{\partial v_z}{\partial y} \quad (8.15)$$

Eine Umformung und anschließende Integration von [Gleichung 8.15](#) führt zu dem erforderlichen Geschwindigkeitsprofil im Volumenelement ΔV . Das Ostwald-deWale Modell erfordert allerdings eine Separierung der Lösungen in zwei unterschiedliche Fälle.

- Fall A: positiver Geschwindigkeitsgradient $\partial v_z/\partial y$

Im Fall eines positiven Geschwindigkeitsgradienten folgt durch Umformung von [Gleichung 8.15](#) die Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}_z$ bzw. $\partial v_z/\partial y$:

$$\frac{\partial v_z}{\partial y} = \left[\frac{1}{a_T(\bar{T}) K} \left(\frac{\partial p}{\partial z} y + \tau_z \right) \right]^{\frac{1}{n}}. \quad (8.16)$$

Eine Integration von [Gleichung 8.16](#) ergibt die Geschwindigkeitsverteilung in Förderrichtung ([Gleichung 8.17](#)).

$$v_z(y) = \frac{1}{(a_T(\bar{T}) K)^{\frac{1}{n}}} \frac{\left(\frac{\partial p}{\partial z} y + \tau_z\right)^{\frac{1+n}{n}}}{\frac{\partial p}{\partial z} \left(\frac{1}{n} + 1\right)} + C_1 \quad (8.17)$$

- Fall B: negativer Geschwindigkeitsgradient $\partial v_z / \partial y$

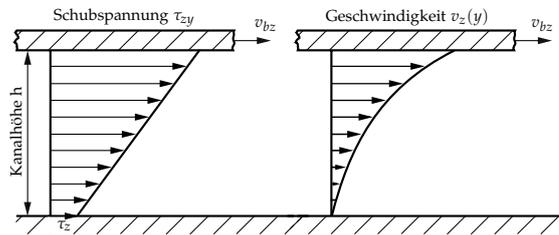
Im Fall eines negativen Geschwindigkeitsgradienten wechselt die Schubspannung ihr Vorzeichen, wodurch aus [Gleichung 8.15](#) der in [Gleichung 8.18](#) ersichtliche Zusammenhang zur Beschreibung der Schergeschwindigkeitsverteilung über der Kanalhöhe resultiert.

$$\frac{\partial v_z}{\partial y} = - \left[\frac{1}{a_T(\bar{T}) K} \left(-\frac{\partial p}{\partial z} y - \tau_z \right) \right]^{\frac{1}{n}} \quad (8.18)$$

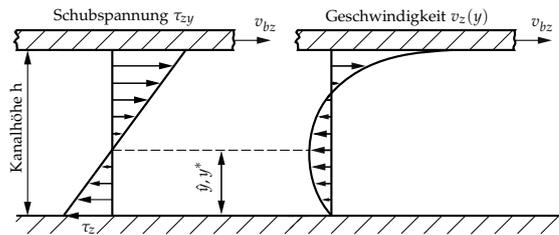
Eine Integration von [Gleichung 8.18](#) ergibt die Geschwindigkeitsverteilung ([Gleichung 8.19](#)).

$$v_z(y) = \frac{1}{(a_T(\bar{T}) K)^{\frac{1}{n}}} \frac{\left(-\frac{\partial p}{\partial z} y - \tau_z\right)^{\frac{1+n}{n}}}{\frac{\partial p}{\partial z} \left(\frac{1}{n} + 1\right)} + C_2 \quad (8.19)$$

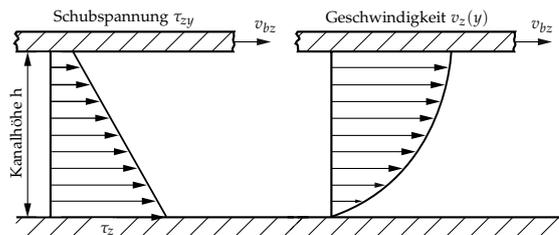
Die Bestimmungsgleichungen zur Beschreibung einer isothermen Kanalströmung sind durch [Gleichung 8.17](#) und [Gleichung 8.19](#) gegeben. In diesen Gleichungen wird bereits der Temperaturverschiebungsfaktor a_T berücksichtigt. Dies ist nur dann zulässig, wenn das betrachtete Volumenelement ΔV klein und demzufolge von isothermen Bedingungen auszugehen ist. Klein bedeutet in diesem Zusammenhang, dass eine Änderung der Zylinderwandtemperatur in Förderrichtung und folgend an der Grenzfläche des Volumenelementes zur Zylinderoberfläche vernachlässigbar ist. Mit der getroffenen Annahme sind die Strömungsvorgänge in jedem Volumenelement mit den isothermen Gleichungen beschreibbar. Eine geeigneten Wahl von Randbedingungen am Schneckenrund ($y = 0$) und an der Zylinderoberfläche ($y = h$) liefern Lösungen für die unbekannt Integrationskonstanten C_1 , C_2 und τ_z . Jedoch kann nicht davon ausgegangen werden, dass der Geschwindigkeitsgradient über die gesamte Kanalhöhe dasselbe Vorzeichen aufweist. Tritt ein Extremwert über der Kanalhöhe h auf, ist die Geschwindigkeitsverteilung nicht mehr mit einer Gleichung (Fall A oder Fall B), sondern nur durch eine Kombination von Fall A und Fall B ermittelbar. Des Weiteren muss das Vorzeichen des Druckgradienten $\partial p / \partial z$ betrachtet werden, um eine physikalisch sinnvolle Lösung sicherzustellen. Folgend sind in Summe vier Unterscheidungen zu berücksichtigen, welche in [Abbildung 8.5](#), Seite [91](#) dargestellt sind und in den folgenden Unterkapiteln vorgestellt werden.



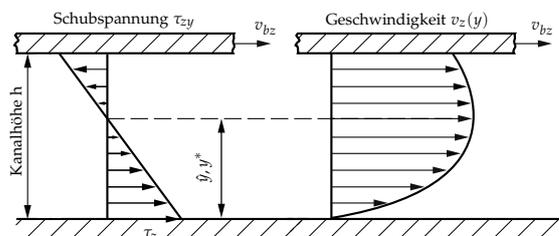
(a) Fall I: Druckgradient und Schubspannung positiv.



(b) Fall II: Druckgradient positiv, Schubspannung wechselt Vorzeichen.



(c) Fall III: Druckgradient negativ, Schubspannung positiv.



(d) Fall IV: Druckgradient negativ, Schubspannung wechselt Vorzeichen.

Abbildung 8.5: Mögliche Schubspannungsverläufe und dazugehörige Geschwindigkeitsprofile bei der Strömung im Schneckenkanal. Umfangsgeschwindigkeit v_{bz} in Kanalrichtung, Schubspannung τ_z am Schneckenrund und Position des Nulldurchgangs $y = \hat{y}$ bzw. $y = y^*$ der Schubspannung τ_{yz} . In Anlehnung an [10, 153].

Dabei werden für die Bestimmung der Integrationskonstanten in allen betrachteten Fällen und aufgrund der Annahme einer wandhaftenden Flüssigkeit nachfolgende Randbedingungen eingesetzt:

1. Die Geschwindigkeit ist am Schneckenrund gleich Null.
 $\Rightarrow v_z(y = 0) = 0$ und $v_x(y = 0) = 0$
2. An der Zylinderwand tritt die Umfangsgeschwindigkeit v_{bz} bzw. v_{bx} auf. $\Rightarrow v_z(y = h) = v_{bz}$ und $v_x(y = h) = v_{bx}$

8.2.1 Fall I: Druckgradient und Schubspannung positiv

Über die gesamte Kanalhöhe liegt in diesem Betrachtungsfall ein positiver Druckgradient sowie eine positive Schubspannung vor (siehe [Abbildung 8.5a](#), Seite 91). Die Integrationskonstante C_1 ist durch Einsetzen der Randbedingung am Schneckenrund in [Gleichung 8.17](#) durch [Gleichung 8.20](#) gegeben.

$$C_1 = -\frac{\Phi \tau_z^{m+1}}{(m+1) \frac{\partial p}{\partial z}}, \quad (8.20)$$

mit der temperaturabhängigen Fluidität Φ

$$\Phi = \Phi(\bar{T}) = \frac{1}{K^m a_T(\bar{T})^m}$$

und dem reziproken Fließindex m .

$$m = \frac{1}{n}$$

Ein Einsetzen von C_1 ([Gleichung 8.20](#)) in [Gleichung 8.17](#) liefert die gesuchte Geschwindigkeitsverteilung $v_z(y)$, welche durch [Gleichung 8.21](#) gegeben ist.

$$v_z(y) = \frac{\Phi}{(m+1) \frac{\partial p}{\partial z}} \left[\left(\frac{\partial p}{\partial z} y + \tau_z \right)^{m+1} - \tau_z^{m+1} \right] \quad (8.21)$$

Die einzige Unbekannte ist die Schubspannung am Schneckenrund τ_z , welche durch die Randbedingung am Zylinder gegeben ist. Mit dem Einsetzen von C_1 ([Gleichung 8.20](#)) sowie der Randbedingung am Zylinder in [Gleichung 8.17](#) ergibt sich [Gleichung 8.22](#).

$$v_{bz} = \frac{\Phi}{(m+1) \frac{\partial p}{\partial z}} \left[\left(\frac{\partial p}{\partial z} h + \tau_z \right)^{m+1} - \tau_z^{m+1} \right] \quad (8.22)$$

Eine analytische Lösung von [Gleichung 8.22](#) ist nicht möglich. Um numerische Herausforderungen bei der Bestimmung der Wandschubspannung

am Schneckengrund τ_z zu umgehen, wird [Gleichung 8.22](#) umgeformt. Das in [Gleichung 8.23](#) vorliegende Nullstellenproblem wird mit der Matlab-Funktion `fzero` für jedes Volumenelement gelöst.

$$0 = \Phi \left[\left(\frac{\partial p}{\partial z} h + \tau_z \right)^{m+1} - \tau_z^{m+1} \right] - v_{bz} (m+1) \frac{\partial p}{\partial z} \quad (8.23)$$

8.2.2 Fall II: Druckgradient positiv, Schubspannung wechselt Vorzeichen

Der Druckgradient ist in diesem Fall positiv. Jedoch ist in [Abbildung 8.5b](#), Seite [91](#) ersichtlich, dass die Schubspannungsverteilung einen Nulldurchgang aufweist wobei es in der Geschwindigkeitsverteilung zu einem Maximum kommt. Diese Extremstelle \hat{y} , welche im Bereich $0 \leq \hat{y} \leq h$ liegt, kann anhand von [Gleichung 8.13](#) ermittelt werden, indem $\tau_{yz} = 0$ eingesetzt wird. Am Schneckengrund ist sowohl der Geschwindigkeitsgradient als auch die Schubspannung negativ, wodurch [Gleichung 8.19](#) für die Ermittlung von C_2 herangezogen wird. Unter Berücksichtigung der Randbedingung am Schneckengrund ergibt sich für die Integrationskonstante C_2 [Gleichung 8.24](#).

$$C_2 = -\Phi \frac{(-\tau_z)^{m+1}}{(m+1) \frac{\partial p}{\partial z}} \quad (8.24)$$

Durch Einsetzen von C_2 ([Gleichung 8.24](#)) in [Gleichung 8.19](#), resultiert das zwischen $0 \leq y \leq \hat{y}$ gültige Geschwindigkeitsprofil $v_{zS}(y)$ ([Gleichung 8.25](#)).

$$v_{zS}(y) = \frac{\Phi}{(m+1) \frac{\partial p}{\partial z}} \left[\left(-\frac{\partial p}{\partial z} y - \tau_z \right)^{m+1} - (-\tau_z)^{m+1} \right] \quad (8.25)$$

Im Bereich von $\hat{y} \leq y \leq h$ ist der Geschwindigkeitsgradient positiv. Infolgedessen ist die Randbedingung für den Zylinder in [Gleichung 8.17](#) einzusetzen, um die Integrationskonstante C_1 mit [Gleichung 8.26](#) beschreiben zu können.

$$C_1 = v_{bz} - \Phi \frac{\left(\frac{\partial p}{\partial z} h + \tau_z \right)^{m+1}}{(m+1) \frac{\partial p}{\partial z}} \quad (8.26)$$

[Gleichung 8.27](#) wird durch Einsetzen von C_1 ([Gleichung 8.26](#)) in [Gleichung 8.17](#) erhalten und beschreibt das Geschwindigkeitsprofil $v_{zZ}(y)$ im Bereich $\hat{y} \leq y \leq h$.

$$v_{zZ}(y) = v_{bz} + \frac{\Phi}{(m+1) \frac{\partial p}{\partial z}} \left[\left(\frac{\partial p}{\partial z} y + \tau_z \right)^{m+1} - \left(\frac{\partial p}{\partial z} h + \tau_z \right)^{m+1} \right] \quad (8.27)$$

Die Stelle $y = \hat{y}$ des Nulldurchganges der Schubspannung τ_{yz} folgt aus [Gleichung 8.13](#) und ist durch [Gleichung 8.28](#) gegeben.

$$\hat{y} = -\frac{\tau_z}{\frac{\partial p}{\partial z}} \quad (8.28)$$

Der in [Gleichung 8.29](#) ersichtliche Zusammenhang zwischen der Schubspannung am Schneckengrund τ_z und dem Druckgradienten $\partial p/\partial z$ wird durch Gleichsetzen von [Gleichung 8.25](#) und [Gleichung 8.27](#), unter Berücksichtigung von [Gleichung 8.28](#) ($y = \hat{y}$), erhalten. Der in [Gleichung 8.29](#) dargestellte Zusammenhang ist bereits auf ein Nullstellenproblem umgeformt.

$$0 = -v_{bz} (m + 1) \frac{\partial p}{\partial z} - \Phi \left[(-\tau_z)^{m+1} - \left(\frac{\partial p}{\partial z} h + \tau_z \right)^{m+1} \right] \quad (8.29)$$

8.2.3 Fall III: Druckgradient negativ, Schubspannung positiv

Ein negativer Druckgradient $\partial p/\partial z$ tritt in der Extrusion auf, wenn Schnecken mit genuteter Einzugszone verwendet werden. Infolgedessen ist der Druck im Bereich der Einzugszone wesentlich höher als an der Schneckenspitze. Dies wird als Zwangsförderung bzw. als "Überfahren" des Extruders bezeichnet. Beim Kautschuk-Spritzgießverfahren wird solch eine Art von Schnecken nicht verwendet. Negative Druckgradienten treten ebenfalls bei kernprogressiven Schnecken, die vereinzelt bei Herstellern von Kautschukspritzgießmaschinen verwendet werden, auf. Die in der vorliegenden Arbeit eingesetzte MAPLAN FIFO-Spritzgießmaschine ist jedoch mit einer reinen Förderschnecke ausgestattet. Daher werden aus Gründen der Vollständigkeit für Fall III und IV nur die wesentlichen Bestimmungsgleichungen angegeben.

Die Berechnung von Fall III gestaltet sich analog zu Fall I, wobei die Bestimmungsgleichung, um die Schubspannung am Schneckengrund ermitteln zu können, durch [Gleichung 8.23](#) gegeben ist.

8.2.4 Fall IV: Druckgradient negativ, Schubspannung wechselt Vorzeichen

Fall IV tritt – genauso wie Fall III – in der vorliegenden Arbeit nicht auf. Die Vorgehensweise zur Ermittlung der Geschwindigkeitsverteilung gestaltet sich ähnlich wie bereits bei Fall II beschrieben. Die Geschwindigkeitsverteilung im Bereich $0 \leq y \leq \hat{y}$ ist durch [Gleichung 8.30](#) und im Bereich $\hat{y} \leq y \leq h$ durch [Gleichung 8.31](#) gegeben.

$$v_z(y) = \frac{\Phi}{(m + 1) \frac{\partial p}{\partial z}} \left[\left(\frac{\partial p}{\partial z} y + \tau_z \right)^{m+1} - \tau_z^{m+1} \right] \quad (8.30)$$

$$v_z(y) = v_{bz} + \frac{\Phi}{(m+1) \frac{\partial p}{\partial z}} \left[\left(-\frac{\partial p}{\partial z} y - \tau_z \right)^{m+1} - \dots \right. \\ \left. \dots - \left(-\frac{\partial p}{\partial z} h - \tau_z \right)^{m+1} \right] \quad (8.31)$$

Den Zusammenhang für die Berechnung der Schubspannung am Schnecken-
grund τ_z liefert [Gleichung 8.32](#).

$$0 = \Phi \left[\left(-\frac{\partial p}{\partial z} h - \tau_z \right)^{m+1} - \tau_z^{m+1} \right] - v_{bz} (m+1) \frac{\partial p}{\partial z} \quad (8.32)$$

8.3 VOLUMENSTROM IN FÖRDERRICHTUNG

Um den Volumenstrom \dot{V} aus dem vorgegebenen Druckgradienten $\partial p/\partial z$ bestimmen zu können, muss zunächst ein Zusammenhang zwischen den beiden Größen hergeleitet werden. Der Volumenstrom im betrachteten infinitesimalen Volumenelement ergibt sich aus der Integration der Geschwindigkeitsverteilung v_z über der Kanalhöhe h und liefert je nach betrachtetem Fall (I-IV) unterschiedliche mathematische Ausdrücke. Da in der vorliegenden Arbeit nur Fall I oder II auftreten kann, wird die Herleitung nur für diese Fälle durchgeführt.

8.3.1 Volumenstrom für Fall I: Druckgradient und Schubspannung positiv

Die Geschwindigkeitsverteilung ist durch [Gleichung 8.21](#) gegeben und wird für die Ermittlung des Volumenstroms \dot{V}_I über der Kanalhöhe integriert ([Gleichung 8.33](#)).

$$\dot{V}_I = b \int_{y=0}^h v_z(y) dy = \dots \\ \dots = \frac{b\Phi}{(m+1) \frac{\partial p}{\partial z}} \left[\frac{\left(\frac{\partial p}{\partial z} h + \tau_z \right)^{m+2} - \tau_z^{m+2}}{(m+2) \frac{\partial p}{\partial z}} - \tau_z^{m+1} h \right] \quad (8.33)$$

8.3.2 Volumenstrom für Fall II: Druckgradient positiv, Schubspannung wechselt Vorzeichen

Wie in [Abbildung 8.5b](#), Seite [91](#) dargestellt, ergibt sich bei dem betrachteten Fall eine Extremstelle bzw. ein Nulldurchgang. Der Volumenstrom setzt sich folgend aus zwei Anteilen zusammen, wobei die Grenze durch \hat{y} gegeben ist. Im Bereich $0 \leq y \leq \hat{y}$ ist der Geschwindigkeitsgradient

negativ, wodurch [Gleichung 8.25](#) für die Berechnung des Volumenstroms verwendet wird. Ist $y \leq \hat{y} \leq h$ wird [Gleichung 8.27](#) für die Ermittlung herangezogen. In [Gleichung 8.34](#) ist der resultierende Volumenstrom für Fall II ersichtlich.

$$\begin{aligned} \dot{V}_{II} &= b \int_{y=0}^{\hat{y}} v_{zS}(y) dy + b \int_{y=\hat{y}}^h v_{zZ}(y) dy = \dots \\ &\dots = \frac{b}{\frac{\partial p}{\partial z}} \left\{ v_{bz} \left(\frac{\partial p}{\partial z} h + \tau_z \right) - \dots \right. \\ &\quad \left. \dots - \frac{\Phi}{(m+2) \frac{\partial p}{\partial z}} \left[\left(\frac{\partial p}{\partial z} h + \tau_z \right)^{m+2} + (-\tau_z)^{m+2} \right] \right\} \quad (8.34) \end{aligned}$$

8.4 ANPASSEN DER KONSISTENZ FÜR DIE BETRACHTUNG EINER EIN-DIMENSIONALEN STRÖMUNG

Mit den bis dato hergeleiteten Gleichungen lässt sich der Volumendurchsatz bei vorgegebenen Druckgradienten bzw. der Druckgradient bei bekanntem Volumendurchsatz ermitteln. Da es sich beim Spritzgießen von Kautschukmischungen um einen transienten Vorgang handelt, ist es nicht ratsam, den Volumenstrom vorzugeben und daraus den Druckgradienten zu ermitteln. Demzufolge wird in dieser Arbeit der Druckgradient als Randbedingung definiert. In [Kapitel 8.2](#), Seite 88 wurde die Annahme getroffen, dass die Strömung in Kanalrichtung v_z und normal zum Schneckensteg v_x unabhängig voneinander gelöst werden können. Genau betrachtet ist dies nur eine Näherungslösung, da bereits bei Verwendung des Ostwald-deWale Modells zur Beschreibung der Viskosität beide Strömungen miteinander gekoppelt sind [[4](#), [144](#)] und somit [Gleichung 8.35](#) und [Gleichung 8.36](#) nur auf numerischen Wege zu Lösungen führen.

$$-\frac{\partial p}{\partial x} - K \frac{\partial}{\partial y} \left\{ \left[\left(\frac{\partial v_x}{\partial y} \right)^2 + \left(\frac{\partial v_z}{\partial y} \right)^2 \right]^{\frac{n-1}{2}} \frac{\partial v_x}{\partial y} \right\} = 0 \quad (8.35)$$

$$-\frac{\partial p}{\partial z} - K \frac{\partial}{\partial y} \left\{ \left[\left(\frac{\partial v_x}{\partial y} \right)^2 + \left(\frac{\partial v_z}{\partial y} \right)^2 \right]^{\frac{n-1}{2}} \frac{\partial v_z}{\partial y} \right\} = 0 \quad (8.36)$$

Das Ziel dieser Arbeit ist es, ein Prozessmodell für den transienten Dosiervorgang zu entwickeln, welches die Möglichkeit schafft, die transiente Massetemperatur der dosierten Kautschukmischung innerhalb der zur Herstellung eines Formteils benötigten Zykluszeit zu beschreiben. Demzufolge ist es essentiell, die Rechenzeit so gering wie möglich zu halten,

um die Anforderung an das Prozessmodell gewährleisten zu können. Im Folgenden wird ein Weg aufgezeigt, um mit handhabbaren und vor allem analytisch lösbaren Gleichungen die Massetemperatur zu modellieren. Die Viskosität bei einer gekoppelten Betrachtung der Strömung v_x und v_z ist durch [Gleichung 8.37](#) sowie bei einer eindimensionalen Beschreibung der Viskosität durch [Gleichung 8.38](#) gegeben.

$$\eta_{2D} = K(\bar{T}) \left[\left(\frac{\partial v_x}{\partial y} \right)^2 + \left(\frac{\partial v_z}{\partial y} \right)^2 \right]^{\frac{n-1}{2}} \quad (8.37)$$

$$\eta_{1D} = K_{1D}(\bar{T}) \left| \frac{\partial v_z}{\partial y} \right|^{n-1} \quad (8.38)$$

Durch Gleichsetzen von [Gleichung 8.37](#) und [Gleichung 8.38](#) ergibt sich ein Zusammenhang für die korrigierte Konsistenz K_{1D} ([Gleichung 8.39](#)).

$$K_{1D} = K \frac{\left[\left(\frac{\partial v_x}{\partial y} \right)^2 + \left(\frac{\partial v_z}{\partial y} \right)^2 \right]^{\frac{n-1}{2}}}{\left| \frac{\partial v_z}{\partial y} \right|^{n-1}} \quad (8.39)$$

Durch diesen Ansatz wird die Strömung normal zum Schneckensteg und die daraus resultierende Dissipation im Volumenelement bei der weiteren Beschreibung indirekt mitberücksichtigt [10].

Um die korrigierte Konsistenz K_{1D} beschreiben zu können, muss die Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}_x$ bekannt sein. Folgend wird ein Zusammenhang zwischen dem Druckgradienten $\partial p/\partial x$ und der Schubspannung am Schneckenrund τ_x hergeleitet. Bei der Betrachtung der Strömung normal zum Schneckensteg $v_x(y)$ liegt Fall II vor (siehe [Kapitel 8.2.2](#), Seite 93 sowie [Kapitel 8.3.2](#), Seite 95), wobei die hergeleiteten Bestimmungsgleichungen für die Förderrichtung z auch für die Strömung in x -Richtung gültig sind. Folgend ist der Index z durch den Index x zu ersetzen, um die Bestimmungsgleichungen für die Strömung normal zum Schneckensteg zu erhalten. Der in [Gleichung 8.40](#) ersichtliche Zusammenhang zwischen Druckgradient $\partial p/\partial x$ und Schubspannung am Schneckenrund τ_x hat folgende mathematische Form.

$$0 = -v_{bx}(m+1) \frac{\partial p}{\partial x} - \Phi \left[(-\tau_x)^{m+1} - \left(\frac{\partial p}{\partial x} h + \tau_x \right)^{m+1} \right] \quad (8.40)$$

Da in [Gleichung 8.40](#) sowohl $\partial p/\partial x$ und τ_x unbekannt sind, muss für die Lösung noch eine weitere Bedingung verwendet werden. Hierbei wird wieder die Annahme berücksichtigt, dass die Strömung v_x und v_z getrennt

voneinander betrachtet werden. Die Strömung normal zum Schneckenkanal führt zu einer sogenannten Umlaufströmung, welche keinen Beitrag zum Volumenstrom in Förderrichtung liefert (Gleichung 8.41).

$$\begin{aligned} \dot{V}_{II} = 0 = \frac{b}{\frac{\partial p}{\partial x}} \left\{ v_{bx} \left(\frac{\partial p}{\partial x} h + \tau_x \right) - \dots \right. \\ \left. \dots - \frac{\Phi}{(m+2) \frac{\partial p}{\partial x}} \left[\left(\frac{\partial p}{\partial x} h + \tau_x \right)^{m+2} + (-\tau_x)^{m+2} \right] \right\} \quad (8.41) \end{aligned}$$

Gleichung 8.40 und Gleichung 8.41 können nur numerisch gelöst werden. Hierzu wird in der vorliegenden Arbeit die Matlab-Funktion *fmincon* eingesetzt. Diese Funktion erlaubt es, nichtlineare Gleichungssysteme mit Nebenbedingungen zu lösen. Als Nebenbedingung wird die Stelle $y = y^*$ des Nulldurchganges der Schubspannung τ_{yx} gewählt (Gleichung 8.42). Vergleiche hierzu auch Gleichung 8.28 auf Seite 94. Um eine Lösung sicherzustellen muss y^* zwingend kleiner als die Kanalhöhe h sein.

$$y^* = -\frac{\tau_x}{\frac{\partial p}{\partial x}} < h \quad (8.42)$$

Nachdem eine Lösung für die Schubspannung am Schneckengrund τ_x erreicht wurde, kann die korrigierte Konsistenz K_{1D} bestimmt werden. Hierfür sind für die Berechnung der Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}_x$ die Bestimmungsgleichungen der z -Richtung heranzuziehen ($z = x$, siehe Gleichung 8.2, Seite 89). Da die Schergeschwindigkeiten in x - und z -Richtung von der Position y (Kanalhöhe) abhängen und in weiterer Folge mit gemittelten Werten je Volumenelement gerechnet wird, ist eine Mittelwertbildung von K_{1D} vorzunehmen. Es sei darauf hingewiesen, dass bei der Ermittlung des Volumenstroms in Kanalrichtung \dot{V}_I (siehe Gleichung 8.33, Seite 95) in weiterer Folge die gemittelte und korrigierte Konsistenz \bar{K}_{1D} anstatt von K zu verwenden ist.

8.5 ERMITTELN EINER EFFEKTIVEN VISKOSITÄT

Nachdem der Volumenstrom in Kanalrichtung \dot{V}_I mit der gemittelten und korrigierten Konsistenz \bar{K}_{1D} bestimmt worden ist, muss eine weitere Vereinfachung für die folgende Temperaturberechnung getroffen werden. Würden Kautschukmischungen newtonsches Fließverhalten aufweisen, wäre die Temperaturberechnung im Schneckenkanal einfach. Bei strukturviskosem Fließverhalten und reiner Druckströmung im Schneckenkanal wäre eine Berechnung mit dem Konzept der repräsentativen Viskosität möglich [60]. Allerdings ist die Druckströmung im Schneckenkanal von einem Schleppströmungsanteil überlagert, welches es nicht erlaubt, das

Konzept der repräsentativen Viskosität heranzuziehen. Jedoch wird in der Literatur von Becker [7] ein Konzept vorgestellt, welches die Berechnung mittels repräsentativer Größen zulässt. Für newtonsche Flüssigkeiten ist der Volumenstrom \dot{V}_N in Kanalrichtung durch [Gleichung 8.43](#) gegeben.

$$\dot{V}_N = \dot{V}_S + \dot{V}_D = \frac{b h v_{bz}}{2} - \frac{b h^3}{12 \eta} \frac{\partial p}{\partial z} \quad (8.43)$$

Wird der Volumenstrom \dot{V}_I bei nicht-newtonischem Fließverhalten mit [Gleichung 8.34](#) unter Berücksichtigung der korrigierten Konsistenz \bar{K}_{1D} (siehe [Gleichung 8.39](#), Seite 97) ermittelt und in [Gleichung 8.43](#) anstatt von \dot{V}_N eingesetzt, kann daraus eine Viskosität η berechnet werden. Die dadurch erhaltene Viskosität wird als *effektive Viskosität* η_{eff} [7] bezeichnet und ermöglicht es weitere Berechnungen mit repräsentativen Größen durchzuführen. Die effektive Viskosität ist durch [Gleichung 8.44](#) gegeben.

$$\eta_{eff} = \frac{\frac{b h^3}{12} \frac{\partial p}{\partial z}}{\frac{v_{bz} b h}{2} - \dot{V}_I} \quad (8.44)$$

8.6 LÖSEN DER ENERGIEBILANZ AM VOLUMENELEMENT

Prinzipiell könnte die Massetemperatur mit einer vereinfachten Energiegleichung bestimmt werden. Allerdings wäre dies nur auf numerischem Wege möglich, da eine Kopplung mit der Impulsgleichung vorliegt [4]. Streng genommen liegen für die mathematischen Beziehungen von Geschwindigkeit und Volumenstrom isotherme Annahmen zugrunde. Weiters ist zu bedenken, dass es sich beim Dosiervorgang um einen transienten Anfahrprozess handelt. Folgend haben die getroffenen Annahmen, wie z. B. vollständig entwickeltes Strömungsprofil, eine nur sehr beschränkte Gültigkeit. Agassant [4] weist auf ein Verfahren zur Beschreibung der mittleren Temperatur in einem Volumenelement ΔV hin. Dabei wird eine differentielle Energiebilanz aufgestellt und anschließend über ein Volumen $\Delta V = b h dz$ integriert. Das von Agassant beschriebene Verfahren wird auch in der vorliegenden Arbeit angewandt, da es aufgrund der getroffenen Annahmen ausreichend ist, die mittlere Temperatur der Kautschukmischung bzw. Temperaturentwicklung entlang des Schneckenkanals zu kennen. In [Abbildung 8.6](#), Seite 100 ist die aufgestellte Energiebilanz an einem Volumenelement mit der axialen Länge Δz dargestellt. Dabei werden (1) der Energieinhalt der betrachteten Masse bei Eintritt \dot{Q}_0 und Austritt aus dem Kontrollvolumen \dot{Q}_1 , (2) die im Volumenelement ΔV dissipierte Energie E_D sowie (3) die durch Wärmeleitung in den Zylinder bzw. in die Schnecke bedingten Wärmeströme \dot{q}_Z bzw. \dot{q}_S mitberücksichtigt und folgend beschrieben.

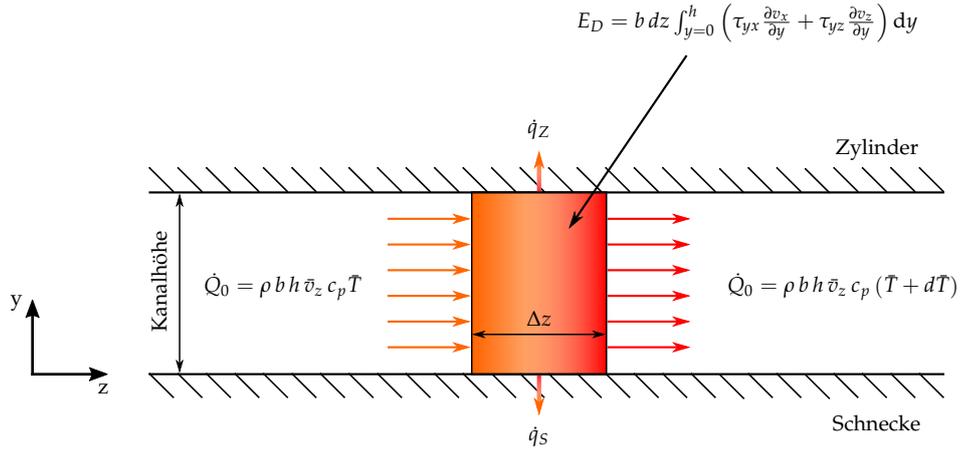


Abbildung 8.6: Energiebilanz an einem Volumenelement im Schneckenkanal. In Anlehnung an [11].

Die pro Zeiteinheit in das Kontrollvolumen transportierte Wärmemenge \dot{Q}_0 ist durch Gleichung 8.45 gegeben.

$$\dot{Q}_0 = mc_p \bar{T} = \rho b h \bar{v}_z c_p \bar{T}, \tag{8.45}$$

mit der Masse m des Kontrollvolumens, spezifische Wärmekapazität c_p , mittlere Massetemperatur \bar{T} , Dichte ρ , Breite b sowie Höhe h des Kanalquerschnittes und mittlere Geschwindigkeit in Förderrichtung \bar{v}_z . Im Volumenelement ΔV wird mechanische Energie in Form von Wärme dissipiert.

$$E_D = b \Delta z \int_{y=0}^h \left(\tau_{yx} \frac{\partial v_x}{\partial y} + \tau_{yz} \frac{\partial v_z}{\partial y} \right) dy, \tag{8.46}$$

mit der dissipierten Energie E_D , der axialen Länge Δz des Volumenelementes, den Schubspannungen normal zum Schneckensteg τ_{yx} und in Förderrichtung τ_{yz} sowie den dazugehörigen Schergeschwindigkeiten $\partial v_x / \partial y$ und $\partial v_z / \partial y$. An die Förderschnecke wird der Wärmestrom \dot{Q}_S (Gleichung 8.47) und an den Zylinder \dot{Q}_Z (Gleichung 8.48) abgegeben.

$$\dot{Q}_S = b \Delta z \dot{q}_S, \tag{8.47}$$

mit dem Wärmestrom pro Quadratmeter in die Förderschnecke \dot{q}_S .

$$\dot{Q}_Z = b \Delta z \dot{q}_Z, \tag{8.48}$$

mit dem Wärmestrom pro Quadratmeter in den Zylinder \dot{q}_Z . Bedingt durch die zu- bzw. abgeführten Energien kommt es zu einer Temperaturerhöhung $d\bar{T}$ der Masse im Kontrollvolumen, welche durch Gleichung 8.49 erfasst wird.

$$\dot{Q}_1 = mc_p (\bar{T} + d\bar{T}) = \rho b h \bar{v}_z c_p (\bar{T} + d\bar{T}), \tag{8.49}$$

mit dem Wärmehalt der Masse pro Zeiteinheit \dot{Q}_1 bei Verlassen des Kontrollvolumens. Werden [Gleichung 8.45](#) bis [Gleichung 8.49](#) addiert und umgeformt, ergibt sich die Energiebilanz am Volumenelement ΔV bzw. ein beschreibender Zusammenhang für die Ermittlung der mittleren Massetemperatur \bar{T} als Funktion der axialen Position im Schneckenkanal. Der linke Teil von [Gleichung 8.50](#) beschreibt die Änderung des Energieinhaltes beim Durchströmen des Kontrollvolumens. Dieser entspricht der Scherdissipation abzüglich der durch Wärmeleitung abgeführten Energien.

$$\rho c_p h \bar{v}_z \frac{\partial \bar{T}}{\partial z} = \int_{y=0}^h \left(\tau_{yx} \frac{\partial v_x}{\partial y} + \tau_{yz} \frac{\partial v_z}{\partial y} \right) dy - (\dot{q}_z + \dot{q}_s) \tag{8.50}$$

Im Folgenden wird näher auf die Ermittlung der noch unbekanntenen Terme in [Gleichung 8.50](#) eingegangen, wobei mit der mathematischen Beschreibung der Wärmeströme in den Zylinder \dot{q}_Z und in die Schnecke \dot{q}_S begonnen wird. Eine Herausforderung ist hierbei, dass der Wärmestrom in die Schnecke \dot{q}_S messtechnisch nicht zugänglich ist. Durch die Annahme einer adiabaten Randbedingung an der Schnecke sowie isothermer Bedingungen an der Zylinderoberfläche – die Zylinderwandtemperatur ist messtechnisch zugänglich – lassen sich die Wärmeströme allerdings abschätzen. Eine ähnliche Betrachtung führte Binder [10] bei der Modellierung der Transportvorgängen in Einschneckenextrudern durch und erzielte damit adäquate Berechnungsergebnisse im Vergleich zu den Messergebnissen.

Durch die getroffenen Annahmen können die auftretenden Wärmeströme mit einer vereinfachten Energiegleichung ohne Konvektionsterm (y-Richtung) beschrieben werden ([Gleichung 8.51](#)).

$$-\lambda \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} = \tau_{yx} \frac{\partial v_x}{\partial y} + \tau_{yz} \frac{\partial v_z}{\partial y} \tag{8.51}$$

Durch Verwenden einer effektiven Viskosität (siehe [Gleichung 8.44](#), Seite 99) kann in weiterer Folge mit den relativ einfachen newtonschen Zusammenhängen gerechnet werden. Die Geschwindigkeitsprofile v_x ([Gleichung 8.52](#)) und v_z ([Gleichung 8.53](#)) weisen folgende Form auf:

$$v_x(y) = v_{bx} \left[3 \left(\frac{y}{h} \right)^2 - 2 \frac{y}{h} \right], \tag{8.52}$$

$$v_z(y) = v_{bz} \frac{y}{h} + \frac{h^2}{2\eta_{eff}} \frac{\partial p}{\partial z} \left[\left(\frac{y}{h} \right)^2 - \frac{y}{h} \right]. \tag{8.53}$$

Für die Schubspannung τ_{yx} ([Gleichung 8.54](#)) und τ_{yz} ([Gleichung 8.55](#)) gilt bei newtonscher Betrachtung $\tau = n \dot{\gamma}$ unter Berücksichtigung der

Ableitungen der Geschwindigkeitsprofile v_x (Gleichung 8.52) und v_z (Gleichung 8.53) folgender Zusammenhang:

$$\tau_{yx} = \eta_{eff} \frac{2v_{bx}}{h} \left(3\frac{y}{h} - 1 \right), \quad (8.54)$$

$$\tau_{yz} = \eta_{eff} \left[\frac{h}{\eta_{eff}} \frac{\partial p}{\partial z} \left(\frac{y}{h} - \frac{1}{2} \right) + \frac{v_{bz}}{h} \right]. \quad (8.55)$$

Durch Umformen von Gleichung 8.51, Einsetzen von Gleichung 8.52 bis Gleichung 8.55 und anschließender Integration ergibt sich der in Gleichung 8.56 gezeigte Zusammenhang für die Temperatur T .

$$\begin{aligned} T(y) = & -\frac{\eta_{eff}}{\lambda} \left\{ \left(\frac{h}{\eta_{eff}} \frac{\partial p}{\partial z} \right)^2 \left[\frac{y^4}{12h^2} - \frac{y^3}{6h} + \frac{y^2}{8} \right] + \dots \right. \\ & \dots + \frac{2v_{bz}}{\eta_{eff}} \frac{\partial p}{\partial z} \left(\frac{y^3}{6h} - \frac{y^2}{4} \right) + \left(\frac{v_{bz}}{h} \right)^2 \frac{y^2}{2} + \dots \\ & \left. \dots + 4 \left(\frac{v_{bx}}{h} \right)^2 \left[\frac{3y^4}{4h^2} - \frac{y^3}{h} + \frac{y^2}{2} \right] \right\} + C_3 y + C_4 \quad (8.56) \end{aligned}$$

Die Integrationskonstante C_3 ergibt sich im Falle der adiabaten Randbedingung an der Schnecke zu:

$$\left. \frac{\partial T}{\partial y} \right|_{y=0} = 0 \Rightarrow C_3 = 0. \quad (8.57)$$

Ein Einsetzen der Randbedingung am Zylinder $T(y = h) = T_{GS}$ (siehe Abbildung 8.4, Seite 87) in Gleichung 8.56 ergibt die gesuchte Integrationskonstante C_4 .

$$C_4 = T_{GS} + \frac{\eta_{eff}}{\lambda} \left\{ \frac{1}{24} \left(\frac{h^2}{\eta_{eff}} \frac{\partial p}{\partial z} \right)^2 - \frac{h^2 v_{bz}}{6\eta_{eff}} \frac{\partial p}{\partial z} + \frac{v_{bz}^2}{2} + v_{bx}^2 \right\} \quad (8.58)$$

Durch Einsetzen von C_3 (Gleichung 8.57) und C_4 (Gleichung 8.58) in Gleichung 8.56 kann die Temperatur T durch Gleichung 8.59 beschrieben werden.

$$\begin{aligned} T(Y) = & T_{GS} - \frac{\eta_{eff}}{\lambda} \left\{ v_{bz}^2 \left[\frac{\Pi^2}{4} \left(\frac{Y^4}{3} - \frac{2Y^3}{3} + \frac{Y^2}{2} - \frac{1}{6} \right) + \dots \right. \right. \\ & \dots + \Pi \left(\frac{Y^3}{3} - \frac{Y^2}{2} + \frac{1}{6} \right) + \frac{1}{2} (Y^2 - 1) \left. \right] + \dots \\ & \left. \dots + v_{bx}^2 (3Y^4 - 4Y^3 + 4Y^2 - 1) \right\}, \quad (8.59) \end{aligned}$$

mit dem dimensionslosen Druckgradient Π

$$\Pi = \frac{h^2}{\eta_{eff} v_{bz}} \frac{\partial p}{\partial z} \quad (8.60)$$

und der dimensionslosen y -Koordinate Y

$$Y = \frac{y}{h}. \quad (8.61)$$

Da in weiterer Folge nur mit mittleren Größen im Volumenelement ΔV gerechnet wird, ist eine integrale Mittelwertbildung von $T(Y)$ durchzuführen.

$$\bar{T} = \int_{Y=0}^1 T(Y) dY = T_{GS} - \frac{\eta_{eff}}{\lambda} \left[v_{bz}^2 \left(-\frac{\Pi^2}{40} + \frac{\Pi}{12} - \frac{1}{3} \right) - \frac{v_{bx}^2}{15} \right] \quad (8.62)$$

Durch die adiabate Randbedingung an der Schnecke ($\dot{q}_S = 0$) liegt nur ein Wärmestrom in den Zylinder \dot{q}_Z vor, welcher durch [Gleichung 8.63](#) gegeben ist.

$$\dot{q}_Z = -\lambda \left. \frac{\partial T}{\partial y} \right|_{y=h} = \frac{\eta_{eff}}{h} \left[v_{bz}^2 \left(\frac{\Pi^2}{12} + 1 \right) + 8v_{bx}^2 \right] \quad (8.63)$$

Der in [Gleichung 8.63](#) ersichtliche Wärmestrom \dot{q}_Z kann auch durch die mittlere Temperatur \bar{T} ausgedrückt werden. Hierzu wird [Gleichung 8.62](#) wie folgt umgeformt:

$$\frac{\eta_{eff}}{h} = \frac{\frac{\lambda}{h} (\bar{T} - T_{GS})}{v_{bz}^2 \left(\frac{\Pi^2}{40} - \frac{\Pi}{12} + \frac{1}{3} \right) + \frac{v_{bx}^2}{15}}. \quad (8.64)$$

Die Beziehung in [Gleichung 8.64](#) wird in [Gleichung 8.63](#) eingesetzt, um den Wärmestrom in den Zylinder \dot{q}_Z mit der mittleren Massetemperatur \bar{T} auszudrücken.

$$\dot{q}_Z = \frac{\frac{\lambda}{h} (\bar{T} - T_{GS}) \left[v_{bz}^2 \left(\frac{\Pi^2}{12} + 1 \right) + 8v_{bx}^2 \right]}{v_{bz}^2 \left(\frac{\Pi^2}{40} - \frac{\Pi}{12} + \frac{1}{3} \right) + \frac{v_{bx}^2}{15}} \quad (8.65)$$

Auch die Geschwindigkeitsprofile v_x ([Gleichung 8.66](#)) und v_z ([Gleichung 8.67](#)) können mit der dimensionslosen y -Koordinate Y ([Gleichung 8.61](#)) sowie durch den dimensionslosen Druckgradient Π ([Gleichung 8.60](#)) ausgedrückt werden.

$$v_x(Y) = v_{bx} (3Y^2 - Y) \quad (8.66)$$

$$v_z(Y) = v_{bz} \left[Y + \frac{\Pi}{2} (Y^2 - Y) \right] \quad (8.67)$$

In der Energiebilanz am Volumenelement ΔV scheint eine mittlere Geschwindigkeit \bar{v}_z auf. Infolge dessen wird von [Gleichung 8.67](#) eine integrale Mittelwertbildung durchgeführt ([Gleichung 8.68](#)).

$$\bar{v}_z = \int_{Y=0}^1 v_z(Y) dY = \frac{v_{bz}}{2} \left(1 - \frac{\Pi}{6}\right) \quad (8.68)$$

Der letzte fehlende Term zur Lösung der Energiebilanz am Volumenelement ΔV (siehe [Gleichung 8.50](#), Seite 101) ist die dissipierte Energie E_D (siehe [Gleichung 8.46](#), Seite 100). Unter Berücksichtigung der Zusammenhänge von τ_{yx} ([Gleichung 8.54](#)), τ_{yz} ([Gleichung 8.55](#)), v_x ([Gleichung 8.66](#)) und τ_{yz} ([Gleichung 8.67](#)) sowie der dimensionslosen Größen Π ([Gleichung 8.60](#)) und Y ([Gleichung 8.61](#)) resultiert die beschreibende Form der dissipierten Energie E_D :

$$E_D = \int_{y=0}^h \left(\tau_{yx} \frac{\partial v_x}{\partial y} + \tau_{yz} \frac{\partial v_z}{\partial y} \right) dy = \frac{\eta_{eff}}{h} \left[4v_{bx}^2 + v_{bz}^2 \left(1 + \frac{\Pi^2}{12}\right) \right]. \quad (8.69)$$

Die hergeleiteten Beziehungen werden nun in die Energiebilanz am Volumenelement ΔV (siehe [Gleichung 8.50](#), Seite 101) eingesetzt. Der durch [Gleichung 8.70](#) beschriebene Zusammenhang wurde bereits umgeformt, um eine Lösung der inhomogenen Differentialgleichung erster Ordnung zu ermöglichen.

$$\frac{\partial \bar{T}}{\partial z} + P \bar{T} = S(z), \quad (8.70)$$

mit dem Faktor P

$$P = - \frac{2\lambda}{\rho c_p h^2 v_{bz} \left(1 - \frac{\Pi}{6}\right)} \frac{v_{bz}^2 \left(\frac{\Pi^2}{12} + 1\right) + 8 v_{bx}^2}{v_{bz}^2 \left(\frac{\Pi^2}{40} - \frac{\Pi}{12} + \frac{1}{3}\right) + \frac{v_{bx}^2}{15}} \quad (8.71)$$

und dem Störterm $S(z)$.

$$S(z) = \frac{2\lambda}{\rho c_p h^2 v_{bz} \left(1 - \frac{\Pi}{6}\right)} \left\{ \eta_{eff} \left[v_{bz}^2 \left(\frac{\Pi^2}{12} + 1\right) + 4 v_{bx}^2 \right] - \dots \right. \\ \left. \dots - T_{GS} \lambda \frac{v_{bz}^2 \left(\frac{\Pi^2}{12} + 1\right) + 8 v_{bx}^2}{v_{bz}^2 \left(\frac{\Pi^2}{40} - \frac{\Pi}{12} + \frac{1}{3}\right) + \frac{v_{bx}^2}{15}} \right\} \quad (8.72)$$

8.7 MITTLERE MASSETEMPERATUR IM VOLUMENELEMENT

Der Faktor P ([Gleichung 8.71](#)) kann als unabhängig von der z -Koordinate angesehen werden, wenn (1) die axiale Länge Δz vom Volumenelement ΔV

gering ist und (2) die Kanalhöhe h sich im betrachteten Volumenelement nicht signifikant ändert. Beide Annahmen sind in der vorliegenden Arbeit gültig. Allerdings stellt Gleichung 8.70 nur den isothermen Fall dar, da die Grenzschichttemperatur T_{GS} als konstante Randbedingung einzugeben ist. Folgend wird die Annahme getroffen, dass entlang des Volumenelementes mit der axialen Länge Δz die Grenzschichttemperatur T_{GS} von der Koordinate z abhängt und linear zunimmt (Gleichung 8.73).

$$T_{GS}(z) = c z + T_{GS0}, \tag{8.73}$$

mit der Konstanten c :

$$c = \frac{T_{GS1} - T_{GS0}}{\Delta z}, \tag{8.74}$$

der Temperatur der Grenzschicht am Ende T_{GS1} und am Beginn T_{GS0} des betrachteten Volumenelementes. Durch die getroffene Annahme lässt sich die Störfunktion $S(z)$ (Gleichung 8.72) folgendermaßen umschreiben (Gleichung 8.75):

$$S(z) = A T_{GS}(z) + B, \tag{8.75}$$

mit dem Faktor A :

$$A = -\frac{2\lambda}{\rho c_p h^2 v_{bz}^2 \left(1 - \frac{\Pi}{6}\right)} \frac{v_{bz}^2 \left(\frac{\Pi^2}{12} + 1\right) + 8 v_{bx}^2}{v_{bz}^2 \left(\frac{\Pi^2}{40} - \frac{\Pi}{12} + \frac{1}{3}\right) + \frac{v_{bx}^2}{15}} \tag{8.76}$$

und dem Faktor B :

$$B = \frac{2\eta_{eff} \left[v_{bz}^2 \left(\frac{\Pi^2}{12} + 1\right) + 4v_{bx}^2 \right]}{\rho c_p h^2 v_{bz} \left(1 - \frac{\Pi}{6}\right)}. \tag{8.77}$$

Für die Lösung der inhomogenen Differentialgleichung erster Ordnung (Gleichung 8.70) wird auf die einschlägige Fachliteratur verwiesen [150]. An dieser Stelle wird nur der Lösungsansatz vorgestellt, wobei auf die Bestimmung der Konstanten C_5 und C_6 näher eingegangen wird. Der allgemeine Lösungsansatz hat die Form (Gleichung 8.78):

$$\bar{T}(z) = \frac{1}{C_5 e^{Pz}} \int e^{Pz} S(z) C_5 dz. \tag{8.78}$$

Durch Lösen von Gleichung 8.78 ergibt sich (Gleichung 8.79):

$$\bar{T}(z) = \frac{S(z)}{P} - \frac{A c}{P^2} + \frac{C_6}{C_5} e^{-Pz}. \tag{8.79}$$

Am Beginn des Volumenelementes liegt die Temperatur $\bar{T}(z = 0) = \bar{T}_0$ vor, wodurch das Verhältnis C_4/C_3 mit [Gleichung 8.80](#) bestimmt werden kann.

$$\frac{C_6}{C_5} = \bar{T}_0 - \frac{S(z=0)}{P} + \frac{Ac}{P^2} \quad (8.80)$$

Einsetzen von [Gleichung 8.80](#) in [Gleichung 8.79](#) ergibt die mittlere Massetemperatur \bar{T} im Volumenelement ΔV ([Gleichung 8.81](#)).

$$\bar{T}(z) = \frac{S(z)}{P} - \frac{Ac}{P^2} + \left(\bar{T}_0 - \frac{S(z=0)}{P} + \frac{Ac}{P^2} \right) e^{-Pz} \quad (8.81)$$

8.8 BERÜCKSICHTIGUNG DER MASSENERHALTUNG

Mit der in [Gleichung 8.81](#) ersichtlichen Lösung der inhomogenen Differentialgleichung erster Ordnung wird die Massetemperatur in jedem Volumenelement bestimmt. Allerdings ist hierbei noch die Erhaltung der Masse zu berücksichtigen. Die Massenerhaltung besagt, dass die in ein Kontrollvolumen geförderte Masse dieses auch wieder zu verlassen hat. Demzufolge ist in [Abbildung 8.7](#), Seite 107 der prinzipielle Ablauf zur Massetemperaturberechnung und Erhaltung der Masse dargestellt.

Zum Zeitpunkt t_0 ist der Schneckenkanal gefüllt und es wird davon ausgegangen, dass die Temperatur der Masse (z. B. $\bar{T}_M = 70^\circ\text{C}$) jener vom Zylinder entspricht. Da die Schnecke zu diesem Zeitpunkt stillsteht, entspricht die Zylinder- der Grenzschichttemperatur $T_{GS}(z, t)$. Außerdem ist bei t_0 der Druckgradient $\partial p/\partial z$ gleich Null. Ausgehend von den getroffenen Annahmen wird in weiterer Folge der Zeitschritt t_1 betrachtet. Hierbei ist der Druckgradient $\partial p/\partial z > 0$ und die Zylinderwandtemperatur hat sich aufgrund von Dissipation während der Förderung erhöht. Ein Anstieg der Zylinderwandtemperatur führt ebenso zu einer höheren Grenzschichttemperatur $T_{GS}(z, t_1)$. Mit [Gleichung 8.81](#) wird nun in jedem Volumenelement ΔV die im Zeitschritt t_1 herrschende Massetemperatur bestimmt (z. B. $70^\circ\text{C} + \Delta T_1$). Ist die Berechnung am letzten Volumenelement durchgeführt worden – also die Bedingung $\mu \Delta z = Z$ erfüllt – wird im selben Zeitschritt t_1 die Massenerhaltung berücksichtigt, da ein Volumenelement ΔV_0 mit der Temperatur \bar{T}_0 eingezogen wird. Im selben Augenblick wird das Volumenelement $\Delta V_I = \dot{V}_I \Delta t$ mit der Temperatur $T_M = 70^\circ\text{C} + \Delta T_5$ in die Einspritzkammer bzw. in den Schneckenorraum gefördert. Numerisch wird die Massenerhaltung mit [Gleichung 8.82](#) beschrieben, wobei Δz so zu wählen ist, dass in jedem Zeitschritt Δt nur ein Volumenelement i ([Gleichung 8.83](#)) gefördert wird.

$$\Delta z = \frac{\dot{V}_I \Delta t}{bh} \quad (8.82)$$

$$i = \frac{\dot{V}_I \Delta t}{b h \Delta z} \tag{8.83}$$

Folgend dürfen Δz und Δt nicht beliebig gewählt werden, um die Massenerhaltung berücksichtigen zu können. Nachfolgende Werte für Δz und Δt können bei der Ermittlung hilfreich sein: $\Delta z = 4 \text{ mm}$ und $\Delta t = 0,1 \text{ s}$.

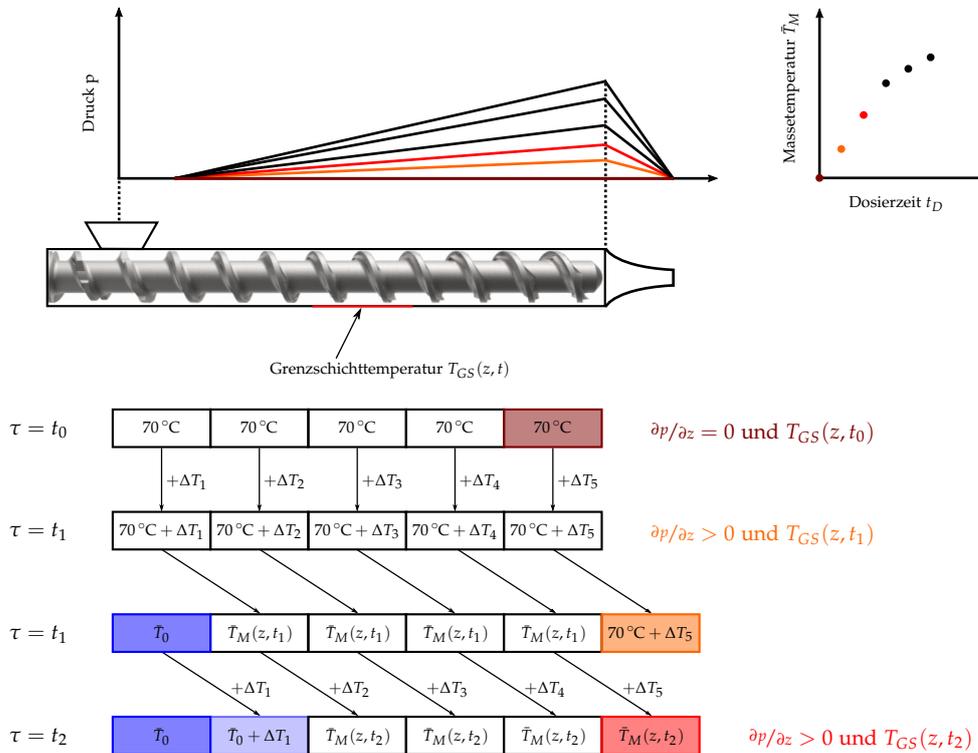


Abbildung 8.7: Schematische Darstellung der Vorgehensweise bei der Massetemperaturberechnung unter Berücksichtigung der Massenerhaltung. Zeitschritt τ , Druckgradient $\partial p / \partial z$ und mittlere Temperatur \bar{T}_0 der eingezogenen Kautschukmischung.

8.9 AUSGABE DER MITTLEREN MASSETEMPERATUR

Wie in [Abbildung 8.7](#), Seite 107 gezeigt, wird die Berechnung für die folgenden Zeitschritte (z. B. t_2), analog wie bei Zeitschritt t_1 erläutert, durchgeführt. Ist das Ende der Dosierzeit t_D , welche durch die Bedingung $\tau \Delta t = t_D$ gegeben ist, erreicht, wird die Berechnung beendet und das Massetemperaturprofil $\bar{T}(t_D)$ als Funktion der Dosierzeit t_D ausgegeben.

Teil IV

EXPERIMENTELLE VORGEHENSWEISE

VERWENDETES EQUIPMENT UND UNTERSUCHTE KAUSCHUKMISCHUNGEN

In den nächsten zwei Kapiteln wird näher auf (1) das eingesetzte technische Equipment, (2) die untersuchten Kautschukmischungen sowie auf (3) den Aufbau und die Gestaltung der durchgeführten Experimente einschließlich der jeweiligen Anforderungen, Ziele und Grenzen eingegangen. [Tabelle 9.1](#) (siehe Seite [113](#), ff) gibt einen Überblick über das in der vorliegenden Arbeit verwendete Equipment, wobei (1) die Messvorrichtung zur Ermittlung der Massetemperatur in der Einspritzkammer einer MAPLAN FIFO-Spritzgießmaschine (siehe [Kapitel 9.1](#)), (2) die Formteilgeometrie und das Versuchswerkzeug ([Kapitel 9.2](#), Seite [115](#)) sowie (3) der praxisnahe Prüfstand zur Untersuchung des Dosiervorgangs ([Kapitel 9.3](#), Seite [116](#)) im Detail vorgestellt werden.

9.1 MESSVORRICHTUNG ZUR BESTIMMUNG DER MASSETEMPERATUR IN DER EINSPRITZKAMMER EINER FIFO-SPRITZGIESSMASCHINE

Bevor ein Prüfstand für die experimentelle Untersuchung der Strömungsvorgänge im Schneckenkanal vom Spritzgießmaschinenhersteller MAPLAN GmbH zur Verfügung gestellt wurde, sollte überprüft werden, ob ein axiales Massetemperaturprofil in der Einspritzkammer einer MAPLAN FIFO-Spritzgießmaschine MTF750/160edition vorhanden ist.

Ziel war es, eine Messvorrichtung zu konstruieren und zu fertigen, mit der unmittelbar nach dem Dosieren der Kautschukmischung in die Einspritzkammer der Kautschukspritzgießmaschine die Massetemperatur erfasst werden konnte. Anforderung an die Messvorrichtung waren (1) eine exakte Positionierung an der schließseitigen Werkzeugaufspannplatte, um Messpunkte in der Einspritzkammer wiederholt und positionsgenau anfahren zu können, (2) eine robuste und zugleich "schlanke" Ausführung der Thermolanze sowie (3) die Verwendung eines Temperaturmesssystems mit sehr geringen Ansprechzeiten.

Perko [[143](#)] untersuchte die Ansprechzeit eines Mantelthermoelementes mit einem Durchmesser von $d = 4 \text{ mm}$ und eines selbst hergestellten Thermoelements. Dieses selbst hergestellte Thermoelement beinhaltet zwei Thermoleitungen Typ K, wobei die metallischen Enden fest ineinander verdrillt wurden. Durch die geringe Masse an der Messstelle konnte bei einem Aufheizvorgang von Raumtemperatur auf 200 °C die Ansprechzeit

im Vergleich zu dem Mantelthermoelement ca. um den Faktor 10 reduziert werden. Aufbauend auf diesen von Perko [143] gewonnenen Erkenntnissen wurde eine sogenannte Thermolanze konstruiert und gefertigt.

Wie in [Abbildung 9.1](#) ersichtlich besteht die Thermolanze aus zwei Thermoleitungen Typ K, welche in einem Metallrohr mit dem Durchmesser $d = 6$ mm untergebracht sind. Die Enden der Thermoleitungen sind abisoliert und verdreht. Um Wärmeverluste infolge von Wärmeleitung in Längsrichtung der Thermolanze während des Messvorganges zu minimieren, sind die verdrehten Enden der Thermoleitungen in eine Kunststoffspitze aus Polytetrafluorethylen (PTFE) eingefasst. Um mehrere axiale Messpunkte in der Einspritzkammer wiederholt und positionsgenau anfahren zu können, ist die Thermolanze auf der einen Seite in einem Zylinder eingebettet – welcher in der Ausnehmung der schließseitigen Werkzeugaufspanplatte fixiert ist – und auf der anderen Seite durch eine Metallplatte geführt wird. Mit Hilfe dieser selbst gefertigten Messvorrichtung kann die Massetemperatur der dosierten Kautschukmischung in der Einspritzkammer ermittelt werden.



Abbildung 9.1: Messvorrichtung zur Bestimmung der Massetemperatur in der Einspritzkammer. (links) Thermolanze mit PTFE-Spitze und verdrehten Thermoleitungen, (rechts) Aufbau an der MAPLAN FIFO-Spritzgießmaschine MTF750/160edition.

Tabelle 9.1: Übersicht über die technische Ausstattung.

Bezeichnung	Typ	Hersteller
Prüfgeräte		
Rubber Prozess Analyzer	D-MDR 3000	MonTech Werkstoffprüfmaschinen GmbH, Buchen, Deutschland
Hochdruck-Kapillarrheometer	Rheograph RG50	Göttfert Werkstoff-Prüfmaschinen GmbH, Buchen, Deutschland
pvT-Prüfgerät	PVT-100	SWO Polymertechnik GmbH, Krefeld, Deutschland
Dynamische Differenzkalorimetrie	DSC-1	Mettler-Toledo International Inc., Greifensee, Schweiz
WLF ¹ -Prüfgeräte	DTC300	TA Instruments Inc., New Castle (DE), USA
	Rheograph 2002 mit linienförmiger Wärmequelle	Göttfert Werkstoff-Prüfmaschinen GmbH
	TPS 2500 S	Hot Disk AB, Göteborg, Schweden
	LFA 476 Hyperflash [®]	NETZSCH-Gerätebau GmbH, Selb, Deutschland
DMA ² -Prüfgerät	JIDOKA S101II	CAS - GmbH & Co. KG, Reinbeck, Deutschland
Härtemessgerät	digi test	Bareiss GmbH, Oberdischingen, Deutschland
DVR ³ -Messvorrichtung	Eigenbau	Semperit Techn. Produkte Gesellschaft m.b.H.

Fortsetzung auf der nächsten Seite...

-
- 1 Wärmeleitfähigkeit
 - 2 Dynamisch-mechanische Analyse
 - 3 Druckverformungsrest

Tabelle 9.1 – Fortsetzung von der vorherigen Seite.

Bezeichnung	Typ	Hersteller
Maschinen		
FIFO ⁴ - Spritzgießmaschine	MTF750/160edition	MAPLAN GmbH, Kottingbrunn, Österreich
Plattenpresse	P200PV	Dr. Collin GmbH, Maitenbeth, Deutschland
Spaltmaschine	AB320D	Fortuna Spezialmaschinen GmbH, Weil der Stadt, Deutschland
Sensorik		
Thermoelemente	Manthelthermo- elemente Typ K	JUMO Mess- und Regelgeräte GmbH, Wien, Österreich
Drucksensoren	Massedruckauf- nehmer MDA422	Dynisco Europe GmbH, Heilbronn, Deutschland
Datenerfassung	MX840A MX1609KB	Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH, Darmstadt, Deutschland
Software		
Datenerfassungs- software	catman-easy	Hottinger Baldwin Messtechnik GmbH
Numerische Software	Matlab R2015b	The MathWorks Inc., Natick (MA), USA
Statistische Auswertesoftware	Minitab 16	Minitab Inc., State College (PE), USA
3D-CAD Programm	Creo 4.0	PTC Inc., Needham (MA), USA
Simulationssoftware	SIGMASOFT [®] v5.3	SIGMA Engineering GmbH, Aachen, Deutschland

⁴ First-In First-Out

9.2 FORMTEILGEOMETRIE UND VERSUCHSWERKZEUG

An die Formteilgeometrie bzw. das Versuchswerkzeug wurden bei der Auswahl folgende Anforderungen gestellt:

1. "Einfache" Entnahme von Prüfkörpern aus dem Formteil
2. Dickwandige Geometrie um Einflüsse von Prozessparametern auf den lokalen Vernetzungsgrad auflösen zu können
3. Eine mit industriellen Fertigungsprozessen vergleichbare Werkzeugtechnologie
4. Kühlung der "kalten", düsenseitigen Werkzeughälfte mit Wasser und Temperierung der "heißen", schließseitigen Werkzeughälfte mittels Heizpatronen
5. Manuelle Formteilentnahme
6. Beachtung des laut Hersteller empfohlenen Einspritzvolumens von $150 - 600 \text{ cm}^3$ bei der zur Verfügung stehenden MAPLAN FIFO-Spritzgießmaschine MTF750/160edition

Basierend auf den Anforderungen wurde ein bereits bestehendes Versuchswerkzeug [84] für die geplanten Experimente herangezogen. Dieses bietet die Möglichkeit, quadratische Formteile ($100 \times 100 \text{ mm}$) mit abgerundeten Ecken (Radius $R = 15 \text{ mm}$) und einer Dicke von 15 mm herzustellen (Abbildung 9.2).

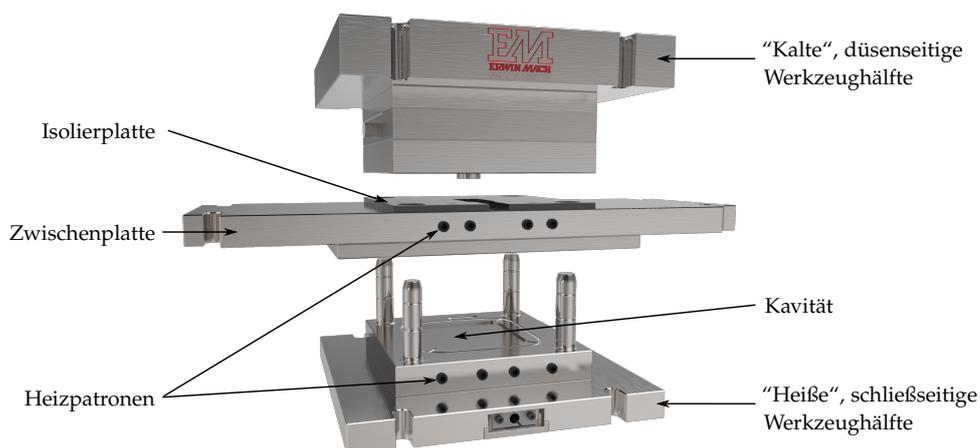


Abbildung 9.2: 3D-Ansicht des Versuchswerkzeuges zur Herstellung von dickwandigen Formteilen ($100 \times 100 \times 15 \text{ mm}$). In Anlehnung an [84].

Aufgrund der rechteckigen und planparallelen Geometrie ist nach der Formteilherstellung eine relativ einfache Entnahme von Prüfkörpern (z. B. DVR-Proben) gegeben. Des Weiteren bietet dieses Versuchswerkzeug die Möglichkeit, den beim Einspritzvorgang auftretenden Druck im Angussystem aufzuzeichnen sowie die schließseitige Formteilmperatur während des Einspritzvorganges bzw. der Vernetzungsreaktion mit einem Thermoelement zu messen. Da beide Größen in der vorliegenden Arbeit nicht benötigt werden, wird auf die detaillierte Beschreibung von Fellner [48] verwiesen.

Der einzige Nachteil des verwendeten Versuchswerkzeuges ist, dass die Heizpatronen in der Zwischenplatte sowie in der schließseitigen Werkzeughälfte nicht symmetrisch um die Kavität angeordnet sind. Folgend ist von unterschiedlichen Werkzeugoberflächentemperaturen auszugehen, wobei der erwähnte Nachteil einer ungleichmäßigen Werkzeugtemperierung auch des Öfteren in der Industrie auftritt. Aus diesem Grund wird der lokale Vernetzungsgrad im Formteil durch Entnahme von DVR-Proben über die Formteilhöhe untersucht. Dies soll es ermöglichen, Einflüsse einer inhomogenen Temperierung auf die Formteilqualität aufzuzeigen.

9.3 PRAXISNAHER PRÜFSTAND ZUR UNTERSUCHUNG DES DOSIERVORGANGS

Nach erfolgreichem Nachweis eines axialen Masetemperaturprofils in der Einspritzkammer der Kautschukspritzgießmaschine MTF750/160edition (siehe [Kapitel 12](#), Seite 191) wurde in Kooperation mit MAPLAN GmbH ein voll sensorierter Prüfstand und mit Erwin Mach Gummitechnik GmbH ein dazugehöriger Drosselflansch für die in [Kapitel 1.2.1](#), Seite 5 sowie [Kapitel 1.2.3](#), Seite 6 diskutierten Ziele konstruiert und gefertigt.

9.3.1 *Ziele und Anforderungen an den Prüfstand*

Mit dem Prüfstand sollen folgende Ziele erreicht werden:

1. Die Möglichkeit, ein umfassendes Verständnis des Dosiervorgangs in Hinblick auf das Strömungsverhalten im Schneckenkanal sowie auf die Masetemperatur zu erarbeiten.
2. Die Evaluierung des Prozessmodells bzw. Bereitstellung von transienten Randbedingungen.
3. Eine direkte Umlegung der mit dem Prüfstand gewonnenen Erkenntnisse auf die Kautschukspritzgießmaschine MTF750/160edition.

Um die erwähnten Ziele zu erreichen, wurden im Auswahlprozess folgende Anforderungen an den Prüfstand gestellt:

1. Plastifizierzylinder, Förderschnecke, hydraulischer Antrieb sowie das Temperiersystem des Plastifizierzylinders müssen die selbe Bauart wie jene der Kautschukspritzgießmaschine MTF750/160edition aufweisen, um die mit dem Prüfstand erzielten Erkenntnisse direkt übertragen zu können.
2. Implementierung von vier Drucksensoren sowie vier gegenüberliegenden Sensoren zur Detektion der transienten Zylinderwandtemperatur in Längsrichtung des Plastifizierzylinders.
3. Hydraulisches System, um die Förderschnecke nach Vulkanisation der Kautschukmischung im Schneckenkanal aus dem Plastifizierzylinder automatisch ausziehen zu können.
4. Ein sogenannter Drosselflansch soll es ermöglichen, den an der Kautschukspritzgießmaschine direkt einstellbaren Staudruck nachzustellen, wobei die Montage des Drosselflansches auf die selbe Art und Weise wie die Rückstromsperre erfolgen soll.
5. Zur Messung der Temperatur der dosierten Kautschukmischung soll ein Temperaturmesssteg im Drosselflansch vorgesehen werden.
6. Für die Überwachung des Dosiervorgangs mit Hilfe einer Kennzahl müssen in den Zu- und Rücklaufleitungen des hydraulischen Antriebssystems Drucksensoren angebracht werden.
7. Die Bedienung des praxisnahen Prüfstandes muss aufgrund von Sicherheitsaspekten zwingend über das Bedienpanel der MAPLAN FIFO-Spritzgießmaschine erfolgen.

9.3.2 Aufbau des Prüfstandes

Die finale Umsetzung des Prüfstandes ist [Abbildung 9.3](#) zu entnehmen, wobei die für den Prüfstand verwendeten Komponenten denen von der MAPLAN FIFO-Spritzgießmaschine MTF750/160edition entsprechen.

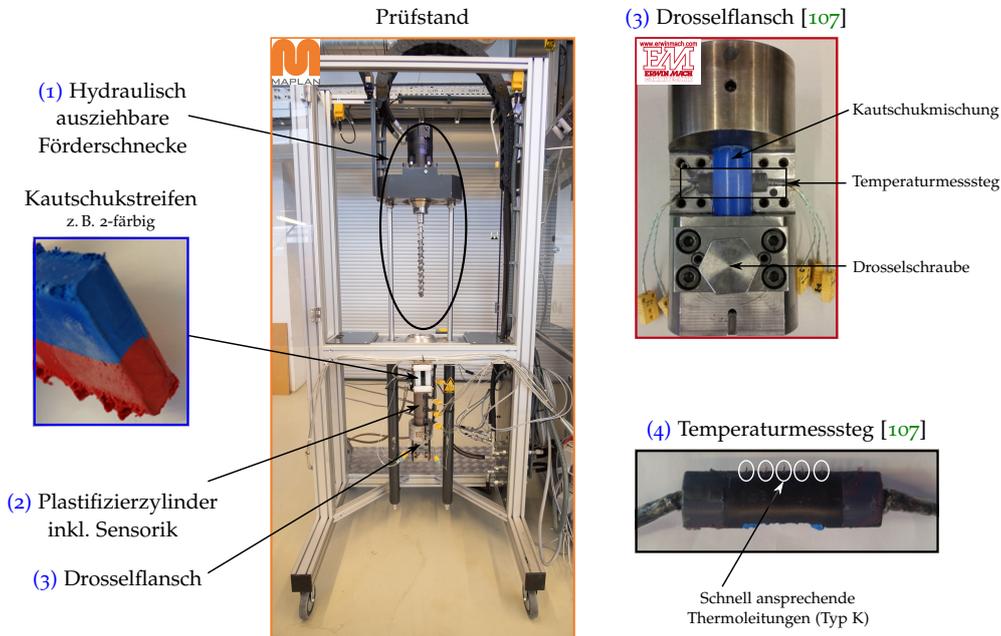


Abbildung 9.3: Finale Umsetzung des Prüfstandes zur Untersuchung der Masse-temperatur während des Dosiervorgangs sowie der Strömungen im Schneckenkanal.

Die einzelnen Komponenten werden in weiterer Folge vorgestellt:

1. Hydraulisch ausziehbare Förderschnecke

Die hydraulisch ausziehbare Förderschnecke wird von einem Hydromotor angetrieben. Dieser ist auf einem Hydraulikblock fix montiert, wird vom hydraulischen System der Spritzgießmaschine gespeist und vom Bedienpanel aus angesteuert. Der Hydraulikblock inkl. Hydromotor kann mit Hilfe von zwei Hydraulikzylindern aus dem Plastifizierzylinder bewegt werden, um nach dem Vernetzungsvorgang der Kautschukmischung im Schneckenkanal die Strömungen zu visualisieren. Des Weiteren ist der Hydraulikblock während des Dosiervorgangs mit vier Zylinderschrauben gesichert, um eine axiale Bewegung der Förderschnecke aus dem Plastifizierzylinder – bedingt durch die auftretenden Drücke – und ein Ansprechen der Sicherheitseinrichtung zu unterbinden. Die Geometrie der Förderschnecke wurde bereits vorgestellt und ist [Punkt 1](#), Seite [81](#) zu entnehmen.

2. Plastifizierzylinder inkl. Sensorik

Der Plastifizierzylinder wird mit einem Öl-Temperiergerät auf Prozess-temperatur gebracht. Diese liegt, je nachdem welche Kautschukmischung verarbeitet wird, im Bereich zwischen 60 °C und 110 °C, um ein frühzeitiges Anspringen (Reduktion der Inkubationszeit) zu verhindern. Um eine Visualisierung der Strömung im Schneckenkanal zu ermöglichen, muss die Kautschukmischung vernetzt werden. Dazu wird die Temperatur des Plastifizierzylinders nach dem Dosiervorgang auf 150 °C erhöht. Wie in [Abbildung 9.4](#), Seite 120 dargestellt, sind im Plastifizierzylinder vier Drucksensoren P₁-P₄ vom Hersteller Dynisco Europe GmbH verbaut. Mit Hilfe der Drucksensoren wird der Dosiervorgang überwacht bzw. werden die transienten Drucksignale während des Dosiervorgangs aufgezeichnet, da diese für das Prozessmodell benötigt werden (siehe [Kapitel 8.1](#), Seite 81).

Aufgrund der Temperierbohrungen im Plastifizierzylinder sind die vier Sensorpakete S₁-S₄ zur indirekten Ermittlung der Zylinderwandtemperatur um einen Winkel von $\alpha = 197,5^\circ$ im Bezug zu den Drucksensoren P₁-P₄ versetzt angeordnet ([Abbildung 9.5](#)).

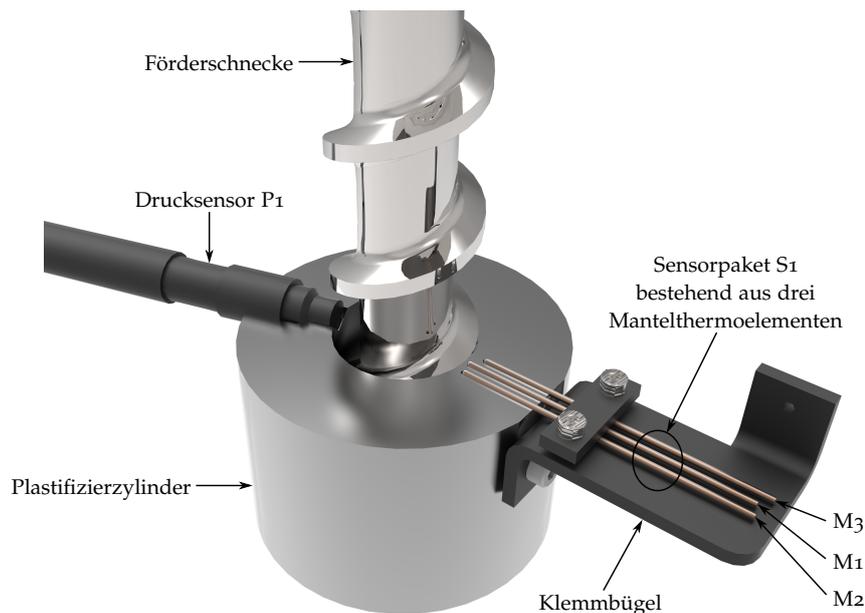


Abbildung 9.5: Schnitt durch den Plastifizierzylinder bei Drucksensor P₁ zur Darstellung der Lage der Drucksensoren bzw. Sensorpakete. Jedes Sensorpaket besteht aus drei Mantelthermoelementen M₁-M₃.

Jedes einzelne Sensorpaket besteht aus drei Mantelthermoelementen M₁-M₃, welche mit den in [Tabelle 9.2](#), Seite 121 ersichtlichen radialen Abständen im Plastifizierzylinder positioniert sind. Um eine kurze Ansprechzeit sicherzustellen, weisen diese einen Durchmesser von 1,5 mm auf sowie

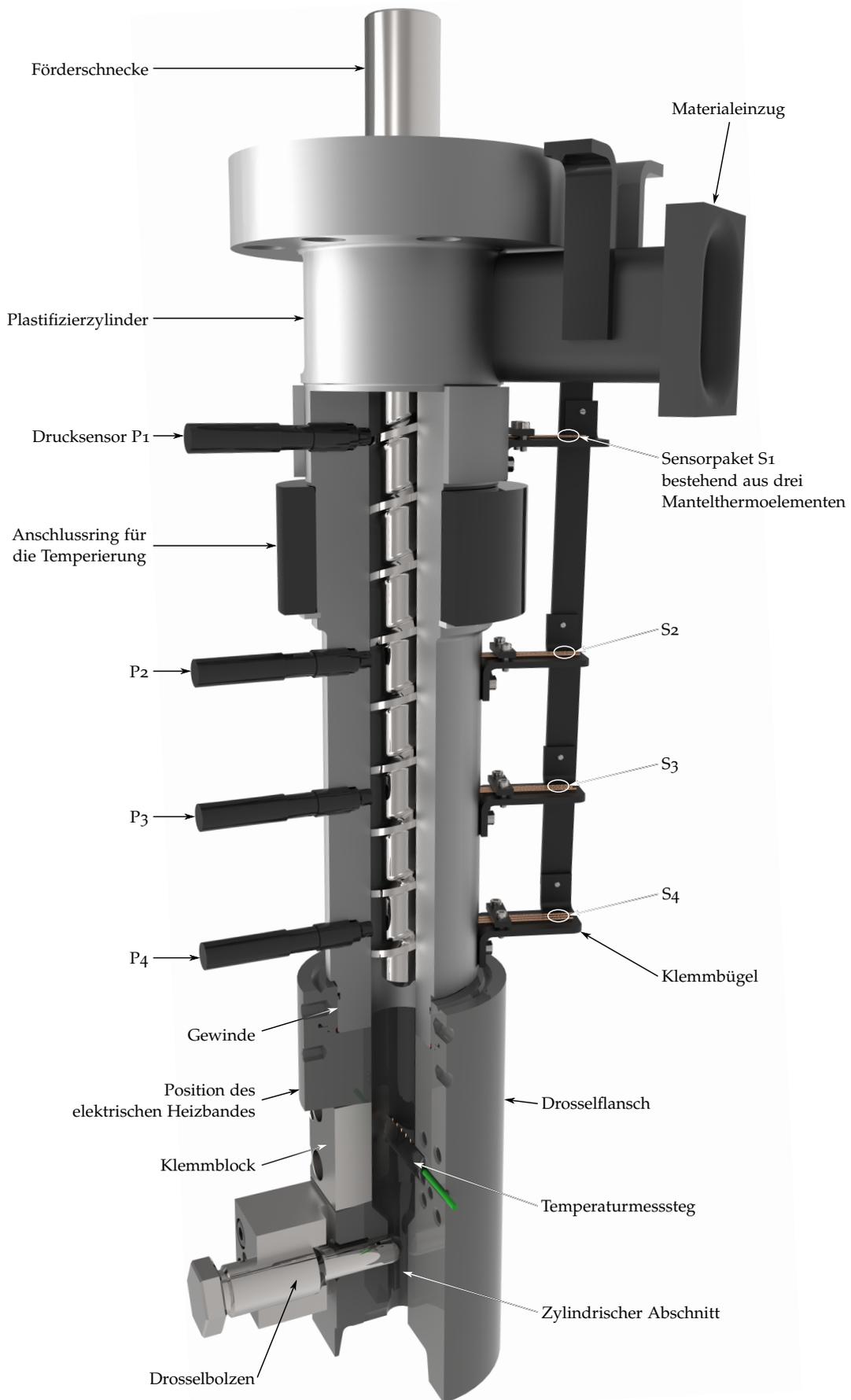


Abbildung 9.4: Schematische Darstellung des voll sensorierten Plastifizierzylinders sowie des Drosselflansches.

Tabelle 9.2: Radiale Abstände der Mantelthermoelemente im Plastifizierzylinder (Innendradius von 16 mm) für die indirekte Ermittlung der Zylinderwandtemperatur.

Mantelthermoelement	Radialer Abstand in mm
M ₁	17,250
M ₂	18,050
M ₃	19,433

sind die Thermoelemente (Typ K) an der Spitze verschweißt. Die Mantelthermoelemente sind unter Verwendung von Wärmeleitpaste in den Bohrungen des Plastifizierzylinders eingebaut und mit einem Klemmbügel befestigt. Durch Aufzeichnen der Temperatur jedes der drei Sensoren ist es mit einer linearen Regression möglich, auf die messtechnisch nicht direkt zugängliche Zylinderwandtemperatur zu schließen. Diese Information wird ebenfalls als transiente Randbedingung für das Prozessmodell herangezogen (siehe [Kapitel 8.1](#), Seite 81).

Der Plastifizierzylinder in der MAPLAN FIFO-Spritzgießmaschine hat nicht nur die Aufgabe, die für den nächsten Einspritzzyklus erforderliche Kautschukmischung zu dosieren und die Förderschnecke einzuhausen. Vielmehr besteht die Aufgabe auch darin, als Einspritzkolben zu dienen und die hochviskose Kautschukmischung bei spezifischen Materialdrücken bis ca. 3000 bar in die Kavität einzuspritzen. Aus diesem Grund ist am unteren Ende des Plastifizierzylinders ein Gewinde für die Montage einer Rückstromsperre vorgesehen, welche sich beim Einspritzen automatisch schließt und dadurch ein Rückströmen der Kautschukmischung in den Schneckenkanal verhindert.

3. Drosselflansch

Der in [Abbildung 9.4](#), Seite 120 abgebildete Drosselflansch kann anstelle der Rückstromsperre am Plastifizierzylinder montiert werden und führt dadurch den Strömungskanal mit dem Durchmesser $\varnothing 32$ mm fort. Im Abstand von 76 mm zur Schneckenspitze befindet sich der Temperaturmessteg, welcher unter [Punkt 4](#), Seite 122 beschrieben wird. Grund für den gewählten Abstand ist, dass direkt hinter der Schneckenspitze durch deren Rotation von einer verwirbelten Strömung auszugehen ist, welche die Temperaturmessung beeinflusst bzw. als Folge davon keine reproduzierbaren Temperaturen gemessen werden können.

Nach der Temperaturmessstelle verjüngt sich der Kanal unter einem Einlaufwinkel von 80° auf einen Durchmesser von 15 mm. Der Einlaufwinkel wurde dahingehend ausgewählt um potentiell auftretende "Totstellen" zu

vermeiden [143]. Im folgenden zylindrischen Abschnittes kann mit Hilfe des Drosselbolzens der Kanalquerschnitt reduziert werden, um den an der Spritzgießmaschine direkt einstellbaren Staudruck mit dem Drosselflansch nachstellen zu können. Aufgrund der massiven Bauweise des Drosselflansches wird für das Aufheizen auf Verarbeitungstemperatur ein elektrisches Heizband verwendet.

4. Temperaturmesssteg

Die Einbausituation des in [Abbildung 9.6](#) dargestellten Temperaturmesssteges im Drosselflansch ist [Abbildung 9.4](#), Seite 120 zu entnehmen. Der Temperaturmesssteg ist aus 30 Gew. - % glasfaserverstärktem Polyamid 6 gefertigt, um einerseits eine ausreichende Festigkeit aufzuweisen und andererseits eine auftretende Wärmeleitung vom beheizten Drosselflansch zu den Temperaturmessstellen M, R, und L zu minimieren. Siehe hierzu die unter [Kapitel 2.2.1](#), Seite 15 erwähnten Herausforderungen bei Verwendung von Mantelthermoelementen.

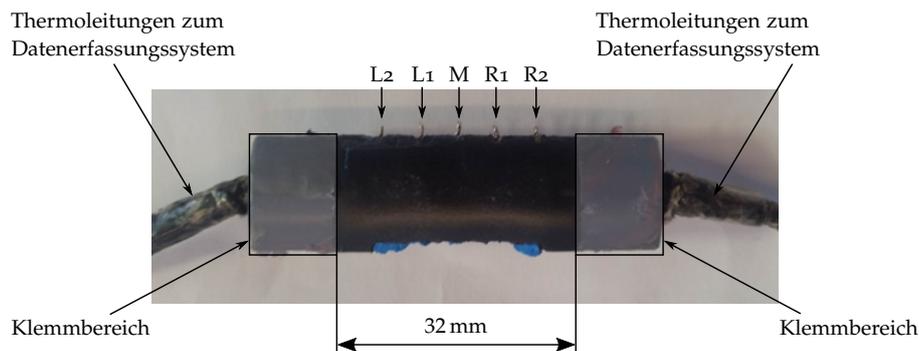


Abbildung 9.6: Temperaturmesssteg zur prozessnahen Ermittlung der Temperatur der dosierten Kautschukmischung. Achsensymmetrisch angeordnete Temperaturmesspositionen M (Mitte), L (links) und R (rechts) bestehen aus verdrillten und verlöteten Thermoleitungen Typ K. In Anlehnung an [107].

Ähnlich wie bei der unter [Kapitel 9.1](#), Seite 111 beschriebenen Thermo-lanze, bestehen die hergestellten Thermolemente aus Thermoleitungen Typ K, welche am Ende abisoliert, verdrillt und aufgrund einer höheren Beanspruchung an der Messstelle verlötet sind. Beim Verlöten ist zu beachten, dass so wenig Lötzinn wie möglich verwendet wird, um weiterhin eine sehr geringe Ansprechzeit sicherstellen zu können. In Summe sind fünf Messpositionen mit den in [Tabelle 9.3](#), Seite 123 ersichtlichen Abständen am Kanaldurchmesser von $D = 32$ mm angeordnet. Dadurch kann neben der axialen Massetemperatur während des Dosiervorgangs auch die radiale Temperaturverteilung aufgezeichnet werden.

Tabelle 9.3: Abstände der verdrehten und verlöteten Thermoleitungen Typ K im Temperaturmesssteg zur Detektion der Massetemperatur.

Messposition	Abstand in mm
M	Symmetrieachse
R1, L1	± 5 mm
R2, L2	± 10 mm

Um die Festigkeit des Temperaturmesssteges zu erhöhen sowie eine Einbettung der Thermoleitungen zu gewährleisten, sind die für den Einbau der Thermoleitungen benötigten Hohlräume mit einem bei Raumtemperatur aushärtenden Zwei-Komponenten Epoxidharz aufgefüllt. Dieses muss eine geringe Wärmeleitfähigkeit sowie eine ausreichende Temperaturbeständigkeit aufweisen. Der Querschnitt des Temperaturmesssteges ist strömungsoptimiert ausgelegt, um Verfälschungen in den Temperatursignalen aufgrund von Scherdissipation an der Sensorspitze zu minimieren. An den in [Abbildung 9.6](#), Seite [122](#) eingezeichneten Klemmbereichen wird der Temperaturmesssteg im Drosselflansch mit Hilfe eines Klemmblockes positioniert.

5. Drucksensoren in den Zu- und Rücklaufleitungen des Hydromotors zur Ermittlung des Dosierparameters X_D

Wie bereits unter [Punkt 1](#), Seite [118](#) andiskutiert, wird die Förderschnecke von einem Hydromotor in Rotation versetzt. Um die während des Dosiervorgangs in die Kautschukmischung eingebrachte hydraulische Antriebsarbeit zu erfassen, ist jeweils in der Zu- bzw. Rücklaufleitung der Hydraulikversorgung des Hydromotors ein Drucksensor angebracht. Mit Hilfe dieses Systems ist es möglich, den sogenannten Dosierparameter X_D zu berechnen, welcher ein Maß für die während des Dosierens in die Kautschukmischung eingebrachte hydraulische Antriebsenergie ist.

Der Dosierparameter X_D wird folgendermaßen ermittelt: Der durch [Gleichung 9.1](#) definierte Wirkungsgrad des Hydromotors η_{HM} stellt das Verhältnis von abgeführter mechanischer Leistung P_M zu zugeführter hydraulischer Leistung P_H dar.

$$\eta_{HM} = \frac{P_M}{P_H} = \frac{M_D \omega}{\Delta p \dot{V}_H}, \quad (9.1)$$

mit dem Dosiermoment M_D , Kreisfrequenz ω , Druckdifferenz zwischen Zu- und Rücklaufleitung Δp und Volumenstrom des hydraulischen Sys-

tems \dot{V}_H . Durch Umformen von [Gleichung 9.1](#) ergibt sich das in [Gleichung 9.2](#) gezeigte Dosiermoment M_D .

$$M_D = \frac{\eta_{HM} \dot{V}_H \Delta p}{\omega} = \mu \frac{\Delta p}{\omega}, \quad (9.2)$$

mit dem Faktor $\mu = \eta_{HM} \dot{V}_H$. Einsetzen von [Gleichung 9.2](#) in den Zusammenhang zwischen Leistung und Drehmoment ergibt [Gleichung 9.3](#).

$$P_D(t) = M_D(t) \omega = \mu \Delta p \quad (9.3)$$

Die Dosierleistung $P_D(t)$ ist von der Zeit t abhängig. Da Vergleiche von Einzelwerten praxistauglicher sind – als Beispiel sei die Einspritzarbeit genannt – wird durch Integrieren über die Dosierzeit t_D die sogenannte Dosierarbeit \bar{A}_D ermittelt ([Gleichung 9.4](#)).

$$\bar{A}_D = \int_{t=0}^{t_D} \mu \Delta p dt \quad (9.4)$$

Die einzige Unbekannte in [Gleichung 9.4](#) ist der Faktor $\mu = \eta_{HM} \dot{V}_H$. Nach Rücksprache mit dem Spritzgießmaschinenhersteller MAPLAN GmbH wurde beschlossen, den Faktor μ als Konstante anzusehen, da (1) der hydraulisch erzeugte Volumenstrom \dot{V}_H von Seiten des Herstellers immer konstant ist, (2) der Wirkungsgrad des Hydromotors η_{HM} bei über 97 % liegt sowie (3) bei Einführung einer neuen beschreibenden Größe relative Änderungen im Dosiervorgang dadurch erkennbar sind. Darauf aufbauend ist es nicht zwingend notwendig, den Faktor μ exakt zu kennen. Der für relative Vergleiche des Dosierverhaltens eingeführte Dosierparameter X_D ist anhand von [Gleichung 9.5](#) definiert.

$$X_D = \frac{\bar{A}_D}{\mu} \Rightarrow X_D = \int_{t=0}^{t_d} \Delta p dt. \quad (9.5)$$

9.4 UNTERSUCHTE KAUTSCHUKMISCHUNGEN

Die in [Tabelle 9.4](#) gezeigten Kautschukmischungen beinhalten alle ein Vernetzungssystem auf Schwefelbasis und wurden in Kooperation mit dem Partner Semperit Technische Produkte Gesellschaft m.b.H. ausgewählt.

Tabelle 9.4: Prinzipielle Zusammensetzungen der untersuchten und industriell hergestellten Kautschukmischungen.

Bezeichnung	Zusammensetzung	Härte nach Shore A	Farbe
CSM ^a	100 phr CSM 222 phr helle Füllstoffe Ruß zur Einfärbung	60	schwarz-weiß
EPDM ^b	100 phr EPDM 210 phr helle Füllstoffe	67	rot-blau
SBR ^c	100 phr SBR 52 phr Ruß 62 phr helle Füllstoffe	69	schwarz
SBR-1	100 phr SBR 58 phr Ruß 42 phr helle Füllstoffe	71	schwarz

^a Chlorsulfoniertes-Polyethylen

^b Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk

^c Styrol-Butadien-Kautschuk

Wie in [Kapitel 2.1.1](#), Seite 10 beschrieben, führen Schwankungen in der Geometrie des Kautschukstreifens zu signifikant unterschiedlichen Massentemperaturen. Um dies zu unterbinden, wurden alle Kautschukmischungen nach der großtechnischen Herstellung zu Streifen (40 mm x 10 mm) extrudiert. Der Einsatzzweck bzw. die Anforderungen an die einzelnen Kautschukmischungen werden nachfolgend beschrieben.

- CSM:

Haupteinsatzzweck von CSM war die Visualisierung der Strömungsvorgänge im Schneckenkanal sowie die Evaluierung des Prüfstandes. Um die Strömungen im Schneckenkanal visualisieren zu können, wurde eine weiße und eine schwarze⁵ CSM-Kautschukmischung hergestellt und anschließend zu Streifen coextrudiert (siehe [Abbildung 9.7](#), Seite 126). Die coextrudierte CSM-Kautschukmischung (1) sollte ein gleiches Fließverhalten beider Komponenten (schwarz und weiß) aufweisen und (2) eine für die Durchführung der Experimente benötigte Lagerstabilität von ca. 3 Wochen besitzen, um (3) die geplanten Experimente anhand einer Kautschukmischung durchführen zu können. Dadurch können herstellungsbedingte Chargenschwankungen ausgeschlossen werden (siehe [Kapitel 4.2](#), Seite 37).

- EPDM:

Mit einer rot-blauen coextrudierten EPDM-Kautschukmischung ([Abbildung 9.7](#)) wurden die Strömungsvorgänge im Schneckenkanal visualisiert und mit Hilfe eines DoEs Einflüsse von Prozessparametern auf das axiale Massetemperaturprofil während des Dosiervorgangs untersucht. Des Weiteren sollte eine im Vergleich zu CSM bessere Lagerstabilität gegeben sein.



Abbildung 9.7: Coextrudierte Kautschukmischungen für die Visualisierung der Strömungen im Schneckenkanal. (links) CSM, (rechts) EPDM.

- SBR:

Für die Versuche zur Ermittlung der Massetemperatur in der Einspritzkammer der Spritzgießmaschine MTF750/160edition (siehe [Kapitel 10.2](#), Seite 137), wurde eine Kautschukmischung ohne Vernetzungssystem verwendet, um ein eventuelles Anvernetzen durch die lange Versuchszeit ausschließen zu können. Alle anderen Experimente wurden mit Kautschukmischungen inkl. Vernetzungssystem durchgeführt. Die Lagerstabilität von SBR soll ca. 3 Wochen betragen.

⁵ Weiße CSM-Kautschukmischung, welche durch geringe Mengen an Ruß "eingefärbt" wurde.

- SBR-1:

Die für die Formteilversuche verwendete SBR-Kautschukmischung wurde vom Hersteller eingestellt. Eine dem SBR ähnliche Kautschukmischung mit derselben industriellen Herstellung, allerdings mit der Bezeichnung SBR-1, wurde folgend für die Ermittlung der Masse-temperatur während des Dosiervorgangs sowie für die Bestimmung des Dosierparameters herangezogen. Großtechnisch wurde diese Kautschukmischung nur mit Vernetzungssystem hergestellt.

Des Weiteren wurden die in [Tabelle 9.4](#), Seite [125](#) vorgestellten Kautschukmischungen einer Materialdatencharakterisierung unterzogen, um (1) deren Eignung für die geplanten Versuche sowie (2) für die Berechnung der Masse-temperatur während des Dosiervorgangs mit dem in dieser Arbeit erstellten Prozessmodell zu überprüfen. Zusätzlich zu den großtechnisch hergestellten Kautschukmischungen wurden vereinzelte Experimente mit Labormischungen durchgeführt. Dies wird explizit bei der Versuchsdurchführung erwähnt.

PRAKTISCHE VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Im folgenden Kapitel werden die praktische Versuchsdurchführungen inkl. aller erforderlichen Einstellungen bzw. Versuchspläne beschrieben.

10.1 CHARAKTERISIERUNG DER KAUSCHUKMISCHUNGEN

Die Kenntnis über das rheologische sowie thermodynamische Verhalten der Kautschukmischung ist nicht nur für die numerische Berechnung der transienten Massetemperatur von grundlegender Bedeutung. Als Beispiel sei die Viskosität der zweifärbigen und coextrudierten Kautschukmischungen (CSM, EPDM) genannt. Beide farbigen Anteile müssen dieselbe Viskosität für die Visualisierung der Strömungen im Schneckenkanal aufweisen, um das tatsächlich auftretende Fließverhalten im Schneckenkanal detektieren zu können. Da beim Durchströmen einer hochviskosen Kautschukmischung durch einen Kaltkanalverteiler oder Formteilanschnitt in Folge von Scherung mehr Energie dissipiert wird als bei niedrigviskosen Kautschukmischungen, ist die Kenntnis des Fließverhaltens für die Abschätzung der Einspritzgeschwindigkeit von Bedeutung. Eine zu hohe Einspritzgeschwindigkeit könnte folgend bei hochviskosen Kautschukmischungen zu einem frühzeitigen Anvernetzen führen. Als weiteres Beispiel werden die Vernetzungsisothermen bei mehreren Temperaturen genannt. Diese Materialinformation ermöglicht es, eine geeignete Werkzeugtemperatur bzw. Vulkanisationszeit einzugrenzen, bei welcher es zu keiner Reversion kommt.

10.1.1 Viskosität

Zur Charakterisierung der Viskosität wurden zwei unterschiedliche Messtechniken verwendet. Der Rubber Prozess Analyzer *D-MDR 3000* wurde für Kreisfrequenzen $\omega < 300 \text{ rad s}^{-1}$ und das Hochdruck-Kapillarrheometer *Rheograph RG50* für Scherraten $\dot{\gamma} > 400 \text{ s}^{-1}$ eingesetzt. Der Temperaturbereich zur Bestimmung der Viskosität wurde entsprechend der beim Dosiervorgang auftretenden Temperaturen ausgewählt und beträgt 60°C , 80°C und 100°C . Da bei der Ermittlung der komplexen Viskosität von EPDM Herausforderungen im Hinblick auf das Niveau der komplexe Viskosität aufgetreten sind, wurde diese am RPA zusätzlich bei $T = 50, 70$ und 90°C

ermittelt. Eine Inkubationszeit von > 30 min bei $T = 120$ °C ermöglichte es, SBR und SBR-1 bei erhöhten Temperaturen (120 °C) zu untersuchen.

1. Rubber Prozess Analyzer

Wie bereits in [Kapitel 5.1](#), Seite 51 vorgestellt, beeinflusst der Payne-Effekt die Detektion der komplexen Viskosität am RPA. Um das Füllstoffnetzwerk aufzubrechen, ohne dabei das Polymernetzwerk zu schädigen, wurden die von Fasching [47] empfohlenen Vorscherparameter verwendet, wobei Vergleichsmessungen ohne Vorscherung nach den Vorgaben der Prüfnorm ASTM 6204 [1] durchgeführt wurden. Zusätzlich wurde vor der Charakterisierung der komplexen Viskosität der linear-viskoelastische Bereich, zur Ermittlung der Scheramplitude γ_0 anhand eines Amplitudensweeps bei drei Temperaturen, bestimmt. Die Einstellungen für die Versuche am RPA sind [Tabelle 10.1](#) zu entnehmen

Tabelle 10.1: Parameter für die Ermittlung der komplexen Viskosität am Rubber Prozess Analyzer D-MDR3000.

Messmethode	Initialisierung von 4 min	Messbereich
Amplitudensweep	$\gamma = 0,201^\circ$ $f = 0,5$ Hz	$\gamma = 0,01 \dots 10^\circ$ $f = 1,67$ Hz
Ohne Vorscherung (oV)	$\gamma = 0,201^\circ$ $f = 0,5$ Hz	γ_0^a $f = 45 \dots 0,1$ Hz
Mit Vorscherung (mV)	$\gamma = 3^\circ$ $f = 5$ Hz	γ_0^a $f = 45 \dots 0,1$ Hz

^a Die Scheramplitude γ_0 muss für jede Kautschukmischung mit einem Amplitudensweep bestimmt werden.

Zu den Herausforderungen bei der Versuchsdurchführung am Rubber Prozess Analyzer zählen: (1) die zu untersuchenden Proben müssen vor der Messung Raumtemperatur aufweisen, da unterschiedliche Startmasse-temperaturen einen Einfluss auf das Ergebnis haben, (2) die genutete Probenkammer muss stets vollständig gefüllt sein, wobei die Überström- kavität nicht komplett gefüllt sein darf, (3) für die Versuchsdurchführung wird die zu untersuchende Probe zwischen zwei Folien (Polyester bzw. Polyamid) positioniert, welche allerdings einen Einfluss bei wandgleitenden Kautschukmischungen haben kann und (4) die Messung muss nach dem Einlegen der Probe in die Prüfkammer unverzüglich gestartet werden, damit von einer identen Vorgeschichte des Materials auszugehen ist.

2. Hochdruck-Kapillarrheometer

Die Versuchsdurchführung am Hochdruck-Kapillarrheometer *Rheograph RG50* wurden gemäß der Arbeitsanweisung [22] durchgeführt, die in einer früheren Arbeit an der Montanuniversität Leoben, Department Kunststofftechnik, Lehrstuhl für Spritzgießen von Kunststoffen, entwickelt wurde. [Tabelle 10.2](#) gibt einen Überblick über die wichtigsten Dimensionen des verwendeten HKRs, die maximal möglichen Drücke sowie über die eingestellten scheinbaren Schergeschwindigkeiten $\dot{\gamma}_S$. Dabei ist zu beachten, dass die rot geschriebenen scheinbaren Schergeschwindigkeiten $\dot{\gamma}_S$ bei der Versuchsdurchführung zwingend mitgemessen werden müssen, für die anschließende mathematische Auswertung der wahren Schergeschwindigkeiten $\dot{\gamma}_W$ bzw. Scherviskositäten η_W allerdings nicht mitberücksichtigt werden dürfen. Grund hierfür sind viskoelastische Anfahreffekte.

Tabelle 10.2: Parameter für die Ermittlung der Scherviskosität am HKR.

Bezeichnung	
Durchmesser der zwei Materialzylinder	$D_{MZ} = 15 \text{ mm}$
Durchmesser der Kapillare	$D = 1 \text{ mm}$
Länge der Kapillare	$L = 0,2 \text{ und } 20 \text{ mm}$
Verwendete Drucksensoren in Abhängigkeit der Länge der Kapillare	$p = 1000 \text{ und } 2000 \text{ bar}$
Vorgabe der scheinbaren Schergeschwindigkeiten	$\dot{\gamma}_S = 10, 50, 100 \text{ s}^{-1}$ $\dot{\gamma}_S = 250, 500, 1000, 2500, 5000 \text{ s}^{-1}$

Eine weitere Herausforderung bei der Durchführung der Viskositätsmessung am HKR ist das Befüllen des Materialzylinders. Vier bis fünf Teilfüllungen sind nötig, um diesen zu füllen. Auf folgende Aspekte ist dabei zu achten: (1) Komprimieren der Teilfüllungen, um Lufteinschlüsse zu vermeiden und (2) die benötigte Zeit zum Befüllen und Komprimieren der Kautschukmischung im HKR sollte möglichst gleich sein, da ansonsten von einer ungleichmäßigen Temperierung bzw. Materialvorgeschichte vor der Messung auszugehen ist. Außerdem kann es bedingt durch die hohen Viskositäten zu signifikanten Temperaturerhöhungen während der Messung kommen. Abschließend ist der austretende Materialstrang aus der Kapillare zu beobachten, um ausschließen zu können, dass Wandgleiten bzw. Slip-Stick Effekte auftreten. Diese Effekte würden die erhaltenen Messergebnisse signifikant verfälschen.

Abschließend wurden die aufgezeichneten Messgrößen, wie von Bagley- und Weißenberg-Rabinowitsch beschrieben, korrigiert, um die wahren Schergeschwindigkeiten $\dot{\gamma}_W$ und Scherviskositäten η_W zu erhalten (siehe Kapitel 5.1.2, Seite 56).

10.1.2 *pvT-Verhalten*

Das pvT-Verhalten der Kautschukmischungen (EPDM, SBR und SBR-1) wurde mit einem Kolbenmessgerät *PVT-100* analysiert. Generell kann die Dichte als Funktion von Druck und Temperatur im Aufheiz- sowie im Abkühlmodus charakterisiert werden. Um allerdings den Bedingungen im Kautschukspritzgießprozess zu genügen, wurden alle Untersuchungen im Aufheizmodus und nach den von Fasching [47] beschriebenen Erkenntnissen durchgeführt. Die Versuchsparemeter sind Tabelle 10.3 zu entnehmen.

Tabelle 10.3: Parameter für die Ermittlung des pvT-Verhaltens.

Bezeichnung	
Probenmasse	ca. 1 g
Vorkomprimieren	$p = 400$ bar für $t = 1$ min
Vulkanisieren	$T = 180$ °C für $t = 7$ min
Heiz- \Kühlrate	5 K min ⁻¹
Temperaturbereich	$T = 40 \dots 180$ °C in 2 K-Schritten
Druckbereich	$p = 200 \dots 1600$ bar in 200 bar-Schritten

10.1.3 *Spezifische Wärmekapazität*

Die Ermittlung der spezifischen Wärmekapazität c_p wurde an einer *DSC-1* durchgeführt, wobei die Versuchsparemeter in Tabelle 10.4, Seite 133 ersichtlich sind. Bei den Ermittlungen der spezifischen Wärmekapazität von SBR-1 traten signifikante Streuungen auf. Da bei den Untersuchungen von Fasching [47] kein signifikanter Einfluss bzw. Trend in Zusammenhang mit der Probenmasse detektiert werden konnte, wird in der vorliegenden Arbeit der Fokus auf die Probenvorbereitung gelegt. Wie in Abbildung 5.6, Seite 60 dargestellt, findet die Temperierung der Probe im Tiegel vorwiegend durch Wärmeleitung statt. Folgend ist davon auszugehen, dass die Auflagefläche einen essentiellen Beitrag zu den beobachteten Streuungen liefert. Demnach wurde der Einfluss der Auflagefläche untersucht, indem an der Plattenpresse *P200PV* bei Raumtemperatur Versuchsplatten mit

Tabelle 10.4: Parameter für die Ermittlung der spezifischen Wärmekapazität.

Bezeichnung	
Probenmasse	$23 \pm 0,5 \text{ mg}$
Temperaturbereich	$T = 25 \dots 180 \text{ °C}$
Heizrate	10 K min^{-1}
Athmosphäre	Stickstoff
Prüfmodus	Aufheizen

einer Dicke von 1 mm gepresst wurden. Aus diesen Platten wurden Proben mit einem Stanzeisen (Durchmesser $d = 5 \text{ mm}$) entnommen, welche durch die Herstellung eine ebene und planparallele Auflagefläche aufwiesen. Die Ergebnisse der soeben beschriebene Probenvorbereitung werden mit jenen der direkten Probenentnahme aus der Kautschukmischung gegenübergestellt und diskutiert.

10.1.4 Wärmeleitfähigkeit

Für die Charakterisierung der thermodynamischen Eigenschaft λ wurden vier unterschiedliche Methoden bzw. Prüfgeräte verwendet. Bei allen Prüfgeräten wurde die Wärmeleitfähigkeit im generellen Verarbeitungsfenster zwischen 60 °C und 180 °C in 30 K -Schritten gemessen, wobei jede Methode eine unterschiedliche Art von Probe benötigte (siehe [Tabelle 10.5](#), Seite [134](#)). Nachfolgend wird die Versuchsdurchführung jeder Methode diskutiert. Die vulkanisierten Prüfplatten zur Entnahme der erforderlichen Probengeometrie wurden an der Plattenpresse *P200PV* produziert.

1. Guarded Heat Flow Meter (GHF)

Aus einer gepressten Platte wurde die erforderliche Probengeometrie ausgestanzt und die Dicke vermessen. Die Probe wurde anschließend im Prüfgerät *DTC300* positioniert und mit einem Druck von $p = 1,6 \text{ bar}$ belastet, um einen ausgezeichneten Kontakt zu den wärmeübertragenden Platten sicherzustellen. Nach Erreichen der Prüftemperatur wurde die Wärmeleitfähigkeit bestimmt und direkt ausgegeben. Mit dieser Methode wurden EPDM, SBR und SBR-1 untersucht. Die einzige mögliche Fehlerquelle von Seiten des Bedieners ist bei der GHF-Methode, dass die gemessene Probendicke falsch eingegeben wird.

Tabelle 10.5: Prüfgeräte und erforderliche Probengeometrien zur Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit.

Bezeichnung	Prüfgerät	Probengeometrie
GHF	DTC300	Vulkanisierte Platte mit $\varnothing 50$ mm und einer Dicke von 1 – 4 mm
TLS	Rheograph2002 mit linienförmiger Wärmequelle	Kautschukmischung ohne Vernetzungssystem
TPS	TPS2500S	Vulkanisierte Platte mit einer Dicke von mindestens 6 mm
LFA	LFA476 Hyperflash [®]	Vulkanisierte Platte mit $\varnothing 12,7$ mm und einer Dicke von ≤ 1 mm

2. Transient Line Source (TLS)

Der Zylinder des *Rheograph 2002* wurde mit der zu charakterisierenden Kautschukmischung – ohne Vernetzungssystem – gefüllt, die *linienförmige Wärmequelle* positioniert und nach Erreichen der Prüftemperatur der durch die zugeführte Wärmemenge bedingte Temperaturanstieg mitprotokolliert. Mit dieser Information und dem Kalibrierfaktor wurde die Wärmeleitfähigkeit nach [Gleichung 5.22](#), Seite 64 manuell ausgewertet. Mit der TLS-Methode wurde die Wärmeleitfähigkeit von EPDM und SBR-1 bestimmt. Ähnlich wie bei der Viskositätsbestimmung am HKR muss beim Befüllen des Materialzylinders, bedingt durch die hohe Viskosität, besonders vorsichtig und in Stufen vorgegangen werden, um Lufteinschlüsse zu vermeiden.

3. Transient Plane Source (TPS)

Zur Charakterisierung der Wärmeleitfähigkeit mit der TPS-Methode wurde das Prüfgerät *TPS2500S* eingesetzt. Voruntersuchungen haben gezeigt, dass die Dicke der zu untersuchenden vulkanisierten Platten mindestens 6 mm betragen muss. Der Grund dafür ist, dass die eingebrachte elektrische Leistung (z. B. 20 mW) mit der von dem komplexen Modell berechneten Eindringtiefe korreliert. Folgend muss die Probendicke größer als die berechnete Eindringtiefe sein. Der Prüfaufbau ist für die isotrope und anisotrope Messmethode (λ in Dicken- und Oberflächenrichtung) ident, wobei zu beachten ist, dass für die anisotrope Messmethode die spezifische Wärmekapazität $c_p(T)$ sowie die Dichte $\rho(T)$ als Funktion der Temperatur bekannt sein müssen.

Zwischen zwei vulkanisierten Platten (EPDM, SBR-1) wurde der Hot Disk[®]-Sensor positioniert und mit einer Masse von $m = 2$ kg beschwert, um einen ausgezeichneten Kontakt zwischen Sensor und Elastomer herzustellen. Der Prüfaufbau wurde in einem Ofen auf Prüftemperatur temperiert und anschließend für 10 s mit einer elektrischen Leistung von 20 mW beaufschlagt. Der durch den Sensor detektierte Temperaturanstieg sollte hierbei mindestens 2 K betragen, damit über das komplexe Modell die Wärmeleitfähigkeit berechnet werden kann.

4. Transient Laser Flash (LFA)

Die Charakterisierung der Wärmeleitfähigkeit mit dem Prüfgerät *LFA 476 Hyperflash*[®] erfolgte ebenfalls an vulkanisierten Proben (EPDM, SBR-1). Diese sollen aufgrund der Leistungsbegrenzung des Prüfgerätes eine Dicke von ca. 1 mm und einen exakten Durchmesser von $\varnothing 12,7$ mm aufweisen. Obwohl vom Hersteller ein Stanzeisen mit dem erforderlichen Durchmesser bereitgestellt wurde, erwies sich die Probenvorbereitung als außerordentlich komplex. Grund hierfür ist das viskoelastische Materialverhalten von Elastomeren, da nach dem Stanzvorgang der Durchmesser nicht die erforderliche Dimension aufwies. Dies ist aber essentiell, da etwaiges Streulicht die Messergebnisse signifikant verfälscht. Daher wurde der erforderliche Außendurchmesser mit einem Schleifpapier manuell nachbearbeitet.

Außerdem ist bei der Positionierung der Probe im Probenhalter zu beachten, dass diese plan aufliegen muss und nicht gekrümmt sein darf, da andernfalls die vom Detektor zu erfassende Strahlung beeinflusst wird. Ebenfalls ist, wie bei der anisotropen TPS-Methode, auch bei dieser Methode die Kenntnis bezüglich $c_p(T)$ und $\rho(T)$ erforderlich, da die Wärmeleitfähigkeit indirekt über die Temperaturleitfähigkeit ermittelt wird.

Im Gegensatz zu den zuvor beschriebenen Methoden können bei Verwendung der LFA-Methode durch Vorversuche keine generell gültigen Prüfparameter festgelegt werden. Die Bestimmung muss für jedes zu untersuchende Material neu durchgeführt werden. Die Vorgehensweise ist hierbei folgendermaßen: die Leistung der Energiequelle ist in Abhängigkeit der Probendicke und deren Oberflächenbeschaffenheit so einzustellen, dass das korrigierte Antwortsignal des IR-Detektors dem vom Hersteller empfohlenem Signal entspricht (siehe [Abbildung 10.1](#), Seite 136). Sind diese Voruntersuchungen durchgeführt, wird von der Software die Temperaturleitfähigkeit a ausgewertet. Die Wärmeleitfähigkeit in Dickenrichtung des zu untersuchenden Materials ist durch [Gleichung 5.25](#), Seite 66 gegeben.

Zu den größten Vorteilen dieser Methode zählen, dass bis zu 16 Proben hintereinander untersucht werden können sowie die relativ rasche Aufheizdauer, welche sich durch eine Heizrate von bis zu 50 K min^{-1} ergibt.

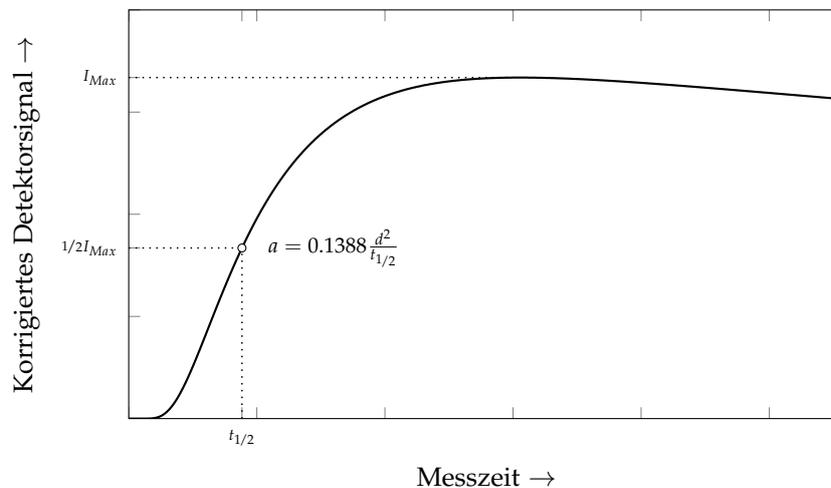


Abbildung 10.1: Vom Hersteller empfohlener Verlauf des korrigierten Antwortsignals des IR-Detektors zur Auswertung der Temperaturleitfähigkeit a . Maximales Detektorsignal I_{Max} , Probendicke d und Halbwertszeit $t_{1/2}$.

10.1.5 Vernetzungscharakteristik

Unter Verwendung des Rubber Prozess Analyzers *D-MDR 3000* wurden die Vernetzungsisothermen in Abhängigkeit vom Kautschuktyp bei Temperaturen zwischen $T = 120 \dots 200 \text{ °C}$ in 10 K-Schritten unter Verwendung der Prüfnorm DIN 53529 [33, 34] ermittelt. Zur Charakterisierung der Vernetzungskinetik wurde dasselbe Prüfgerät (RPA) wie zur Bestimmung der komplexen Viskosität verwendet. Infolgedessen gelten die unter [Punkt 1](#), Seite [130](#) beschriebenen Herausforderungen.

Die zu untersuchende Kautschukmischung wurde zwischen zwei Folien (Polyester bzw. Polyamid) mittig in der Prüfkammer positioniert. Während der Messung wurde das in Phase übertragene Drehmoment aufgezeichnet, wobei die Prüffrequenz $f = 1,67 \text{ Hz}$, Amplitude $\gamma = 0,5^\circ$ und die Messzeit $t = 2 \text{ h}$ betragen. Die Auswertung des zeitlichen Verlaufes des in Phase übertragenen Drehmomentes wurde bereits in [Kapitel 5.5](#), Seite [67](#) vorgestellt.

10.2 AXIALE MASSETEMPERATUR IN DER EINSPRITZKAMMER EINER MAPLAN FIFO-SPRITZGIESSMASCHINE

Mit der konstruierten und gefertigten Messvorrichtung zur Bestimmung der Massetemperatur in der Einspritzkammer einer Kautschukspritzgießmaschine (Kapitel 9.1, Seite 111) und einer SBR-Kautschukmischung ohne Vernetzungssystem (Tabelle 9.4, Seite 125) wurde ein DoE durchgeführt, um Einflüsse von Prozessparametern während des Dosiervorgangs auf das axiale Massetemperaturprofil in der Einspritzkammer aufzuzeigen. Zu den in Tabelle 10.6 ersichtlichen und untersuchten Prozessparametern (Faktoren) zählen: (1) Temperatur des Materialeinzuges T_E , (2) Temperatur des Plastifizierzylinders T_P sowie (3) die Schneckendrehzahl n . Der Einfluss des Staudruckes bzw. des Dosiervolumens wurde nicht untersucht, sondern konstant auf $p_{ST} = 20 \text{ bar}$ bzw. $V_D = 750 \text{ cm}^3$ gehalten.

Tabelle 10.6: Gewählte Faktoren und betrachtete Stufen des DoEs zur Detektion der axialen Massetemperatur in der Einspritzkammer nach dem Dosieren von 750 cm^3 .

Faktoren	Betrachtete Stufen		
	-	Zentralpunkt	+
T_E ($^{\circ}\text{C}$)	60	70	80
T_P ($^{\circ}\text{C}$)	60	70	80
n (min^{-1})	72	82	92

Um die Aufzeichnung der Massetemperatur nach Ende des Dosiervorgangs immer zum selben Zeitpunkt zu ermöglichen, wurden die in Abbildung 10.2 dargestellten Zeiten anhand von Voruntersuchungen bestimmt.

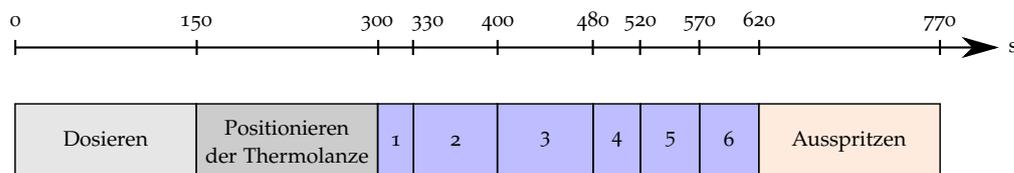


Abbildung 10.2: Anhand von Voruntersuchungen ermittelte Zeiten zur Aufzeichnung der axialen Massetemperatur in der Einspritzkammer von Messpunkt 1-6.

Für die Detektion der axialen Massetemperatur in der Einspritzkammer wurde immer der fünfte Zyklus herangezogen, um sicherzustellen, dass das System nach Veränderung der Versuchseinstellungen eingeschwungen

ist. Nach dem Aufdosieren wurde die Messvorrichtung an der schließseitigen Werkzeugaufspannplatte montiert und die Messpunkte angefahren. Zur Erfassung der Temperatur wurden sechs Messpunkte mit einem Abstand von 30 mm definiert, wobei der erste Messpunkt einen Abstand von 25 mm zur Einspritzkammer hat. Danach wurde die Lanze entfernt, das Material ins Freie ausgespritzt und die nächste Versuchseinstellung durchgeführt.

10.3 ERFORDERLICHE ZYKLUSZEIT ZUR HERSTELLUNG VON OPTISCH EINWANDFREIEN FORMTEILEN

Zur Charakterisierung der Massetemperatur bzw. des Strömungsverhaltens im Schneckenkanal mit dem Prüfstand muss die Zykluszeit an der Kautschukspritzgießmaschine MTF750/160edition zur Herstellung von Formteilen mit dem Versuchswerkzeug (siehe [Kapitel 9.2](#), Seite 115) bekannt sein, da der Zyklus an der Kautschukspritzgießmaschine mit dem Prüfstand nachgestellt wurde.

Für die Versuche mit der CSM- bzw. EPDM-Kautschukmischung wurde eine Heizzeit von 400 s angenommen, wobei mit dem Dosieren für den nächsten Zyklus bereits 50 s vor Ablauf der Vulkanisationszeit begonnen wurde. Für die übrigen Prozessschritte, wie z. B. Werkzeug schließen und öffnen, Einspritzen und Formteilentnahme wurden 80 s veranschlagt, wodurch sich eine gesamte Zykluszeit von 480 s ergibt.

Wie in der Industrie üblich, wurde zum Auffinden der benötigten Heizzeit zur Herstellung eines blasenfreien und visuell einwandfreien Formteils eine Heizzeitreihe mit der SBR-Kautschukmischung durchgeführt. Die Prozesseinstellungen sind [Tabelle 10.7](#), Seite 139 zu entnehmen, wobei mit einer Heizzeit von 250 s begonnen und diese anschließend in 10 s-Schritten erhöht wurde.

Des Weiteren wurden die produzierten Formteile unmittelbar nach der Entnahme in der Mitte aufgeschnitten, um den Fortschritt der Vernetzungsreaktion visuell zu beurteilen. Zu jener Heizzeit, welche mindestens erforderlich ist um ein optisch einwandfreies Formteil herzustellen, wurde ein in der Industrie üblicher Sicherheitswert von 10 % addiert. Die restlichen Prozesszeiten wurden mitprotokolliert, um die gesamte Zykluszeit zu erhalten. Für die Versuche mit SBR-1 wurden die ermittelten Prozesszeiten von der SBR-Kautschukmischung übernommen.

Tabelle 10.7: Prozesseinstellungen zur Durchführung der Heizzeitreihe mit der SBR-Kautschukmischung.

Bezeichnung	Wert
Heizzeit	$(250 + x \cdot 10)$ s
Temperatur des Materialeinzuges	60 °C
Temperatur des Plastifizierzylinders	70 °C
Temperatur der Einspritzkammer	80 °C
Düsenseitige Werkzeughälfte	80 °C
Schließseitige Werkzeughälfte	160 °C
Schneckendrehzahl	80 min ⁻¹
Staudruck	50 bar
Einspritzgeschwindigkeit	5 mm s ⁻¹

x... Anzahl der Heizzeitstufen

10.4 PRAXISNAHER PRÜFSTAND

Bevor es mit dem Prüfstand möglich ist, (1) die Temperatur der dosierten Kautschukmischung, (2) das Strömungsverhalten im Schneckenkanal sowie den Dosierparameter zu ermitteln, wird zunächst eine generelle Vorgehensweise bei der Versuchsdurchführung am Prüfstand erläutert.

10.4.1 Generelle Vorgehensweise bei der Versuchsdurchführung am Prüfstand

Die nachfolgend beschriebene Vorgehensweise bei der Versuchsdurchführung am Prüfstand wurde anhand von Vorversuchen mit der CSM-Kautschukmischung erarbeitet und ist den im Rahmen der vorliegenden Arbeit entstandenen Veröffentlichungen [106–108] sowie der von Graninger durchgeführten Masterarbeit [67] auszugsweise entnommen.

10.4.1.1 Vorversuche zur Ermittlung des Staudruckes sowie der Dosierzeit

Beim konventionellen Spritzgießen wird der Staudruck p_{ST} von der Spritzgießmaschine geregelt und ist als der Druck in der Einspritzkammer während des Dosiervorgangs definiert (siehe [Abbildung 10.3](#), Seite 140).

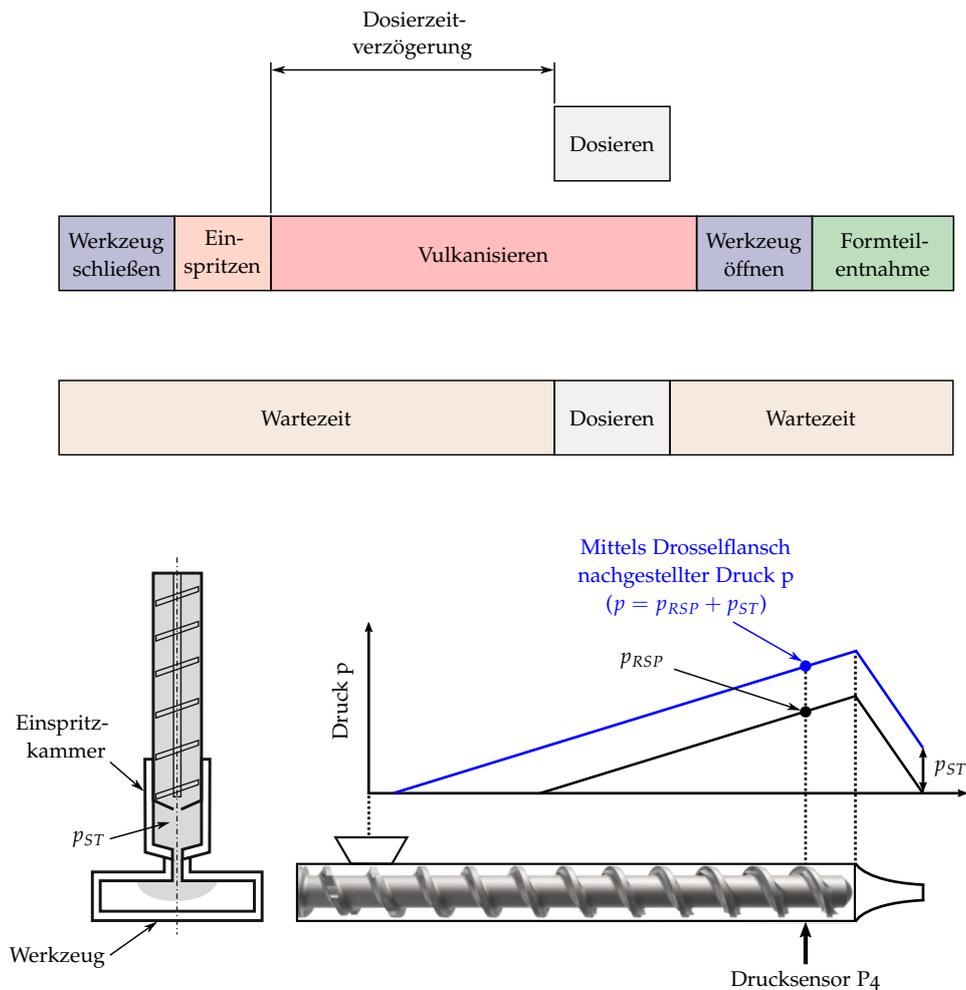


Abbildung 10.3: Nachstellen der Prozessschritte an der Kautschukspritzgießmaschine mit dem Prüfstand. (oben) Zykluszeit, um ein Formteil zu produzieren, (Mitte) nachgestellte Zykluszeit am Prüfstand, (unten) Ermittlung des entsprechenden Staudrucks in Abhängigkeit der verwendeten Einstellung mit Hilfe des Prüfstandes. Staudruck p_{ST} und Druck bei Verwendung der Rückstromsperre p_{RSP} . In Anlehnung an [107].

Da dies mit dem Prüfstand nicht direkt möglich ist, wird der Staudruck folgendermaßen nachgestellt:

1. Ausstatten des Plastifizierzylinders mit der Rückstromsperre und Ermittlung des Druckes p_{RSP} für jede Einstellung.
2. Austauschen der Rückstromsperre gegen den Drosselflansch und nachstellen des erforderlichen Druckes p ($p = p_{RSP} + p_{ST}$).

Mit diesem ingenieurmäßigen Ansatz ist es möglich, den Staudruck in der Einspritzkammer mit dem gemessenen Druck p des Experiments zu korrelieren und nachzustellen.

In einem weiteren Schritt muss die Dosierzeit bestimmt werden, da es mit dem Prüfstand nicht möglich ist, ein definiertes Volumen zu dosieren. Die Dosierzeit wird demnach folgendermaßen experimentell ermittelt:

1. Dosieren der Kautschukmischung am Prüfstand für 10, 20 und 30 s.
2. Abschneiden des Stranges am Drosselflansch, Abwiegen und Berechnen des zugehörigen Volumens mit Hilfe des pvT-Diagrammes.

Mit dieser Methode kann für jede Einstellung die Dosierzeit für ein Volumen von 150 cm^3 – entspricht dem Volumen des Formteils – ermittelt werden.

10.4.1.2 *Quasi-stationärer Zustand bei der Ermittlung der axialen Massetemperatur*

Nachdem der Staudruck sowie die erforderliche Dosierzeit mit dem Prüfstand nachgestellt werden können, muss abschließend noch überprüft werden, ab welchem Zyklus von quasi-stationären Bedingungen auszugehen ist. Repräsentativ für alle eingesetzten Kautschukmischungen wird die Überprüfung der quasi-stationären Bedingungen anhand der in [Abbildung 10.3](#), Seite 140 dargestellten Zykluszeit sowie der in [Tabelle 10.8](#) ersichtlichen Prozesseinstellung bei Einsatz einer coextrudierten EPDM-Kautschukmischung diskutiert. Die gewonnenen Erkenntnisse können direkt auf alle in dieser Arbeit untersuchten Kautschukmischungen umgelegt werden.

Tabelle 10.8: Repräsentative Prozesseinstellung für die Ermittlung des quasi-stationären Zustandes bei der Ermittlung der axialen Massetemperatur einer EPDM-Kautschukmischung.

Bezeichnung	Wert
Temperatur des Materialeinzuges	60 °C
Temperatur des Plastifizierzylinders	80 °C
Schneckendrehzahl	90 min^{-1}
Staudruck	20 bar

Basis für die Beurteilung, ob quasi-stationäre Versuchsbedingungen vorliegen, ist die gemessene Massetemperatur in der Mitte des Strömungskanals (Position M, siehe [Abbildung 9.6](#), Seite 122). Wie in [Abbildung 10.4](#), Seite 142 dargestellt, werden diese bereits nach dem dritten Zyklus erreicht.

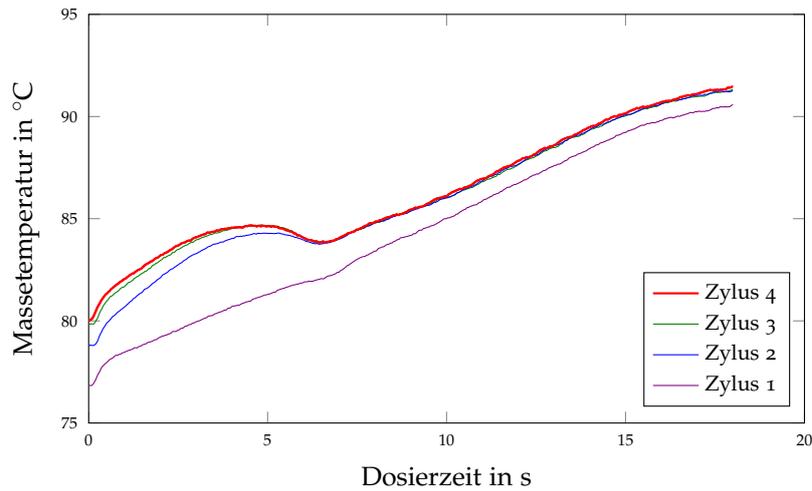


Abbildung 10.4: Gemessene Massetemperatur in der Mitte des Strömungskanals zur Beurteilung der quasi-stationären Versuchsbedingungen. In Anlehnung an [107].

Um etwaige Prozessschwankungen abzufangen, wird in weiterer Folge für die Bewertung der Massetemperatur immer Zyklus 4 – entspricht den quasi-stationären Versuchsbedingungen – verwendet. [Abbildung 10.5](#) zeigt eine Gegenüberstellung der an Position M aufgezeichneten Massetemperatur (Zyklus 4) von drei unabhängigen Experimenten. Anhand dieser Experimente konnte gezeigt werden, dass die Wiederholgenauigkeit bei der Ermittlung der Massetemperatur einer vernachlässigbaren Temperatur- bzw. Messschwankung von $\Delta T < 1 \text{ K}$ unterliegt.

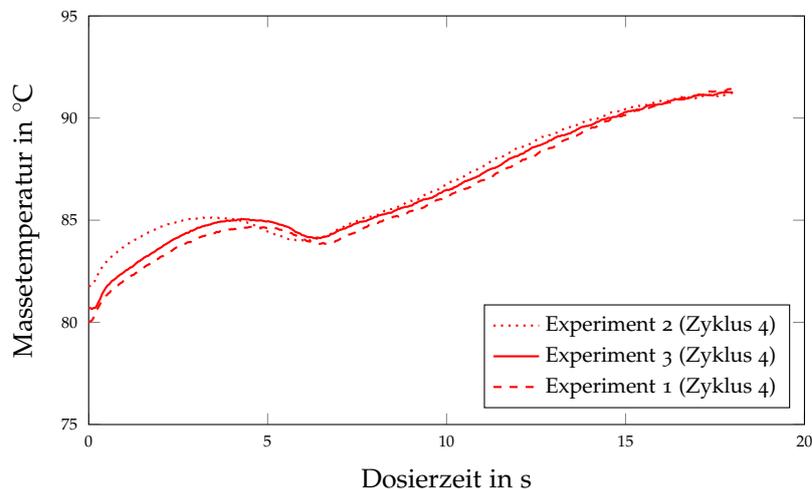


Abbildung 10.5: Reproduzierbarkeit der gemessenen Massetemperatur anhand von drei unabhängigen Experimenten. In Anlehnung an [107].

Bei Betrachtung des aufgezeichneten Massetemperaturprofils ist zu erkennen, dass dieses nach Erreichen des ersten lokalen Maximums wieder abfällt, bevor ein nahezu kontinuierlicher Anstieg verzeichnet werden kann. Der Grund hierfür liegt an der Position des Temperaturmesssteges, da jener 76 mm von der Schneckenspitze entfernt im Drosselflansch positioniert ist (siehe dazu [Punkt 3](#), Seite 121). Für die weiteren Vergleiche und Gegenüberstellungen werden demzufolge die Messwerte bis zum ersten lokalen Minimum nach dem ersten lokalen Maximum nicht mitberücksichtigt, da dies der Massetemperatur des im vorhergehenden Zyklus dosierten Materials entspricht. In weiterer Folge wird die mit dem Temperaturmesssteg an Position M und bei Zyklus 4 aufgezeichnete Massetemperatur für eine bessere Lesbarkeit nur als Massetemperatur bezeichnet.

10.4.1.3 Umlaufströmung im Schneckenkanal

Für die Ermittlung der Umlaufströmung im Schneckenkanal wurde gleich vorgegangen wie bei der Bestimmung des Massetemperaturprofils. Jedoch wurde nach dem Erreichen eines quasi-stationären Zustandes (1) die Kautschukmischung nach Ende des Dosiervorgangs durch Anheben der Temperatur des Plastifizierzylinders auf 150 °C vernetzt, (2) die Schnecke mit Hilfe von zwei Hydraulikzylindern aus dem Plastifizierzylinder gezogen, (3) das Vulkanisat von der Schnecke abgewickelt, (4) an definierten Positionen normal zur Länge des abgewickelten Schneckenkanals geschnitten und (5) die mittlere Breite der Umlaufströmung anhand der Schnittbilder ([Abbildung 10.6](#)) ausgewertet. Anschließend wurde die mittlere Breite der Umlaufströmung auf die Breite des Schneckenkanals normiert und als Funktion der Länge des abgewickelten Schneckenkanals dargestellt.

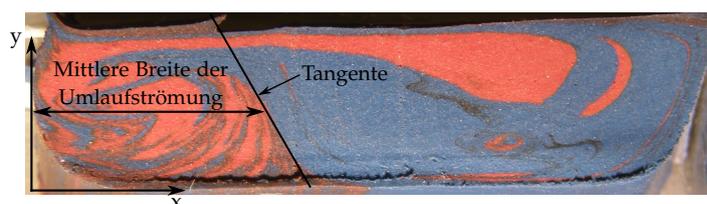


Abbildung 10.6: Schematische Darstellung der Auswertung zur Ermittlung der mittleren Breite der Umlaufströmung im Schneckenkanal einer coextrudierten, rot-blauen EPDM-Kautschukmischung. In Anlehnung an [67, 108].

Eine Visualisierung der Strömungsvorgänge im Schneckenkanal von drei unabhängigen Experimenten (Zyklus 4) ist [Abbildung 10.7](#), Seite 144 zu entnehmen. Die erkennbaren Schwankungen resultieren nicht von der

Auswertemethode [67], sondern die Versuche zeigten, dass sich die Umlaufströmung pulsierend ausbildet. Folglich ist eine Reproduzierbarkeit der Visualisierungsversuche gegeben, wodurch für die weiteren Untersuchungen nur noch eine Visualisierung pro Einstellung durchgeführt wurde.

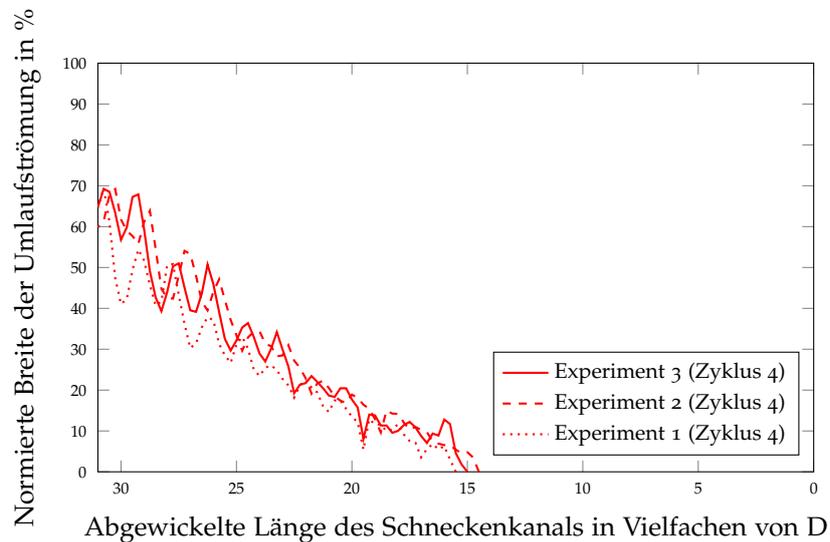


Abbildung 10.7: Reproduzierbarkeit der visualisierten Umlaufströmung im Schneckenkanal anhand von drei unabhängigen Experimenten. Die Mitte des Materialeinzuges befindet sich bei $0 D$. $T_E = 70^\circ\text{C}$, $T_P = 70^\circ\text{C}$, $n = 80 \text{ min}^{-1}$ und $p_{ST} = 35 \text{ bar}$. In Anlehnung an [67].

10.4.1.4 Dosierparameter

Für die Ermittlung des Dosierparameters wurde gleich vorgegangen wie bei der Bestimmung des Massetemperaturprofils. Anhand der aufgezeichneten Drucksignale der Zu- und Rücklaufleitungen des Hydromotors während der Massetemperaturmessung wurde die Berechnung durch Gleichung 9.5, Seite 124 durchgeführt.

10.4.2 Versuchspläne

Nachfolgend werden die Versuchspläne, die am Prüfstand durchgeführt wurden, sowie die dafür verwendeten Kautschukmischungen erläutert.

10.4.2.1 Axiale Massetemperatur während des Dosiervorgangs

Mit der schwarz-weißen CSM-Kautschukmischung wurden die Grenzen für die Versuchsplanung abgesteckt. Außerdem wurde überprüft, ob eine

Änderung der Schneckendrehzahl einen signifikanten Einfluss auf das axiale Massetemperaturprofil bewirkt. Die Versuchsparemeter sind [Tabelle 10.9](#) zu entnehmen.

Tabelle 10.9: Versuchsparemeter zur Detektion des Einflusses der Schneckendrehzahl auf das axiale Massetemperaturprofil bei Einsatz der CSM-Kautschukmischung.

Faktoren	Einstellung	
	1	2
T_E (°C)	80	
T_P (°C)	80	
n (min ⁻¹)	70	90
p_{ST} (bar)	20	

Mit der rot-blauen *EPDM-Kautschukmischung* wurde ein vollfaktorieller DoE inkl. Zentralpunkt durchgeführt, um den Einfluss (1) der Temperatur des Materialeinzuges, (2) der Plastifizierzylindertemperatur sowie (3) des Staudruckes auf das axiale Massetemperaturprofil zu detektieren. Die Versuchsparemeter sind [Tabelle 10.10](#) zu entnehmen.

Tabelle 10.10: Versuchsparemeter eines vollfaktoriellen DoEs inkl. Zentralpunkt zur Detektion der Einflüsse von Prozessparametern auf das axiale Massetemperaturprofil bei Einsatz der EPDM-Kautschukmischung.

Faktoren	Betrachtete Stufen		
	-	Zentralpunkt	+
T_E (°C)	60	70	80
T_P (°C)	60	70	80
n (min ⁻¹)	70	80	90
p_{ST} (bar)	20	35	50

Mit der *SBR-Kautschukmischung* wurden zwei axiale Massetemperaturprofile unter Variation der Schneckendrehzahl untersucht, wobei mit den in [Tabelle 10.11](#), Seite 146 ersichtlichen Einstellungen in weiterer Folge Formteile produziert worden sind. Diese Versuche sollen aufzeigen, ob Unterschiede in der Massetemperatur eine Auswirkung auf die Formteilqualität haben.

Tabelle 10.11: Versuchsparameter zur Detektion des Einflusses der Schnecken-drehzahl auf das axiale Massetemperaturprofil bei Einsatz der SBR-Kautschukmischung.

Faktoren	Einstellung	
	E1	E2
T_E (°C)	60	
T_P (°C)	70	
n (min ⁻¹)	80	120
p_{ST} (bar)	50	

Mit *SBR-1* wurde ein vollfaktorieller DoE inkl. Zentralpunkt (Tabelle 10.12) durchgeführt, um den Einfluss unterschiedlicher Prozessparameter auf das axiale Massetemperaturprofil zu detektieren. Die Versuche mit der SBR-Kautschukmischung haben gezeigt, dass der Schneckenkanal in Abhängigkeit der verwendeten Prozessparameter nicht immer vollständig bis zum Einzug gefüllt sein muss. Dementsprechend wurde bei Voruntersuchungen jener fiktive Druck p_f ermittelt, bei dem der Schneckenkanal vollständig gefüllt war. Es konnte gezeigt werden, dass $p_f = 100$ bar betragen muss, um von einem vollständig gefüllten Schneckenkanal ausgehen zu können. Erst danach wurde das Niveau des Staudruckes festgelegt.

Tabelle 10.12: Versuchsparameter eines vollfaktoriellen DoEs inkl. Zentralpunkt zur Detektion der Einflüsse von Prozessparametern auf das axiale Massetemperaturprofil bei Einsatz von SBR-1.

Faktoren	Betrachtete Stufen		
	-	Zentralpunkt	+
T_E (°C)	60		
T_P (°C)	70		
n (min ⁻¹)	70	80	90
p_{ST} (bar)	0	25	50

10.4.2.2 Umlaufströmung im Schneckenkanal

Mit der schwarz-weißen CSM-Kautschukmischung wurden Visualisierungsversuche durchgeführt, um zu überprüfen, ob die Umlaufströmung im Schneckenkanal von Kautschukspritzgießmaschinen existent ist. Des Weiteren wurde der Einfluss der Schneckendrehzahl auf die Ausbildung der Umlaufströmung untersucht. Die verwendeten Versuchparameter sind [Tabelle 10.13](#) zu entnehmen.

Tabelle 10.13: Versuchparameter zur Ermittlung des Einflusses der Schneckendrehzahl auf die Ausbildung der Umlaufströmung im Schneckenkanal bei Verwendung der CSM-Kautschukmischung.

Faktoren	Einstellung	
	1	2
T_E (°C)	80	
T_P (°C)	80	
n (min ⁻¹)	70	90
p_{ST} (bar)	20	

Mit der rot-blauen EPDM-Kautschukmischung wurden in der Masterarbeit von Graninger [67] zahlreiche Untersuchungen zur Visualisierung der Umlaufströmung im Schneckenkanal durchgeführt. Da es für das in der vorliegende Arbeit zu erstellende Prozessmodell für den Dosiervorgang von Kautschukspritzgießmaschinen nur essentiell ist, ob die Umlaufströmung im Schneckenkanal existent ist, wird nur ein Vergleich der Strömungen im Schneckenkanal der CSM- und EPDM-Kautschukmischung bei identer Versuchseinstellung durchgeführt. Die für die Gegenüberstellung erforderlichen Versuchparameter entsprechen Einstellung 1 in [Tabelle 10.13](#).

10.4.2.3 Dosierparameter

Zeitgleich wurde bei der Ermittlung der axialen Massetemperatur während des Dosiervorgangs mit SBR-1 (Versuchseinstellungen siehe [Tabelle 10.12](#), Seite 146) die Druckdifferenz Δp des hydraulischen Antriebssystems aufgezeichnet und daraus der Dosierparameter X_D mit [Gleichung 9.5](#), Seite 124 bestimmt. Eine statistische Auswertung mit Minitab 16 soll die Haupteinflussfaktoren auf den Dosierparameter aufzeigen.

Des Weiteren wurde ein in der Industrie des Öfteren auftretender Strangabriss mit der in [Tabelle 10.12](#), Seite 146 beschriebenen Zentralpunkteinstellung durchgeführt. Dazu wurden 20 Zyklen gefahren, um eine statistische

Verteilung des Dosierparameters zu erhalten. Nach Zyklus sieben wurde der Materialstreifen abgeschnitten und ca. 50 % des Kautschukstreifens auf einer Länge von ca. 13,5 cm entfernt ([Abbildung 10.8](#)). Bei Beginn von Zyklus acht wurde der modifizierte Kautschukstreifen mit dem noch in der Einzugsvorrichtung vorhandenen Kautschukstreifen simultan mitbefördert, bis der modifizierte Materialstreifen von der Schnecke eingezogen wurde. Diese Vorgehensweise soll aufzeigen, wie sensibel die Berechnung des Dosierparameters X_D bei einer Änderung im Dosiervorgang reagiert.



Abbildung 10.8: Modifizierter Kautschukstreifen für die Nachstellung eines in der Industrie oftmals auftretenden Strangabrisses.

10.5 EVALUIERUNG AUSGEWÄHLTER ANALYSEMETHODEN ANHAND VON UNTER IDEALEN BEDINGUNGEN GEPRESSTEN PRÜFPLATTEN

Mit der Plattenpresse *P200PV* wurden mit einer fabrikneuen und 125 Tage bei Raumtemperatur gelagerten SBR-Kautschukmischung unter idealen Bedingungen gepresste Prüfplatten mit einer Dicke von 6,3 mm hergestellt. Die Versuchsparameter zur Herstellung der Prüfplatten unter Variation der Vulkanisationszeit sind [Tabelle 10.14](#) zu entnehmen, wobei die Vulkanisationstemperatur bei 160 °C lag.

Tabelle 10.14: Versuchsparameter zur Herstellung von gepressten Prüfplatten.

Kautschukmischung	Vulkanisationszeit
SBR fabrikneu	120 ... 190 s in 10 s-Schritten
	250 ... 400 s in 50 s-Schritten
	600 und 800 s
SBR 125 Tage gelagert	80 ... 110 s in 10 s-Schritten
	120 ... 200 s in 20 s-Schritten
	300, 400, 600 und 800 s

Um ein Fortschreiten der Vernetzungsreaktion nach dem Pressvorgang bestmöglich zu unterbinden, wurden die gepressten Prüfplatten unverzüglich in Eiswasser abgeschreckt und darin vollständig abgekühlt. Des

Weiteren wurde die Vulkanisationszeit bewusst sehr kurz gewählt, so dass bei geringen Vulkanisationszeiten noch kleine Blasen in der Prüfplatte vorhanden waren. Alle Prüfplatten wurden einer zerstörungsfreien dynamisch-mechanischen Analyse mit dem Prüfgerät JIDOKA S101II und Messpunkt in Plattenmitte sowie einer Shore A Härteprüfung an fünf unterschiedlichen Positionen unterzogen. Abschließend wurden von jeder Prüfplatte je drei DVR-Probekörper, mit einem Abstand von 20 mm zu dem DMA-Messpunkt, untersucht. Die verwendeten Versuchsparameter bzw. Prüfnormen werden bei der Qualitätsprüfung von Kautschukformteilen (siehe [Kapitel 10.8](#), Seite 151) vorgestellt.

Ziel dieser Evaluierung ist es, einerseits das Auflösungsvermögen der untersuchten Analysemethoden aufzuzeigen und andererseits die gewonnenen Erkenntnisse bei der Qualitätsprüfung von spritzgegossenen Kautschukformteilen (siehe [Kapitel 10.8](#), Seite 151) anwenden zu können.

10.6 AUSWIRKUNGEN VON PROZESSPARAMETERN WÄHREND DES DOSIERVORGANGS AUF DIE FORMTEILQUALITÄT

Ziel ist es, den Einfluss von unterschiedlichen Massetemperaturprofilen auf die Qualität von spritzgegossenen SBR-Formteilen aufzuzeigen.

Mit den in [Tabelle 10.11](#), Seite 146 beschriebenen Einstellungen (E1,E2) wurden mit dem Prüfstand axiale Massetemperaturprofile aufgezeichnet. Die erforderliche Zykluszeit an der Kautschukspritzgießmaschine zur Herstellung von optisch einwandfreien Formteilen für Einstellung E1 ist bereits bekannt. Eine Vorgehensweise ist [Kapitel 10.3](#), Seite 138 sowie die benötigte Heizzeit [Kapitel 13](#), Seite 195 zu entnehmen. Ausgehend von 310 s Heizzeit wurden für die Produktion der Formteile die in [Tabelle 10.15](#) ersichtlichen Vulkanisationszeiten für Einstellung E1, mit vorwiegend rund 10 % Abstand, definiert.

Tabelle 10.15: Definierte Vulkanisationszeiten für die Produktion von SBR-Formteilen.

Definierte Vulkanisationszeiten in s										
$t_V =$	310	340	375	415	460	505	555	610	815	985

Bei Einstellung E2 (siehe [Tabelle 10.11](#), Seite 146) betrug die Schneckendrehzahl $n = 120 \text{ min}^{-1}$, wodurch ein stärkerer Anstieg der Massetemperatur während des Dosiervorgangs gegeben war (siehe [Kapitel 14.1.3](#), Seite 201). Mit dieser Einstellung wurden ebenso spritzgegossene Formteile hergestellt, wobei nur die ersten drei definierten Heizzeiten von Einstellung E1

untersucht wurden (siehe [Tabelle 10.15](#), Seite 149). Um ein Fortschreiten der Vernetzungsreaktion nach Entformung der dickwandigen Formteile aus dem Versuchswerkzeug zu "vermeiden", wurden diese unverzüglich in Eiswasser abgeschreckt und abgekühlt. Ausgewählte Formteile wurden (1) einer Härteprüfung nach Shore A, (2) einer DVR-Prüfung sowie (3) einer DMA mittels JIDOKA S101II unterzogen (siehe [Kapitel 10.8](#), Seite 151).

10.7 LOKALE UNTERSCHIEDE IN DER WÄRMELEITFÄHIGKEIT EINES SPRITZGEGOSSENEN FORMTEILS

Mit den in [Tabelle 10.7](#), Seite 139 beschriebenen Prozesseinstellungen und einer Vulkanisationszeit von $t_V = 340$ s wurde während der Produktion ein Formteil entnommen. Dieses wurde in sieben Schichten gespalten (siehe [Abbildung 10.9](#)), wobei die Randschichten (Düsen- bzw. Schließseitig) eine Dicke von ca. 1 mm und die innen liegenden Schichten (2-6) eine Dicke von ca. 2 mm aufwiesen.

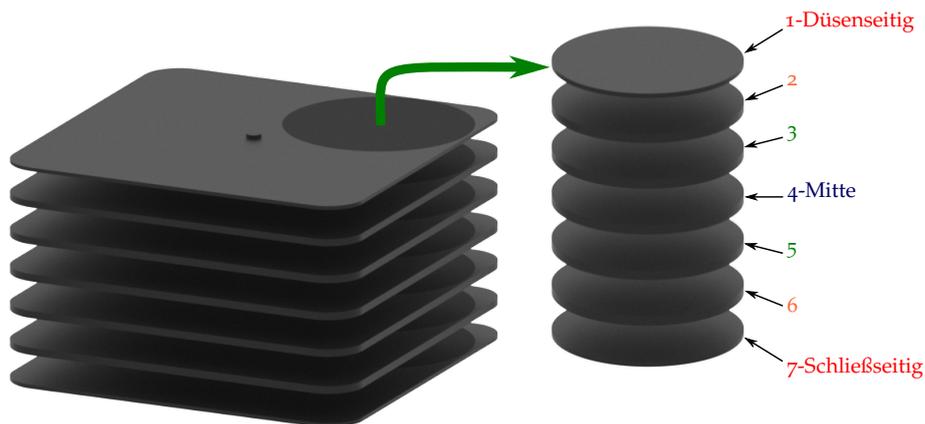


Abbildung 10.9: Prüfpositionen zur Detektion der lokalen Wärmeleitfähigkeit eines spritzgegossenen Formteils.

Aus den einzelnen Schichten wurde jeweils an der selben Position eine zylindrische Proben mit $\varnothing 50$ mm ausgestanzt und die Wärmeleitfähigkeit mit dem stationären Prüfgerät DTC300 bei einer Temperatur von $T = 65$ °C untersucht. Bei der Versuchsdurchführung wurde analog wie für die gepressten Prüfplatten, unter [Punkt 1](#), Seite 133 beschrieben, vorgegangen.

10.8 QUALITÄTSPRÜFUNG VON KAUSCHUKFORMTEILEN

Alle SBR-Formteile wurden vor bzw. nach der Qualitätsprüfung optisch auf potentielle Fehlstellen untersucht.

10.8.1 Härte nach Shore A

Die Härteprüfung nach Shore A wurde gemäß DIN ISO 7619-1 [36] durchgeführt. Dazu wurden die spritzgegossenen Formteile mit den Abmessungen $100 \times 100 \times 15$ mm, wie in [Abbildung 10.10](#) dargestellt, ausgerichtet und die Härte an den fünf eingezeichneten Positionen (1-5) an der Formteiloberseite – wo sich der Anspritzpunkt befindet – bestimmt. Der Median von den fünf Messungen spiegelt die Härte nach Shore A wieder, wobei der Maximal- bzw. Minimalwert als Fehlerbalken bei der Ergebnisinterpretation eingesetzt wurden.

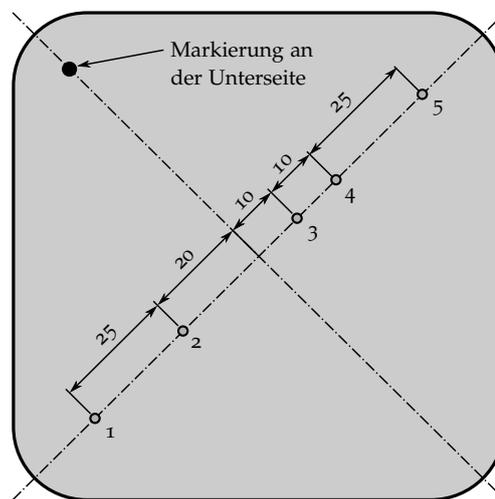


Abbildung 10.10: Messpunkte für die Shore A Härteprüfung.

10.8.2 Bleibende Verformung – Druckverformungsrest

Die Charakterisierung der bleibenden Verformung wurde in Anlehnung an DIN ISO 815-1 [38] mit einer Kompressionsbelastung von 25 % über einen Zeitraum von 24 h bei einer geregelten Temperatur von 70°C durchgeführt. Dazu wurden die dickwandigen Formteile in drei Schichten gespalten und aus jeder Schicht die in [Abbildung 10.11](#), Seite 152 dargestellten DVR-Prüfkörper mit einer 13 mm Stanzvorrichtung ausgestanzt. Entgegen der Empfehlung der Prüfnorm haben die aus den gespaltenen Schichten entnommenen DVR-Prüfkörper nur eine Höhe von ca. 5 mm anstatt von $6,3 \pm 0,3$ mm. Es sei darauf hingewiesen, dass dies zwar zulässig ist,

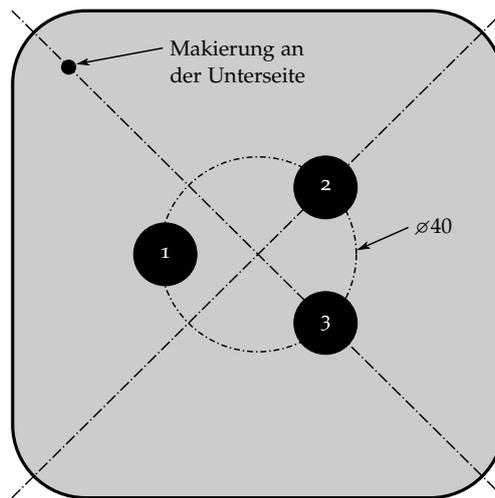


Abbildung 10.11: Entnahmepositionen der DVR-Prüfkörper aus den drei Schichten.

jedoch können DVR-Ergebnisse mit unterschiedlichen Prüfkörperhöhen nicht miteinander verglichen werden. Nach Vermessung der Prüfkörperhöhe wurde die in [Abbildung 10.12](#) dargestellte DVR-Vorrichtung mit Silikonspray besprüht. Grund für die Behandlung der Oberfläche ist, dass die DVR-Prüfkörper gegebenenfalls nach der Auslagerung bei erhöhter Temperatur an der Oberfläche der Druckplatten haften bleiben und sich dadurch bei Entnahme verformen. Distanzstücke mit der erforderlichen Höhe wurden an den vier Schrauben positioniert, die DVR-Prüfkörper selber Höhe gleichmäßig verteilt und abschließend die obere Druckplatte mit vier Muttern und einem Schlagschrauber befestigt. Danach wurde die Vorrichtung unverzüglich im Wärmeschrank ausgelagert. Nach Ablauf der Prüfzeit wurden die Prüfkörper für 30 min bei Standard-Labortemperatur auf einer Holzplatte gelagert und einer erneuten Höhenvermessung unterzogen. Mit Hilfe von [Gleichung 7.1](#), Seite [75](#) ist der DVR-Wert berechenbar, wobei zur Gegenüberstellung der Median aus den drei DVR-Prüfkörpern gewählt wurde.

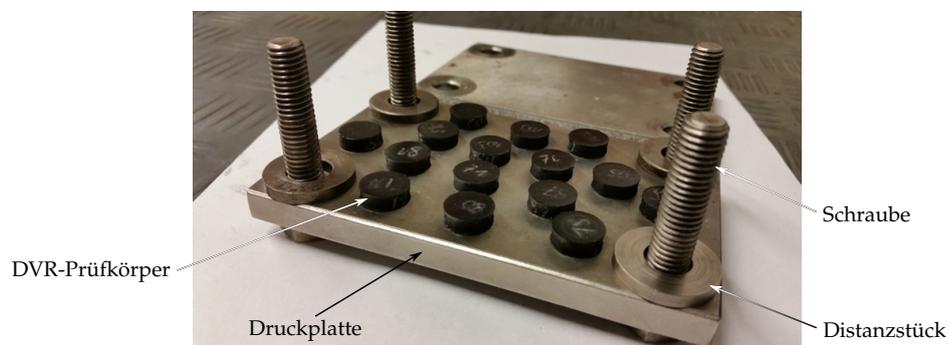


Abbildung 10.12: Vorrichtung zur Komprimierung der DVR-Prüfkörper.

10.8.3 Dynamisch-mechanische Analyse mit dem Prüfgerät JIDOKA S101II

Die Charakterisierung der statischen und dynamischen Eigenschaften wurden direkt an den spritzgegossenen Formteilen mit dem Prüfgerät JIDOKA S101II vorgenommen. In [Abbildung 10.13](#) ist der Prüfaufbau dargestellt, wobei die Messpunkte jenen der DVR-Probenentnahmepositionen 1-3 entsprechen (siehe [Abbildung 10.11](#), Seite 152).



Abbildung 10.13: Prüfaufbau für die zerstörungsfreie dynamisch-mechanische Charakterisierung direkt am Formteil mit dem Prüfgerät JIDOKA S101II.

Nachfolgend ist die Vorgehensweise bei der Versuchsdurchführung aufgelistet:

1. Positionieren des Formteils unterhalb des Prüfstempels und Starten des Prüfablaufes.
2. Abtasten der Oberfläche mit dem Prüfstempel und Ermittlung der exakten Formteilhöhe.
3. Relativ zur detektierten Formteilhöhe wird der Prüfstempel wegabhängig und geschwindigkeitsgesteuert in das zu untersuchende Formteil gefahren.
4. Aufzeichnen der Vorspannkraft.
5. Relaxationsphase um die anschließende Druck-DMA nicht zu beeinflussen.
6. Abwarten der Schwingungsvorlaufzeit.
7. Durchführen der Druck-DMA bei vorgegebener Amplitude und Frequenz.
8. Abspeichern der statischen Federkonstanten C_S , des Verlustwinkels δ sowie der dynamische Federkonstante C_D .

Die bei der Druck-DMA eingesetzten Prüfparameter sind [Tabelle 10.16](#) zu entnehmen.

Tabelle 10.16: Eingesetzte Prüfparameter für die statische und dynamische Analyse mit dem Prüfgerät JIDOKA S101II

Bezeichnung	Wert
Statische Messung	
Modus	Wegabhängig
Abtastkraft (N)	1
relative Deformation (%)	20
Vorspanngeschwindigkeit (mm s^{-1})	2
Relaxationszeit (s)	120
Dynamische Messung	
Schwingungsvorlaufzeit (s)	12
Amplitude (μm)	± 60
Frequenz (Hz)	1

Teil V

ERGEBNISSE UND DISKUSSION

CHARAKTERISIERUNG DER KAUTSCHUKMISCHUNGEN

Im folgenden Kapitel werden die Ergebnisse der Mischungscharakterisierung vorgestellt, diskutiert und interpretiert. Repräsentative Einstellungen wurden herangezogen, um auftretende Effekte bei der jeweiligen Kautschukmischung aufzuzeigen. Bei der Ermittlung der Materialparameter wurden während der Versuchsdurchführung immer wieder signifikante Streuungen beobachtet. Infolgedessen wurden mit SBR-1 bis zu fünf Wiederholmessungen durchgeführt, um die bei der Charakterisierung auftretenden Streuungen darzustellen.

11.1 VISKOSITÄT

Die Viskosität wurde mit dem Rubber Prozess Analyzer sowie mit dem Hochdruck-Kapillarrheometer charakterisiert (siehe [Kapitel 10.1.2](#), Seite 132). Dieser Materialparameter ist grundlegend für die Modellierung des Dosiervorgangs mit dem in dieser Arbeit erstellten Prozessmodell. Des Weiteren wurde mit Hilfe von Viskositätsmessungen die Lagerstabilität der verwendeten Kautschukmischungen untersucht.

11.1.1 CSM

In [Abbildung 11.1](#), Seite 158 ist der Amplitudensweep von CSM für die Ermittlung des linear-viskoelastischen Bereiches bzw. die ausgewählte Scheramplitude $\gamma_0 = 0,2^\circ$ für die nachfolgenden Viskositätsmessungen ersichtlich.

Die CSM-Kautschukmischung wurde durch wenige phr Ruß eingefärbt und anschließend coextrudiert, um den für die Visualisierungsversuche benötigten schwarz-weißen Kautschukstreifen zu erhalten. Um eine Niveaushiftung der Viskosität durch die Zugabe des Rußes auszuschließen, wurde diese von der schwarzen (S), weißen (W) sowie von einer 50 % Kombination aus der schwarzen und weißen Komponente (SW) mittels RPA untersucht (siehe [Abbildung 11.2](#), Seite 158).

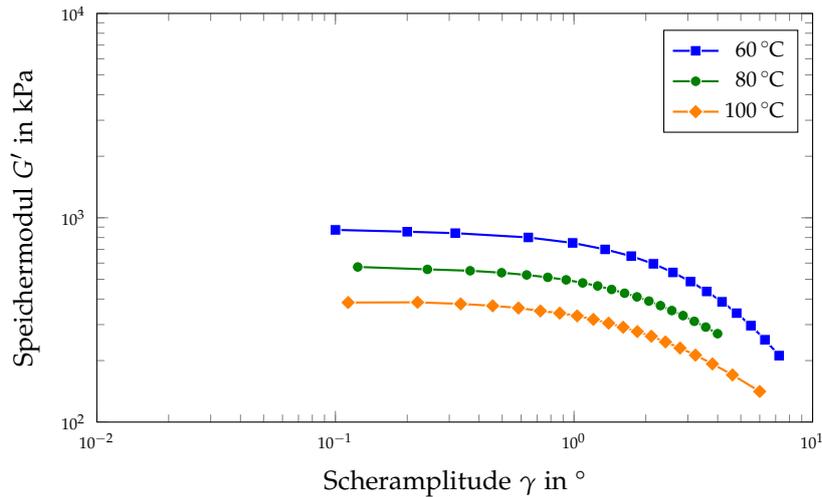


Abbildung 11.1: Amplitudensweep von CSM bei drei Temperaturen zur Detektion des linear-viskoelastischen Bereiches. Es wurde eine Scheramplitude von $\gamma_0 = 0,2^\circ$ gew\u00e4hlt.



Abbildung 11.2: Proben nach der Charakterisierung der komplexen Viskosit\u00e4t am RPA. (links) schwarze Komponente, (Mitte) wei\u00dfe Komponente, (rechts) 50 % Kombination aus der schwarzen und wei\u00dfen Komponente.

In [Abbildung 11.3](#), Seite 159 sind die Verl\u00e4ufe der komplexen Viskosit\u00e4t bei einer Temperatur von 60°C mit und ohne Vorscherung ersichtlich. Die Zugabe von Ru\u00df hat weder bei den Versuchen mit noch bei jenen ohne Vorscherung einen signifikanten Einfluss auf das Flie\u00dfverhalten der Kautschukmischung. Die Abweichungen zwischen der schwarzen und schwarz-wei\u00dfen Komponente betragen bereits bei einer Kreisfrequenz von 1 rad s^{-1} weniger als 5 % und nehmen mit steigender Kreisfrequenz weiter ab. Demnach konnte von einem "identen" Flie\u00dfverhalten der schwarz-wei\u00dfen CSM-Kautschukmischung ausgegangen werden.

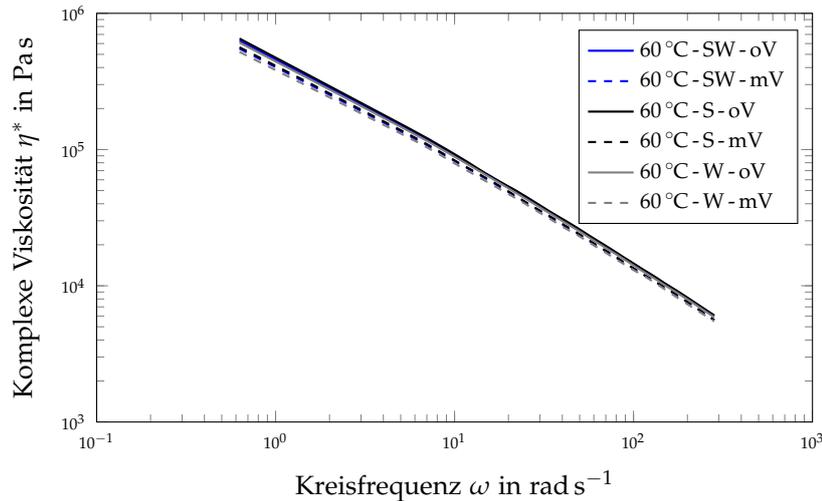


Abbildung 11.3: Einfluss des Rußes der schwarz-weißen CSM-Kautschukmischung auf die komplexe Viskosität mit (mV) und ohne (oV) Vorscherung bei $T = 60\text{ °C}$. Schwarze (S), Weiße (W) und schwarz-weiße (SW) Komponente.

Obwohl CSM einen Anteil von 222 phr an hellen Füllstoffen aufweist, ist nur ein geringer Payne-Effekt durch den Vergleich der komplexen Viskosität mit und ohne Vorscherung erkennbar (siehe [Abbildung 11.4](#)). Da eine detaillierte Mischungszusammensetzung vom Hersteller nicht angegeben wurde, dürfte es sich größtenteils um inaktive Füllstoffe handeln. Inaktive Füllstoffe erhöhen die Viskosität, bilden aber im Gegensatz zu aktiven oder verstärkenden Füllstoffen keine übergeordneten dreidimensionalen Füllstoffnetzwerke aus (siehe [Kapitel 4.1](#), Seite 26).

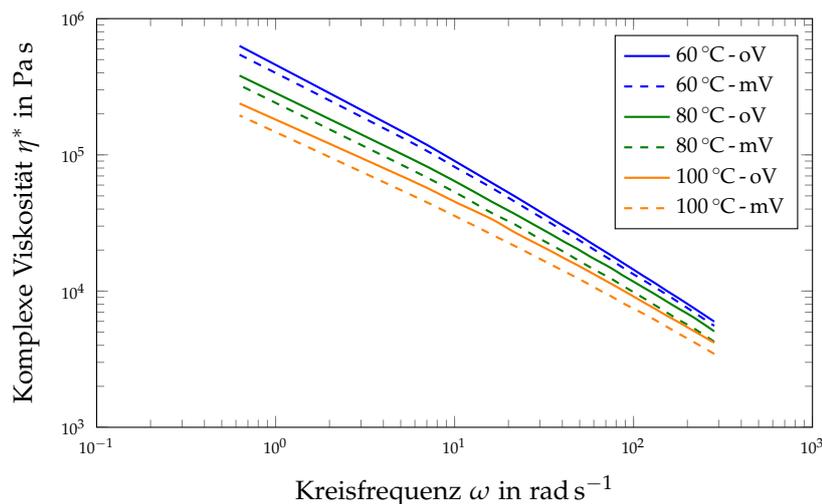


Abbildung 11.4: Komplexe Viskosität von CSM mit (mV) und ohne (oV) Vorscherung bei mehreren Prüftemperaturen.

CSM erfüllte dadurch die Anforderung einer identen Viskosität beider "eingefärbten" Komponenten, welche zur Visualisierung der Strömungen im Schneckenkanal benötigt wurden. Jedoch besitzt diese Kautschukmischung eine zu geringe Lagerstabilität (siehe [Abbildung 11.33](#), Seite 187). Folgend wurde CSM nur für die Kalibrierung des Prüfstandes sowie für Erstversuche eingesetzt.

11.1.2 EPDM

In [Abbildung 11.5](#) ist der Amplitudensweep von EPDM für die Ermittlung des linear-viskoelastischen Bereiches ersichtlich. Obwohl der Speichermodul G' bei einer Prüftemperatur von 60°C und der gewählten Scheramplitude von $\gamma_0 = 0,1^\circ$ noch kein Plateau aufweist, wurde diese Scheramplitude für die nachfolgenden Viskositätsmessungen eingesetzt. Begründet ist die Auswahl dadurch, dass bei hochgefüllten Kautschukmischungen und Scheramplituden $\leq 0,1^\circ$ signifikante Schwankungen bei der Charakterisierung der komplexen Viskosität entstehen.

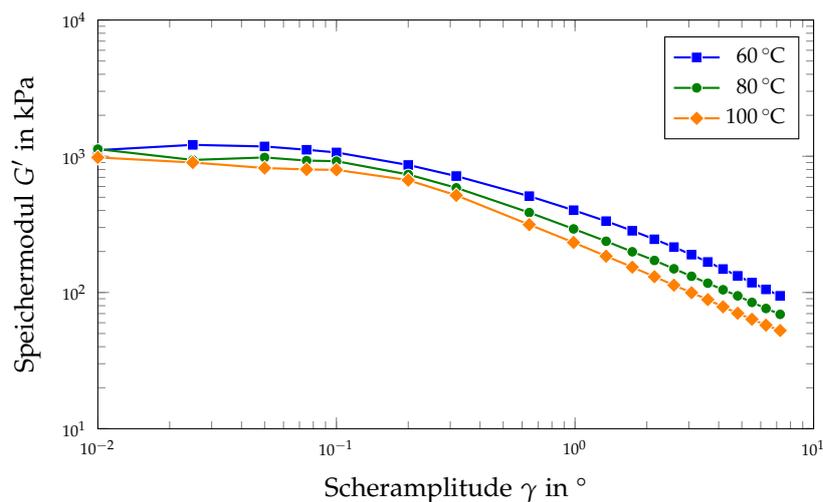


Abbildung 11.5: Amplitudensweep von EPDM bei drei Temperaturen zur Detektion des linear-viskoelastischen Bereiches. Es wurde eine Scheramplitude von $\gamma_0 = 0,1^\circ$ gewählt.

Bedingt durch die Zugabe von geringen Mengen an Ruß, welcher zur Einfärbung von CSM diente, konnte ein signifikanter Einfluss auf das Vernetzungsverhalten detektiert werden (siehe [Abbildung 11.33](#), Seite 187). Die rot-blaue EPDM-Kautschukmischung wurde auf die selbe Art hergestellt wie CSM, allerdings wurde zur Einfärbung der Komponenten Farbpigmente eingesetzt, um ein identes Vernetzungsverhalten sicherzustellen. Ähnlich wie bei CSM (siehe [Abbildung 11.2](#), Seite 158), wurden

Proben aus der blauen sowie rot-blauen Komponente hergestellt. Die komplexe Viskosität wurde mit Vorscherung und bei einer Temperatur von 80 °C ermittelt. Wie in [Abbildung 11.6](#) dargestellt, ist die Abweichung zwischen der blauen und rot-blauen Probe kleiner als 5 %. Dadurch wurde von einem äquivalenten Fließverhalten beider Komponenten ausgegangen.

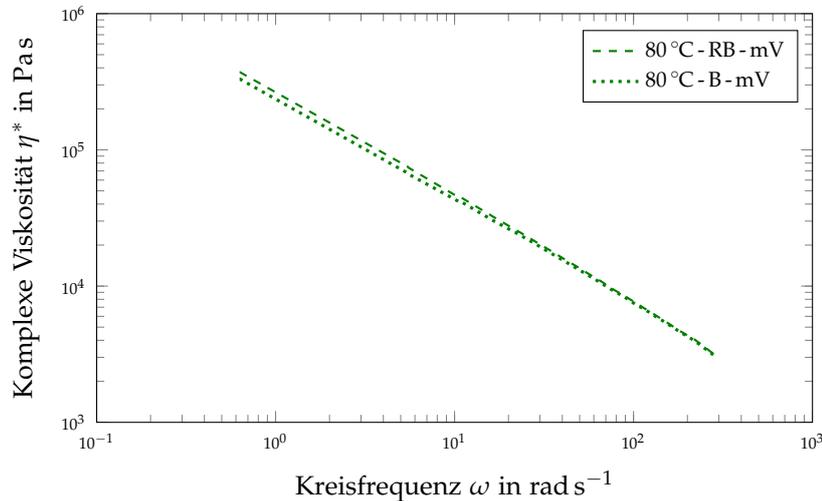


Abbildung 11.6: Einfluss der blauen (B) bzw. rot-blauen (RB) EPDM-Komponente auf die komplexe Viskosität mit Vorscherung (mV) bei einer Prüftemperatur von $T = 80 \text{ °C}$.

EPDM weist eine Lagerstabilität von ca. 29 Tagen auf. Das wurde anhand von wöchentlichen Viskositätsmessungen bei einer Prüftemperatur von 80 °C ermittelt (siehe [Abbildung 11.7](#), Seite 162). Nach dieser Lagerdauer bei Raumtemperatur konnte ein Viskositätsanstieg von maximal 10 % im geringen Kreisfrequenzbereich verzeichnet werden. Ein Anstieg der komplexen Viskosität in dieser Größenordnung wurde als Abbruchkriterium für jegliche weiteren Experimente definiert.

Für die mathematische Beschreibung der Temperaturabhängigkeit der Viskosität (siehe [Gleichung 5.15](#), Seite 58) ist eine Charakterisierung bei mindestens drei Temperaturen zwingend erforderlich. Demzufolge wurde die komplexe Viskosität mit und ohne Vorscherung, wie in [Abbildung 11.8](#), Seite 162 dargestellt, ermittelt. Jedoch konnte auch durch mehrmalige Wiederholungsmessungen nur ein nahezu identes Viskositätsniveau ohne Vorscherung bei 80 °C sowie 100 °C detektiert werden. Auch Messungen mit Vorscherung zeigen nicht die erwartete Temperaturabhängigkeit der Viskosität. Vergleiche hierzu die Temperaturabhängigkeit von CSM auf Seite 159.

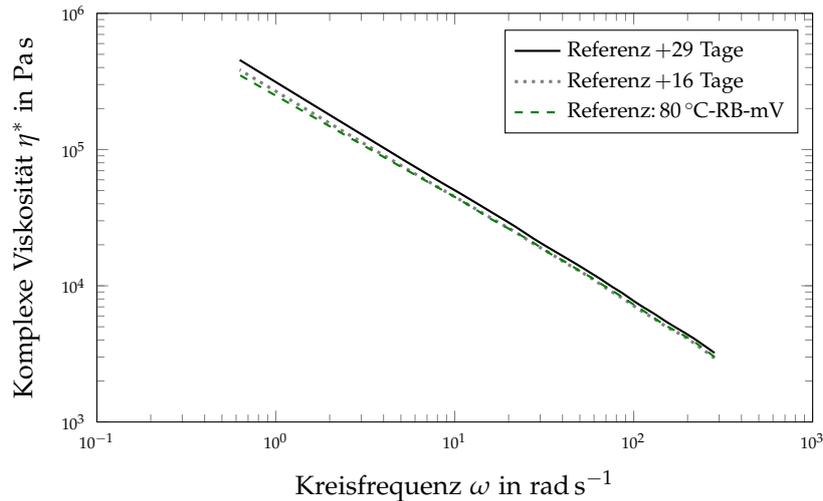


Abbildung 11.7: Einfluss der Lagerdauer bei Raumtemperatur auf die komplexe Viskosität mit Vorscherung (mV) von EPDM bei einer Prüftemperatur von $T = 80\text{ °C}$.

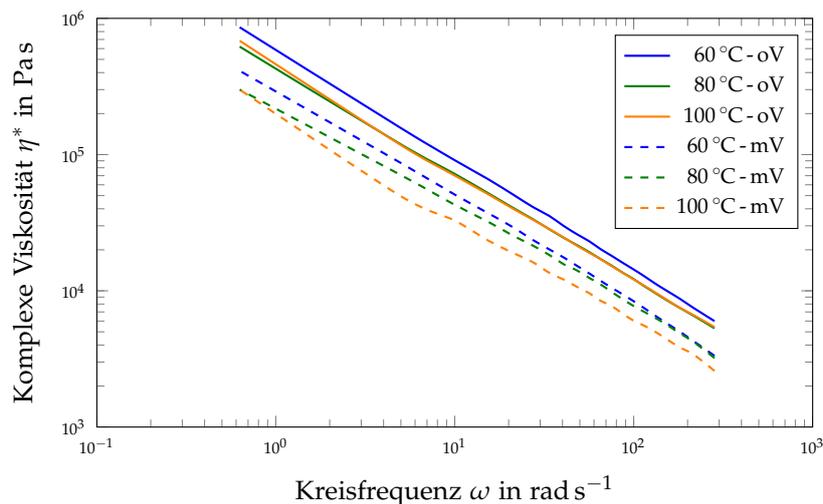


Abbildung 11.8: Komplexe Viskosität von EPDM mit (mV) und ohne (oV) Vorscherung bei mehreren Prüftemperaturen.

Obwohl EPDM (210 phr helle Füllstoffe) einen ähnlichen Füllstoffanteil wie CSM (222 phr helle Füllstoffe) aufweist, ist der Einfluss der Vorscherung auf die komplexe Viskosität stärker ausgeprägt. Demnach müsste es sich größtenteils um aktive bzw. verstärkende helle Füllstoffe handeln. Allerdings ist auch bei EPDM die genaue Zusammensetzung nicht bekannt. Um dem bei der Viskositätsmessung beobachteten Effekt nachzugehen, wurden Viskositätsuntersuchungen zwischen 50 °C und 100 °C in 10 K-Schritten durchgeführt. Die Ergebnisse ohne Vorscherung sind [Abbildung 11.9](#) und jene mit Vorscherung [Abbildung 11.10](#), Seite 163 zu entnehmen.

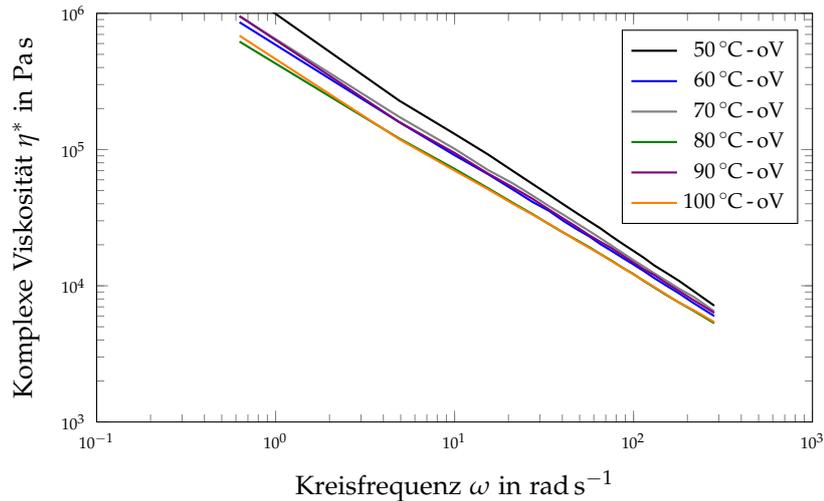


Abbildung 11.9: Komplexe Viskosität von EPDM ohne (oV) Vorscherung bei mehreren Prüftemperaturen.

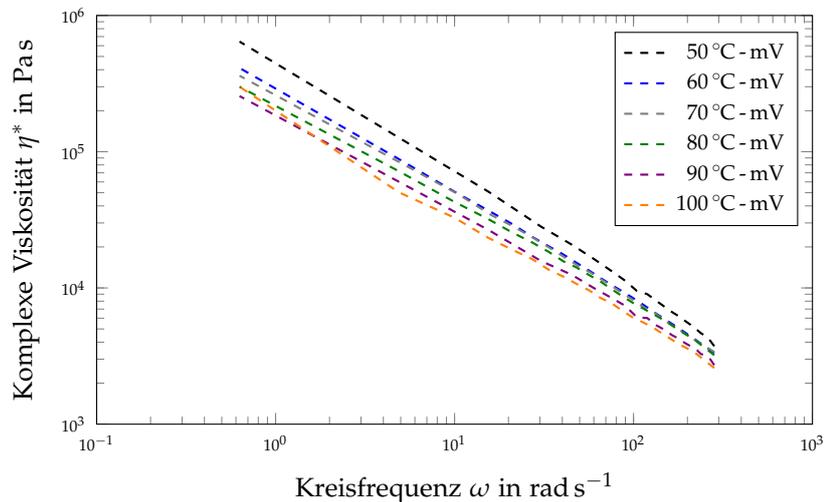


Abbildung 11.10: Komplexe Viskosität von EPDM mit (mV) Vorscherung bei mehreren Prüftemperaturen.

Es zeigt sich, dass die komplexe Viskosität in bestimmten Temperaturbereichen eine nur äußerst geringe Temperaturabhängigkeit aufweist, wobei dies bei den Untersuchungen ohne Vorscherung ausgeprägter ist. Die Rücksprache mit dem Mischungsproduzenten lieferte einen entscheidenden Hinweis zur Klärung des bei der Viskositätsbestimmung beobachteten Effektes. Es ist bekannt, dass die EPDM-Kautschukmischung zur Kristallisation neigt, allerdings sind dadurch noch keine Beeinträchtigungen in der Produktion feststellbar gewesen. Wie bei der Charakterisierung der spezifischen Wärmekapazität beschrieben (siehe [Abbildung 11.23](#), Seite 174), konnte ein ausgeprägter Kristallisationspeak detektiert werden. Allerdings

tritt dieser bei ungefähr 50 °C auf und sollte demnach die komplexe Viskosität zwischen 60 °C und 100 °C nicht beeinflussen. Eine signifikant höhere Probenmasse bei der RPA-Messung (ca. 7 – 8 g bei EPDM) im Vergleich zur DSC-Analyse (ca. 23 mg) könnte zu einer geringeren Heizrate bei der RPA-Messung geführt haben. Dadurch wird der Kristallisationspeak zu höheren Temperaturen verschoben und eine Beeinflussung der komplexen Viskosität wäre gegeben. Des Weiteren wurden bei der Ermittlung der Vernetzungsisothermen (siehe [Abbildung 11.34](#), Seite 188) Wangleiteeffekte beobachtet. Diese könnten in Kombination mit dem Aufschmelzen der Kristallite bei den erforderlichen Prüftemperaturen zu den beobachteten Effekten geführt haben. Die beschriebenen Effekte konnten in der vorliegenden Arbeit nicht eindeutig geklärt werden. Deshalb wurden mit den ermittelten Materialdaten von EPDM keine Berechnungen mit dem Prozessmodell durchgeführt.

Bei der Visualisierung der Strömungen im Schneckenkanal wurde folgend auf ein eventuell auftretendes Wandgleiten geachtet. Wie in [Abbildung 11.11](#) dargestellt, konnte an der Oberfläche der im Schneckenkanal vernetzten Kautschukmischung bei allen verwendeten Prozesseinstellungen nur Wandhaften detektiert werden.

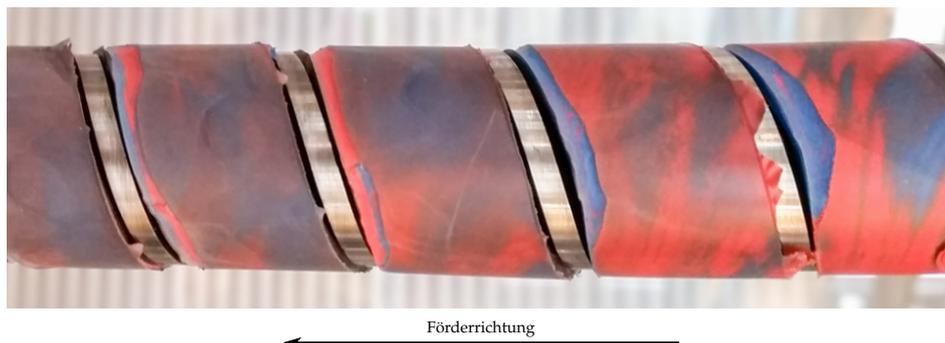


Abbildung 11.11: Wandhaften an der Oberfläche der im Schneckenkanal nach dem Dosiervorgang vernetzten rot-blauen EPDM-Kautschukmischung.

Am Hochdruck-Kapillarrheometer durchgeführte Visualisierungsversuche von Einlaufströmungen haben gezeigt [105, 143], dass zwischen Wandhaften und Wandgleiten eindeutig unterschieden werden kann. In [Abbildung 11.12](#), Seite 165 ist das Fließverhalten einer wandhaftenden NBR- und einer wandgleitenden rot-grünen EPDM-Kautschukmischung gegenübergestellt. Der Unterschied im Fließverhalten besteht darin, dass wandgleitende Kautschukmischungen eine "ideale" Blockströmung aufweisen, wohingegen wandhaftende Kautschukmischungen ein "Ausstreichen" der einzelnen Farbkomponenten zeigen. Dieses "Ausstreichen" tritt sowohl

an der Zylinderoberfläche als auch im Inneren, beim Durchströmen einer Düse von $L/D = 30/1$, auf.



Abbildung 11.12: Visualisierte Einlaufströmung am HKR beim Durchströmen einer Düse mit der Dimension von $L/D = 30/1$. (links) Wandhaftende NBR-Kautschukmischung [105], (rechts) Wandgleitende rot-grüne EPDM-Kautschukmischung [105].

11.1.3 SBR

In [Abbildung 11.13](#) ist der Amplitudensweep von SBR für die Ermittlung des linear-viskoelastischen Bereiches ersichtlich. Ähnlich wie bei EPDM, kommt es bei der Ermittlung der Scheramplitude von SBR bei $\gamma_0 \ll 0,1^\circ$ zu signifikanten Streuungen. Für die nachfolgende Charakterisierung der komplexen Viskosität wurde demzufolge eine Scheramplitude von $\gamma_0 = 0,1^\circ$ ausgewählt.

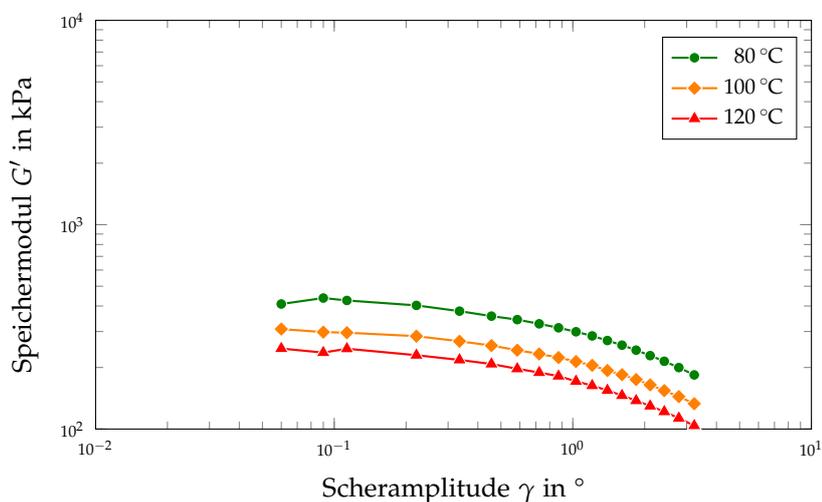


Abbildung 11.13: Amplitudensweep von SBR bei drei Temperaturen zur Detektion des linear-viskoelastischen Bereiches. Es wurde eine Scheramplitude von $\gamma_0 = 0,1^\circ$ gewählt.

Um die Lagerstabilität zu überwachen, wurden ca. alle 7 Tage Viskositätsmessungen mit Vorscherung bei einer Prüftemperatur von $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ durchgeführt. Mit dem bei der EPDM-Kautschukmischung eingeführten Abbruchkriterium (Anstieg der komplexen Viskosität $< 10\%$) konnte somit für die SBR-Kautschukmischung eine zulässige Lagerdauer von 26 Tagen identifiziert werden (siehe [Abbildung 11.14](#)).

Die temperaturabhängige komplexe Viskosität mit und ohne Vorscherung ist in [Abbildung 11.15](#), Seite 167 gegenübergestellt. Das Aufbrechen des Ruß-Füllstoffnetzwerkes durch eine Vorscherung hat bei der verwendeten SBR-Kautschukmischung eine ähnliche Ausprägung wie eine Temperaturerhöhung von 20 K. Erkennbar ist dies daran, dass das Viskositätsniveau bei $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ -oV nahezu ident mit jenem bei $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ -mV ist.

Für die Verwendung der Viskositätsdaten mit Vorscherung im Prozessmodell wurden diese mit dem Ostwald-deWale Modell und dem Temperaturverschiebungsfaktor nach Arrhenius approximiert. Die Modellparameter sind [Tabelle 11.1](#), Seite 167 zu entnehmen.

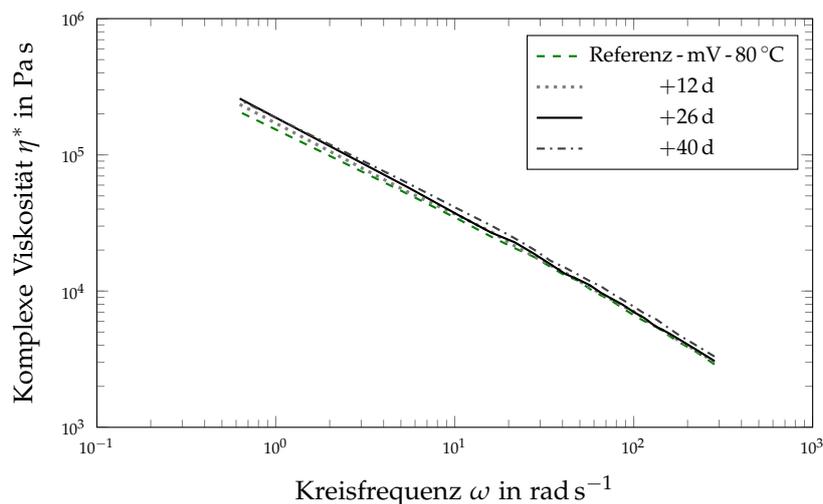


Abbildung 11.14: Einfluss der Lagerdauer von SBR bei Raumtemperatur auf die komplexe Viskosität mit Vorscherung (mV) bei einer Prüftemperatur von $T = 80\text{ }^{\circ}\text{C}$.

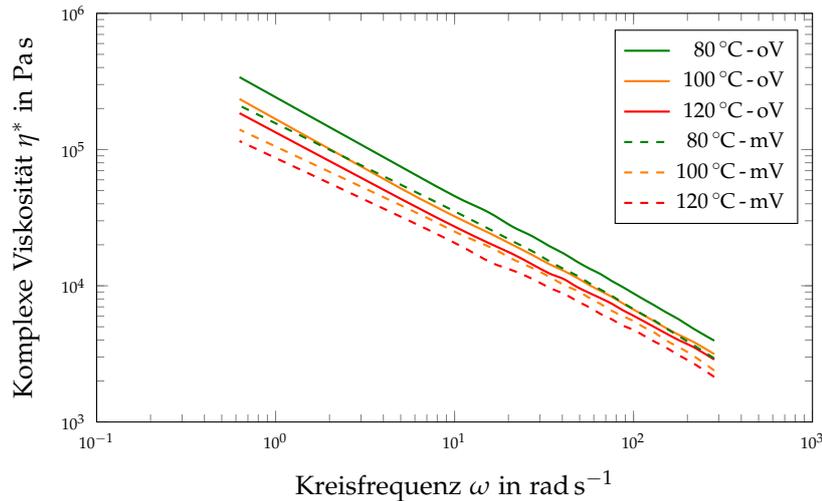


Abbildung 11.15: Komplexe Viskosität von SBR mit (mV) und ohne (oV) Vorscherung bei mehreren Prüftemperaturen.

Tabelle 11.1: Modellparameter von SBR zur Beschreibung der komplexen Viskosität mit dem Ostwald-deWale Modell und dem Temperaturverschiebungsfaktor nach Arrhenius.

Modellparameter	Wert
K	$119\,916 \text{ Pa s}^n$
n	0,330
E_A	$12\,046 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$
T_0	100 °C

11.1.4 SBR-1

Zwei Messungen je Temperatur zur Ermittlung des linear-viskoelastischen Bereichs von SBR-1 sind in [Abbildung 11.16](#), Seite 168 dargestellt. Es zeigt sich, dass die Messungen bei Scheramplituden größer $\gamma > 0,1^\circ$ sehr gut reproduzierbar sind. Bei kleiner werdenden Scheramplituden nimmt die Streuung des Speichermoduls zu und weist bei $\gamma = 0,01^\circ$ ein Maximum auf. Grund hierfür könnten die aktiven Füllstoffe sein, da ein ähnliches Verhalten bei der Versuchsdurchführung mit EPDM und SBR beobachtet wurde. Im Gegensatz dazu konnte bei CSM ein ausgedehnter linearer Bereich detektiert werden. In Kombination mit dem geringen Payne-Effekt, welcher bei der Viskositätsbestimmung mit und ohne Vorscherung bei CSM detektiert wurde, liegt die Vermutung nahe, dass es zu einer höheren Streuung in den Messergebnissen kommt, wenn

vorwiegend aktive Füllstoffe eingesetzt werden. Aktive Füllstoffe bilden dreidimensionale Füllstoffnetzwerke aus, welche durch sehr geringe Scheramplituden entweder nur lokal oder überhaupt nicht mehr ‐aufgebrochen‐ werden können.

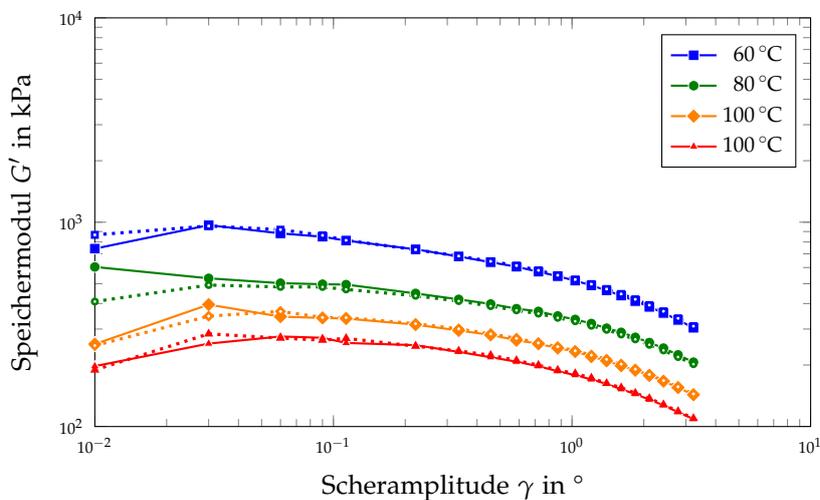


Abbildung 11.16: Amplitudensweep von SBR-1 bei mehreren Temperaturen zur Detektion des linear-viskoelastischen Bereiches. Es wurde eine Scheramplitude von $\gamma_0 = 0,1^\circ$ gewählt. Jede Linienart stellt eine Messung dar.

Die in [Abbildung 11.17](#) gezeigten komplexen Viskositäten mit und ohne Vorscherung wurden mit einer Scheramplitude von $0,1^\circ$ ermittelt. Die Vorscherung verursacht, wie schon bei SBR gezeigt, eine Viskositätsverschiebung, die einer Temperaturerhöhung um 20 K entspricht.

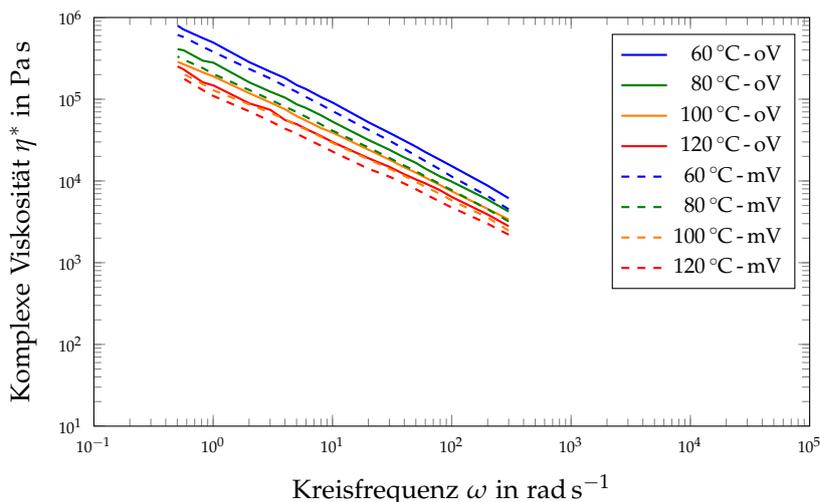


Abbildung 11.17: Komplexe Viskosität von SBR-1 mit (mV) und ohne (oV) Vorscherung bei mehreren Prüftemperaturen.

Um sicherzustellen, dass die verwendeten Vorscherparameter von $\gamma = 3^\circ$ und $\omega = 10\pi \text{ rad s}^{-1}$ zu einem Aufbrechen des Füllstoffnetzwerkes geführt haben, wurden Untersuchungen zur Ermittlung der Scherviskosität am Hochdruck-Kapillarrheometer durchgeführt. Durch Anwenden der Cox-Merz Regel müsste ein Zusammenhang zwischen den am RPA und am HKR ermittelten Viskositätskurven bestehen. Für die Beurteilung sind in [Abbildung 11.18](#) je Prüftemperatur fünf Wiederholmessungen der komplexen Viskosität sowie drei Verläufe der Scherviskosität dargestellt.

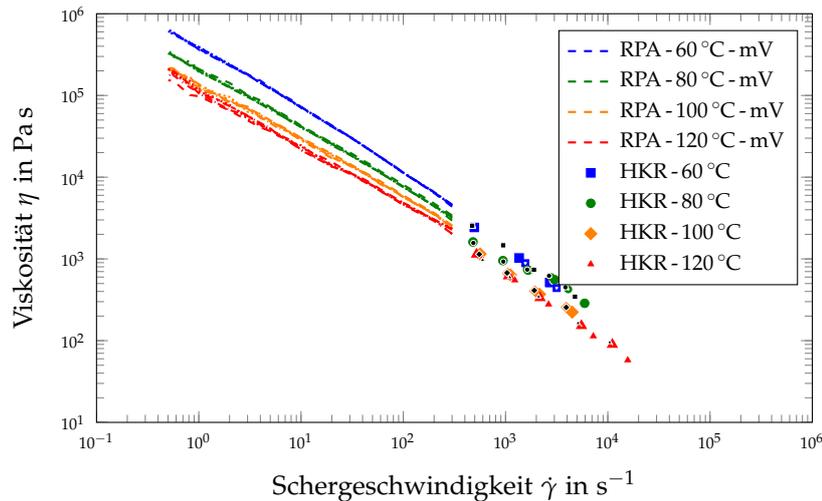


Abbildung 11.18: Komplexe Viskosität mit Vorscherung (RPA) und Scherviskosität (HKR) von SBR-1 bei mehreren Prüftemperaturen. Die Linienarten bzw. Symbole stellen mehrere Messungen dar.

Den Messergebnissen ist zu entnehmen, dass die gemessenen komplexen Viskositäten bei 60°C auf ca. $\pm 3\%$ reproduzierbar sind. Mit steigender Prüftemperatur nehmen die Messschwankungen zu. Diese betragen bei 120°C bis zu $\pm 15\%$ für Kreisfrequenzen kleiner $2\pi \text{ rad s}^{-1}$. Oberhalb von $\omega = 2\pi \text{ rad s}^{-1}$ verringert sich die beobachteten Messschwankungen zu $\pm 7\%$. Nach Angaben des Gerätehersteller des RPAs ist bei hochgefüllten Kautschukmischungen und den erforderlichen Prüfbedingungen mit den auftretenden Messschwankungen zu rechnen. Daher sollten laut Gerätehersteller nur jene Viskositätsdaten herangezogen werden, die oberhalb einer Kreisfrequenz von $\omega = 2\pi \text{ rad s}^{-1}$ ermittelt worden sind. Den gemessenen Scherviskositäten ist zu entnehmen, dass es durch die Vorscherung zu einem Aufbrechen des Füllstoffnetzwerkes bei den RPA-Messungen kommt. Das zeigt sich dadurch, dass die RPA-Daten bei einer virtuellen Extrapolation zu höheren Schergeschwindigkeiten nahezu jenen vom HKR entsprechen. Dies ist allerdings nur für 60°C , 100°C und 120°C gültig. Bei einer Prüftemperatur von 80°C ist aus den HKR-Daten ein "S-förmiger" Verlauf erkennbar. Dieser "S-förmige" Viskositätsverlauf konnte bei allen

drei Experimenten reproduzierbar nachgewiesen werden. Ein zufälliger Messfehler kann somit ausgeschlossen werden. Außerdem ist dieser Effekt bereits bekannt [47, 143]. Jedoch liefert die Literatur bis dato noch keine Erklärung, ob es sich (1) um eine Materialeigenschaft, (2) einen Messfehler oder (3) ein eventuell auftretendes Wandgleiten während der Versuchsdurchführung handelt.

Für die mathematische Beschreibung der Strömungsvorgänge im Schneckenkanal mit dem Prozessmodell wurden folgend die RPA-Daten mit Vorschöpfung eingesetzt. Die für das Ostwald-de Wale Modell inkl. Temperaturverschiebungsfaktor nach Arrhenius erforderlichen Modellparameter sind [Tabelle 11.2](#) zu entnehmen.

Tabelle 11.2: Modellparameter von SBR-1 zur Beschreibung der komplexen Viskosität mit dem Ostwald-deWale Modell und dem Temperaturverschiebungsfaktor nach Arrhenius.

Modellparameter	Wert
K	156 268 Pa s ^{<i>n</i>}
n	0,285
E_A	19 156 J mol ⁻¹ K ⁻¹
T_0	100 °C

11.2 PVT-VERHALTEN

Das pvT-Verhalten der jeweiligen Kautschukmischungen wurde mit einem PVT-100 Prüfgerät ermittelt. Die Dichte – Kehrwert des spezifischen Volumens v – als Funktion der Temperatur sowie des Druckes wurden für die Ermittlung der Dosierzeiten am Prüfstand benötigt (siehe [Kapitel 10.4.1.1](#), Seite 139). Für die CSM-Kautschukmischung wurden keine pvT-Untersuchungen durchgeführt. Stattdessen wurde die vom Hersteller angegebene Dichte von $\rho = 1,486 \text{ g cm}^{-3}$ verwendet.

11.2.1 EPDM

Das pvT-Verhalten von EPDM ist [Abbildung 11.19](#), Seite 171 zu entnehmen. Da der untersuchte Temperaturbereich weit oberhalb der Glasübergangstemperatur liegt, ist der bei Thermoplasten übliche “Knick” im untersuchten Temperaturbereich in den pvT-Kurven bei Kautschuken nicht existent.

Der Hersteller gibt für die verwendete EPDM-Kautschukmischung eine Dichte von $1,544 \text{ g cm}^{-3}$ an. Eine Überprüfung anhand einer Regression der 1 bar - Isobaren resultiert zu $v(20 \text{ °C}, 1 \text{ bar}) = 0,646 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$ bzw. zu einer Dichte von $\rho(20 \text{ °C}, 1 \text{ bar}) = 1,548 \text{ g cm}^{-3}$. Das pvT-Verhalten konnte somit nachweislich ausgezeichnet beschrieben werden.

Allerdings ist im Temperaturbereich von 60 °C bis 120 °C sowie im Druckbereich von 1 bar bis 400 bar – entspricht dem Prozessfenster bei den Untersuchungen des Dosierverhaltens mit dem Prüfstand – keine signifikante Abhängigkeit des spezifischen Volumens von der Temperatur und vom Druck gegeben. Die Abweichung beträgt im Bezug auf die vom Hersteller angegebene Dichte nur $\pm 1,8 \%$ und wurde in weiterer Folge als konstant angenommen.

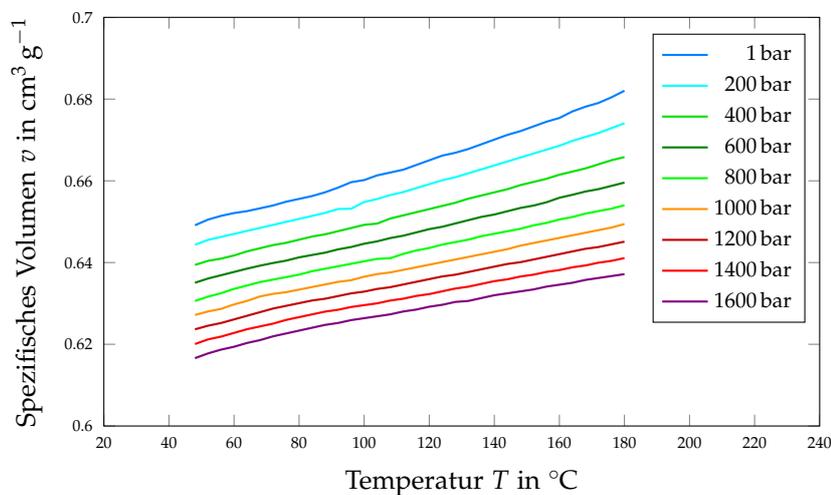


Abbildung 11.19: pvT-Verhalten der EPDM-Kautschukmischung.

11.2.2 SBR

Das pvT-Verhalten von SBR ist in [Abbildung 11.20](#), Seite 172 dargestellt und ist mit jenem von EPDM vergleichbar.

Der Hersteller gibt für die verwendete SBR-Kautschukmischung eine Dichte von $1,33 \text{ g cm}^{-3}$ an. Eine Überprüfung anhand einer Regression der 1 bar - Isobaren resultiert zu $v(20 \text{ °C}, 1 \text{ bar}) = 0,748 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$ bzw. zu einer Dichte von $\rho(20 \text{ °C}, 1 \text{ bar}) = 1,338 \text{ g cm}^{-3}$. Die anhand der pvT-Daten ermittelte Dichte bei Umgebungsbedingungen entspricht also jener des Herstellers. Wie bereits bei EPDM vorgestellt, wurde die Dichte von SBR als Einpunktwert für die nachfolgenden Untersuchungen eingesetzt, da diese im Prozessfenster, um lediglich $\pm 1,9 \%$ variiert.

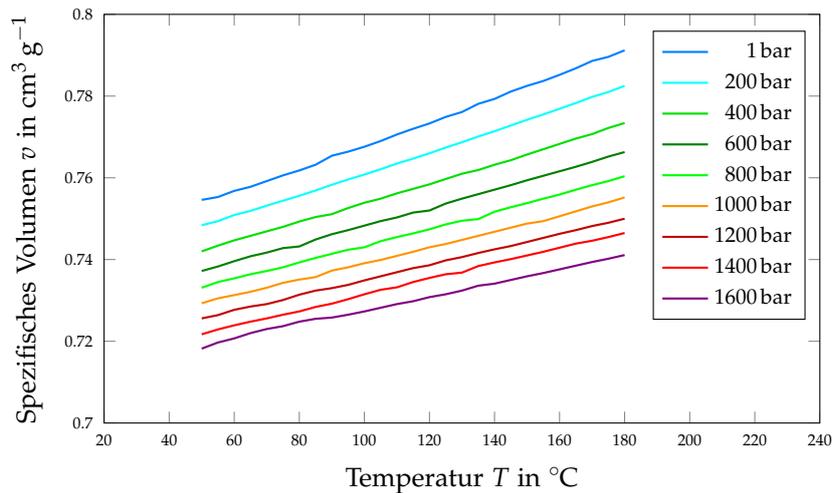


Abbildung 11.20: pvT-Verhalten der SBR-Kautschukmischung.

11.2.3 SBR-1

Das pvT-Verhalten von SBR-1 zeigt den für Kautschukmischungen typischen Verlauf und ist in [Abbildung 11.21](#), Seite 173 dargestellt.

Der Hersteller gibt für SBR-1 eine Dichte von $1,315 \text{ g cm}^{-3}$ an. Der im Vergleich zu SBR niedrigere Wert ergibt sich durch den in SBR-1 geringeren enthaltenen Füllstoffanteil. Eine Überprüfung anhand einer Regression der 1 bar - Isobaren resultiert zu $v(20 \text{ °C}, 1 \text{ bar}) = 0,768 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$ bzw. zu einer Dichte von $\rho(20 \text{ °C}, 1 \text{ bar}) = 1,302 \text{ g cm}^{-3}$. Die anhand der pvT-Daten ermittelte Dichte bei Umgebungsbedingungen liegt ca. 1 % niedriger als vom Hersteller angegeben. Auch für SBR-1 wurde die Dichte als Einpunktwert für die nachfolgenden Untersuchungen eingesetzt, da die Abhängigkeit im Prozessfenster (60-120 °C, 1-400 bar) weniger als $\pm 1,1 \%$ beträgt.

Eine Untersuchung der Reproduzierbarkeit von pvT-Analysen wurde anhand von fünf stochastisch aus der Kautschukmischung entnommenen Proben durchgeführt (siehe [Abbildung 11.22](#), Seite 173). Im für die Kautschukverarbeitung relevanten Bereich beträgt die detektierte Abweichung vom Mittelwert weniger als $\pm 0,5 \%$. Dadurch ist es bei dem verwendeten PVT-100 Prüfgerät völlig ausreichend, das pvT-Verhalten anhand einer Messung zu charakterisieren.

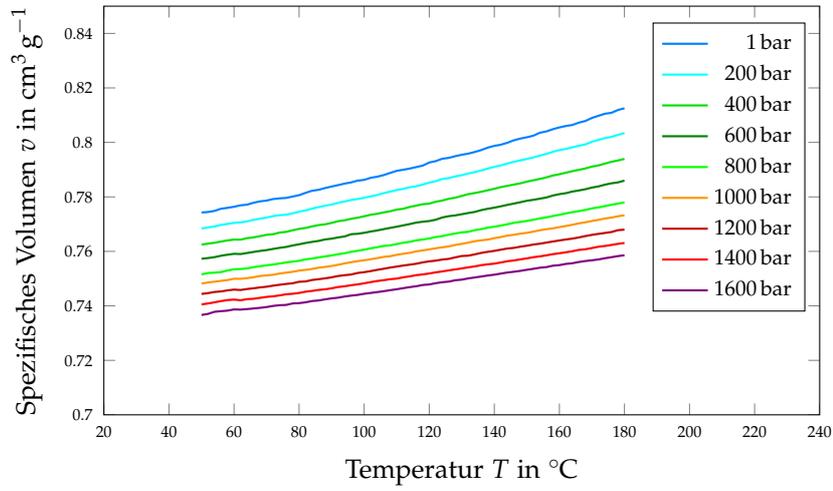


Abbildung 11.21: pvT-Verhalten von SBR-1.

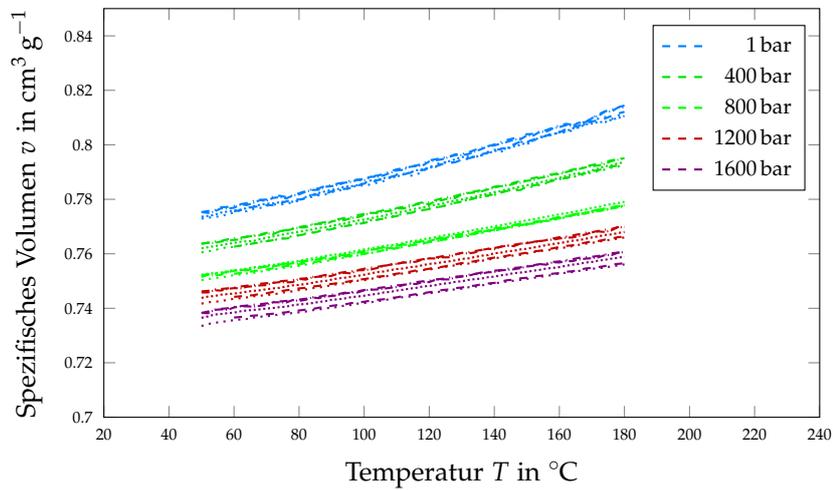


Abbildung 11.22: Reproduzierbarkeit des pvT-Verhaltens von SBR-1. Die Linienarten stellen die fünf Messungen dar.

11.3 SPEZIFISCHE WÄRMEKAPAZITÄT

Die spezifische Wärmekapazität wurde mittels DSC-1 bestimmt und ist für die numerische Beschreibung des Dosiervorgangs mit dem Prozessmodell erforderlich. Des Weiteren ist es durch eine Interpretation der spezifischen Wärmekapazität als Funktion der Temperatur möglich, temperaturabhängige Vorgänge im untersuchten Material zu detektieren, wie z. B. einen endothermen Schmelzpeak (Alterungsschutzmittel, kristalline Bereiche) oder einen exothermen Peak, welcher der Vernetzungsreaktion zugeordnet werden kann.

11.3.1 EPDM

Der Verlauf der spezifischen Wärmekapazität von drei EPDM-Proben beim ersten Aufheizvorgang ist in [Abbildung 11.23](#) dargestellt. Bei dem im Temperaturbereich zwischen 35 °C und 55 °C auftretenden Schmelzpeak könnte es sich um das Aufschmelzen von Alterungsschutzmitteln handeln. Folgend müsste der erste sowie der zweite Aufheizvorgang zur selben Ausprägung des Schmelzpeaks führen.

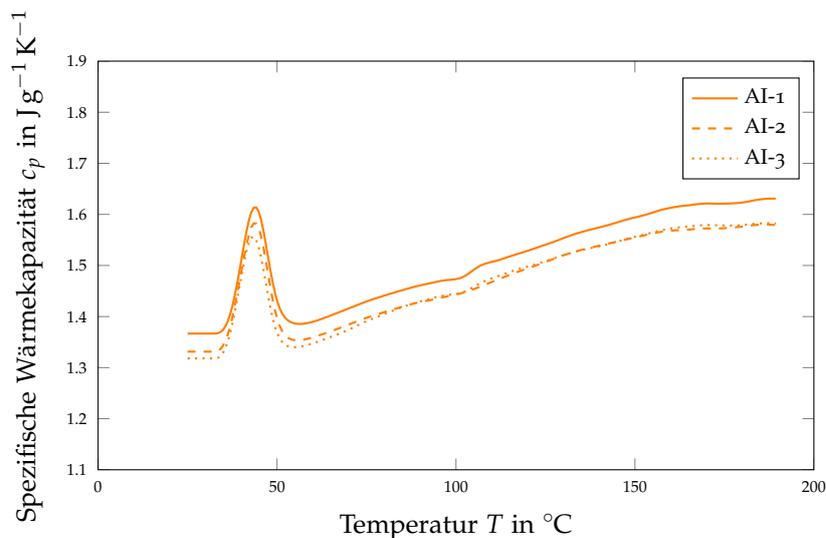


Abbildung 11.23: Spezifische Wärmekapazität des ersten Aufheizvorganges (AI-1) als Funktion der Temperatur bei einer Heizrate von 10 K min^{-1} . Entnahme der Proben (1 - 3) direkt aus der EPDM-Kautschukmischung.

Dies konnte anhand der in [Abbildung 11.24](#), Seite 175 dargestellten Mittelwerte der spezifischen Wärmekapazität nicht bestätigt werden. Da EPDM keine Doppelbindungen in der Hauptkette aufweist und daher von der Zugabe von Alterungsschutzmitteln abgesehen wird, konnte dadurch

nachgewiesen werden, dass es sich um einen Kristallitschmelzbereich handelt. Die Streuung der drei Wiederholmessungen liegt im Bereich von $\pm 1,2\%$ in Relation zum Mittelwert, wodurch eine Mittelwertbildung für EPDM ausreichend war.

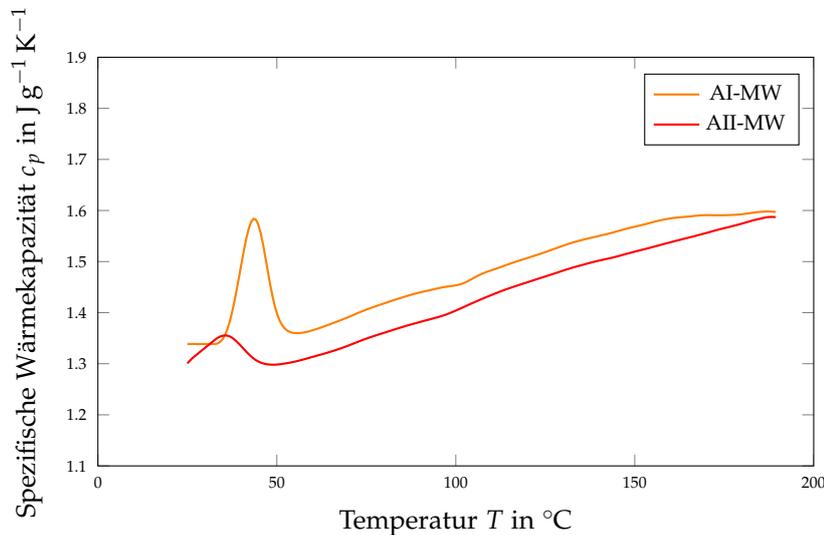


Abbildung 11.24: Mittelwerte (MW) der spezifischen Wärmekapazität des ersten (AI-MW) und zweiten (AII-MW) Aufheizvorganges von EPDM als Funktion der Temperatur bei einer Heizrate von 10 K min^{-1} .

11.3.2 SBR

Der Verlauf des ersten Aufheizvorganges der spezifischen Wärmekapazität von drei SBR-Proben ist in [Abbildung 11.25](#), Seite 176 dargestellt. Bei dem um 85°C auftretenden Schmelzpeak dürfte es sich um einen Phasenübergang eines Inhaltsstoffes handeln. Da die detaillierte Zusammensetzung der Kautschukmischung jedoch nicht bekannt ist, kann hierzu keine fundierte Aussage gemacht werden. Eindeutig zu identifizieren ist allerdings der ab einer Temperatur von ca. 140°C beginnende Vernetzungspeak.

Die Streuung der drei Wiederholmessungen ist um den Faktor 4 höher als bei der untersuchten EPDM-Kautschukmischung. Da SBR vom Hersteller nicht mehr produziert wird, konnte der Ursache nicht im Detail nachgegangen werden. Dies wurde jedoch bei den Untersuchungen von SBR-1 (siehe [Kapitel 11.3.3](#), Seite 176) nachgeholt. Für die numerische Beschreibung der axialen Massetemperatur mit dem Prozessmodell wurde der berechnete Mittelwert aus den drei Messungen herangezogen.

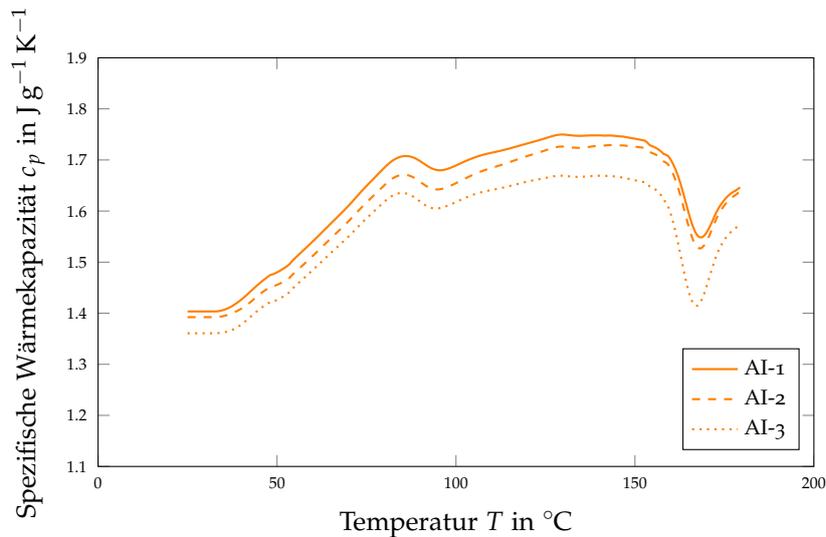


Abbildung 11.25: Spezifische Wärmekapazität von SBR beim ersten Aufheizvorgang (AI) als Funktion der Temperatur bei einer Heizrate von 10 K min^{-1} . Die Entnahme der Proben (1 - 3) erfolgte direkt aus der SBR-Kautschukmischung.

11.3.3 SBR-1

Um den Einfluss der Probenvorbereitung bei der Charakterisierung der spezifischen Wärmekapazität auf die Ergebnisse zu studieren, wurde eine im Labor hergestellte SBR-Kautschukmischung eingesetzt. Aus dieser wurden stochastisch fünf Proben entnommen und einer DSC-Analyse unterzogen. Die Probenmassen sind [Tabelle 11.3](#) zu entnehmen.

In [Abbildung 11.26](#), Seite 177 sind die aus der DSC-Analyse berechneten spezifischen Wärmekapazitäten (erster Aufheizvorgang) als Funktion der Temperatur dargestellt.

Tabelle 11.3: Probenmassen der direkt aus der Labormischung entnommenen Proben zur Ermittlung der spezifischen Wärmekapazität.

Probennummer	Probenmasse in mg
1	22,699
2	22,972
3	22,957
4	23,087
5	22,546

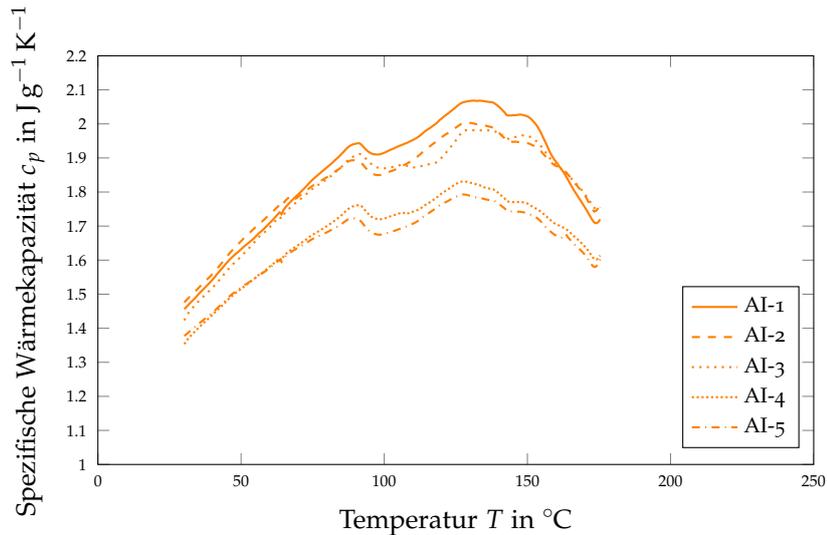


Abbildung 11.26: Schwankungen im ersten Aufheizvorgang (AI) bei der Ermittlung der spezifische Wärmekapazität einer Labormischung (SBR-1). Die Heizrate beträgt 10 K min^{-1} , wobei die Proben (1 - 5) direkt aus der Kautschukmischung entnommen wurden.

Der qualitative Verlauf der fünf untersuchten Proben ist ähnlich. Jedoch ist eine signifikante Streuung von bis zu $\Delta c_p = 0,288 \text{ J g}^{-1} \text{ K}^{-1}$ erkennbar, welche nicht das Resultat einer differierenden Probenmasse sein kann. Um einen eventuell auftretenden Einfluss des Vernetzungssystems auf die c_p -Messung ausschließen zu können, wurde eine Labormischung ohne Vernetzungssystem eingesetzt. Aus dieser wurden direkt zwei Proben mit den in [Tabelle 11.4](#) ersichtlichen Probenmassen entnommen. Aufgrund dessen, dass diese Kautschukmischung kein Vernetzungssystem enthält, sollte sowohl der erste als auch der zweite Aufheizvorgang zu denselben Ergebnissen führen.

Tabelle 11.4: Probenmassen der direkt aus der Labormischung ohne Vernetzungssystem entnommenen Proben zur Ermittlung der spezifischen Wärmekapazität.

Probennummer	Probenmasse in mg
1	23,753
2	23,739

Eine geringe Differenz von $\Delta c_p = 0,07 \text{ J g}^{-1} \text{ K}^{-1}$ bzw. auf AI-1 bezogen $< 5\%$ (siehe [Abbildung 11.27](#)) wurden der Messgenauigkeit des Prüfgerätes zugeschrieben. Allerdings ist auch bei den Proben ohne Vernetzungssystem eine vertikale Verschiebung der spezifischen Wärmekapazität im Ausmaß von ca. $0,31 \text{ J g}^{-1} \text{ K}^{-1}$ erkennbar. Demzufolge hat das Vernetzungssystem in der Kautschukmischung keinen essentiellen Einfluss auf die Untersuchungen, da die Streuungen von mehreren Proben in derselben Größenordnung wie bei Kautschukmischungen mit Vernetzungssystem liegen.

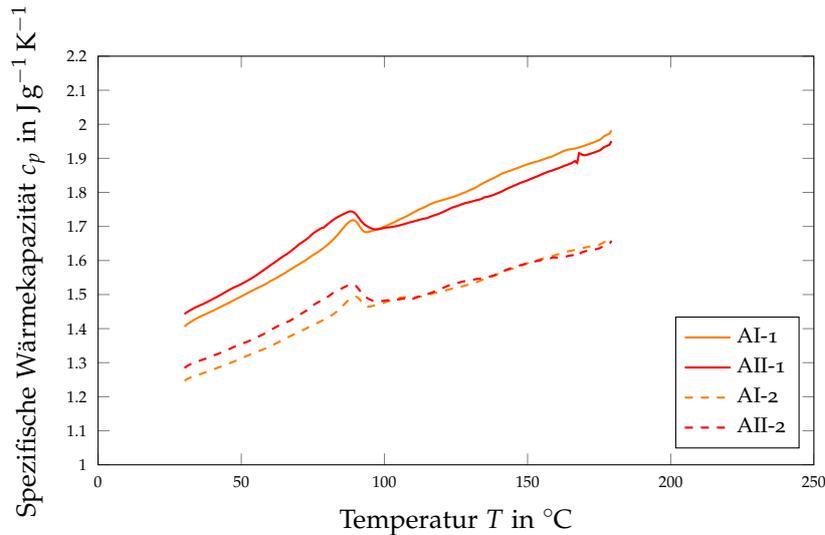


Abbildung 11.27: Schwankungen im ersten (AI) und zweiten (AII) Aufheizvorgang bei der Ermittlung der spezifische Wärmekapazität einer Labormischung ohne Vernetzungssystem (SBR-1) bei einer Heizrate von 10 K min^{-1} . Die Entnahme der Proben (1-2) erfolgte direkt aus der Kautschukmischung.

Zur Untersuchung des Einflusses der Probenauflagefläche im Tiegel wurden an der Plattenpresse bei Raumtemperatur planparallele "Prüfplatten" produziert. Aus diesen wurden mit einem $\varnothing 5 \text{ mm}$ Stanzeisen die erforderliche Probengeometrie entnommen und mittig im Tiegel positioniert. Die Probenmassen der fünf Messungen sind [Tabelle 11.5](#), Seite 179 zu entnehmen. Um ein Deformieren der Proben sowie eine dadurch bedingte Änderung der Auflagefläche zu unterbinden, wurde eine differierende Probenmasse von ca. $\pm 2 \text{ mg}$ als akzeptabel betrachtet. [Abbildung 11.28](#), Seite 179 zeigt eine Gegenüberstellung der Probengeometrien, welche mit der Standardmethode bzw. einer optimierten Methode hergestellt wurden. Als Standardmethode wird die direkte Probenentnahme aus der Kautschukmischung und als optimierte Methode wird die Probenentnahme aus der bei Raumtemperatur gepressten Prüfplatte bezeichnet.

Tabelle 11.5: Probenmassen der optimierten Probenherstellung zur Ermittlung der spezifischen Wärmekapazität.

Probennummer	Probenmasse in mg
1	25,207
2	21,388
3	22,430
4	24,236
5	23,738

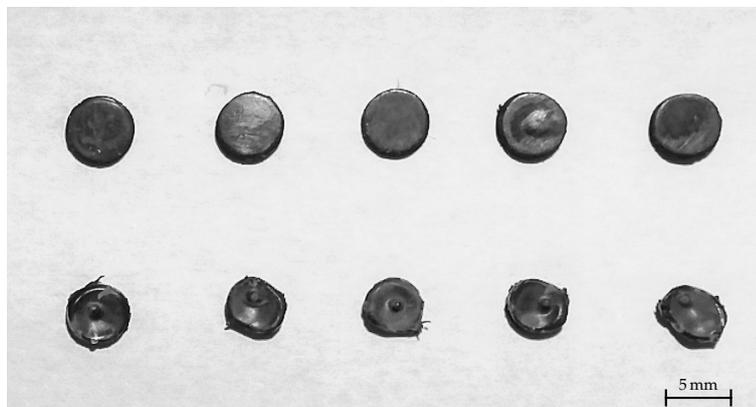


Abbildung 11.28: Probengeometrie zur Bestimmung des Einflusses der Auflagefläche. (oben) Optimierte Probenvorbereitung und Entnahme aus gepressten Prüfplatten. (unten) Direkte Entnahme aus der Kautschukmischung.

Die spezifische Wärmekapazität (erster Aufheizvorgang) ist in [Abbildung 11.29](#) dargestellt. Die Ergebnisse der mit der optimierten Methode hergestellten Probekörper zeigen, dass dadurch die Streuung signifikant verringert werden konnte. Δc_p beträgt bei den fünf Untersuchungen maximal $0,09 \text{ J g}^{-1} \text{ K}^{-1}$ (bezogen auf $c_p = 1,4 \text{ J g}^{-1} \text{ K}$ entspricht dies ca. 6,5 %) und konnte demnach auf ca. ein Drittel der ursprünglich beobachteten Streuung reduziert werden. Des Weiteren bewegt sich die detektierte Streuung der fünf Proben bereits innerhalb der Messgenauigkeit des Prüfgerätes bei Kalibrierung mit Indium ($\pm 3,5 \%$).

Die Untersuchungen der spezifischen Wärmekapazität mit SBR-1 hat ergeben, dass der Einfluss der Probenauflagefläche im Tiegel einen signifikanteren Einfluss auf das Messergebnis hat als eine geringe Streuung in der Probenmasse (siehe [Tabelle 11.5](#), Seite 179). Bei optimaler Auflagefläche des Probekörpers konnte anhand der Messergebnisse gezeigt werden, dass die vom Hersteller angegebene Messgenauigkeit erreichbar ist.

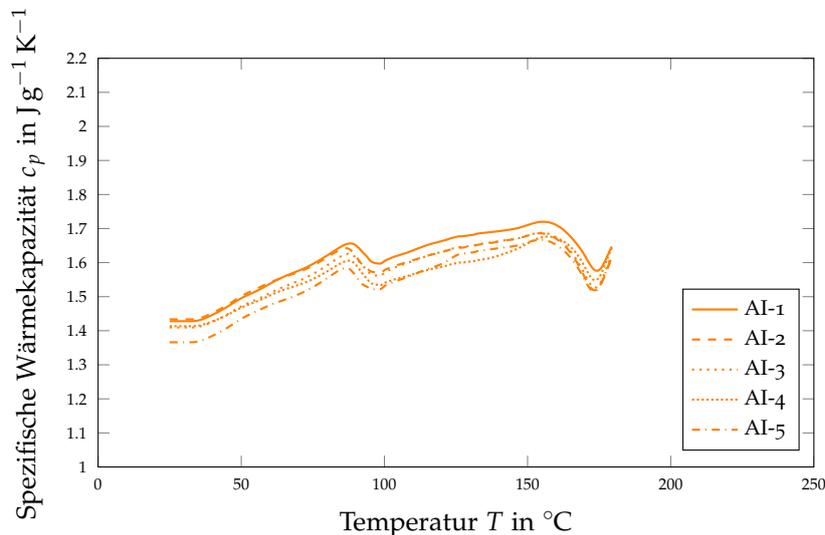


Abbildung 11.29: Optimierte Probenvorbereitung führt zu geringen Streuungen ($\Delta c_p < 0,09 \text{ J g}^{-1} \text{ K}^{-1}$) bei der Charakterisierung der spezifischen Wärmekapazität von Kautschukmischungen (SBR-1) bei einer Heizrate von 10 K min^{-1} . Die Entnahme der planparallelen Proben (1-5) erfolgte aus einer bei Raumtemperatur gepressten Prüfplatte.

11.4 WÄRMELEITFÄHIGKEIT

Die Wärmeleitfähigkeit ist direkt proportional zur Temperaturleitfähigkeit und damit ein weiterer entscheidender Faktor für die akkurate Modellierung der Temperaturentwicklung der Kautschukmischung während des Spritzgießprozesses. Vier verschiedene Prüfmethoden (siehe [Kapitel 10.1.4](#), Seite 133) wurden eingesetzt und deren Eignung zur Charakterisierung der Wärmeleitfähigkeit von gefüllten Kautschukmischungen untersucht. Die nachfolgend diskutierten Ergebnisse sind auszugsweise aus der im Rahmen dieser Arbeit entstandenen Veröffentlichung [70, 109] entnommen.

11.4.1 EPDM

Die Ergebnisse der EPDM-Kautschukmischung sind in [Abbildung 11.30](#) dargestellt, wobei die Fehlerbalken die Standardabweichung der fünf durchgeführten Messungen pro Temperatur repräsentieren.

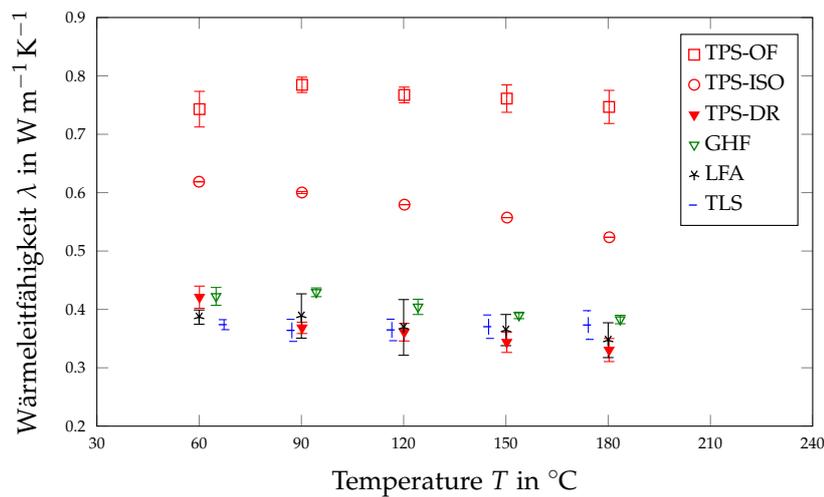


Abbildung 11.30: Wärmeleitfähigkeit der EPDM-Kautschukmischung von 60 °C bis 180 °C. Transient Plane Source (TPS), Oberfläche (OF), Isotrop (ISO), Dickenrichtung (DR), Guarded Heat Flow Meter (GHF), Laser Flash Analyzer (LFA) und Transient Line Source (TLS). In Anlehnung an [109].

Wie erwartet zeigen die mit der GHF-Methode detektierten Wärmeleitfähigkeiten keine Abhängigkeit von der Temperatur im untersuchten Bereich von 60 - 180 °C. Diese beträgt im Mittel $\lambda_{GHF} = 0,405 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1} \pm 5,1 \%$, wobei die Standardabweichung von 5,1 % im Rahmen der Wiederholgenauigkeit der GHF-Methode liegt.

Die isotrope Messung mit der TPS-Methode ergibt eine im Durchschnitt um 45 % höhere Wärmeleitfähigkeit von $\lambda_{TPS-ISO} = 0,576 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1} \pm 6 \%$, wobei eine Temperaturabhängigkeit von 15 %, bezogen auf den bei 60 °C ermittelten Wert, erkennbar ist. Dies steht jedoch im Widerspruch zu dem in der Literatur beobachteten temperaturinvarianten Wärmeleitfähigkeiten für Temperaturen über Raumtemperatur [44]. Gründe für die detektierte Temperaturabhängigkeit könnte eine Anisotropie der geprüften Proben, bedingt durch den hohen Füllstoffgehalt der verwendeten EPDM-Kautschukmischung oder eine durch die Herstellung verursachte Füllstofforientierung, sein. Darüber hinaus kann die Wärmeleitfähigkeit nicht über die gesamte Probendicke mit der isotropen TPS-Methode bestimmt werden, stattdessen wird anhand des komplexen Modells eine fiktive Eindringtiefe berechnet. Demzufolge könnte die Wärmeleitfähigkeit durch an die Oberfläche diffundierende Verarbeitungshilfsmittel eine Temperaturabhängigkeit aufweisen, welche mit steigenden Temperaturen, bedingt durch eine erhöhte Mobilität, ausgeprägter auftritt.

Durch Einsatz der anisotropen TPS-Methode konnte bestätigt werden, dass die EPDM-Kautschukmischung kein isotropes Materialverhalten aufweist. Die mittlere Wärmeleitfähigkeit in Oberflächenrichtung beträgt $\lambda_{TPS-OF} = 0,761 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1} \pm 3,3 \%$, ist unabhängig von der Temperatur, in etwa doppelt so hoch wie λ_{GHF} und um 30 % höher als $\lambda_{TPS-ISO}$. Wie bereits bei der isotropen Messung angenommen, muss die Wärmeleitfähigkeit an der Probenoberfläche deutlich höher sein. In Dickenrichtung der Probe wird eine temperaturinvariante mittlere Wärmeleitfähigkeit von $\lambda_{TPS-DR} = 0,365 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1} \pm 9,6 \%$ gemessen, welche in Relation zu λ_{GHF} ungefähr 10 % niedriger liegt. Im Bezug zur GHF-Methode resultieren die Abweichungen aus (1) der Messmethode inkl. Auswertung durch das komplexe Modell, (2) der Annahme einer konstanten Dichte sowie (3) aus der Messunsicherheit bei der Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität.

Die mittels der TLS-Methode bestimmte mittlere Wärmeleitfähigkeit $\lambda_{TLS} = 0,369 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1} \pm 4,9 \%$ ist ca. 9 % niedriger als λ_{GHF} . Verantwortlich dafür könnte das fehlende Vernetzungssystem sein.

Beim Anwenden der LFA-Methode konnte eine durchschnittliche Wärmeleitfähigkeit von $\lambda_{LFA} = 0,371 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ detektiert werden. Die aus den Messungen berechnete Standardabweichung beträgt $\pm 9,6 \%$ und ist auf die Erfordernis weiterer Materialparameter (ρ , c_p) und die damit einhergehende Fehlerfortpflanzung zurückzuführen. Zusätzlich wurden die farbigen Proben nicht, wie vom Hersteller für transparente oder farbige Proben empfohlen, mit Graphitspray beschichtet. Die Beschichtung wurde nicht angewandt, da diese Schicht manuell aufgetragen werden muss und folgend nicht von einer gleichen Schichtstärke innerhalb der untersuchten

Proben ausgegangen werden konnte. Differierende Schichtstärken und die signifikant höhere Wärmeleitfähigkeit von Graphit könnten demnach die Messergebnisse grundlegend verfälschen. Da kein perfekter schwarzer Körper bzw. eine mit Graphit beschichtete Probe eingesetzt wurde, könnte dies der Grund für die ca. 8 % niedrigere Wärmeleitfähigkeit im Vergleich zu λ_{GHF} sein. Es ist zu beachten, dass die LFA-Methode ein hohes Maß an Erfahrung bei der Auswahl von adäquaten Messparametern wie Pulsintensität, Pulsweite und Messzeit erfordert. Des Weiteren ist anzumerken, dass ein während der Messung auftretendes Streulicht zu grundlegend falschen Messwerten führt. Dies ist bei der präzisen Positionierung der Proben im Probenhalter zu berücksichtigen. In Abhängigkeit der zu untersuchenden Kautschukmischung können bei höheren Prüftemperaturen Probleme durch Gasemissionen von flüchtigen Bestandteilen auftreten. Diese beschlagen das Glasfenster in der Messkammer und führen dadurch zu Messfehlern. Durch eine Reduktion der hintereinander zu untersuchenden Proben auf ein bis zwei anstatt der 16 möglichen können Messeinflüsse signifikant reduziert werden.

Die mit Hilfe von unterschiedlichen Prüfmethoden detektierten mittleren Wärmeleitfähigkeiten inkl. Standardabweichungen sind zur besseren Vergleichbarkeit in [Tabelle 11.6](#) gegenübergestellt. Da in der Kautschukverarbeitung die Wärmeleitfähigkeit durch das zu untersuchende Material von größerer Bedeutung als in oberflächennahen Schichten ist, als Beispiel sei an dieser Stelle die Vulkanisationsreaktion im beheizten Werkzeug erwähnt, sowie keine bei der Messung auftretende Störgrößen beobachtet werden konnten, wurde die GHF-Methode als eine geeignete Prüfmethode für gefüllte Kautschukmischungen ausgewählt (siehe [Kapitel 11.4.3](#), Seite [184](#) bzw. [\[44\]](#)).

Tabelle 11.6: Gegenüberstellung der mittleren Wärmeleitfähigkeiten ($\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$) und Standardabweichungen (%) von EPDM.

Prüfmethode					
GHF	TPS-ISO	TPS-OF	TPS-DR	TLS	LFA
$0,405 \pm 5,1$	$0,576 \pm 6$	$0,761 \pm 3,3$	$0,365 \pm 9,6$	$0,369 \pm 4,9$	$0,371 \pm 9,8$

11.4.2 SBR

Aufbauend auf den Erkenntnissen bei der Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit von EPDM und SBR-1 wurde diese von SBR nur anhand der GHF-Methode bestimmt. Die Messergebnisse der fünf untersuchten Proben je Temperatur sind in [Abbildung 11.31](#), Seite [184](#) ersichtlich. Wie bereits

bei EPDM beschrieben, weist auch λ_{GHF} der untersuchten SBR-Proben eine Temperaturunabhängigkeit im untersuchten Temperaturbereich auf. Die mittlere Wärmeleitfähigkeit beträgt $\lambda_{GHF} = 0,348 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1} \pm 3,2 \%$, wobei die beobachteten Streuungen innerhalb der Wiederholgenauigkeit bei der verwendeten Prüfmethode liegen.

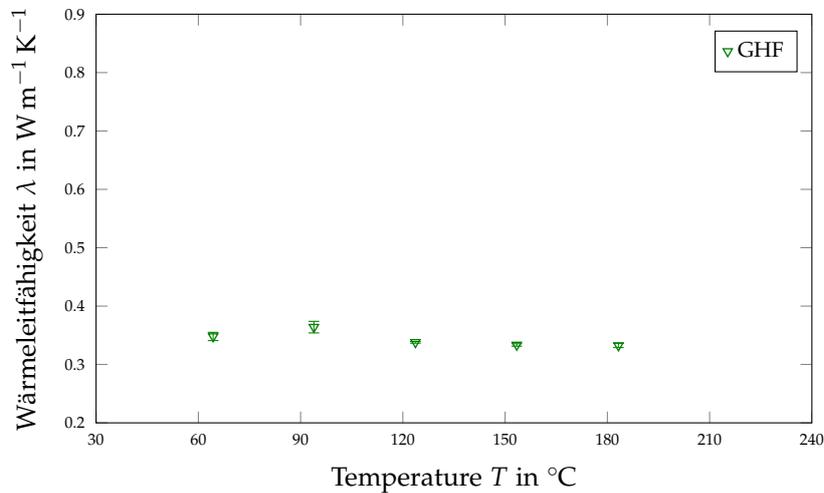


Abbildung 11.31: Mit der stationären Guarded Heat Flow Meter (GHF)-Methode ermittelte Wärmeleitfähigkeiten der SBR-Kautschukmischung in einem Temperaturbereich von 60°C bis 180°C .

11.4.3 SBR-1

Bei der Betrachtung der ermittelten Wärmeleitfähigkeitsdaten von SBR-1 ergeben sich ähnliche Zusammenhänge, wie bereits bei EPDM festgestellt werden konnte. In [Abbildung 11.32](#), Seite 185 sind die Messergebnisse der Wärmeleitfähigkeitsuntersuchungen dargestellt, wobei mit keiner der vier eingesetzten Prüfmethode eine Temperaturabhängigkeit detektierbar war. Die aus den GHF-Messungen berechnete mittlere Wärmeleitfähigkeit beträgt $\lambda_{GHF} = 0,296 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ und weist eine geringe Standardabweichung von $\pm 2,6 \%$ auf.

Im Vergleich zu EPDM sind die gemessenen Wärmeleitfähigkeitswerte bei der isotropen ($\lambda_{TPS-ISO} = 0,431 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1} \pm 1,5 \%$) sowie bei der anisotropen TPS-Methode ($\lambda_{TPS-OF} = 0,598 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1} \pm 6,5 \%$) deutlich höher. Jene Wärmeleitfähigkeiten, welche mit der TLS-Methode ermittelt worden sind, weisen bei einer Prüftemperatur von 90°C tendenziell die geringsten Wärmeleitfähigkeitswerte auf, jedoch sind diese bei allen anderen Prüftemperaturen signifikant höher (bis zu 30 % bei $T = 120^{\circ}\text{C}$). Generell sollte λ_{TLS} etwas niedriger sein als λ_{GHF} , da die eingesetzte TLS-Methode nur anhand von Kautschukmischungen ohne Vernetzungssystem

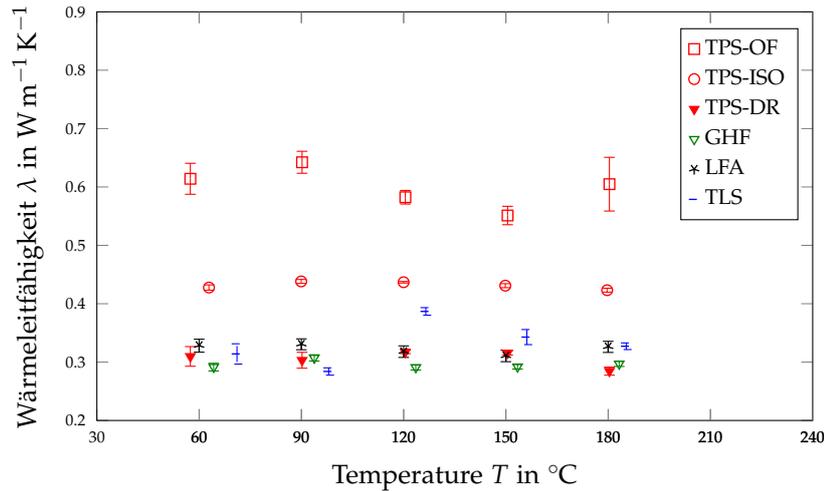


Abbildung 11.32: Wärmeleitfähigkeit der SBR-1 Kautschukmischung von 60 °C bis 180 °C. Transient Plane Source (TPS), Oberfläche (OF), Isotrop (ISO), Dickenrichtung (DR), Guarded Heat Flow Meter (GHF), Laser Flash Analyzer (LFA) und Transient Line Source (TLS). In Anlehnung an [109].

durchführbar ist. Des Weiteren wird ein Anwenderfehler beim Befüllen des Zylinders mit der Kautschukmischung (Luftblasen oder Hohlräume) ausgeschlossen, da alle Untersuchungen mehrfach durchgeführt wurden. Emissionen flüchtiger Bestandteile, wie bereits bei den LFA-Experimenten beobachtet, könnten ein möglicher Grund für die signifikant höheren Wärmeleitfähigkeitswerte ab 120 °C sein. Aufgrund dessen, dass Gase in etwa ein Zehntel der Wärmeleitfähigkeit gegenüber der geprüften Kautschukmischung aufweisen, wird vom Messsensor nach Einbringung des transienten Wärmeflusses ein höherer Temperaturanstieg erfasst. Gasblasen, welche bei erhöhten Temperaturen entstehen, müssten nach [Gleichung 5.23](#) und [Gleichung 5.22](#), Seite 64 zu geringeren Wärmeleitfähigkeitswerten führen, da λ_{GHF} direkt mit dem reziproken Temperaturanstieg korreliert. Stattdessen verlieren die Randbedingungen des physikalischen Modells der TLS-Methode ihre Gültigkeit, da das Vorhandensein von Gasblasen die angenommene radiale und ungestörte Ausbreitung des transienten Wärmeflusses durch das zu prüfende Material deutlich stören.

Bei Verwendung der LFA-Methode liegen die gemessenen Wärmeleitfähigkeiten im Bereich von $\lambda_{LFA} = 0,323 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, wobei die ermittelte Standardabweichung bei SBR-1 ($\pm 3,8\%$) in etwa um den Faktor 2,6 geringer ist als bei EPDM. Grund dafür ist, dass schwarze bzw. sehr dunkle Proben nahezu die Randbedingung eines perfekten schwarzen Körpers erfüllen. Eine im Vergleich zu λ_{GHF} um ca. 9% erhöhte Wärmeleitfähigkeit resultiert aus der ebenso mit der anisotropen TPS-Methode ermittelten höheren

Wärmeleitfähigkeit in den oberflächennahen Schichten des Probekörpers. λ_{TPS-OF} führt dementsprechend zu einer stärkeren Wärmeabstrahlung bei der LFA-Messung und damit einhergehend zu höheren Wärmeleitfähigkeitswerten.

Die anhand von unterschiedlichen Prüfmethoden detektierten mittleren Wärmeleitfähigkeiten inkl. Standardabweichungen sind zur besseren Vergleichbarkeit in [Tabelle 11.7](#) gegenübergestellt.

Tabelle 11.7: Gegenüberstellung der mittleren Wärmeleitfähigkeiten ($\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$) und Standardabweichungen (%) von SBR-1.

Prüfmethode					
GHF	TPS-ISO	TPS-OF	TPS-DR	TLS	LFA
$0,296 \pm 2,6$	$0,431 \pm 1,5$	$0,598 \pm 6,5$	$0,308 \pm 4,7$	$0,325 \pm 10,6$	$0,323 \pm 3,8$

11.5 VERNETZUNGSCHARAKTERISTIK

Der Fortschritt der chemischen Vernetzungsreaktion wurde mit dem Rubber Prozess Analyzer bei mehreren Temperaturen charakterisiert und diente vor allem der Detektion einer geeigneten Vernetzungstemperatur für die Herstellung der spritzgegossenen Formteile.

11.5.1 CSM

Ähnlich wie bei der Ermittlung der komplexen Viskosität der schwarzen, weißen und schwarz-weißen Komponente (siehe [Abbildung 11.2](#), Seite 158) wurde bei der Charakterisierung des Vernetzungsverhaltens vorgegangen. Wie in [Abbildung 11.33](#), Seite 187 gezeigt, ist bei der weißen Komponente bereits ab einer Prüfzeit von $t = 300 \text{ s}$ eine Abweichung von ca. 10 % im Vergleich zur schwarzen bzw. schwarz-weißen Komponente gegeben. Um die Lagerstabilität der CSM-Kautschukmischung bei Raumtemperatur zu überwachen, wurden in einem Abstand von 7 Tagen Vernetzungsisothermen bei einer Temperatur von 150 °C aufgenommen und bewertet. Es konnte gezeigt werden, dass bereits nach 21 Tagen ein Abbau in der Inkubationszeit von ca. 15 % stattgefunden hat. Diese Zeitspanne wird allerdings zwingend für die geplanten DoEs zur Visualisierung des Strömungsverhaltens im Schneckenkanal sowie zur Ermittlung des axialen Masse-temperaturprofils während des Dosiervorgangs benötigt. Aufbauend auf diesen Erkenntnissen wurde eine geeignetere EPDM-Kautschukmischung von Semperit bereitgestellt.

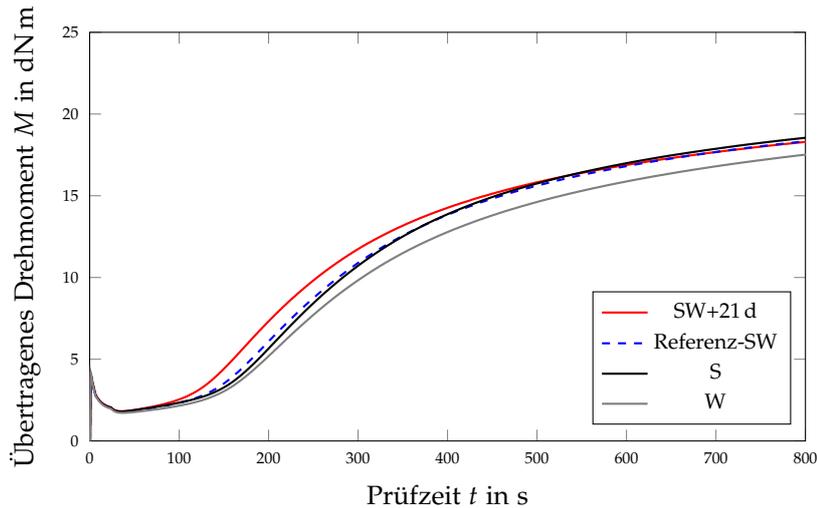


Abbildung 11.33: Einfluss der schwarzen (S), weißen (W) und schwarz-weißen (SW) Komponente sowie einer Lagerungsdauer von 21 Tagen bei Raumtemperatur auf das Vernetzungsverhalten der coextrudierten CSM-Kautschukmischung bei $T_V = 150^\circ\text{C}$. Referenz ist SW.

11.5.2 EPDM

Bei der Charakterisierung des Vernetzungsverhaltens von EPDM wurden signifikante Streuungen und ein der Literatur widersprechender Verlauf der Vernetzungsisothermen detektiert (siehe [Abbildung 11.34](#), Seite 188, Labor I: Polyesterfolie). Eine Kontaktaufnahme mit dem Gerätehersteller ergab, dass Kautschukmischungen, welche zu Wandgleiten neigen, anstatt mit einer Polyesterfolie mit einer hochwertigeren Folie auf Polyamidbasis charakterisiert werden sollen. Wie in [Abbildung 11.34](#) dargestellt, konnte bei Verwendung der Polyamidfolie der erwartete Verlauf ermittelt werden. Um sicherstellen zu können, dass der detektierte Verlauf der Vernetzungsisothermen von Labor I bei 180°C das tatsächlich auftretende Vernetzungsverhalten widerspiegelt, wurde ein Ringversuch mit zwei weiteren Laboren gestartet. Labor II verwendet generell nur auf einer Seite der Prüfkammer eine Polyamidfolie wohingegen Labor III die Charakterisierung generell ohne Folie durchführt. Die Ergebnisse sind [Abbildung 11.34](#) zu entnehmen, wobei für den Vergleich der in [Kapitel 10.1.5](#), Seite 136 beschriebene Vernetzungsgrad ausgewählt wurde. Grund dafür ist, dass, bedingt durch die Gerätekalibrierung, die übertragenen Drehmomente während der Charakterisierung von Gerät zu Gerät differieren und somit ein direkter Vergleich nicht möglich ist.

Mit diesem Ringversuch konnte gezeigt werden, dass der von Labor I detektierte Verlauf der Vernetzungsisothermen mit denen von Labor II und

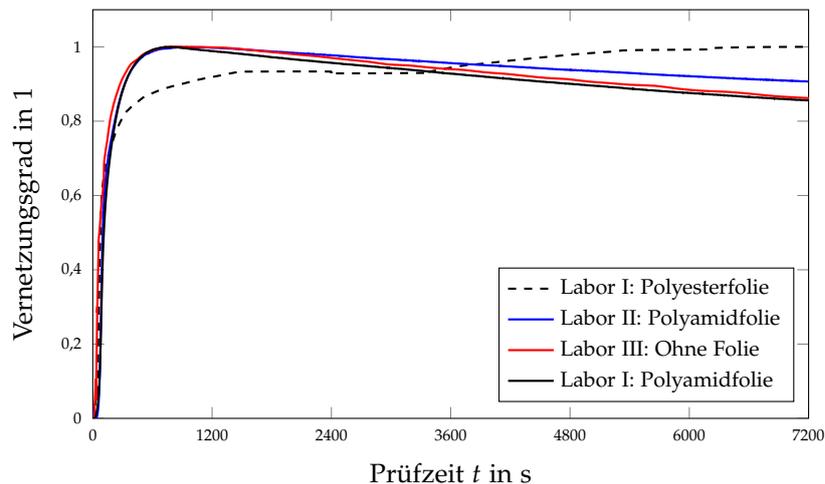


Abbildung 11.34: Ermittlung des Vernetzungsverhalten von EPDM bei 180 °C durch drei Labore. Wandgleiteneffekte während der RPA-Messung bedingt durch unterschiedliche Folienmaterialien.

III übereinstimmt, wenn auftretende Wandgleiteneffekte während der Versuchsdurchführung ausgeschlossen werden können. Die Abweichungen im Vernetzungsverhalten zwischen den drei Laboren (durchgezogene Linien) sind auf die Lagerungsbedingungen zurückzuführen, da die Kautschukmischung während des Versands unterschiedlichen Temperaturbedingungen ausgesetzt waren.

11.5.3 SBR

Die in [Abbildung 11.35](#) dargestellten Vernetzungsisothermen wurden herangezogen, um eine geeignete Vulkanisationstemperatur für die Produktion von spritzgegossenen SBR-Formteilen auszuwählen. Basierend auf vorangegangenen Arbeiten mit unterschiedlichen Kautschukmischungen und demselben Versuchswerkzeug zur Herstellung von spritzgegossenen Formteilen [18, 23, 48, 143] konnte die erforderliche Heizzeit auf ca. 250-300 s eingegrenzt werden. Eine zu diesem Heizzeitbereich korrelierende Vulkanisationstemperatur ist 160 °C, da einerseits durch einen Vernetzungsgrad von ca. 90 % die spritzgegossenen Formteile formstabil entformt werden können und andererseits bei Interpretation der Vernetzungsisothermen bei 150 °C bzw. 140 °C von einem relativ niedrigen Vernetzungsgrad in der Mitte der dickwandigen Formteile (15 mm) auszugehen ist. Demzufolge können Einflüsse wie (1) eine Variation in der Heizzeit sowie (2) unterschiedliche axiale Massetemperaturprofile auf die Formteileigenschaften in der Mitte des Formteils beurteilt werden.

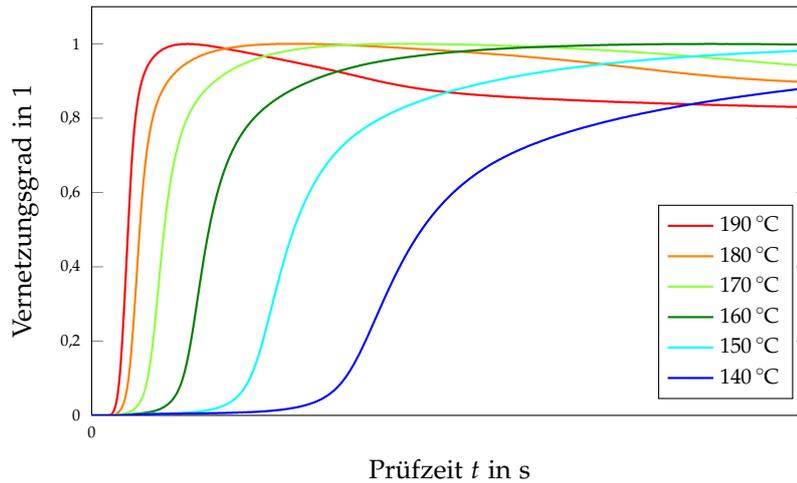


Abbildung 11.35: Zeitlicher Verlauf des SBR-Vernetzungsgrades bei mehreren Temperaturen.

11.5.4 SBR-1

Eine Reproduzierbarkeitsanalyse der Vernetzungsisothermen ist [Abbildung 11.36](#) zu entnehmen, wobei je Prüftemperatur fünf Proben untersucht wurden. Die größte absolute Streuung trat bei einer Prüftemperatur von 150 °C auf und beträgt ca. 0,05. Den Messergebnissen zufolge wurden die Vulkametrieuntersuchungen von SBR-1 als reproduzierbar eingestuft.

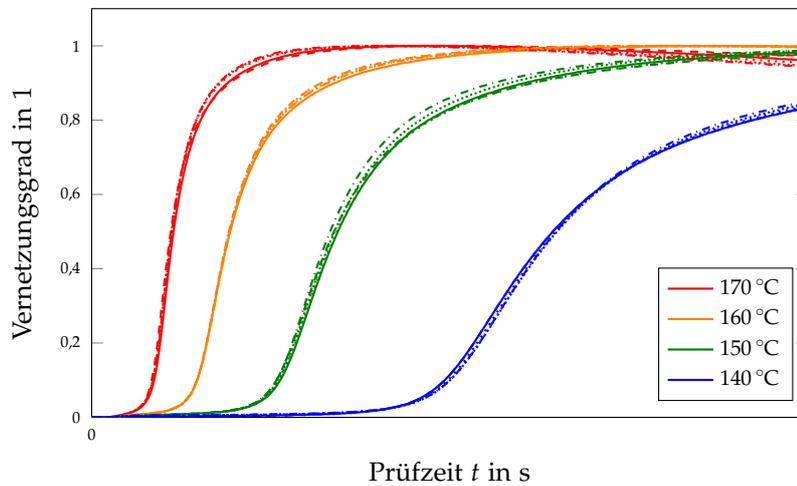


Abbildung 11.36: Zeitlicher Verlauf des Vernetzungsgrades von SBR-1 bei mehreren Temperaturen und je fünf Messungen an jeweils neuen Proben.

AXIALE MASSETEMPERATUR IN DER EINSPRITZKAMMER EINER MAPLAN FIFO-SPRITZGIESSMASCHINE

Mit der in [Kapitel 10.2](#), Seite 137 erläuterten Vorgehensweise wurde das axiale Massetemperaturprofil in der Einspritzkammer nach dem Dosieren von 750 cm^3 einer SBR-Kautschukmischung ohne Vernetzungssystem mit der für diesen Zweck entwickelten Thermolanze (siehe [Abbildung 9.1](#), Seite 112) untersucht. In [Abbildung 12.1](#) sind die in der Einspritzkammer gemessenen (Symbole) sowie mittels Regressionsmodell berechneten (Linien) axialen Massetemperaturen gegenübergestellt. Nachfolgend wird anhand des Zentralpunktes (grüne Symbole) der ermittelte Massetemperaturverlauf näher beschrieben.

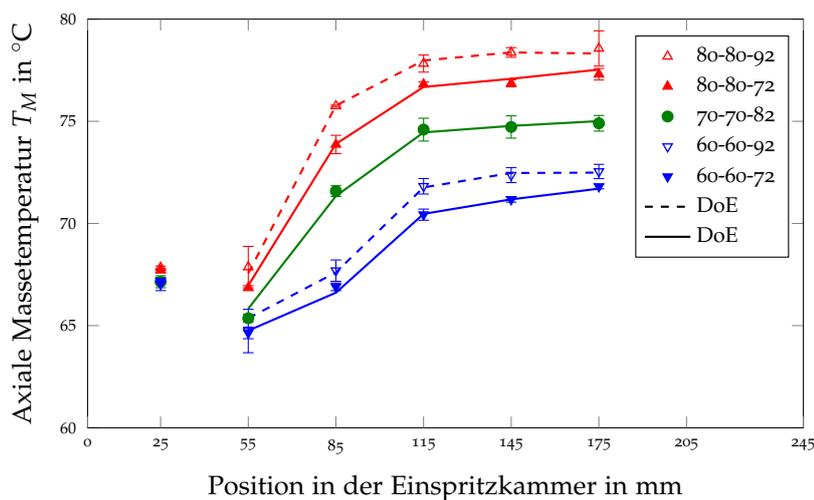


Abbildung 12.1: Axiales Massetemperaturprofil in der Einspritzkammer nach dem Dosieren von 750 cm^3 einer nicht vernetzenden SBR-Kautschukmischung. 80-80-92 steht für T_E - T_P - n , mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_P und der Schneckendrehzahl n . Messdaten (Symbole), Regressionsmodell (DoE).

Die eingestellte Temperatur von der Düse der Einspritzkammer lag bei $T_{EK} = 80\text{ °C}$, wohingegen in einem Abstand von 25 mm alle untersuchten Einstellungen in etwa dieselbe Temperatur von 67 °C ergaben. Beim Auspritzen von 750 cm^3 resultierte durch eine Querschnittsreduktion von $\varnothing 75\text{ mm}$ auf $\varnothing 14\text{ mm}$ eine signifikante Dissipationswärme, welche vom

Temperaturfühler detektiert wurde und infolge dessen eine intensive Kühlung der Einspritzkammer initiiert wurde. Des Weiteren ist es aus maschinenbaulichen Gründen nicht möglich, die Einspritzkammer vollständig zu entleeren. Bedingt dadurch wurde das zu messende Material intensiv gekühlt und weist zusätzlich noch eine sehr lange Verweilzeit auf, da dieses seit dem vorletzten Dosiervorgang in der Einspritzkammer verweilt. Die soeben beschriebenen Einflüsse bewirken, dass die gemessenen Massetemperaturen bei Messpunkt 1 (25 mm) ungefähr 13 K unterhalb der eingestellten Temperatur der Einspritzkammer liegen.

An Messpunkt 2 (55 mm) wurde die niedrigste Massetemperatur detektiert. Einerseits befand sich dieser Messpunkt noch im Bereich der intensiven Düsenkühlung und andererseits hatte das erste dosierte Volumenelement annähernd die Temperatur des Plastifizierzylinders ($T_P = 70\text{ °C}$, siehe [Abbildung 2.2b](#), Seite 11). Die eingebrachte Dissipationswärme war aufgrund von unterschiedlich langen Partikelwegen im Schneckenkanal differierend, wodurch die Massetemperatur nach Messpunkt 2 signifikant anstieg. Ein Plateau wurde ausgebildet, weil während des Dosiervorganges frisch eingezogenes Material den gesamten Schneckenkanal durchlaufen hat.

Obwohl die Versuchszeit zur Ermittlung der axialen Massetemperatur ungefähr 10 min in Anspruch nahm und infolge dessen von einem Wärmeaustausch zwischen Kautschukmischung und temperierter Einspritzkammer auszugehen war, wurden in Abhängigkeit der untersuchten Einstellungen dennoch Temperaturdifferenzen zwischen Messpunkt 2-6 von $\Delta T = 7 - 11\text{ K}$ ermittelt.

Zur Beurteilung der Einflüsse von Prozessparametern wie T_E , T_P und n auf die gemessenen Massetemperaturen wurde ein Regressionsmodell anhand von [Gleichung 6.2](#), Seite 70 unter Verwendung von Minitab 16 erstellt. Die berechneten Modellkoeffizienten sowie die Fehlerterme (ausgedrückt durch das Bestimmtheitsmaß R^2) sind [Tabelle 12.1](#), Seite 193 zu entnehmen. Die Vorgehensweise zur Erstellung des Regressionsmodells ist exemplarisch für die Position $z = 85\text{ mm}$ durch [Gleichung 12.1](#) gegeben.

$$T_M(z = 85) = 71,341 + 1,241 T_E + 2,620 T_P + 0,718 n - \dots \\ \dots - 0,372 T_E T_P + 0,222 T_P n \quad (12.1)$$

Obwohl die gemessenen Massetemperaturen mit dem Regressionsmodell beschrieben werden konnten (siehe [Abbildung 12.1](#), Seite 191), ergab sich für Messpunkt 2 nur ein R^2 -Wert von 79 %. Bedingt ist dieser geringe Wert dadurch, weil (1) Messpunkt 2 einer intensiven Kühlung ausgesetzt war und (2) diese nicht mit dem Regressionsmodell abgebildet werden kann. Alle anderen Messpunkte konnten ausgezeichnet beschrieben werden ($R^2 > 96\%$).

Mit Hilfe des statistischen Modells konnte nachgewiesen werden, dass (1) die Temperatur des Plastifizierzylinders den signifikantesten Einfluss auf die axiale Massetemperatur in der Einspritzkammer hat, (2) eine Erhöhung der Drehzahl n ca. $1/3$ des Einflusses von T_P besitzt und (3) es zu Wechselwirkungen während des Dosiervorganges kommt, welche die Massetemperatur sogar verringern.

Die soeben beschriebene Messmethode ermöglichte es, ein axiales Massetemperaturprofil in der Einspritzkammer erfolgreich nachzuweisen. Darauf aufbauend wurden weitere Untersuchungen zur Ermittlung des axialen Massetemperaturprofils unter prozessnahen Bedingungen mit dem praxisnahen Prüfstand durchgeführt.

Tabelle 12.1: Modellkoeffizienten des Regressionsmodells zur Berechnung der axialen Massetemperatur in der Einspritzkammer.

Modell- koeffizienten	Position in der Einspritzkammer in mm				
	55	85	115	145	175
C_0	65,830	71,341	74,457	74,775	75,010
T_E	0,296	1,241	1,163	1,091	1,036
T_P	0,808	2,620	1,943	1,859	1,878
n	0,302	0,718	0,648	0,645	0,394
$T_E \cdot T_P$	0,330	-0,372	-0,234	-	-
$T_P \cdot n$	-	0,222	-	-	-
R^2 (%)	79	99	97	97	96

ERFORDERLICHE ZYKLUSZEIT ZUR HERSTELLUNG VON OPTISCH EINWANDFREIEN FORMTEILEN

Mit der in [Kapitel 10.3](#), Seite 138 vorgestellten Vorgehensweise wurde die erforderliche Zyklus- bzw. Heizzeit zur Herstellung von optisch einwandfreien SBR-Formteilen experimentell ermittelt.

Nach Erreichen von stationären Bedingungen an der Kautschukspritzgießmaschine wurden als Erstes die noch unbekanntenen Prozesszeiten, wie (1) Werkzeug öffnen und schließen, (2) die erforderliche Einspritzzeit sowie (3) jene Zeit, die zum Entformen benötigt wurde, anhand von zahlreichen Produktionszyklen festgelegt ([Tabelle 13.1](#)). Diese wurden für alle untersuchten Heizzeiten verwendet, wobei die Entnahmezeit des Formteiles relativ lange war, da eine während der Vulkanisationsreaktion auftretende Expansion die Formteilentnahme erheblich erschwerte.

Tabelle 13.1: Prozesszeiten zur Herstellung von spritzgegossenen SBR-Formteilen.

Prozesszeiten in s	
Werkzeug schließen	12
Einspritzen	8
Entnahme	20
Werkzeug öffnen	12

In [Abbildung 13.1](#), Seite 196 sind Schnittbilder von Formteilen der durchgeführten Heizzeitreihe abgebildet, wobei zur Auswertung jeweils das fünfte Formteil herangezogen wurde. Erst ab Heizzeiten von 270 s sind keine Blasen in Folge eines zu geringen Vernetzungsgrades im Inneren des Formteiles erkennbar. Allerdings ist noch von keiner Formstabilität auszugehen, da eine Verwölbung im Bereich des Anspritzpunktes ersichtlich ist. Formstabilität ist ab einer Heizzeit von 300 s gegeben, wobei noch vereinzelt Fehlstellen an der Formteiloberfläche detektiert werden konnten.

Daraus folgend wurde die erforderliche Heizzeit zur Produktion von optisch einwandfreien Formteilen mit 310 s definiert, wobei es in der Industrie üblich ist, zu dieser Zeit einen Sicherheitswert von 10 % zu addieren. Daraus ergibt sich eine Heizzeit von 340 s, welche für die Untersuchungen des axialen Massetemperaturprofils mit dem Prüfstand nach-

gestellt wurden. Die Auswirkung des Zuschlages von 10% zur minimal benötigten Heizzeit wird bei der Qualitätsüberprüfung beschrieben (siehe [Kapitel 16](#), Seite 213).

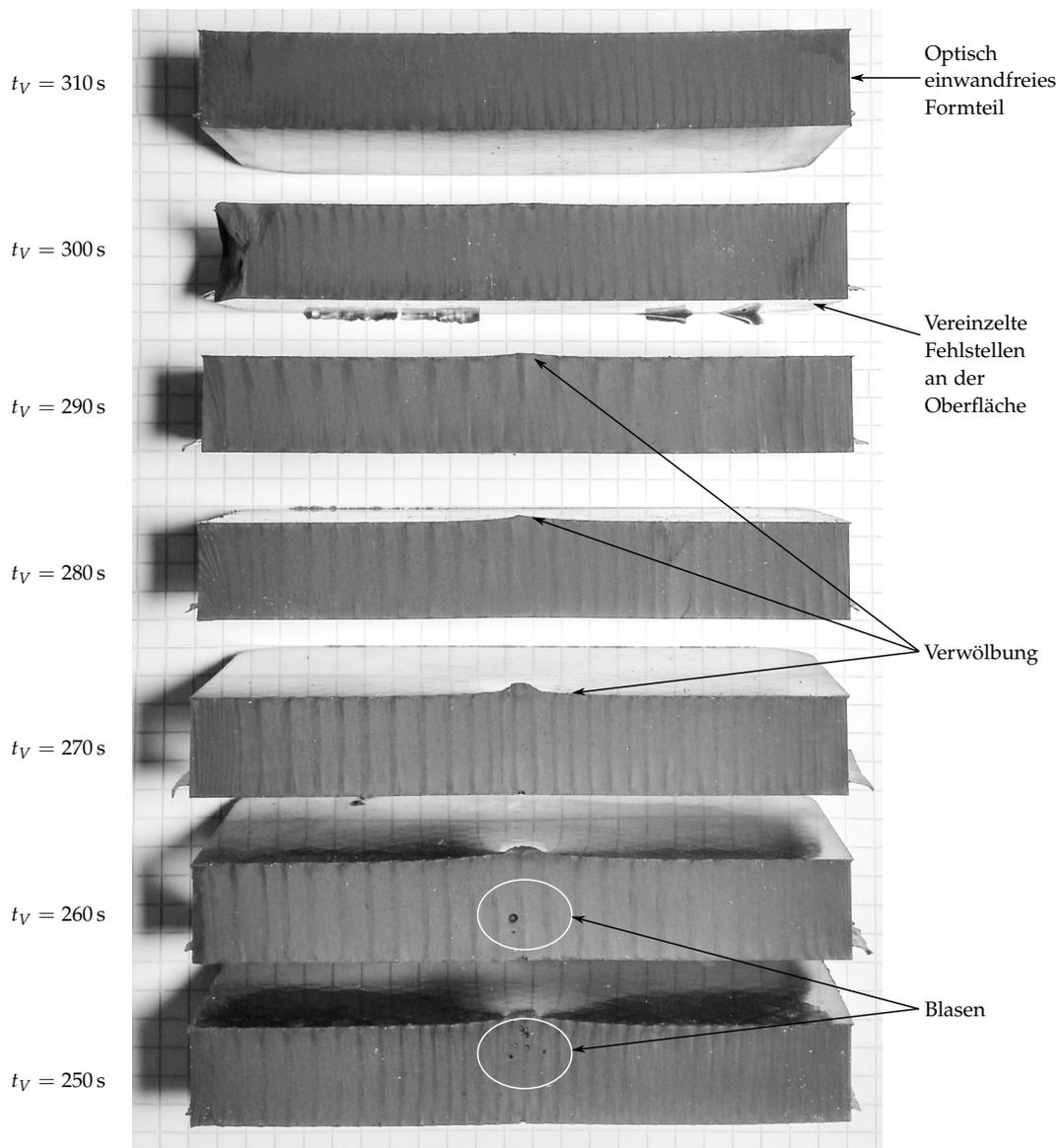


Abbildung 13.1: Schnittbilder der durchgeführten Heizzeitreihe zur Ermittlung der erforderlichen Vulkanisationszeit bei gegebenen Prozessparametern.

Der praxisnahe Prüfstand bietet die Möglichkeit, die Vorgänge während des Dosierens zu untersuchen und die daraus generierten Ergebnisse direkt beim Spritzgießprozess anzuwenden. Ausgewählte Einstellungen werden erläutert, wobei das Hauptaugenmerk (1) bei der Ermittlung des axialen Massetemperaturprofils sowie (2) bei der Bereitstellung der für das Prozessmodell relevanten Daten lag. Die experimentellen Ergebnisse des eingeführten Dosierparameters werden anhand von SBR-1 beschrieben. [Kapitel 10.4](#), Seite 139 ist die generelle Vorgehensweise zur Versuchsdurchführung sowie die eingesetzten Einstellungen zu entnehmen.

14.1 AXIALE MASSETEMPERATUR WÄHREND DES DOSIERVORGANGS

Bereits eine geringe Temperaturerhöhung von 10 K kann bei chemisch aktiven Kautschukmischungen zu einer Halbierung der Inkubationszeit führen (siehe [Punkt 2](#), Seite 48). Infolge dessen wurden vier industriell hergestellte Kautschukmischungen eingesetzt und in Hinblick auf die axiale Massetemperatur während des Dosiervorgangs untersucht. Die dabei verwendeten Versuchseinstellungen decken einen in der Industrie üblichen Bereich im Spritzgießprozess ab.

14.1.1 CSM

Vorversuche mit der CSM-Kautschukmischung ergaben die in [Abbildung 14.1](#), Seite 198 dargestellten Massetemperaturen als Funktion der Dosierzeit. Ausgehend von einer Plastifizierzylindertemperatur von 80 °C steigt diese monoton an und erreicht nach dem Dosieren von 150 cm³ eine um ca. 20 % höhere Endtemperatur. Eine Anhebung der Schneckendrehzahl von 70 min⁻¹ (Einstellung 1, blaue Linie) auf 90 min⁻¹ (Einstellung 2, rote Linie) bewirkt allerdings nur eine geringe Temperaturerhöhung. Durch die hohe Viskosität der Kautschukmischung bei 80 °C und einem gleichzeitigen Anstieg der Schneckendrehzahl wird zu Beginn des Dosiervorgangs signifikant mehr Dissipationswärme verglichen zu Einstellung 1 generiert. Eine höhere Temperatur der Kautschukmischung ist die Folge. Diese bewirkt eine Reduktion der Viskosität sowie der im weiteren Dosiervorgang eingebrachten Dissipationswärme. Demzufolge

konnte nur eine Temperaturdifferenz von ungefähr 2,5 K ermittelt werden. Jedoch wurde beobachtet, dass eine Erhöhung der Schneckendrehzahl mit einer Reduktion der Dosierzeit ($\Delta t_D = 4$ s) einhergeht. Beim Kautschukspritzgießprozess ist es üblich, das erforderliche Einspritzvolumen für den nächsten Zyklus bereits während der Vulkanisationszeit bereitzustellen, wodurch die Dosierzeit bzw. eine Reduktion der selben für die Praxis nicht von Relevanz ist.

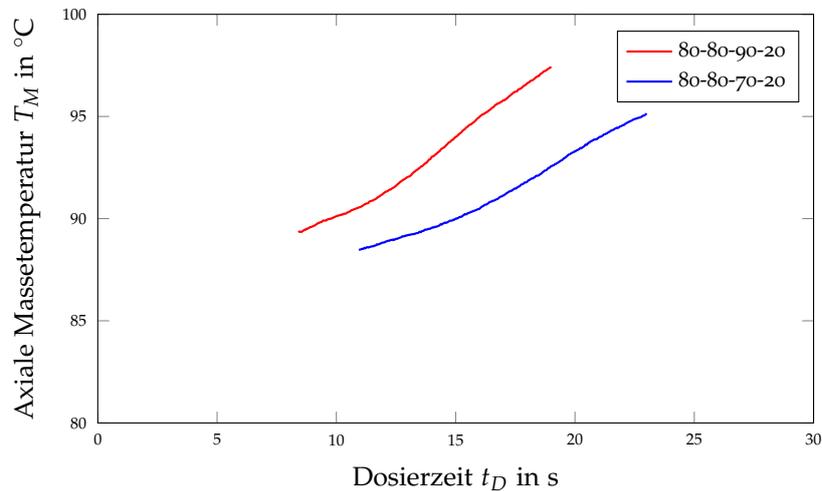


Abbildung 14.1: Einfluss der Schneckendrehzahl auf die axiale Massetemperatur von CSM. 80-80-70-20 entspricht T_E - T_P - n - p_{ST} , mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_P , der Schneckendrehzahl n und dem Staudruck p_{ST} .

14.1.2 EPDM

Die vollständigen Ergebnisse der Charakterisierung sowie die durchgeführte Regressionsanalyse zur mathematischen Beschreibung des axialen Massetemperaturverlaufs während des Dosiervorgangs sind der Masterarbeit von Graninger [67] zu entnehmen. Wesentliche Ergebnisse aus [67] bzw. aus den Veröffentlichungen [107, 108] werden in weiterer Folge vorgestellt.

Abbildung 14.2, Seite 199 stellt axiale Massetemperaturen der EPDM-Kautschukmischung für ausgewählte Einstellungen des durchgeführten DoEs gegenüber, mit dem Ziel, die Einflüsse der Faktoren T_E , T_P , n und p_{ST} aufzuzeigen. Bei einer Plastifizierzylindertemperatur T_P von 60 °C bzw. 80 °C und niedrigen Stufen von Schneckendrehzahl n und Staudruck p_{ST} (rote und blaue Linie) konnte ein Temperaturanstieg während des Dosiervorgangs von ungefähr 12 K (in Relation zu T_P) detektiert werden. Die Zentralpunkteinstellung (grüne Linie) weist nahezu denselben Verlauf

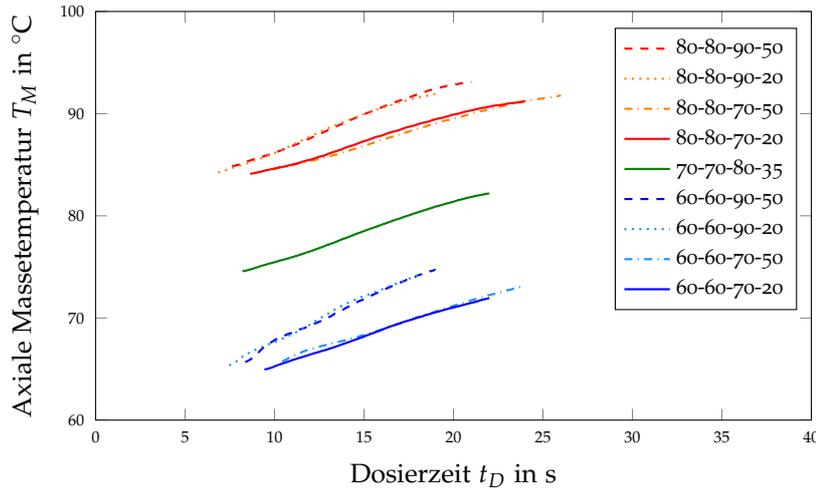


Abbildung 14.2: Einfluss von Prozessparametern auf die axiale Massetemperatur von EPDM. 60-60-70-20 entspricht T_E - T_P - n - p_{ST} , mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_P , der Schneckendrehzahl n und dem Staudruck p_{ST} . In Anlehnung an [67, 108].

sowie eine vergleichbare Temperaturdifferenz auf, obwohl n und p_{ST} erhöht wurden. Eine Anhebung der Schneckendrehzahl bewirkt (1) einen steileren Anstieg der Massetemperatur, (2) eine kürzere Dosierzeit sowie (2) eine um ca. 2,5 K höhere Massetemperatur am Ende des Dosiervorgangs. Im Gegensatz dazu führt ein angehobenes Staudruckniveau zu längeren Dosierzeiten und in etwa den selben Temperaturdifferenzen wie bei steigender Schneckendrehzahl zu beobachten war. Den Ergebnissen ist zu entnehmen, (1) dass die Temperatur des Plastifizierzylinders den signifikantesten Einfluss auf das Niveau der axialen Massetemperatur hat und (2) dass Schneckendrehzahl und Staudruck einen relativ geringen Einfluss auf die Massetemperatur nach dem Dosieren von 150 cm^3 aufweisen.

Basierend auf den Untersuchungen von Graninger [67] wurde in der vorliegenden Arbeit ein Regressionsmodell zur mathematischen Beschreibung der Massetemperatur am Ende des Dosiervorgangs erstellt, um die Interpretation der Temperaturverläufe mit Zahlen belegen zu können. In Gleichung 14.1 sind die Haupteinflussfaktoren sowie die auftretenden Wechselwirkungen ersichtlich. Durch einen R^2 -Wert von 98 % beträgt die Abweichung zwischen gemessenen und berechneten maximalen Massetemperaturen weniger als 1 K.

$$T_M = 83,281 + 1,037 T_E + 8,224 T_P + 0,650 n + \dots \\ \dots + 0,453 p_{ST} - 0,562 T_E T_P - 0,416 T_P n \quad (14.1)$$

Die Einflüsse von T_P , n und p_{ST} wurden bereits diskutiert und konnten auch anhand des Regressionsmodells ermittelt werden. Ferner ist ein Einfluss von T_E sowie eine negative Wechselwirkung von $T_E \cdot T_P$ auf die maximale Massetemperatur gegeben. Bei gleichzeitiger Erhöhung von T_E und T_P ist die Temperatur der Kautschukmischung bei Dosierbeginn höher und infolge dessen die Viskosität niedriger, wodurch während des Dosiervorgangs weniger Scherdissipation entsteht, woraus tendenziell eine geringere Massetemperatur resultiert. Ähnliche Effekte treten bei der negativen Wechselwirkung von $T_P \cdot n$ auf. Anhand des Regressionsmodells konnten die am Prüfstand gemessenen Massetemperaturen als Funktion der Dosierzeit adäquat abgebildet werden.

Ein Vergleich der Massetemperaturen von CSM und EPDM (Abbildung 14.3) zeigt jedoch, dass neben den untersuchten Faktoren das Viskositätsniveau der Kautschukmischung nicht nur dessen Anstieg, sondern vor allem die Temperatur am Ende des Dosiervorgangs signifikant beeinflussen. Eine praxisnahe Berechnung der Massetemperatur während des Dosiervorgangs ist demnach mit einem Regressionsmodell nur bedingt möglich, da für jede zu untersuchende Kautschukmischung dieses neu zu erstellen wäre. Eine Lösung dieser Herausforderung stellt das in dieser Arbeit erstellte Prozessmodell dar.

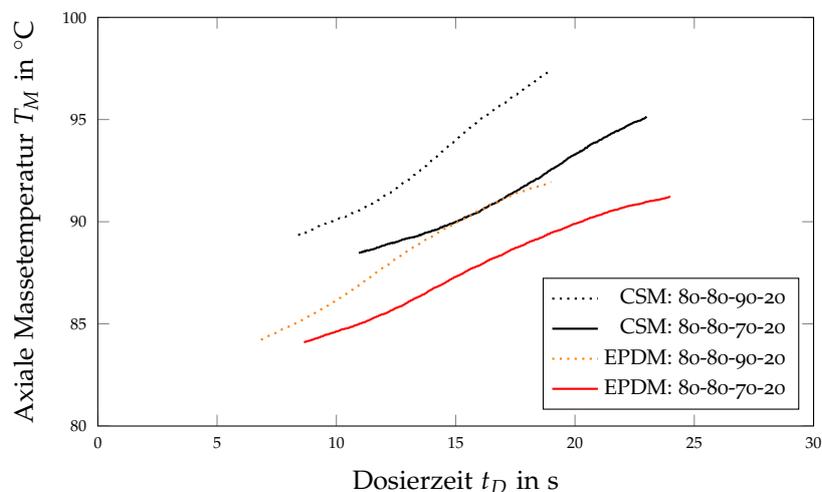


Abbildung 14.3: Vergleich der Massetemperaturverläufe von CSM und EPDM. 80-80-70-20 entspricht T_E - T_P - n - p_{ST} , mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_P , der Schneckendrehzahl n und dem Staudruck p_{ST} . In Anlehnung an [107].

14.1.3 SBR

Mit zwei Massetemperaturprofilen mit signifikant unterschiedlicher Endtemperatur wurden in weiterer Folge Formteile hergestellt und einer Qualitätsprüfung unterzogen. Dies soll Auskünfte über den Einfluss der Massetemperatur auf die Formteilqualität geben.

Diesbezüglich wurden unter Variation der Schneckendrehzahl bei sonst konstanten Faktoren (T_E , T_P und p_{ST}) die während des Dosiervorgangs auftretenden Massetemperaturen ermittelt und in [Abbildung 14.4](#) gegenübergestellt.

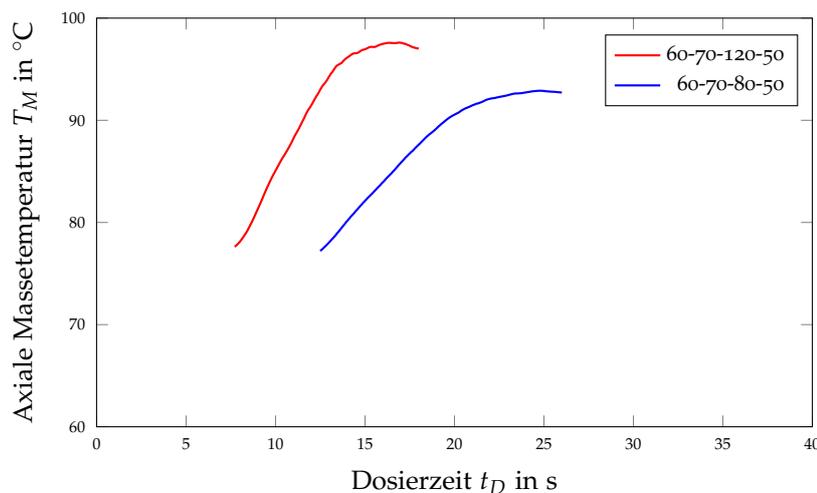


Abbildung 14.4: Einfluss der Schneckendrehzahl auf das axiale Massetemperaturprofil von SBR. 60-70-80-50 entspricht T_E - T_P - n - p_{ST} , mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_P , der Schneckendrehzahl n und dem Staudruck p_{ST} .

Eine Steigerung der Schneckendrehzahl von 80 min^{-1} auf 120 min^{-1} reduziert die Dosierzeit und endet in einer Zunahme der maximal auftretenden Massetemperatur (im Bezug auf 60-70-80-50) von $\Delta T = 5 \text{ K}$. Bei FIFO-Spritzgießmaschinen wird das zuletzt dosierte Material auch zuletzt eingespritzt. Damit einhergehend sollte die detektierte Temperaturdifferenz ausreichen, um einen Unterschied in der Formteilqualität (angussnah entnommene DVR-Prüfkörper) detektieren zu können.

14.1.4 SBR-1

Die in [Abbildung 14.5](#), Seite 202 dargestellten Massetemperaturprofile wurden unter Variation der Schneckendrehzahl n sowie des Staudrucks p_{ST} aufgezeichnet und für Vergleiche mit dem Dosierparameter (siehe [Kapitel 14.3](#), Seite 206) herangezogen. Ausgehend von der eingestellten

Plastifizierzylindertemperatur ($T_P = 70\text{ °C}$) steigt die Massetemperatur der dosierten Kautschukmischung bei niedriger Stufe der Schneckendrehzahl und des Staudrucks (blaue Linie) während des Dosiervorgangs um 22 K an. Hohe Stufen von n und p_{ST} (orange strichpunktierte Linie) resultieren zu einer weiteren Massetemperaturerhöhung von 6 K am Ende des Dosiervorgangs. Diese Temperaturdifferenz ist zu gering, um eine mathematische Beschreibung mit Hilfe eines Regressionsmodells (DoE) durchzuführen.

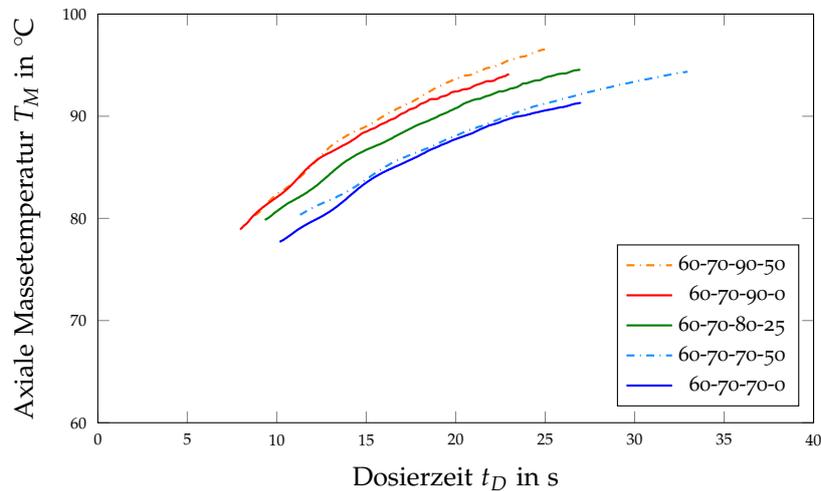


Abbildung 14.5: Einfluss von Prozessparametern auf die axiale Massetemperatur von SBR-1. 60-70-70-0 entspricht T_E - T_P - n - p_{ST} , mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_P , der Schneckendrehzahl n und dem Staudruck p_{ST} .

14.2 UMLAUFSTRÖMUNG IM SCHNECKENKANAL

Umlaufströmungen sind in der Extrusion aufgrund der kontinuierlichen Betriebsweise vorhanden und durch zahlreiche Versuche nachgewiesen worden (siehe [Kapitel 2.1.2](#), Seite 12). Wie aus den Experimenten zur Charakterisierung der Massetemperatur ersichtlich ist (siehe [Kapitel 14.1](#), Seite 197), beträgt die erforderliche Dosierzeit, um ein Volumen von 150 cm^3 bereitzustellen, weniger als 35 s. Ob diese kurze Dosierzeit ausreichend ist, um ein Auftreten von Umlaufströmungen zu ermöglichen, wird anhand nachfolgender Ergebnisse erläutert. Die experimentelle Vorgehensweise sowie die Auswertung zur Ermittlung der Breite der Umlaufströmung ist [Kapitel 10.4.1.3](#), Seite 143 sowie [67, 106, 108] zu entnehmen.

14.2.1 CSM

Die Existenz der Umlaufströmung im Schneckenkanal konnte für den transienten Dosiervorgang anhand von Visualisierungsexperimenten erfolgreich nachgewiesen werden. Dieser wird anhand der normierten Breite der Umlaufströmung als Funktion der Länge des abgewickelten Schneckenkanals in Vielfachen von D vorgestellt (Abbildung 14.6). Bedingt durch die hohe Viskosität der Kautschukmischung beim Einziehen in den Plastifizierzylinder ist bis zu einer abgewickelten Länge des Schneckenkanals von $8 D$ von einer nahezu idealen "Blockströmung" auszugehen. Danach bildet sich an der aktiven Flanke der Förderschnecke die Umlaufströmung aus und nimmt pulsierend zu, bis diese bei den gegebenen Prozessparametern im Bereich der Schneckenspitze ($35 D$) den gesamten Querschnitt des Schneckenkanals ausfüllt (siehe Abbildung 14.7, Seite 204). Der Einfluss der Schneckendrehzahl ist bis ca. $23 D$ vernachlässigbar, danach überwiegt die Förderleistung bei höheren Schneckendrehzahlen (rote Symbole) und die Ausbildung der Umlaufströmung ist im Vergleich zu Einstellung 1 (blaue Symbole) geringer. Jedoch ist ein stärkeres Pulsieren der Umlaufströmung bei höheren Schneckendrehzahlen zu beobachten (siehe Abbildung 14.7, Seite 204, Positionen 23-31 D). Bei ca. $33 D$ erreichen beide Einstellungen eine vollständig ausgebildete Umlaufströmung.

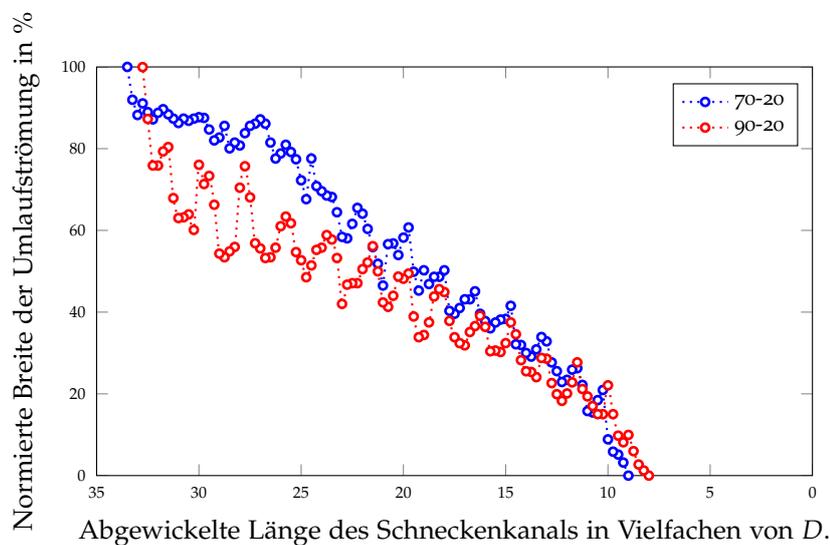


Abbildung 14.6: Einfluss der Schneckendrehzahl n auf die Umlaufströmung im Schneckenkanal. Die Mitte des Materialeinzuges befindet sich bei $0 D$, mit dem Schneckendurchmesser D . $T_E = 80^\circ\text{C}$, $T_P = 80^\circ\text{C}$ und 70-20 entspricht $n-p_{ST}$, mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_P und dem Staudruck p_{ST} . In Anlehnung an [106].

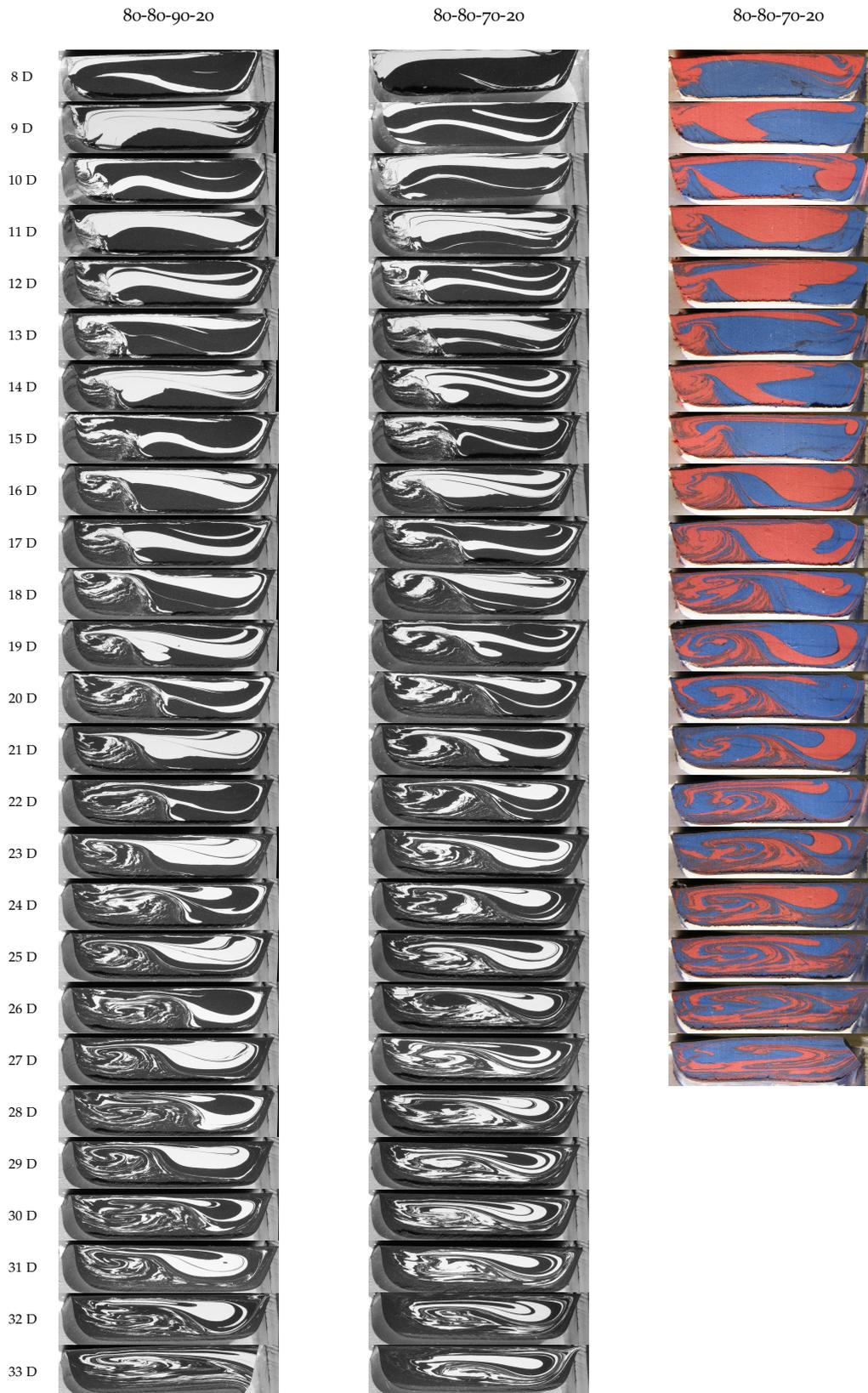


Abbildung 14.7: Visualisierung der Umlaufströmung im Schneckenkanal. Die Angabe der Position (z. B. 8 D) entspricht der Länge des abgewickelten Schneckenkanals in Vielfachen vom Schnecken-durchmesser D . (links) CSM, (Mitte) CSM, (rechts) EPDM. 80-80-90-20 entspricht $T_E-T_P-n-p_{ST}$, mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_P , der Schneckendrehzahl n und dem Staudruck p_{ST} . [67, 106, 108].

Kautschukmischungen sind wegen der vorangegangenen Mischstufen (Innenmischer, Walzwerk) bereits homogen durchmischt. Die Experimente zur Visualisierung sollen demnach nicht falsch interpretiert werden, um Mischwirkungen der reinen Förderschnecke im Spritzgießbereich zu diskutieren. Werden jedoch Teilbereiche des Querschnittes durch die Umlaufströmung vermehrt einer Scherung unterzogen, ist in diesen von einem Temperaturanstieg auszugehen. Dieser könnte in der Extrusion zu Herausforderungen führen, da das Extrudat nicht mehr "gerade" aus der Extruderdüse austritt, sondern gekrümmt. Infolge dessen ist es in der Profilextrusion erforderlich, dass die Umlaufströmung im Bereich der Schneckenspitze vollständig ausgebildet ist.

14.2.2 EPDM

Graninger [67] führte zahlreiche Untersuchungen zur Visualisierung der Umlaufströmung im Schneckenkanal mit einer EPDM-Kautschukmischung durch und schlussfolgerte, dass (1) die Entstehungsposition der Umlaufströmung signifikant von den untersuchten Prozessparametern beeinflusst wird, (2) ein höherer Staudruck eine ausgeprägtere Umlaufströmung bewirkt sowie (3) dass Wechselwirkungen zwischen Schneckendrehzahl und Staudruck existieren.

Eine Gegenüberstellung der Umlaufströmung im Schneckenkanal von EPDM und CSM bei gleichen Prozessparametern ist in [Abbildung 14.8](#), Seite 206 dargestellt. Bedingt durch eine geringere Viskosität von EPDM ist eine bessere Fließfähigkeit gegeben, wodurch ein früheres Auftreten der Umlaufströmung beobachtet werden konnte. Im Vergleich dazu tritt diese bei CSM erst an der Position 9 D auf. Zwischen 13 D und 17 D ist die Ausprägung der Umlaufströmung nahezu ident (siehe [Abbildung 14.7](#), Seite 204). Danach ist bei EPDM eine progressive und bei CSM eine degressive Ausbildung der Umlaufströmung ersichtlich. Grund hierfür sind Unterschiede in der Viskosität.

Im Allgemeinen konnten bei der Visualisierung der Umlaufströmung im Plastifizierzylinder einer Kautschukspritzgießmaschine Ähnlichkeiten zu den Strömungen in einem Kautschukextruder erkannt werden (siehe [Abbildung 2.5](#), Seite 13). Allerdings handelt es sich bei der Umlaufströmung im Plastifizierzylinder nur um eine Momentaufnahme, da Zyklus für Zyklus der Dosiervorgang wieder neu gestartet wird. Ein sowohl bei CSM als auch bei EPDM beobachtetes Pulsieren der Umlaufströmung kann darauf zurückgeführt werden, während in der Extrusion aufgrund der kontinuierlichen Produktion die Umlaufströmung streng monoton zunimmt (siehe [Abbildung 2.5](#), Seite 13).

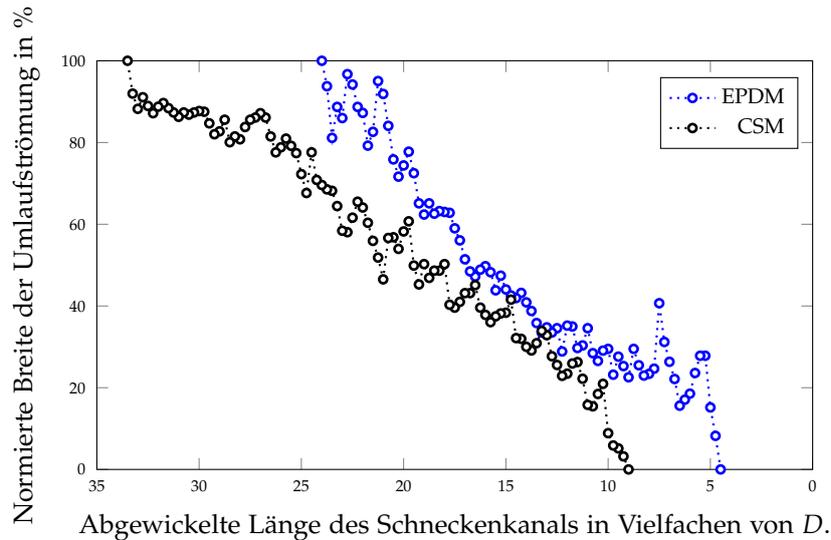


Abbildung 14.8: Gegenüberstellung der Umlaufströmungen im Schneckenkanal von EPDM [67] und CSM [106] bei gleichen Prozessparametern. Die Mitte des Materialeinzuges befindet sich bei 0 D, mit dem Schneckendurchmesser D . $T_E = 80^\circ\text{C}$, $T_P = 80^\circ\text{C}$ und 70-20 entspricht n - p_{ST} , mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_P , der Schneckendrehzahl n und dem Staudruck p_{ST} .

14.3 DOSIERPARAMETER

In Analogie zur Einspritzarbeit wurde in dieser Arbeit der sogenannte Dosierparameter (siehe [Punkt 5](#), Seite 123) vorgestellt. Dieser ermöglicht dem Bedienpersonal der Kautschukspritzgießmaschine zu überprüfen, ob es während des Dosierens zu Störungen (z. B. Strangabriss oder chargenbedingte Viskositätsschwankung) gekommen ist.

Der Dosierparameter wurde mit [Gleichung 9.5](#), Seite 124 berechnet, wobei die dazu erforderlichen Druckdifferenzen während der Charakterisierung der axialen Massetemperatur von SBR-1 aufgezeichnet wurden. Diese sind in [Abbildung 14.9](#), Seite 207 dargestellt, wobei eine Streuung von weniger als 1 % zu beobachten war. Eine Anhebung des Staudruckniveaus resultiert sowohl bei geringen als auch bei hohen Schneckendrehzahlen in einem Anstieg des Dosierparameters (30 % bzw. 10 %). Durch einen höheren Staudruck wird die Förderleistung in Schneckenkanalrichtung verringert, da dadurch eine ausgeprägtere Umlaufströmung entsteht sowie die Verweilzeit zunimmt. Längere Dosierzeiten, welche bei der Charakterisierung der axialen Massetemperatur beobachtet wurden (siehe [Abbildung 14.5](#), Seite 202), sind die Folge. Die Zentralpunkteinstellung (grüne Symbole) wurde untersucht, um ein Regressionsmodell erstellen

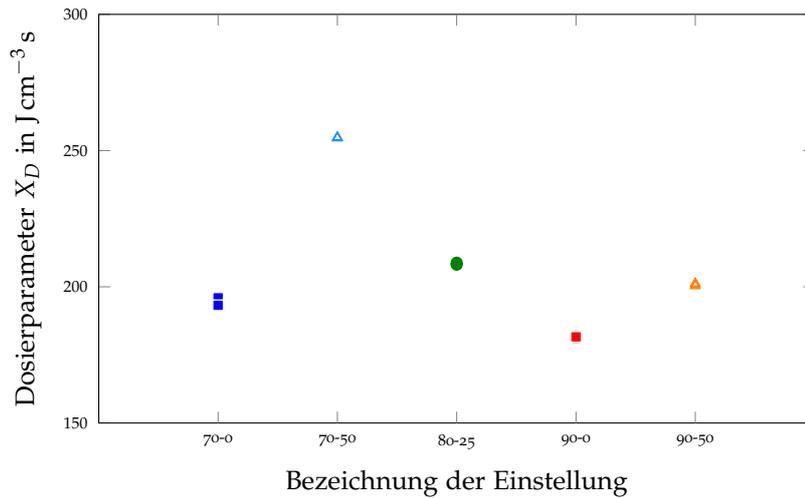


Abbildung 14.9: Berechnete Dosierparameter während des Dosiervorgangs von SBR-1. $T_E = 60\ ^\circ C$, $T_P = 70\ ^\circ C$ und 70-0 entspricht $n \cdot p_{ST}$, mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_P , der Schneckendrehzahl n und dem Staudruck p_{ST} .

zu können (Gleichung 14.2) und anhand der in Tabelle 14.1 gezeigten Modellkoeffizienten die Interpretation von X_D zu erleichtern. Wie bereits beschrieben beeinflusst der Staudruck am stärksten den Dosierparameter X_D . Eine Erhöhung der Schneckendrehzahl weist einen reziproken Einfluss im Vergleich zum Staudruck auf. Zunehmende Schneckendrehzahlen steigern die Förderleistung und verkürzen dadurch die Dosierzeit, wodurch ein niedriger Dosierparameter die Folge ist.

$$X_D = 208,10 - 16,91 n + 19,75 p_{ST} - 10,05 n p_{ST} \tag{14.2}$$

Tabelle 14.1: Modellkoeffizienten des Regressionsmodells zur mathematischen Beschreibung des Dosierparameters. $R^2 = 0,99$.

C_0	n	p_{ST}	$n \cdot p_{ST}$
208,10	-16,91	19,75	-10,05

Bedingt durch die negative Wechselwirkung zwischen Schneckendrehzahl und Staudruck ist der Dosierparameter für die Einstellung mit $n = 90\ min^{-1}$ und $p_{ST} = 50\ bar$ im Vergleich zur Einstellung mit allen Faktoren auf niedriger Stufe (70-0) ungefähr 3% höher. Ein Vorteil des Dosierparameters besteht darin, dass geringe Änderungen der Masstemperatur (siehe Abbildung 14.5, Seite 202) detektierbar sind und diese zu signifikanten Unterschieden des Dosierparameters führen, wodurch

eine erleichterte Interpretation aufgrund der Einpunktwerte ermöglicht wird.

In weiterer Folge wurden mit der Zentralpunkteinstellung 20 Zyklen durchgeführt, wobei bei Zyklus 8 ein Strangabriss nachgestellt wurde (siehe [Abbildung 10.8](#), Seite 148). Wie in [Abbildung 14.10](#), Seite 208 dargestellt, wurde der Strangabriss anhand eines signifikanten Abfalls des Dosierparameters von ca. 6 % sofort erkannt. Diese Untersuchungen konnten somit das Potential des Dosierparameters aufzeigen.

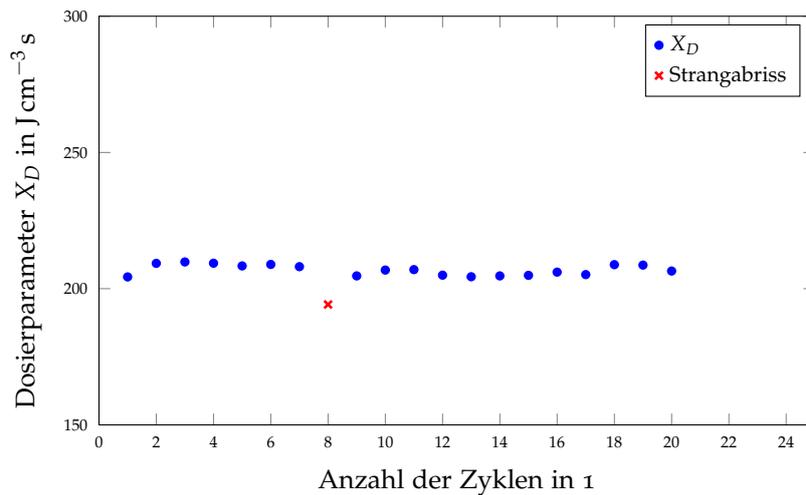


Abbildung 14.10: Detektion eines Strangabrisses mit dem Dosierparameter bei der Zentralpunkteinstellung (SBR-1).

EVALUIERUNG AUSGEWÄHLTER ANALYSEMETHODEN ANHAND VON UNTER IDEALEN BEDINGUNGEN GEPRESSTEN PRÜFPLATTEN

Mit der in [Kapitel 10.5](#), Seite 148 beschriebenen Vorgehensweise wurden mit einer fabrikneuen und 125 Tage bei Raumtemperatur gelagerten SBR-Kautschukmischung unter idealen Bedingungen gepresste Prüfplatten hergestellt. Diese wurden mit dem Ziel, das Auflösungsvermögen der untersuchten Prüfmethoden aufzuzeigen einer (1) dynamisch-mechanischen Analyse mit dem Prüfgerät JIDOKA S101II, (2) Shore A-Härteprüfung und (3) Bestimmung der bleibenden Verformung (DVR) unterzogen. Die vorgestellten Untersuchungsergebnisse sind dem Konferenzbeitrag [104] entnommen.

Zur Beurteilung des Auflösungsvermögens der statischen und dynamischen Federkonstanten C_S und C_D sowie des Verlustwinkels δ wurden mit dem Prüfgerät JIDOKA S101II vor der Charakterisierung der SBR-Prüfplatten Reproduzierbarkeitsmessungen mit einer Kalibrierfeder aus Stahl durchgeführt. Die mit Hilfe von 30 Messungen berechneten maximalen Abweichungen vom Mittelwert sind [Tabelle 15.1](#) zu entnehmen und werden für die anschließende Beurteilung bei der Charakterisierung der SBR-Prüfplatten verwendet.

Tabelle 15.1: Mit Hilfe einer Kalibrierfeder aus Stahl ermittelte Reproduzierbarkeit der statischen (C_S) und dynamischen (C_D) Federkonstanten sowie des Verlustwinkels δ . Maximale Abweichung des Mittelwerts von 30 durchgeführten Messungen [104].

Bezeichnung	Reproduzierbarkeit
Statische Federkonstante C_S	$562 \pm 0,9 \text{ N mm}^{-1}$
Dynamische Federkonstante C_D	$537 \pm 3,8 \text{ N mm}^{-1}$
Verlustwinkel δ	$0,08 \pm 0,08^\circ$

Die statischen und dynamischen Kennwerte als Funktion der Heizzeit der gepressten SBR-Prüfplatten sind in [Abbildung 15.1](#), Seite 210 dargestellt. Nachfolgend werden die aus der fabrikneuen Kautschukmischung hergestellten Prüfplatten als fabrikneue Prüfplatten und die aus der gelagerten Kautschukmischung hergestellten Prüfplatten als gelagerte Prüfplatten bezeichnet. Generell zeigen die Kennwerte C_S , C_D und δ sowohl

für die fabrikneuen Prüfplatten (durchgezogene Linien) als auch für die gelagerten Prüfplatten (strichlierte Linien) den selben Verlauf an. Die durch die Lagerung der SBR-Kautschukmischung bedingte Abnahme der Inkubationszeit konnte detektiert werden und ist durch eine horizontale Verschiebung der Kennwerte zu geringeren Heizzeiten erkennbar. Ab einer Heizzeit von 250 s ist mit der statischen Federkonstanten kein signifikanter Unterschied zwischen fabrikneuen und gelagerten Prüfplatten ermittelbar. Darüber hinaus zeigt die dynamische Messung mit JIDOKA S101II, dass das dynamische Verhalten (Federkonstante, Verlustwinkel) der fabrikneuen Prüfplatten mit den gelagerten Prüfplatten nicht erreicht werden konnte (Vertikalverschiebung).

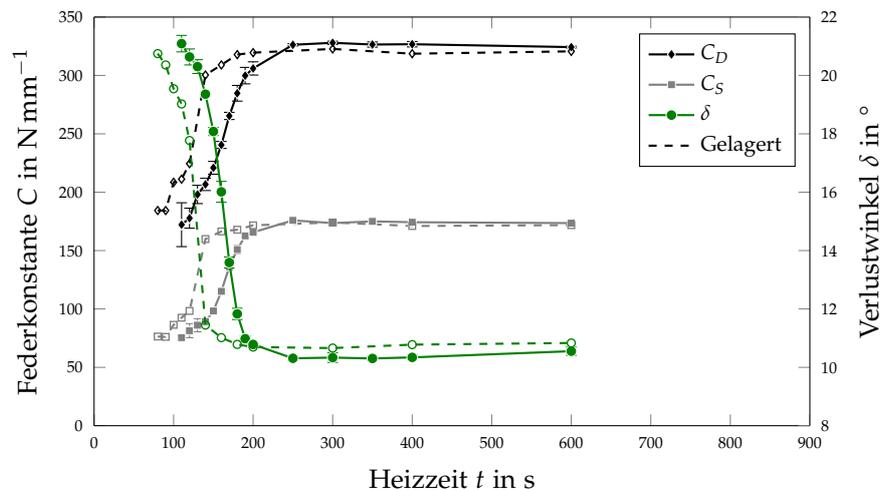


Abbildung 15.1: Statische und dynamische Kennwerte von gepressten Prüfplatten aus einer fabrikneuen und einer für 125 Tage bei Raumtemperatur gelagerten SBR-Kautschukmischung in Abhängigkeit der Heizzeit. Statische (C_S) und dynamische (C_D) Federkonstante sowie Verlustwinkel δ [104].

Ein Anstieg des Verlustwinkels ab einer Heizzeit von 250 s von $0,25^\circ$ kann auf Umlagerungsreaktionen der Schwefelnetzstellen zurückgeführt werden (siehe [Abbildung 4.12](#), Seite 42). Die polysulfidischen Netzstellen zwischen den Makromolekülen werden mit fortschreitender Vernetzungsreaktion bzw. bei einer auftretenden Reversion zu mono- oder disulfidischen Netzstellen umgelagert, wodurch mehrere Netzstellen zwischen den Makromolekülen entstehen. Diese Vorgänge führen zu einer Abnahme des elastischen Anteils des Elastomers (Speichermodul G') und wie durch [Gleichung 5.4](#), Seite 53 gegeben, zu einem Anstieg des Verlustwinkels. Bedingt durch die relativ kurzen Heizzeiten waren in den ersten fünf produzierten Prüfplatten noch Fehlstellen in Form von Luftblasen vorhanden. Diese konnten mit dem Prüfgerät JIDOKA S101II jedoch nicht eindeutig

nachgewiesen werden, da kein atypischer Verlauf in den Kennwerten erkennbar war (siehe [Abbildung 7.4](#), Seite 77).

Nach den dynamischen Untersuchungen wurden von den fabrikneuen Prüfplatten die Shore A-Härtewerte ermittelt (siehe [Abbildung 15.2](#)). Ab einer Heizzeit von 170 s, die jener Zeit entspricht, mit der optisch einwandfreie gepresste Prüfplatten hergestellt werden konnten, sind in den Shore A-Härtewerten $(69^{+0,9}_{-2,5})$ keine signifikanten Abhängigkeiten von der Heizzeit mehr gegeben. Demzufolge liefert die Härte nach Shore A ein zu geringes Auflösungsvermögen, um Unterschiede in der Formteilqualität in Abhängigkeit der Heizzeit aufzuzeigen. Grund dafür ist, dass die Härte nach Shore A nur lokale Eigenschaften an der Oberfläche liefert. Fehlstellen durch Blasen sowie eine Untervulkanisation in der Mitte der Prüfplatte sind mit dieser Methode nicht darstellbar.

Die DVR-Ergebnisse der fabrikneuen und gelagerten Prüfplatten sind in [Abbildung 15.2](#) dargestellt, wobei Ähnlichkeiten zur statischen Federkonstanten bestehen. Mit beiden Prüfmethoden konnte eine Abnahme der Inkubationszeit detektiert werden. Jedoch ist kein signifikanter Unterschied ab einer Heizzeit von 250 s zwischen den fabrikneuen und den gelagerten Prüfplatten erkennbar. Im Gegensatz zu den statischen und dynamischen Federkonstanten ist mit dem DVR-Wert ab 250 s noch eine tendenzielle Abhängigkeit von der Heizzeit gegeben. Diese beträgt 13 % und konnte bei den Untersuchungen an den unter idealen Bedingungen hergestellten Prüfplatten als signifikant eingestuft werden.

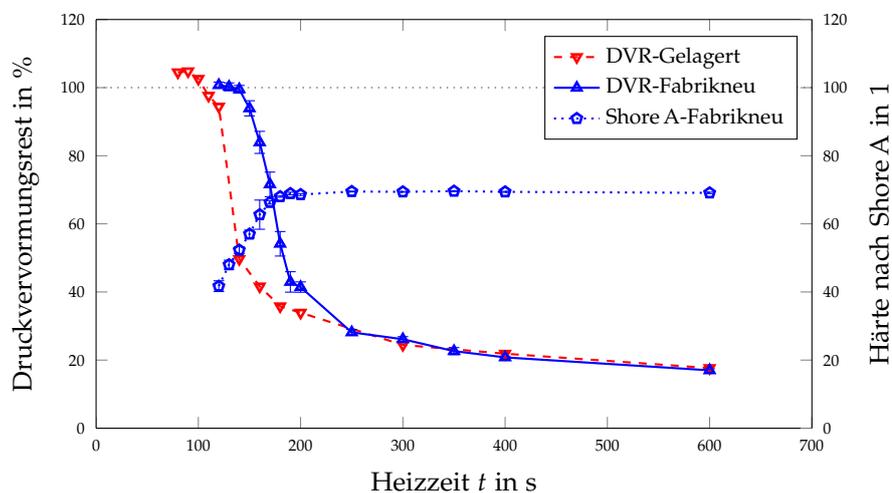


Abbildung 15.2: Druckverformungsrest (DVR) von gepressten Prüfplatten aus einer fabrikneuen und einer für 125 Tage bei Raumtemperatur gelagerten sowie Härte nach Shore A von gepressten Prüfplatten aus einer fabrikneuen SBR-Kautschukmischung in Abhängigkeit der Heizzeit [104].

DVR-Werte größer 100% entsprechen eindeutig Fehlstellen im untersuchten Prüfkörper, da es aufgrund von [Gleichung 7.1](#), Seite 75 nicht möglich ist, dass die bleibende Verformung ($h_0 - h_E$) größer ist als die ursprünglich aufgebrauchte Verformung ($h_0 - h_K$).

Das Auflösungsvermögen von statischen (C_S) sowie quasi-statischen Prüfmethoden (DVR) ist begrenzt. Eine Abnahme der Inkubationszeit konnte eindeutig identifiziert werden, jedoch ist ab einer Heizzeit von 250 s kein Unterschied in der Formteilqualität zu erkennen. Dies ist jedoch mit der dynamischen Federkonstanten sowie mittels des Verlustwinkels möglich. Mit der Shore A-Härteprüfung konnte keine Abhängigkeit von der Heizzeit beobachtet werden, sobald optisch einwandfreie Prüfplatten hergestellt werden konnten. Aufbauend auf diesen Erkenntnissen werden die beschriebenen Analysemethoden bei der Qualitätsprüfung von spritzgegossenen Kautschukformteilen angewandt und diskutiert.

AUSWIRKUNGEN VON PROZESSPARAMETERN WÄHREND DES DOSIERVORGANGS AUF DIE FORMTEILQUALITÄT

Mit den in [Tabelle 10.11](#), Seite 146 beschriebenen Versuchsparametern wurde der Einfluss der Schneckendrehzahl auf die Massetemperatur während des Dosierens einer SBR-Kautschukmischung am Prüfstand untersucht und die Ergebnisse in [Kapitel 14.1.3](#), Seite 201 vorgestellt. Eine Erhöhung der Schneckendrehzahl von 80 min^{-1} (Einstellung E1) auf 120 min^{-1} (Einstellung E2) bewirkte eine Zunahme der maximal auftretenden Massetemperatur während des Dosiervorgangs (im Bezug auf E1) von 5 K. Mit diesen Erkenntnissen wurden an der Kautschukspritzgießmaschine und dem Versuchswerkzeug Formteile unter Variation der Heizzeit hergestellt (siehe [Kapitel 10.6](#), Seite 149) und einer Qualitätsprüfung unterzogen (siehe [Kapitel 10.8](#), Seite 151), um den Einfluss der Massetemperaturdifferenz auf die Formteilqualität aufzuzeigen. Nachfolgend werden die Ergebnisse (1) der Shore A-Härteprüfung, (2) des Druckverformungsrestes und (3) der DMA mittels JIDOKA S101II beschrieben.

In Analogie zu den Ergebnissen der Shore A-Härteprüfung an den gepressten Prüfplatten (siehe [Kapitel 15](#), Seite 209), konnte kein Einfluss der Heizzeit auf die Härte nach Shore A detektiert werden. Der Median der fünf Messpunkte an den Oberflächen der spritzgegossenen Formteile (düsenseitig, für alle untersuchten Heizzeiten) beträgt $69,8^{+0,6}_{-1,3}$. Demzufolge ist die Härte nach Shore A als "Konstante" anzusehen, wenn optisch einwandfreie Formteile hergestellt werden können bzw. ist von keiner signifikanten Änderung im Vernetzungsgrad auszugehen (siehe [Abbildung 7.1](#), Seite 73).

Die DVR-Ergebnisse von Einstellung E1 (niedrigere Massetemperatur) sind [Abbildung 16.1](#), Seite 214 zu entnehmen. Eine längere Heizzeit führt zu einer Abnahme der bleibenden Verformung (DVR), da der Vernetzungsgrad zunimmt. Allerdings sind signifikante Unterschiede zwischen den drei Schichten (düsenseitig, Mitte und schließseitig) zu beobachten. Für alle untersuchten Heizzeiten ergibt sich ein signifikant höherer DVR (niedrigerer Vernetzungsgrad) für die schließseitige Schicht als im Vergleich zur düsenseitigen Schicht. Ursache hierfür sind Unterschiede in den Werkzeugoberflächentemperaturen (siehe [Abbildung 17.3](#), Seite 222). Bis zu einer Heizzeit von 415 s ergeben sich innerhalb des Streubereichs

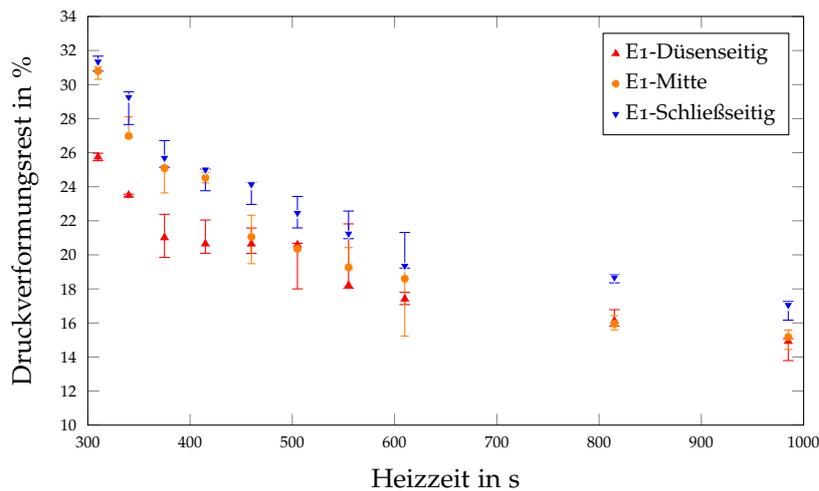


Abbildung 16.1: Lokaler Druckverformungsrest als Funktion der Heizzeit (Einstellung E1).

dieselben DVR-Werte für die schließseitige sowie für die mittlere Schicht. Ab 460 s wurde genug Energie in Form von Wärmeleitung in die Mitte der Formteile transportiert, dass der DVR der mittleren Schicht dieselben Ergebnisse wie für die düsenseitige Schicht aufweist. Die ab einer Heizzeit von 310 s bestehende Differenz zwischen dem schließseitigen und düsenseitigen DVR-Wert wird mit fortschreitender Heizzeit zwar reduziert, jedoch kann diese Differenz auch durch lange Heizzeiten (985 s) nicht mehr vollständig ausgeglichen werden. Dementsprechend bleiben lokale Unterschiede im DVR bei einer ungeeigneten Prozessführung bzw. einer differierenden Temperatur der Werkzeugoberflächen bestehen. Eine "homogene" Werkzeugoberflächentemperatur sollte bei der Auslegung eines Kautschukspritzgießwerkzeuges oberste Priorität haben, um lokale Unterschiede in der Formteilqualität zu minimieren.

Der Einfluss einer unterschiedlichen Massetemperatur am Ende des Dosiervorgangs auf die Formteilqualität wurde anhand des DVRs untersucht (siehe [Abbildung 16.2](#), Seite 215). Analog zu Einstellung E1 sind bei Einstellung E2 signifikante Unterschiede durch eine differierende Werkzeugoberflächentemperatur zwischen der schließseitigen und düsenseitigen Schicht erkennbar. Jedoch konnte mittels DVR-Prüfung kein eindeutiger Einfluss einer höheren Massetemperatur durch Einstellung E2 detektiert werden. Der DVR-Wert in der Mitte der Formteile ist für Einstellung E2 bei einer Heizzeit von 310 s im Vergleich zu E1 tendenziell niedriger. Es wird angenommen, dass die Kautschukmischung (Massetemperaturdifferenz zwischen E1 und E2 am Ende des Dosiervorgangs von 5 K) während des Einspritzvorganges einerseits einer unterschiedlichen Dissipation (niedrigere Viskosität durch höhere Temperatur) ausgesetzt

war und andererseits eine Durchmischung von "kälterem" und "heißerem" Material während des Durchströmens der Angussdüse stattgefunden hat. Überlagert werden diese Effekte, im Vergleich zu einer Einspritzzeit von 8 s, von einer "langen" Heizzeit bei Temperaturen um die 160 °C, wodurch ein Einfluss der Massetemperaturdifferenz von $\Delta T = 5 \text{ K}$ am Ende des Dosierens mit Hilfe des DVR-Wertes nicht mehr aufgelöst werden kann.

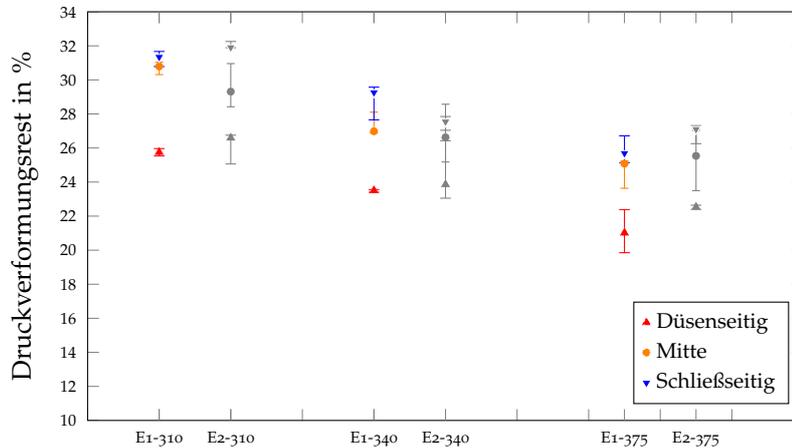


Abbildung 16.2: Einfluss unterschiedlicher Massetemperaturen am Ende des Dosiervorgangs auf den lokalen Druckverformungsrest als Funktion der Heizzeit. Einstellung E1 ($n = 80 \text{ min}^{-1}$, geringere Massetemperatur am Ende des Dosiervorgangs) und Einstellung E2 ($n = 120 \text{ min}^{-1}$, höhere Massetemperatur am Ende des Dosiervorgangs), mit der Schneckendrehzahl n .

Bei der Charakterisierung der spritzgegossenen Formteile (Einstellung E1) mittels JIDOKA S101II konnten weder mit der statischen noch mit der dynamischen Federkonstanten eine Abhängigkeit von der Heizzeit festgestellt werden. Die Änderungen von C_S und C_D bewegen sich in der Wiederholgenauigkeit des Prüfgeräts (siehe [Tabelle 15.1](#), Seite 209) und betragen für $C_S = 59,26 \pm 0,35 \text{ N mm}^{-1}$ und für $C_D = 136,07 \pm 1,75 \text{ N mm}^{-1}$.

In [Abbildung 16.3](#), Seite 216 sind die DVR-Ergebnisse und der Verlustwinkel in Abhängigkeit der Heizzeit gegenübergestellt. Um den Vergleich zu ermöglichen, wurden die DVR-Werte der drei untersuchten Schichten je Heizzeit gemittelt und die Maximal- sowie Minimalwerte als Fehlerbalken herangezogen. Dies ist erforderlich, da bei der DMA die Formteileigenschaften nur über die gesamte Dicke untersucht wurden. Analog zu den Ergebnissen der gepressten Prüfplatten (siehe [Kapitel 15](#), Seite 209) wurde ein Anstieg des Verlustwinkels mit fortschreitender Heizzeit detektiert. Mit beiden Prüfmethoden konnten demnach dieselben Abhängigkeiten der Formteileigenschaften bei gegebener Heizzeit detektiert werden. Vorteilhaft bei der DMA mittels JIDOKA S101II ist, dass die Bestimmung

des Verlustwinkels nur ca. 3,5 min in Anspruch genommen hat und die Formteile nach der Charakterisierung weiterverwendet werden können. Im Vergleich dazu standen die DVR-Ergebnisse erst nach frühestens 25 Stunden zur Verfügung, wobei die Entnahme der DVR-Prüfkörper, vor allem bei komplexen Formteilgeometrien, zu Herausforderungen führen kann. Ab Heizzeiten von mindestens 310 s könnten Qualitätsprüfungen mittels JIDOKA S101II produktionsbegleitend durchgeführt werden. Bei auftretenden Qualitätsschwankungen könnte dementsprechend direkt in den Prozess eingegriffen werden. Eine signifikante Reduktion von Ausschuss wäre die Folge, da die Ergebnisse unmittelbar vorliegen.

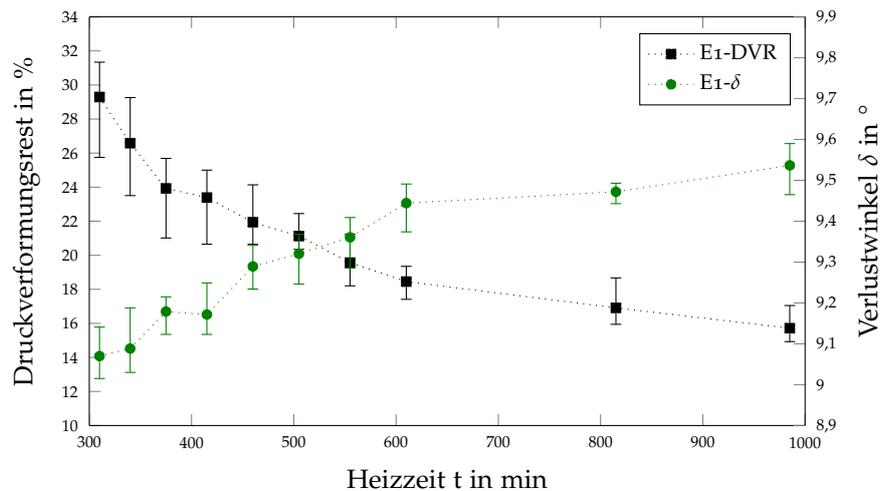


Abbildung 16.3: Gemittelter Druckverformungsrest (DVR) sowie Verlustwinkel δ als Funktion der Heizzeit von Einstellung E1 ($n = 80 \text{ min}^{-1}$, geringere Massetemperatur am Ende des Dosiervorgangs), mit der Schneckendrehzahl n .

In [Abbildung 16.4](#), Seite 217 sind die Ergebnisse des Verlustwinkels der mit Einstellung E1 und E2 produzierten Formteile dargestellt. Obwohl die Massetemperaturen der dosierten Kautschukmischung signifikant unterschiedlich waren und die Auflösung des Verlustwinkels höher ist als jene des DVRs, konnte kein Einfluss auf die Formteilqualität ermittelt werden.

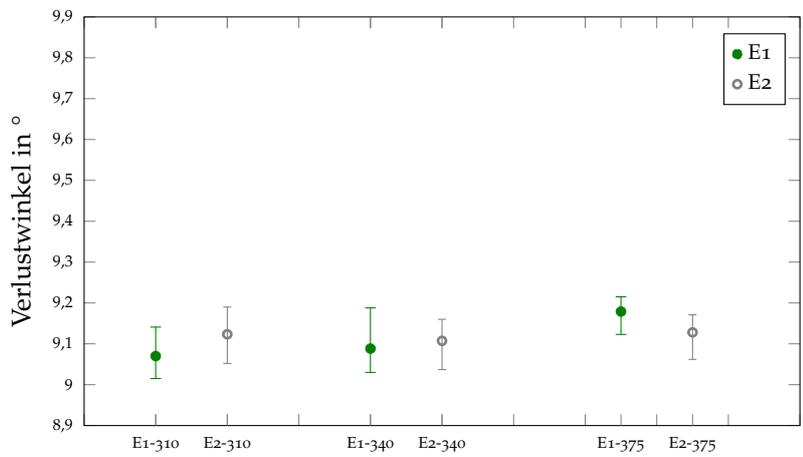


Abbildung 16.4: Gegenüberstellung des Verlustwinkels der mit Einstellung E1 und E2 produzierten Formteile. Einstellung E1 ($n = 80 \text{ min}^{-1}$, geringere Massetemperatur am Ende des Dosiervorgangs) und Einstellung E2 ($n = 120 \text{ min}^{-1}$, höhere Massetemperatur am Ende des Dosiervorgangs), mit der Schneckendrehzahl n

LOKALE UNTERSCHIEDE IN DER WÄRMELEITFÄHIGKEIT EINES SPRITZGEGOSSENEN FORMTEILS

Vier unterschiedliche Methoden zur Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit λ wurden bereits vorgestellt (siehe [Kapitel 10.1.4](#), Seite 133) und die erhaltenen Ergebnisse in [Kapitel 11.4](#), Seite 181 beschrieben. Für die nachfolgende Charakterisierung der lokalen Wärmeleitfähigkeit eines spritzgegossenen SBR-Formteils wurde die Guarded Heat Flow Meter (GHF)-Methode eingesetzt, da diese (1) die geringsten Fehlereinflüsse auf λ aufweist und (2) mit dieser Methode die Wärmeleitfähigkeit durch das zu untersuchende Material ermittelt wird. Vor allem für die Simulation der Vernetzungsreaktion, bei der die erforderliche Energie nur in Form von Wärmeleitung von der "heißen" Werkzeugoberfläche in die zumeist "kühlere" Kautschukmischung eingebracht werden kann, ist die Kenntnis über die Wärmeleitfähigkeit durch das zu untersuchende Material grundlegend.

Dazu wurde während der Produktion ein SBR-Formteil entnommen und in sieben Schichten gespalten. Aus jeder Schicht wurde eine Probe ausgestanzt (siehe [Kapitel 10.7](#), Seite 150) und die Wärmeleitfähigkeit bestimmt. Die Ergebnisse der Charakterisierung sind [Abbildung 17.1](#), Seite 221 zu entnehmen. Als Basis für die Beurteilung der lokalen Wärmeleitfähigkeit des spritzgegossenen Formteils (λ_{FT}) wurde jene von der gepressten SBR-Prüfplatte (λ_{GP}) herangezogen. Diese beträgt $\lambda_{GP} = 0,348 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ und wurde den bereits vorgestellten Ergebnissen entnommen (siehe [Kapitel 11.4.2](#), Seite 183). Der Mittelwert aus den sieben Schichten beträgt $\bar{\lambda}_{FT} = 0,368 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ und liegt um 5,6% höher als λ_{GP} , demnach nahezu im Bereich der Wiederholgenauigkeit der GHF-Methode (siehe [Punkt 1](#), Seite 133).

Es ist erkennbar, dass die lokale Wärmeleitfähigkeit einen ähnlichen Verlauf wie die Geschwindigkeitsverteilung bei der Formfüllung aufweist. Die Wärmeleitfähigkeit in der Mitte des Formteils ist am höchsten ($\lambda_4 = 0,415 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$) und an der schließseitig zugewandten Schicht 7 am geringsten ($\lambda_7 = 0,282 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$). Dies entspricht einer Differenz von 47%. Des Weiteren ist zwischen Schicht 2 und 6 beinahe eine symmetrische Verteilung der Wärmeleitfähigkeit gegeben. Eine Differenz von 19% zwischen Schicht 7 und 1 kann auf die Temperierung des Werkzeuges zurückgeführt werden, da die Heizpatronen in der schließseitigen und

düsenseitigen Werkzeughälfte einen unterschiedlichen Abstand aufweisen (siehe [Kapitel 9.2](#), Seite 115). Bei einer eingestellten Temperatur von 160 °C führt dies zu einer höheren düsenseitigen Oberflächentemperatur der Kavität. In [Abbildung 17.3](#), Seite 222 ist eine simulierte Temperaturverteilung des Versuchswerkzeugs vor Beginn des Einspritzvorganges dargestellt. Es ist erkennbar, dass die schließseitige Oberflächentemperatur der Kavität im Bereich der Entnahmeposition der GHF-Probe beinahe der eingestellten Temperatur entspricht. Jedoch ist die düsenseitige Oberflächentemperatur der Kavität an der Entnahmeposition der GHF-Probe, um bis zu 8 K erhöht. Diese höhere Werkzeugoberflächentemperatur führt dazu, dass während des Einspritzvorganges die Kautschukmischung bereits anvernetzt und eine weitere Orientierung des Rußes in Fließrichtung dadurch unterdrückt wird (siehe [Abbildung 17.2](#), Seite 221).

Wie in [Kapitel 4.1.1](#), Seite 27 vorgestellt, ist der Aufbau der einzelnen Rußaggregate durch das Furnace-Verfahren einstellbar, wobei Ruß N330 aus (1) 0,2 % kugelförmigen, (2) 10,2 % elliptischen, (3) 44,1 % linearen und (4) 45,5 % verzweigten Rußaggregaten besteht [69, 80]. Bedingt durch die geringere Oberflächentemperatur der schließseitigen Kavität können die Rußaggregate längere Zeit in Fließrichtung ausgerichtet werden, wodurch die normal zur Fließrichtung charakterisierte Wärmeleitfähigkeit von Schicht 7 zu geringeren Werten führt. Aufgrund der Füllstofforientierungen [78, 136] ist die "hohe" Wärmeleitfähigkeit in der Mitte des spritzgegossenen Formteils erklärbar. Die Schergeschwindigkeit ist im Bereich von Schicht 4 ungefähr Null, wodurch die Füllstoffe regellos angeordnet sind und dadurch die Wärmeleitfähigkeit normal zur Fließrichtung am höchsten ist.

Aus den Untersuchungen der lokalen Wärmeleitfähigkeit eines spritzgegossenen Formteils ist erkennbar, dass λ signifikant von der Geschwindigkeit bzw. von der Schergeschwindigkeitsverteilung während des Einspritzvorganges und der damit einhergehenden Füllstofforientierungen abhängt. In weiterführenden Arbeiten sollte dem Einfluss von unterschiedlichen Füllstoffen (Art und Menge) und Prozesseinstellungen auf die Wärmeleitfähigkeit von spritzgegossenen Formteilen wissenschaftlich nachgegangen werden. Dies sollte es ermöglichen, die Füllstofforientierungen in der Kautschukspritzgießsimulation akkurat zu simulieren, mit dem Vorteil einer verbesserten Beschreibung der Vernetzungsreaktion bzw. des Vernetzungsgrads im Formteil.

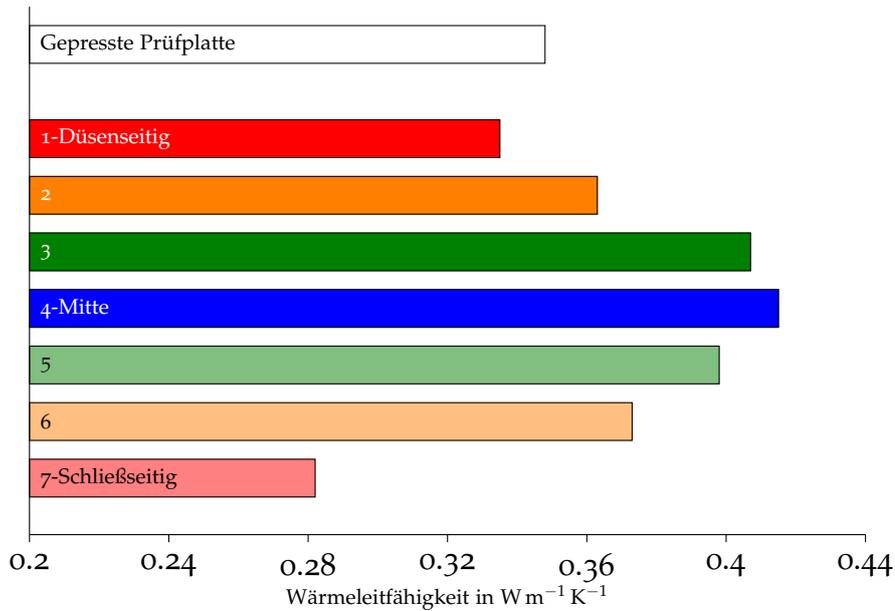


Abbildung 17.1: Wärmeleitfähigkeit λ einer gepressten SBR-Prüfplatte als Basis für die Beurteilung der lokalen Unterschiede in der Wärmeleitfähigkeit eines spritzgegossenen SBR-Formteils. Charakterisierung von λ mit Hilfe der Guarded Heat Flow Meter-Methode.

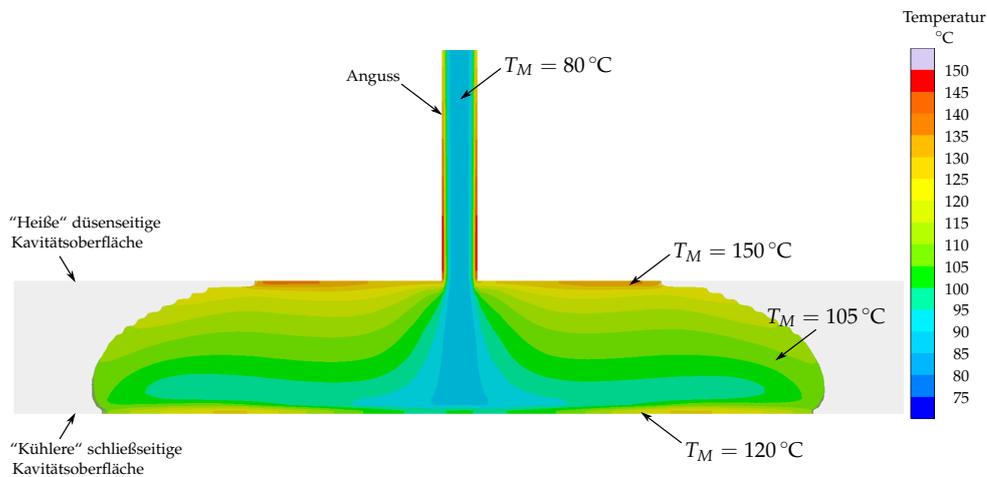


Abbildung 17.2: Mit Hilfe von SIGMASOFT[®] v5.3 simulierte Strömungsverteilung während der Füllphase eines dickwandigen Formteils. Schnitt durch die Mitte des Angusses. Kavitäten-temperierung mit Hilfe von Heizpatronen (160 °C), Startmas-
settemperatur $T_M = 80\text{ °C}$, Volumenstrom $\dot{V} = 18,75\text{ cm}^3\text{ s}^{-1}$,
Wärmeleitfähigkeiten: Stahl $\lambda_S = 30\text{ W m}^{-1}\text{ K}^{-1}$, Kautschuk $\bar{\lambda}_{FT} = 0,368\text{ W m}^{-1}\text{ K}^{-1}$, Wärmeübergangskoeffizienten: Stahl
und Stahl von $800\text{ W m}^{-2}\text{ K}^{-1}$, Heizpatronen und Stahl von $10\text{ kW m}^{-2}\text{ K}^{-1}$ sowie Stahl und Kautschuk von $800\text{ W m}^{-2}\text{ K}^{-1}$.

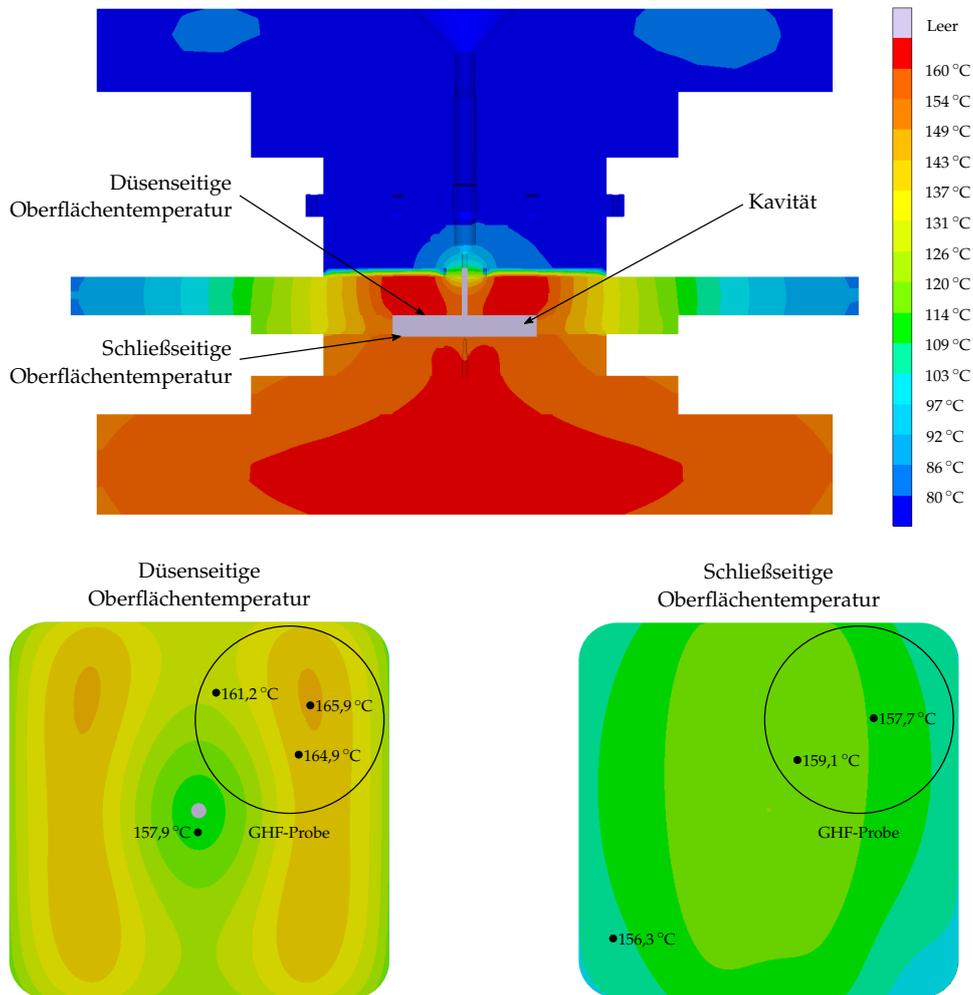


Abbildung 17.3: Mit Hilfe von SIGMASOFT® v5.3 simulierte Temperaturverteilung des Versuchswerkzeuges [84] vor Beginn des Einspritzvorgangs. (oben) Schnittdarstellung durch die Mitte des Anspritzpunktes. (links unten) Düsenseitige Oberflächentemperatur der Kavität. (rechts unten) Schließseitige Oberflächentemperatur der Kavität. Düsenseitige Fluidtemperierung ($80\text{ }^{\circ}\text{C}$), Schließseitige Beheizung mittels Heizpatronen ($160\text{ }^{\circ}\text{C}$), Wärmeleitfähigkeit des Stahles $\lambda_S = 30\text{ W m}^{-1}\text{ K}^{-1}$, Wärmeübergangskoeffizient zwischen Stahl und Stahl von $800\text{ W m}^{-2}\text{ K}^{-1}$ und zwischen Heizpatronen und Stahl von $10\text{ kW m}^{-2}\text{ K}^{-1}$.

GEGENÜBERSTELLUNG VON GEMESSENEN UND BERECHNETEN MASSETEMPERATUREN

Zur Berechnung der Massetemperatur während des Dosiervorgangs mit dem Prozessmodell sind transiente Randbedingungen erforderlich (siehe [Punkt 3](#), Seite 85). Diese wurden während des Dosiervorgangs aufgezeichnet und werden nachfolgend anhand von Einstellung E1 (SBR, siehe [Tabelle 10.11](#), Seite 146) beschrieben.

Mit den vier im Plastifizierzylinder vorhandenen Drucksensoren (siehe [Abbildung 9.4](#), Seite 120) wurden die Drücke als Funktion der Dosierzeit ermittelt (siehe [Abbildung 18.1](#)).

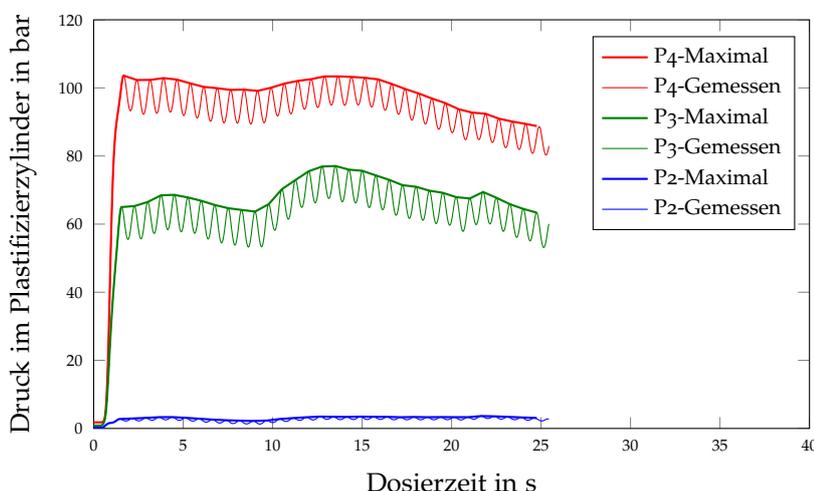


Abbildung 18.1: Während des Dosiervorgangs einer SBR-Kautschukmischung am Prüfstand aufgezeichnete Drücke P2-P4 (Einstellung E1).

Bei den gemessenen Drücken ist eine Oszillation der Signale zu erkennen. Diese entspricht der eingestellten Schneckendrehzahl und resultiert daraus, dass die Schneckenstege die Messflächen der Drucksensoren pro Umdrehung einmal überdecken. Demzufolge wurden für die weiteren Berechnungen die Maxima der Druckwerte eingesetzt. Mit Drucksensor P1 konnte bei Einstellung E1 kein Druck detektiert werden, da der Schneckenkanal nicht vollständig bis zum Einzug gefüllt war.

Für die Lösung der Impulsgleichung (siehe [Gleichung 8.12](#), Seite 89) sind allerdings die Druckgradienten $\partial p / \partial z$ als Funktion der abgewickelten Länge des Schneckenkanals für jede betrachtete Dosierzeit erforderlich. Demnach wurde für gewählte Zeitschritte (im Prozessmodell z. B. alle 0,1 s) eine

lineare Regression der gemessenen Drücke P2-P4 als Funktion der Länge des abgewickelten Schneckenkanals durchgeführt (siehe [Abbildung 18.2](#)). Nach Dosierbeginn dauerte es ca. 2 s bis ein Druck im Schneckenkanal aufgebaut wurde. Danach war bis zum Ende des Dosiervorgangs keine signifikante Änderung der Druckgradienten $\partial p/\partial z$ zu beobachten.

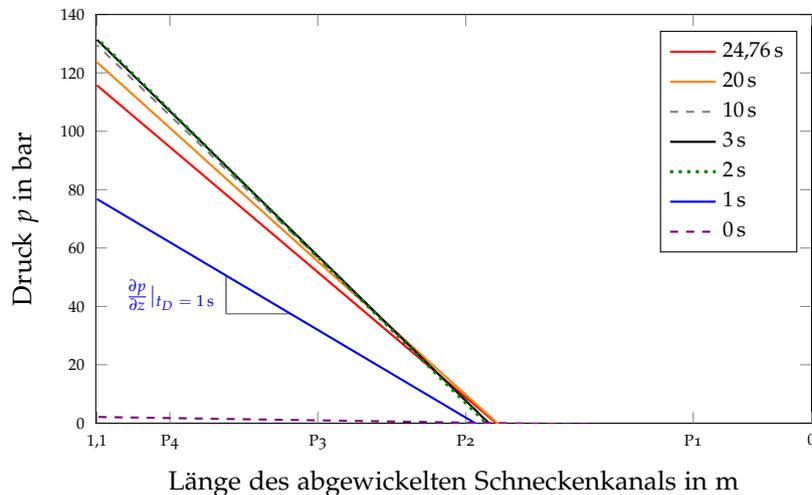


Abbildung 18.2: Mit Hilfe einer linearen Regression der gemessenen Drücke (Drucksensoren P1-P4) berechnete transiente Druckgradienten $\partial p/\partial z$ im abgewickelten Schneckenkanal für ausgewählte Dosierzeiten t_D (SBR, Einstellung E1). Die Mitte des Einzugs befindet sich bei 0 m.

Eine weitere transiente Randbedingung ist die Zylinderwandtemperatur T_Z , da während des Dosiervorgangs die hochviskose Kautschukmischung im Schneckenkanal geschert wird. Durch Dissipation erhöht sich die Masse-temperatur und infolge dessen kommt es zu einem Anstieg der Zylinderwandtemperatur in Abhängigkeit der Dosierzeit. Die Zylinderwandtemperatur wurde als Funktion der Dosierzeit mit den vier im Plastifizierzylinder vorhandenen Sensorpaketen S1-S4 (siehe [Abbildung 9.5](#), Seite 119 und [Abbildung 9.4](#), Seite 120) indirekt durch eine lineare Regression ermittelt. Die transienten Temperaturen des Plastifizierzylinders von Sensorpaket S1, S2 und S4 sind im Anhang dargestellt (siehe [Abbildung A.1](#) bis [Abbildung A.3](#), Seite 243, ff), wobei die Vorgehensweise anhand von Sensorpaket S3 vorgestellt wird. Ausgehend von einer eingestellten Temperatur des Plastifizierzylinders von 70 °C resultierte aus dem abgeführten Wärmestrom der Kautschukmischung nach ca. 1 s eine mit den Mantelthermoelementen M1-M3 messbare Temperaturänderung (siehe [Abbildung 18.3](#), Seite 225). Danach stieg die Temperatur des wand nächsten Mantelthermoelementes (M1) im Plastifizierzylinder kontinuierlich an und erreichte am Ende des Dosiervorgangs eine um 7,7 K höhere

Endtemperatur. Folglich ist es für die Beschreibung des Dosiervorgangs, aufgrund des Anfahrprozesses, nicht ratsam, die Zylinderwandtemperatur als konstante Randbedingung im Plastifiziermodell einzusetzen. Im Extrusionsbereich ist dies durchaus sinnvoll, da erst nach dem Anfahren des Extruders und nach Erreichen von stationären Zuständen (vollständig entwickeltes Strömungsprofil, konstante Druckgradienten im Schneckenkanal, stabile Masse- und Zylindertemperaturen) eine stabile Produktion und folglich erst ab diesem Zeitpunkt eine numerische Beschreibung zielführend ist.

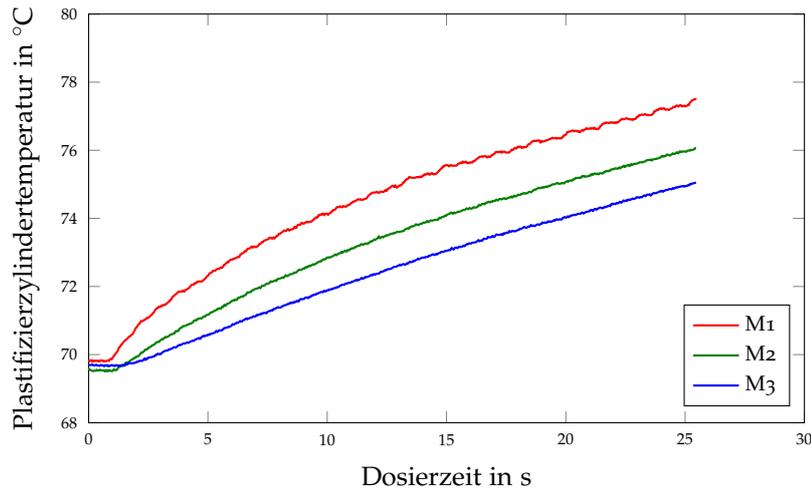


Abbildung 18.3: Während des Dosiervorgangs einer SBR-Kautschukmischung am Prüfstand mit Mantelthermoelementen M₁-M₃ aufgezeichnete Temperaturen im Plastifizierzylinder (Sensorpaket S₃, Einstellung E₁).

Mit Hilfe der aufgezeichneten transienten Temperaturen des Plastifizierzylinders als Funktion der Dosierzeit $T_Z(t_D)$ ist es nun möglich, durch eine lineare Regression auf die messtechnisch nicht direkt zugängliche Zylinderwandtemperatur zu extrapolieren. Infolgedessen wurde für gewählte Zeitschritte (im Prozessmodell z. B. alle 0,1 s) eine lineare Regression der mit den Mantelthermoelementen (M₁-M₃) gemessenen Temperaturen im Plastifizierzylinder (siehe [Abbildung 18.3](#)) als Funktion des radialen Abstandes von M₁-M₃ zur Zylinderwand durchgeführt. Die für Sensorpaket S₁, S₂ und S₄ berechneten transienten Zylinderwandtemperaturen sind im Anhang dargestellt (siehe [Abbildung A.4](#) bis [Abbildung A.6](#), Seite 245, ff) und werden für Sensorpaket S₃ nachfolgend beschrieben. Im Vergleich zu den Druckgradienten (siehe [Abbildung 18.2](#), Seite 224), stiegen die extrapolierten Zylinderwandtemperaturen während des Dosiervorgangs kontinuierlich an (siehe [Abbildung 18.4](#), Seite 226) und erreichten an der Position von Sensorpaket S₃ am Ende des Dosiervorgangs eine um 8,5 K

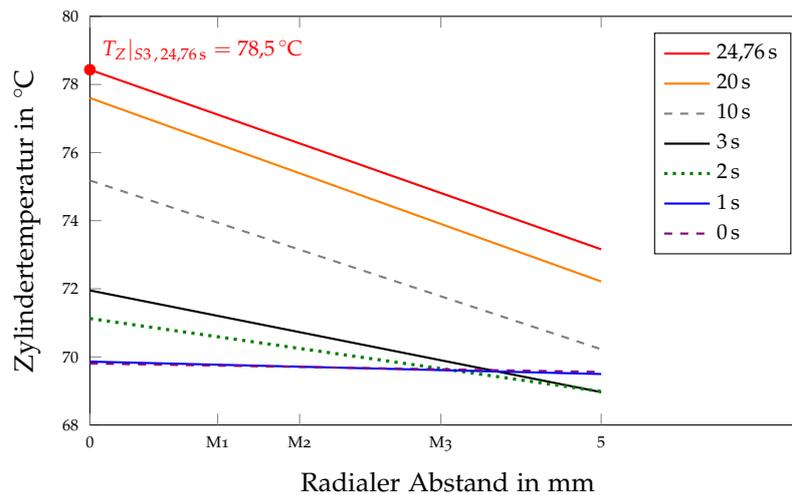


Abbildung 18.4: Mit Hilfe einer linearen Regression der gemessenen Temperaturen im Plastifizierzylinder (Mantelthermoelemente M₁-M₃) berechnete transiente Zylinderwandtemperaturen von Sensorpaket S₃ für ausgewählte Dosierzeiten (SBR, Einstellung E₁).

höhere Endtemperatur im Vergleich zur eingestellten Plastifizierzylinder-temperatur von 70 °C. Außerdem wird an dieser Stelle im Prozessmodell der konvektive Wärmestrom anhand von [Gleichung 8.11](#), Seite 88 mitberücksichtigt. Der maximal während der Berechnung auftretende Wärmeübergangskoeffizient beträgt $\alpha_Z = 1107 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$. Bei einer Wärmeleitfähigkeit des Plastifizierzylinders von $\lambda_Z = 42,6 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ und einer maximal während der Berechnung auftretenden Temperaturdifferenz zwischen wandnähesten (M₁) und wandfernsten (M₃) Mantelthermoelement von 2,6 K ergibt sich nach [Gleichung 8.11](#), Seite 88 eine um 0,2 K höhere Temperatur der Grenzschicht. Anhand von mehreren durchgeführten Simulationen unterschiedlicher Einstellungen konnte gezeigt werden, dass der konvektive Wärmestrom beim transienten Dosiervorgang vernachlässigbar gering ist.

Um die für [Gleichung 8.73](#), Seite 105 erforderlichen Temperaturen der Grenzschicht $T_{GS}(z)$ am Beginn und Ende des betrachteten Volumenelementes zu erhalten, wurden mit den in [Abbildung 18.4](#) dargestellten extrapolierten Zylinderwandtemperaturen je Dosierzeit (z. B. $T_Z|_{S3,24,76s} = 78,5 \text{ °C}$) die durch konvektive Wärmeströme bedingten Temperaturdifferenzen addiert. Mit dieser Vorgehensweise konnte die Temperatur der Grenzschicht (transiente Randbedingung für das Prozessmodell) an den vier im Plastifizierzylinder vorhandenen Sensorpaketen S₁-S₄ berechnet werden. Als nächstes wurde je Dosierzeit mit der Matlab-Funktion *pchip* eine Regression der vier berechneten transienten Grenzschichttemperaturen $T_{GS}|_{S1} - T_{GS}|_{S4}$ durchgeführt (R^2 -Wert > 0,95, siehe [Abbildung 18.5](#)). Zur besseren Nachvollziehbarkeit sind am Ende des Dosiervorgangs

($t_D = 24,76$ s) die transienten Grenzschichttemperaturen als rote Punkte eingezeichnet. Dadurch ist die Grenzschichttemperatur $T_{GS}(z)$ einerseits eine Funktion der Länge des abgewickelten Schneckenkanals und andererseits zugleich eine Funktion der Dosierzeit. Bei einer eingestellten Temperatur des Einzuges von 60°C betragen die berechneten Zylinderwand- bzw. Grenzschichttemperaturen während des gesamten Dosiervorgangs in der Mitte des Einzugs ca. $\bar{T}_0 = 50^\circ\text{C}$, also 10 K weniger als eingestellt. Dies wird dadurch begründet, dass die Kautschukmischung bei Raumtemperatur eingezogen wird und folglich die Zylinderwandtemperatur absinkt. Die berechnete Temperatur der Zylinderwand bzw. der Grenzschicht in der Mitte des Einzugs \bar{T}_0 wird in weiterer Folge als Startmassetemperatur im Prozessmodell eingesetzt (siehe Gleichung 8.81, Seite 106). Der Plastifizierzylinder ist im Bereich von Z_{FT} und der Schneckenspitze mit Öl auf 70°C temperiert (siehe Abbildung 18.5). Bedingt durch die Scherdissipation steigt die Grenzschichttemperatur allerdings mit fortschreitender Dosierzeit an und erreicht am Ende des Dosiervorgangs (rote Linie) im Bereich der Schneckenspitze ca. 79°C . Dies entspricht einem Anstieg von ca. 13 % bei einem Dosiervolumen von 150 cm^3 .

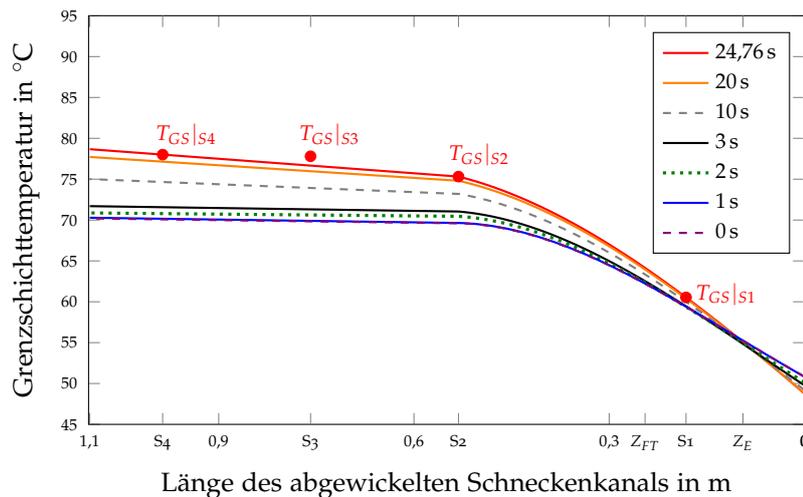


Abbildung 18.5: Verlauf der berechneten transienten Grenzschichttemperaturen T_{GS} als Funktion der Länge des abgewickelten Schneckenkanals während des Dosierens einer SBR-Kautschukmischung (Einstellung E1). Position der Sensorkpakete S_1 - S_4 im Plastifizierzylinder. Die Mitte des Einzugs befindet sich bei 0 m. Ende des Materialeinzugs bei Z_E , Beginn der Fluidtemperierung (Öl) des Plastifizierzylinders bei Z_{FT} und Lage des Heizbandes zwischen Z_E und Z_{FT} .

Mit der beschriebenen Vorgehensweise zur Bestimmung der transienten Druckgradienten und Grenzschichttemperaturen kann die mittlere axiale Massetemperatur mit dem Prozessmodell beschrieben werden. In [Abbildung 18.6](#) ist eine Gegenüberstellung von gemessenen und berechneten Massetemperaturen als Funktion der Dosierzeit zu entnehmen, wobei die am Prüfstand experimentell ermittelten Massetemperaturen ab Dosierzeitbeginn dargestellt wurden (blau strichlierte Linie entspricht der Massetemperatur des vorhergehenden Zyklus, vergleiche hierzu [Kapitel 10.4.1.2](#), Seite 141). Der Verlauf der gemessenen und berechneten Massetemperaturprofile ist äquivalent. Die simulierten Massetemperaturen steigen bei Dosierbeginn an, erreichen ein lokales Maximum und fallen danach kontinuierlich bis zu einer Dosierzeit von 12,5 s ab. Bei diesem Zeitschritt beträgt die Differenz zur gemessenen Massetemperatur in etwa 6 K. Die Temperaturdifferenz reduziert sich danach bis zum Ende des Dosiervorgangs auf weniger als 2 K.

Erst ab einer Dosierzeit von 12,5 s werden die getroffenen Annahmen (siehe [Kapitel 8.2](#), Seite 88) "gültig" und es ist von einer quasi-stationären Strömung auszugehen. Dies ist auch anhand der aufgezeichneten Drucksignale zu erkennen (siehe [Abbildung 18.1](#), Seite 223), da vor allem der Druck P_3 zwischen 10 s und 12,5 s signifikant ansteigt und erst danach die Druckdifferenzen zwischen Drucksensor P_4 und P_3 annähernd konstant bleiben. Des Weiteren verlässt bei einer Dosierzeit von 12,5 s das erste mit der Temperatur \bar{T}_0 eingezogene Volumenelement den Schneckenkanal. Dies war die Ursache für den beobachteten Druckanstieg von Drucksensor P_3 , da die Temperatur des eingezogenen Volumenelementes signifikant niedriger war.

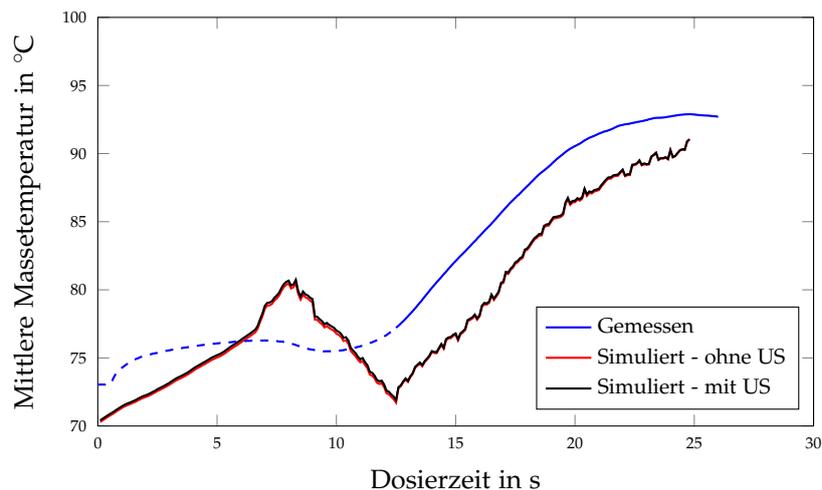


Abbildung 18.6: Experimentell am Prüfstand ermittelte (Gemessen) versus mit dem Prozessmodell simulierte mittlere Massetemperatur (SBR, Einstellung E1) ohne und mit Umlaufströmung (US).

Wie in [Abbildung 18.6](#), Seite 228 dargestellt, hat die Umlaufströmung im Schneckenkanal keinen nennenswerten Einfluss auf das simulierte Masse-temperaturprofil. Visualisierungsexperimente der Umlaufströmung haben gezeigt, dass diese im Schneckenkanal existiert (siehe [Abbildung 14.7](#), Seite 204), jedoch während der Berechnung der Schergeschwindigkeiten $\dot{\gamma}_x$ im Vergleich zu $\dot{\gamma}_z$ vernachlässigbar ist (siehe [Abbildung 18.7](#) und [Gleichung 8.39](#), Seite 97). Die in [Kapitel 8.2](#), Seite 88 getroffene Annahme einer getrennten Betrachtung beider Strömungen ($v_x \ll v_z$) ist demzufolge gültig.

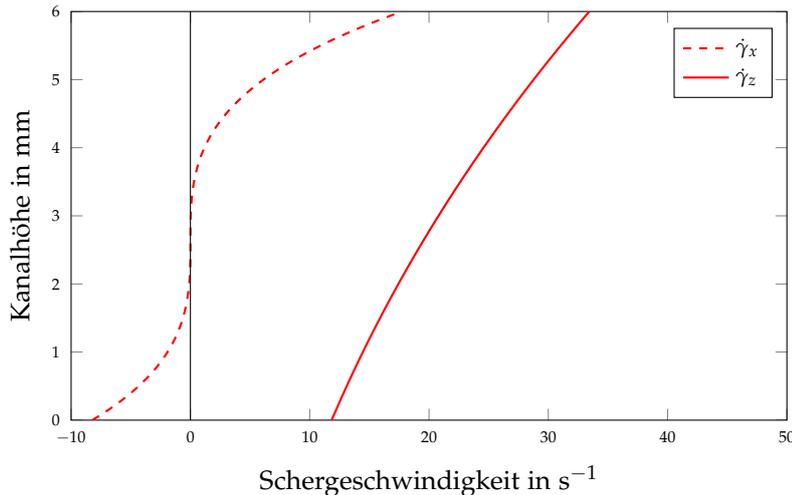


Abbildung 18.7: Schergeschwindigkeiten im letzten Volumenelement in x- und z-Richtung am Ende des Dosiervorgangs (SBR, Einstellung E1).

In [Abbildung 18.8](#), Seite 230 ist der Einfluss der mit Hilfe der Sensorpakete S1-S4 berechneten Temperatur in der Mitte des Einzugs $\bar{T}_0 = 50^\circ\text{C}$ (entspricht der Startmasse-temperatur der eingezogenen Kautschukmischung, siehe [Abbildung 18.5](#), Seite 227) sowie naheliegender Startmasse-temperaturen von $\bar{T}_0 = T_p = 60^\circ\text{C}$ und $\bar{T}_0 = 25^\circ\text{C}$ auf die simulierte Masse-temperatur ersichtlich. Exakt bei jener Dosierzeit (12,5 s), wo das erste mit der Temperatur \bar{T}_0 eingezogene Volumenelement den Schneckenkanal wieder verlässt, tritt eine Sprungstelle in Abhängigkeit von \bar{T}_0 auf. Daraus folgend hat die Startmasse-temperatur \bar{T}_0 einen signifikanten Einfluss auf das Niveau des berechneten Masse-temperaturprofils. Dieselben Einflüsse auf das Niveau der Masse-temperaturprofile wurden bei den experimentellen Untersuchungen der EPDM-Kautschukmischung beobachtet (siehe [Abbildung 14.2](#), Seite 199). Unterschiedlich eingestellte Temperaturen des Plastifizierzylinders führten zu verschiedenen Startmasse-temperaturen \bar{T}_0 und verursachten dadurch eine Parallelverschiebung der Masse-temperaturen.

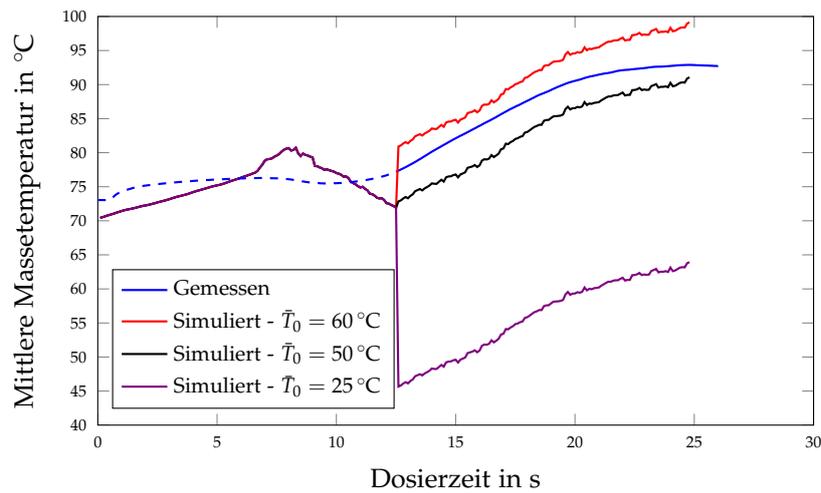


Abbildung 18.8: Einfluss der mit Hilfe der Sensorpakete S1-S4 berechneten Temperatur in der Mitte des Einzugs $\bar{T}_0 = 50\text{ °C}$ sowie naheliegender Startmasstemperaturen von $\bar{T}_0 = T_P = 60\text{ °C}$ und $\bar{T}_0 = 25\text{ °C}$ auf die mit dem Prozessmodell simulierte Massetemperaturprofile (SBR, Einstellung E1). Blau-strichlierte Linie stellt die Massetemperatur des vorherigen Zyklus dar.

Ein weiterer Vergleich zwischen simulierten und gemessenen Massetemperaturen während des Dosiervorgangs wird für SBR-1 vorgestellt. Dazu wurde mit der niedrigen Versuchseinstellung des DoEs von $T_E = 60\text{ °C}$, $T_P = 70\text{ °C}$, $n = 70\text{ min}^{-1}$ und $p_{ST} = 0\text{ bar}$ (siehe [Tabelle 10.12](#), Seite 146) das Massetemperaturprofil experimentell am Prüfstand ermittelt und in [Kapitel 14.1.4](#), Seite 201 beschrieben. Mit Hilfe der Drucksensoren P1-P4 und den Sensorpaketen S1-S4 wurden während des Dosierens von 150 cm^3 von SBR-1 die transienten Drücke sowie die Temperaturen im Plastifizierzylinder mit den Mantelthermoelementen M1-M3 aufgezeichnet. Aus diesen Messdaten wurden die Druckgradienten $\partial p/\partial z$ sowie die transienten Grenzschichttemperaturen T_{GS} als Funktion der Länge des abgewickelten Schneckenkanals ermittelt und daraus die erforderliche Startmasstemperatur $\bar{T}_0 = 48\text{ °C}$ berechnet. $\bar{T}_0 = 48\text{ °C}$ wurde in weiterer Folge als Randbedingung im Prozessmodell eingesetzt. Die Ergebnisse sind [Abbildung 18.9](#), Seite 231 zu entnehmen. Der Verlauf der gemessenen und berechneten Massetemperaturprofile ist ähnlich. Ab dem Zeitpunkt ($t_D = 12\text{ s}$), wo das erste eingezogene Volumenelement in die Einspritzkammer dosiert wird, beträgt die Differenz in der Massetemperatur weniger als 4 K. Die Temperaturdifferenz zwischen simulierten und gemessenen Massetemperaturen nimmt mit zunehmender Dosierzeit kontinuierlich ab und beträgt ab $t_D = 22\text{ s}$ bereits weniger als 1 K.

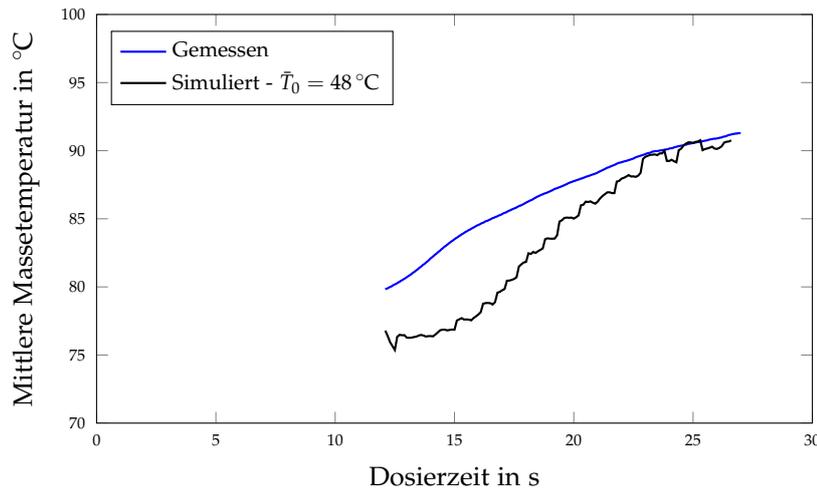


Abbildung 18.9: Gegenüberstellung der simulierten und gemessenen Masse-temperaturen von SBR-1. Einstellung 60-70-70-0 entspricht T_E - T_p - n - p_{ST} , mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_p , der Schneckendrehzahl n und dem Staudruck p_{ST} . Startmasse-temperatur \bar{T}_0 wurde mit Hilfe der Sensorpakete S1-S4 berechnet.

Wissenschaftlich betrachtet konnte mit dem in dieser Arbeit vorgestellten Prozessmodell zur Beschreibung der transienten Masse-temperatur während des Dosiervorgangs das Masse-temperaturprofil akkurat beschrieben werden. Die Abweichungen zu den gemessenen Masse-temperaturen betragen weniger als 6 K. Allerdings sind aufgrund des Anfahrprozesses transiente Randbedingungen – Druckgradienten und Zylinderwand- bzw. Grenzschichttemperaturen als Funktion der Dosierzeit – erforderlich. Des Weiteren konnte gezeigt werden, dass (1) die Umlaufströmung im Schneckenkanal sowie (2) die konvektiven Wärmeströme vernachlässigbar sind und (3) die Temperatur der eingezogenen Kautschukmischung \bar{T}_0 das berechnete Niveau der Masse-temperatur signifikant beeinflusst. In weiterführenden Untersuchungen sollten mit dem Prüfstand unterschiedliche industriell hergestellte Kautschukmischungen wie z. B. Fluorkautschuke, Acrylnitril-Butadien Kautschuke, nicht kristallisierende Ethylen-Propylen-Dien Kautschuke sowie Naturkautschuke in Hinblick auf die während des Dosiervorgangs auftretenden Masse-temperaturen untersucht und mit simulierten gegenübergestellt werden.

Teil VI

ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK

ZUSAMMENFASSUNG

Kautschukmischungen bestehen je nach Produktanforderungen aus einem oder mehreren Polymeren, verstärkenden Füllstoffen, Zusatzstoffen und dem Vernetzungssystem. Nach dem chargenweisen Mischvorgang im Innenmischer fällt die Kautschukmischung auf ein Walzwerk, wird dort und anschließend durch Nachfolgeeinrichtungen zunächst intensiv gekühlt und danach zu Kautschukstreifen – für die Zuführung zur Plastifiziereinheit von Kautschukspritzgießmaschinen – weiterverarbeitet. Kautschukmischungen zeigen zu diesem Zeitpunkt ein viskoelastisches Materialverhalten und erlangen erst während des Spritzgießprozesses durch Zuführung von Energie in Form von Dissipation, Kompression sowie durch Wärmeleitung während der Vernetzungsreaktionen die für Elastomere typischen elastischen Eigenschaften.

Chargenschwankungen bei der Herstellung von Kautschukmischungen

Mischungseigenschaften wie Viskosität oder Vernetzungsverhalten werden bereits zwischen Herstellung und Verarbeitung der Kautschukmischung durch die bereits relativ "langsam" bei Raum- und höheren Temperaturen ablaufenden chemischen Reaktionen beeinflusst. Eine Änderung des Viskositätsniveaus bzw. ein unterschiedlicher Abbau der Inkubationszeit ist die Folge. Dies führt zu Chargenschwankungen. Um Chargenschwankungen abzufangen, werden infolgedessen in kautschukverarbeitenden Betrieben die Produktionsprozesse nicht am optimalen Arbeitspunkt betrieben.

Simulationsprogramme werden bereits unterstützend bei der Auslegung der komplexen Spritzgießwerkzeuge sowie für Prozessoptimierungen eingesetzt. Herausfordernd hierbei ist allerdings, dass Softwarehersteller von Kautschukspritzgießsimulationsprogrammen den Dosiervorgang als "Blackbox" behandeln. Dies bedeutet, dass die komplette Vorgeschichte der Kautschukmischung vom Einzug in den Plastifizierzylinder über die Einbringung von Scher- und Dehnerwärmung im Schneckenkanal nicht simuliert wird. Infolgedessen wird die für die Simulation erforderliche Massetemperatur vor dem Einspritzvorgang als konstant eingestellt, was eine erhebliche Fehlerquelle in der Berechnung des Vernetzungsgrades darstellt.

Dosiervorgang als "Blackbox"

Als Erweiterung des Stands der Technik wurde in der vorliegenden Arbeit ein Prozessmodell zur Beschreibung des transienten Dosiervorgangs von Kautschukspritzgießmaschinen erstellt. Der Fokus lag auf der akkuraten Berechnung der während des Dosiervorgangs auftretenden

Erweiterung des Stands der Technik

Massetemperaturen der Kautschukmischung, um diese nachfolgend in Simulationsprogrammen wie z. B. SIGMASOFT® zu nutzen. Dadurch wird eine vollständige Betrachtung des Spritzgießprozesses vom Beginn des Streifeneinzuges in den Plastifizierzylinder über den Dosier- und Einspritzvorgang bis zum produzierten Formteil ermöglicht.

Praxisnaher
Prüfstand

Für die Evaluierung des erstellten Prozessmodells bzw. zur Bereitstellung von transienten Randbedingungen wurde in Kooperation mit MAPLAN GmbH und Erwin Mach Gummitechnik GmbH ein praxisnaher Prüfstand konstruiert und gefertigt. Dieser ist ein Abbild der Spritzeinheit der MAPLAN FIFO-Spritzgießmaschine MTF750/160edition, wodurch die Erkenntnisse direkt auf den Spritzgießprozess übertragbar sind. Zur Erarbeitung eines umfassenden Verständnisses der komplexen Zusammenhänge zwischen der Prozessführung während des Dosiervorgangs und dessen Auswirkungen auf die Kautschukmassetemperatur wurde der Prüfstand mit Druck- und Temperatursensoren ausgestattet. Dieser Prüfstand ermöglichte es, (1) die erforderlichen transienten Randbedingungen (Zylinderwandtemperatur sowie Druckanstieg im Schneckenkanal während des Dosiervorganges) für das Prozessmodell bereitzustellen, (2) die Strömungsvorgänge im Schneckenkanal zu visualisieren und (3) die axiale Massetemperatur prozessnah zu ermitteln.

Umlaufströmung im
Schneckenkanal

Mit coextrudierten zweifarbigen Kautschukmischungen, welche vom Partner Semperit Technische Produkte Gesellschaft m.b.H zur Verfügung gestellt wurden, konnte die Existenz von Umlaufströmungen im Schneckenkanal nachgewiesen werden. Diese Erkenntnis war grundlegend für die numerische Beschreibung der Massetemperatur, da nicht davon ausgegangen werden konnte, dass Umlaufströmungen beim transienten Dosiervorgang vorhanden und folglich im Prozessmodell mitzubersichtigen sind.

Massetemperatur
während des
Dosiervorgangs

Von niedrig- und hochgefüllten Kautschukmischungen wurde die axiale Massetemperatur während des Dosiervorgangs experimentell am Prüfstand bestimmt. Ausgehend von den eingestellten Plastifizierzylindertemperaturen konnte am Ende des Dosiervorgangs (150 cm^3) ein Anstieg der Massetemperatur von bis zu 37% detektiert werden. Das ist wesentlich, da Kautschukmischungen chemisch aktive Systeme sind und eine Temperaturerhöhung von 10 K bereits zu einer Halbierung der Inkubationszeit führt. Statistische Auswertungen mit Minitab haben ergeben, dass die Massetemperatur am Ende des Dosiervorgangs signifikant von (1) der Plastifizierzylindertemperatur, (2) der Schneckendrehzahl und (3) dem Staudruck abhängt. Des Weiteren können Wechselwirkungen der Temperatur des Plastifizierzylinders und der Schneckendrehzahl zu einer Reduzierung der Massetemperatur führen. Der Grund hierfür ist, dass durch eine höhere Plastifizierzylindertemperatur die Viskosität der Kau-

ttschukmischung absinkt und infolge dessen die Scherdissipation verringert wird.

Die eingesetzten Kautschukmischungen wurden einer Mischungscharakterisierung unterzogen, um die für das Prozessmodell erforderlichen Materialdaten bereitzustellen. Dazu wurden vor allem bei der Ermittlung der spezifischen Wärmekapazität Vorgehensweisen ausgearbeitet, um die Reproduzierbarkeit signifikant zu verbessern. Als Hauptfehlerquelle bei der Messung wurde die Auflagefläche der zu untersuchenden Kautschukmischung im Tiegel identifiziert, da die Probe während der Messung vorwiegend durch Wärmeleitung temperiert wird. Durch Pressen der Kautschukmischung bei Raumtemperatur auf eine Dicke von ca. 1 mm und anschließendes Ausstanzen von Proben mit einem Durchmesser von 5 mm kann eine plane Oberfläche der zu untersuchenden Kautschukmischung sichergestellt und folglich die Reproduzierbarkeit signifikant verbessert werden. Des Weiteren lag der Fokus bei der Auswahl einer geeigneten Methode zur Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit. Vier unterschiedliche Prüfmethode (stationäre und transiente) wurden vergleichend untersucht. Die so gemessenen Wärmeleitfähigkeiten unterscheiden sich um bis zu 100 %. Beim Kautschukspritzgießprozess muss die für die Vernetzungsreaktion erforderliche Energie in Form von Wärmeleitung in das zumeist dickwandige Formteil transportiert werden. Demzufolge wurde die stationäre "Guarded Heat Flow Meter-Methode" als am besten geeignet betrachtet, da diese die Wärmeleitfähigkeit über die Dicke der zu untersuchenden Probe ermittelt und die Fehlereinflüsse von Seiten des Bedieners minimal sind.

Mischungscharakterisierung

Im Gegensatz zum stationären Extrusionsprozess ist der Dosiervorgang beim Spritzgießprozess instationär. Nach Bereitstellung des erforderlichen Dosiervolumens wird die zumeist im Minutenbereich liegende Vernetzungsphase abgewartet und erst danach wieder mit dem Dosiervorgang begonnen. Demzufolge sind für die numerische Beschreibung der Massetemperatur mit dem Prozessmodell transiente Randbedingungen erforderlich, welche anhand des Prüfstandes ermittelt worden sind. Die während des Dosiervorgangs auftretenden Massetemperaturen konnten mit dem Prozessmodell akkurat beschrieben werden. Eine geeignete Wahl der Startmassetemperatur führt zu Differenzen zwischen gemessenen und berechneten Massetemperaturen von weniger als 6 K. Des Weiteren konnte gezeigt werden, dass (1) die im Schneckenkanal vorhandene Umlaufströmung sowie (2) die konvektiven Wärmeströme bei der Berechnung vernachlässigbar sind.

Prozessmodell zur Beschreibung des Dosiervorgangs

Eine repräsentative Kennzahl zur Überwachung des Dosiervorgangs, der Dosierparameter, wurde eingeführt. Die wesentlichen Vorteile dieses Dosierparameters sind, dass (1) bereits geringe Änderungen in der

Dosierparameter

Schneckendrehzahl detektiert werden können sowie dass (2) dieses System bei jeder hydraulisch betriebenen Spritzgießmaschine nachgerüstet werden kann.

Dynamisch-mechanische
Formteilprüfung mittels
JIDOKA S101II

Am praxisnahen Prüfstand wurden mit einer Styrol-Butadien (SBR) Kautschukmischung unter Variation der Prozessparameter die Kautschukmasse-temperatur während des Dosierens von 150 cm³ untersucht. Ausgehend von einer eingestellten Temperatur des Plastifizierzylinders von 70 °C führten die Prozessparameter zu einem Temperaturanstieg der dosierten Kautschukmischung von 22 K bzw. 27 K. Um den Einfluss der Masse-temperaturprofile auf die Formteilqualität aufzuzeigen, wurden an der Kautschukspritzgießmaschine MTF750/160edition mit denselben Prozessparametern, welche auch am Prüfstand eingesetzt wurden, Formteile produziert und anschließend einer Qualitätsprüfung unterzogen. Es konnte gezeigt werden, dass sowohl der Druckverformungsrest (DVR) als auch der mittels dynamisch-mechanischem Prüfgerät (JIDOKA S101II) bestimmte Verlustwinkel mit dem Vernetzungsgrad ausgezeichnet korrelieren. Vorteile der dynamisch-mechanischen Analyse sind (1) die zerstörungsfreie sowie direkt am Formteil durchführbare Qualitätsprüfung und (2) das im Vergleich zum DVR höhere Auflösungsvermögen. Allerdings konnte mit Hilfe der durchgeführten Messungen an den wenigen untersuchten Kautschukmischungen kein signifikanter Einfluss der untersuchten Masse-temperaturen auf die erreichte Formteilqualität detektiert werden. Gründe hierfür könnten (1) die aus den industriellen Erfahrungswissen gewählten konservativen Prozessbedingungen sein, sowie der Umstand (2) dass die Temperaturdifferenz von 5 K (am Ende des Dosiervorgangs zwischen den zwei untersuchten Dosiereinstellungen) zu gering war, um mit den verwendeten Untersuchungsmethoden einen Unterschied detektieren zu können.

Wissenschaftlicher
Erkenntnisgewinn

In dieser Arbeit wurden die komplexen Vorgänge während des Dosiervorgangs experimentell mit einem Prüfstand (Abbild der Spritzeinheit der MAPLAN First-In First-Out-Spritzgießmaschine MTF750/160edition) aufgearbeitet. Aufbauend auf den experimentellen Erkenntnissen wurde ein mathematisch-physikalisches Prozessmodell erstellt, um die Masse-temperatur während des transienten Dosiervorgangs beschreiben zu können. Folglich ist der Dosiervorgang nicht mehr als "Blackbox" anzusehen. Die transiente Masse-temperatur bzw. der signifikante Anstieg der Masse-temperatur während des Dosiervorgangs kann nun in der Spritzgießsimulation (z. B. SIGMASOFT®) anstatt der bisher konstant eingestellten Masse-temperatur als realistischere Startbedingung eingesetzt werden. Dadurch können in weiterer Folge erhebliche Fehlerquellen in der Berechnung des Vernetzungsgrads minimiert werden.

AUSBLICK

Das erarbeitete Prozessmodell birgt großes Potential, um einen Kautschukspritzgießprozess in Richtung Industrie 4.0 zu entwickeln. Durch Implementierung von Druck- und Temperatursensoren in den Plastifizierzylinder der Kautschukspritzgießmaschine könnte demzufolge der gesamte Dosierprozess optimiert werden, da die Temperatur der dosierten Kautschukmischung Zyklus für Zyklus berechenbar ist. Infolge dessen könnte der experimentell nachgewiesene signifikante Anstieg der Masstemperatur anhand einer Regelung der Schneckendrehzahl während des Dosiervorgangs drastisch reduziert werden. Damit einhergehend ist vom gesamten dosierten Volumen eine nahezu idente Inkubationszeit gegeben. Durch die gleichmäßigere Temperatur der dosierten Kautschukmischung werden beim Einspritzvorgang die Kavitäten mit nahezu derselben Temperatur der Kautschukmischung gefüllt. Folglich können dadurch lokale Unterschiede im Vernetzungsgrad minimiert werden, wodurch eine Qualitätssteigerung die Folge ist.

Industrie 4.0

Die Formteilqualitäten könnten produktionsbegleitend mit der am Lehrstuhl für Spritzgießen von Kunststoffen, Department Kunststofftechnik, Montanuniversität Leoben, neu angeschafften elektrodynamischen Prüfsystem *Instron ElectroPuls Linear-Torsion-Prüfmaschine E3000LT inkl. Temperierkammer*, Instron® GmbH, Darmstadt, Deutschland, charakterisiert werden. Dabei könnten neue Prüfmethode ausgearbeitet werden, da es mit dem Prüfsystem möglich ist, die Formteile nicht nur einer dynamischen Druckbelastung sondern auch einer kombinierten Druck-Torsionsbelastung während der Prüfung auszusetzen.

Produktionsbegleitende dynamisch-mechanische Formteilprüfung

In einem nachfolgenden Schritt könnten die Formteilqualitäten direkt mit den Prozessparametern der Kautschukspritzgießmaschine korreliert werden. Dies würde es ermöglichen, über die Änderung eines Prozessparameters (z. B. der Schneckendrehzahl) gezielte Eigenschaftsänderungen in den Formteilen herbeizuführen. Chargenschwankungen der Kautschukmischung könnten dadurch während des Prozesses erkannt, deren Auswirkungen zielgerichtet minimiert und die vom Kunden geforderten Formteilqualitäten Zyklus für Zyklus sichergestellt werden.

Korrelation der Formteilqualität mit Prozessparametern

Im Gegensatz zur Thermoplastverarbeitung werden in der Kautschukverarbeitung hauptsächlich Förderschnecken, jedoch nur vereinzelt kernprogressive Schnecken (Abnahme der Kanalhöhe in Richtung der Schnecken spitze) eingesetzt. Mit dem in dieser Arbeit konstruierten und entwickelten

Optimierung der Schneckengeometrie

Prüfstand könnten unterschiedliche Schneckengeometrien untersucht werden. Ziel sollte es hierbei sein, die Schneckengeometrie für den Einsatz in Spritzgießmaschinen dahingehend zu optimieren, dass während des Dosierens weniger Scherdissipation entsteht und dadurch eine gleichmäßigere Massetemperatur resultiert.

Teil VII

ANHANG

EXPERIMENTELL BESTIMMTE TRANSIENTE
RANDBEDINGUNGEN

Abbildung A.1 bis Abbildung A.6, Seite 246 zeigen die während des Dosierens der SBR-Kautschukmischung aufgezeichneten transienten Zylinderdertemperaturen sowie die daraus berechneten transienten Zylinderwandtemperaturen. Die verwendete Einstellung E1 ist Tabelle 10.11 , Seite 146 zu entnehmen.

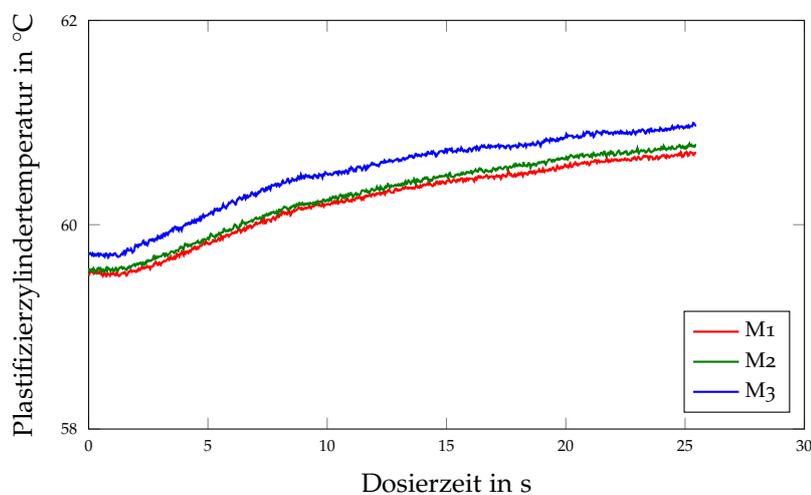


Abbildung A.1: Während des Dosiervorgangs einer SBR-Kautschukmischung am Prüfstand mit Mantelthermoelementen M1-M3 aufgezeichnete Temperaturen im Plastifizierzylinder (Sensorpaket S1, Einstellung E1).

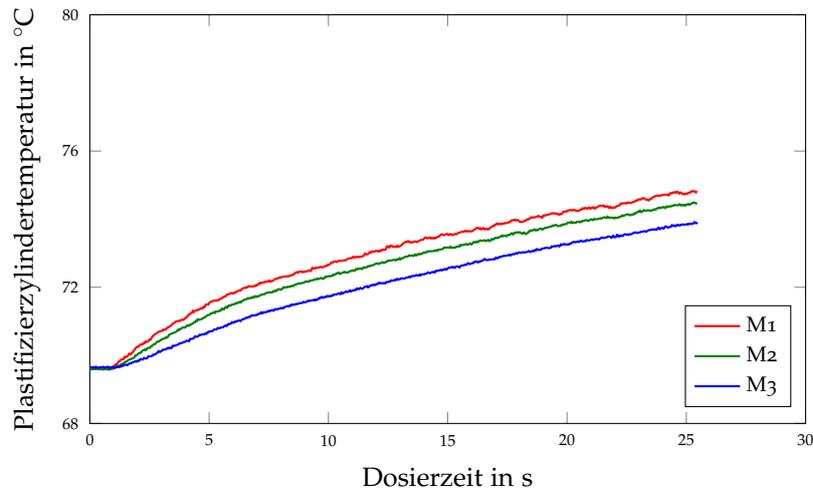


Abbildung A.2: Während des Dosiervorgangs einer SBR-Kautschukmischung am Prüfstand mit Mantelthermoelementen M₁-M₃ aufgezeichnete Temperaturen im Plastifizierzylinder (Sensorpaket S₂, Einstellung E₁).

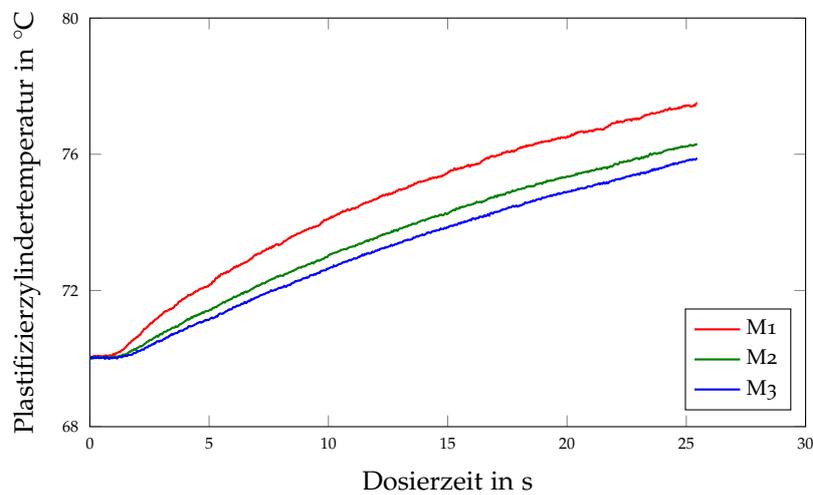


Abbildung A.3: Während des Dosiervorgangs einer SBR-Kautschukmischung am Prüfstand mit Mantelthermoelementen M₁-M₃ aufgezeichnete Temperaturen im Plastifizierzylinder (Sensorpaket S₄, Einstellung E₁).

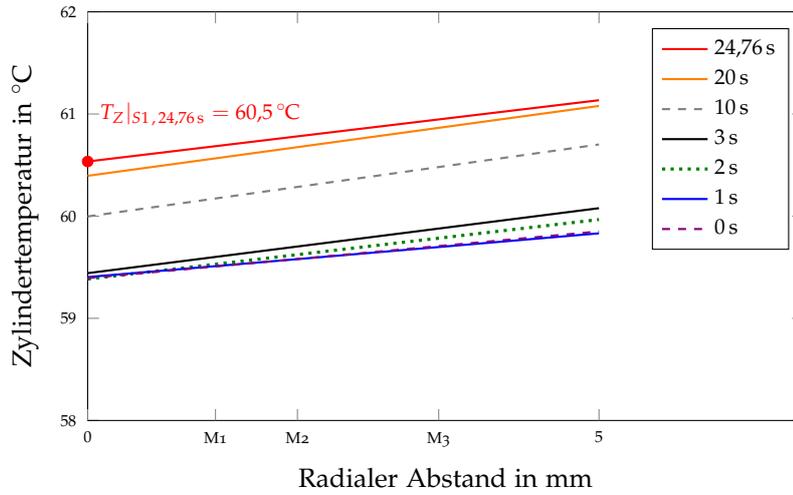


Abbildung A.4: Mit Hilfe einer linearen Regression der gemessenen Temperaturen im Plastifizierzylinder (Mantelthermoelemente M₁-M₃) berechnete transiente Zylinderwandtemperaturen von Sensorpaket S1 für ausgewählte Dosierzeiten (SBR, Einstellung E₁).

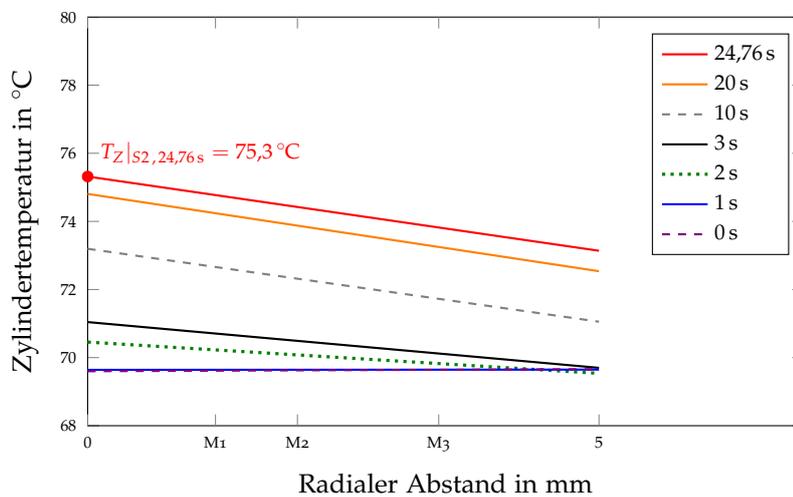


Abbildung A.5: Mit Hilfe einer linearen Regression der gemessenen Temperaturen im Plastifizierzylinder (Mantelthermoelemente M₁-M₃) berechnete transiente Zylinderwandtemperaturen von Sensorpaket S2 für ausgewählte Dosierzeiten (SBR, Einstellung E₁).

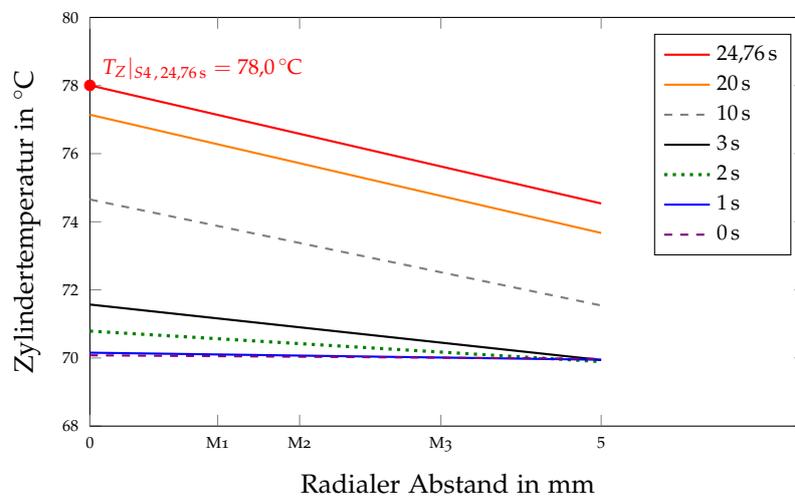


Abbildung A.6: Mit Hilfe einer linearen Regression der gemessenen Temperaturen im Plastifizierzylinder (Mantelthermoelemente M₁-M₃) berechnete transiente Zylinderwandtemperaturen von Sensorpaket S₄ für ausgewählte Dosierzeiten (SBR, Einstellung E₁).

ABBILDUNGSVERZEICHNIS

Abbildung 1.1	Mögliche Einflussfaktoren auf die Qualität von spritzgegossenen Kautschukformteilen.	4
Abbildung 2.1	Bauformen von Spritzeinheiten [153].	10
Abbildung 2.2	Schematische Darstellung axialer Massetemperaturprofile T_M im Schneckenorraum bzw. Speicher einer Kautschukspritzgießmaschine bei Verwendung unterschiedlicher Bauformen von Spritzeinheiten. Temperatur T , Zylindertemperatur T_Z und Dosiervolumen V_D	11
Abbildung 2.3	Einflüsse von Prozessparametern und unterschiedlichen Kautschukmischungen auf das axiale Massetemperaturprofil.	12
Abbildung 2.4	Schematische Darstellung von Strömungsvorgängen im Schneckenkanal. (links) In Kanalrichtung, (Mitte) Normal zum Schneckenkanal (Umlaufströmung), (rechts) Resultierende Wendelströmung. In Anlehnung an [10].	13
Abbildung 2.5	Visualisierung und schematische Darstellung der Umlaufströmung im Schneckenkanal eines Extruders unter Verwendung einer niedrigviskosen EPDM-Kautschukmischung. In Anlehnung an [65, 66].	13
Abbildung 2.6	Modellvorstellungen von Wandgleiten. (links) Coulombsches Wandgleiten, (rechts) Gleitfilm-Modell. In Anlehnung an [14].	15
Abbildung 2.7	Spritzgießprozess ohne und mit Prozessregelung. (links) Konventionelle Herstellung von Elastomerformteilen ohne Prozessregelung, (rechts) Produktionskette mit Prozessoptimierungssoftware JIDOKA P101III. In Anlehnung an [8].	18
Abbildung 2.8	Prozessmodell der Optimierungssoftware JIDOKA P101III zur produktadaptiven Prozessregelung. In Anlehnung an [8].	20
Abbildung 3.1	Aufgaben und Tätigkeiten zur Erreichung der definierten Ziele.	22
Abbildung 4.1	Strukturformeln von ausgewählten Makromolekülen.	26

Abbildung 4.2	Prinzipieller Aufbau eines Furnace-Reaktors. 1 Vorbrennkammer, 2 Mischzone, 3 Reaktionszone, 4 Quench-Zone. In Anlehnung an [41, 159].	27
Abbildung 4.3	Schematischer Ablauf der Rußbildung im Furnace-Verfahren. In Anlehnung an [12].	28
Abbildung 4.4	(links) Aufbau eines Primärrußteilchens mit Defektstellen [41], (rechts) Adsorptionsenergien an der graphithaltigen Schicht sowie an Defektstellen, in Anlehnung an [163], (unten) Funktionelle Gruppen eines Rußpartikels: (a) Aromatische Verbindung, (b) und (c) Carbonat, (d) Carbonsäure, (e) und (f) Lactone, (g) Etherbrücke, (h) zyklische Ether, (i) und (j) zyklische Anhydride, (k) Keton, (l) Phenol, (m) Alkohol, (n) Keten. In Anlehnung an [45].	29
Abbildung 4.5	Funktionelle Gruppen an der Oberfläche eines Kieselsäure-Primärteilchens. In Anlehnung an [13].	32
Abbildung 4.6	Schematische Darstellung der Silanisierungsreaktion unter Verwendung eines bifunktionellen Organosilans. Schritt 1: Kopplung des Organosilans an das Primärteilchen. Schritt 2: Kopplung der Tetrasulfidgruppe an das Polymer während der Vernetzungsreaktion. In Anlehnung an [13, 77]. . .	33
Abbildung 4.7	Schematische Darstellung des Payne-Effekts bei mit Ruß bzw. Kieselsäure verstärkten Elastomeren. Die Verstärkungswirkung durch die Füllstoff-Füllstoff bedingten Wechselwirkungen sind mit $G'_0(\gamma \rightarrow 0) - G'_\infty(\gamma \rightarrow \infty)$ gekennzeichnet.	36
Abbildung 4.8	Schematische Darstellung eines Rußfüllstoffnetzwerkes. In Anlehnung an [110].	36
Abbildung 4.9	Grundarten des Mischens. (links) dispersives Mischen, (Mitte) distributives Mischen, (rechts) laminares Mischen. In Anlehnung an [153].	38
Abbildung 4.10	Wichtige Vertreter von Esterweichmachern mit guten Allzweckeigenschaften. $R = R_1$: Dioctylphthalat, $R = R_2$: Diisononylphtalat, $R = R_3$: Diisodecylphthalat, $R = R_4$: Dibutylphthalat. In Anlehnung an [153].	40
Abbildung 4.11	Übersicht der wichtigsten Beschleunigerklassen für die Schwefelvulkanisation. In Anlehnung an [153].	42

Abbildung 4.12	Schematische Darstellung des Reaktionsablaufes der Schwefel (S)-Beschleuniger (B)-Reaktionen mit Dienkautschuken. In Anlehnung an [128, 153].	42
Abbildung 4.13	Mercaptobenzthiazyl (MBT)-Zinkionen-Komplex mit Amine- und Fettsäurenliganden. In Anlehnung an [153].	43
Abbildung 4.14	Reaktionen des Schwefel-Beschleuniger-Zinkionen-Komplexes mit Allylwasserstoffatomen von Naturkautschuk und Bildung einer Schwefelvernetzungsstelle. In Anlehnung an [153].	43
Abbildung 4.15	Ungesättigte organische Verbindungen zur Stabilisierung und Erhöhung der Ausbeute bei der Peroxidvernetzung.	45
Abbildung 4.16	Schematischer Verlauf der Vernetzungsisothermen einer Kautschukmischung ohne Reversion. In Anlehnung an ISO 6502 [90].	47
Abbildung 5.1	Einfluss des Rußgehalts auf die Viskosität einer Polystyrolschmelze. In Anlehnung an [116].	52
Abbildung 5.2	Schematische Darstellung der Prüfkammer eines typischen Schwingungsrheometers für die Charakterisierung von Kautschukmischungen. In Anlehnung an [132].	53
Abbildung 5.3	Darstellung einer typischen RPA-Probe mit "Radialnuten" an der Oberfläche um Wandgleit-effekte zu minimieren.	54
Abbildung 5.4	Schnittdarstellung der Prüfkammer eines Hochdruck-Kapillarrheometers mit Runddüsenkonfiguration. (1) Prüfkammerkörper, (2) Kanal für das Prüfmedium und zur Kolbenführung, (3) Temperatursensor, (4) Heizung, (5) Drucksensor, (6) Düse mit Rundlochkapillare, (7) Thermoelement, (8) Düsenaufnahme-körper. In Anlehnung an [68, 137].	56
Abbildung 5.5	pvT-Messprinzip. (links) Direkte Methode mittels Kolben, (rechts) Indirekte Methode mit einer einschließenden Flüssigkeit (Quecksilber) als Druckübertragungsmedium. In Anlehnung an [43].	59
Abbildung 5.6	Schematische Darstellung einer Wärmestrom-DSC zur Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität. Proben-temperatur T_P , Referenztemperatur T_R , Wärmestrom vom Ofen zum Proben-tiegel \dot{Q}_P , Wärmestrom vom Ofen zum Referenz-tiegel \dot{Q}_R . In Anlehnung an [43].	60

Abbildung 5.7	Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus zur Charakterisierung der Wärmeleitfähigkeit mit der stationären Guarded Heat Flow Meter Methode. In Anlehnung an [109].	63
Abbildung 5.8	Schematische Darstellung der Messanordnung zur Charakterisierung der Wärmeleitfähigkeit mittels der TLS-Methode. In Anlehnung an [109].	64
Abbildung 5.9	Schematische Darstellung der Messanordnung zur Charakterisierung der Wärmeleitfähigkeit mittels der TPS-Methode. In Anlehnung an [109].	65
Abbildung 5.10	Schematische Darstellung der Messanordnung zur Charakterisierung der Wärmeleitfähigkeit mittels der LFA-Methode. In Anlehnung an [109].	66
Abbildung 6.1	Allgemeines Modell eines Prozesses oder Systems. In Anlehnung an [126].	69
Abbildung 7.1	Schematische Darstellung der technologischen Produkteigenschaften von vernetzten Elastomeren. In Anlehnung an [61].	73
Abbildung 7.2	Optische Beurteilung der Formteile durch Aufschneiden. Erkennbar sind Blasen sowie eine Aufwölbung im Bereich des Angusses einer spritzgegossenen SBR-Kautschummischung nach einer Heizzeit von 250 s.	74
Abbildung 7.3	Schematische Darstellung des modularen Prüfablaufs mittels JIDOKA S101II zur Charakterisierung von statischen sowie dynamischen Kennwerten an realen Formteilen. In Anlehnung an [133].	76
Abbildung 7.4	Schematischer Verlauf der mittels JIDOKA S101II ermittelten statischen C_S und dynamischen Federkonstante C_D sowie des Verlustwinkels δ von EPDM-Prüfplatten in Abhängigkeit von der Heizzeit. In Anlehnung an [151].	77
Abbildung 8.1	Ablaufdiagramm für die mathematisch-physikalische Modellierung der Massetemperatur von Kautschukmischungen während des transienten Dosiervorgangs. Breite des Volumenelementes Δz , Länge des abgewickelten Schneckenkanals Z , Zeitschritt Δt , Dosierzeit t_D	82

Abbildung 8.2 Schematische Darstellung der geometrischen Zusammenhänge einer Förderschnecke. Durchmesser D , Kanalhöhe h , Steigung t , Steigungswinkel φ , Kanalbreite b , axiale Stegbreite e^* , Leckspalt δ . In Anlehnung an [79]. 83

Abbildung 8.3 Schematische Darstellung des ebenen Rinnenmodells. Äußerer Steigungswinkel φ_A sowie Geschwindigkeitskomponenten v_b in Förderrichtung z und normal zum Schneckensteg x . In Anlehnung an [79]. 84

Abbildung 8.4 Idealierte Darstellung des konvektiven Wärmestroms inkl. anschließender Wärmeleitung durch eine zylindrische Wand, wobei die Temperatur im Zylinder mit Hilfe von drei Thermoelementen bestimmt werden kann. Zylinderwandtemperatur T_Z , Grenzschichttemperatur T_{GS} , mittlere Masse-temperatur \bar{T}_M und radiale Abstände R_1 und R_2 zu den Thermoelementen. In Anlehnung an [11]. . 87

Abbildung 8.5 Mögliche Schubspannungsverläufe und dazugehörige Geschwindigkeitsprofile bei der Strömung im Schneckenkanal. Umfangsgeschwindigkeit v_{bz} in Kanalrichtung, Schubspannung τ_z am Schneckengrund und Position des Nulldurchgangs $y = \hat{y}$ bzw. $y = y^*$ der Schubspannung τ_{yz} . In Anlehnung an [10, 153]. 91

Abbildung 8.6 Energiebilanz an einem Volumenelement im Schneckenkanal. In Anlehnung an [11]. 100

Abbildung 8.7 Schematische Darstellung der Vorgehensweise bei der Massetemperaturberechnung unter Berücksichtigung der Massenerhaltung. Mit dem Zeitschritt τ , Druckgradient $\partial p / \partial z$ und mittlere Temperatur \bar{T}_0 der eingezogenen Kautschukmischung. 107

Abbildung 9.1 Messvorrichtung zur Bestimmung der Massetemperatur in der Einspritzkammer. (links) Thermo-lanze mit PTFE-Spitze und verdrehten Thermoleitungen, (rechts) Aufbau an der MAPLAN FIFO-Spritzgießmaschine MTF750/160edition. 112

Abbildung 9.2 3D-Ansicht des Versuchswerkzeuges zur Herstellung von dickwandigen Formteilen (100 x 100 x 15 mm). In Anlehnung an [84]. 115

Abbildung 9.3	Finale Umsetzung des Prüfstandes zur Untersuchung der Massetemperatur während des Dosiervorgangs sowie der Strömungen im Schneckenkanal.	118
Abbildung 9.5	Schnitt durch den Plastifizierzylinder bei Drucksensor P ₁ zur Darstellung der Lage der Drucksensoren bzw. Sensorpakete. Jedes Sensorpaket besteht aus drei Mantelthermoelementen M ₁ -M ₃	119
Abbildung 9.4	Schematische Darstellung des voll sensorierten Plastifizierzylinders sowie des Drosselflansches.	120
Abbildung 9.6	Temperaturmesssteg zur prozessnahen Ermittlung der Temperatur der dosierten Kautschukmischung. Achsensymmetrisch angeordnete Temperaturmesspositionen M (Mitte), L (links) und R (rechts) bestehen aus verdrehten und verlöteten Thermoleitungen Typ K. In Anlehnung an [107].	122
Abbildung 9.7	Coextrudierte Kautschukmischungen für die Visualisierung der Strömungen im Schneckenkanal. (links) CSM, (rechts) EPDM.	126
Abbildung 10.1	Vom Hersteller empfohlener Verlauf des korrigierten Antwortsignals des IR-Detektors zur Auswertung der Temperaturleitfähigkeit α . Maximales Detektorsignal I_{Max} , Probendicke d und Halbwertszeit $t_{1/2}$	136
Abbildung 10.2	Anhand von Voruntersuchungen ermittelte Zeiten zur Aufzeichnung der axialen Massetemperatur in der Einspritzkammer von Messpunkt 1-6.	137
Abbildung 10.3	Nachstellen der Prozessschritte an der Kautschukspritzgießmaschine mit dem Prüfstand. (oben) Zykluszeit, um ein Formteil zu produzieren, (Mitte) nachgestellte Zykluszeit am Prüfstand, (unten) Ermittlung des entsprechenden Staudrucks in Abhängigkeit der verwendeten Einstellung mit Hilfe des Prüfstandes. Staudruck p_{ST} und Druck bei Verwendung der Rückstromsperre p_{RSP} . In Anlehnung an [107].	140
Abbildung 10.4	Gemessene Massetemperatur in der Mitte des Strömungskanals zur Beurteilung der quasi-stationären Versuchsbedingungen. In Anlehnung an [107].	142
Abbildung 10.5	Reproduzierbarkeit der gemessenen Massetemperatur anhand von drei unabhängigen Experimenten. In Anlehnung an [107].	142

Abbildung 10.6 Schematische Darstellung der Auswertung zur Ermittlung der mittleren Breite der Umlaufströmung im Schneckenkanal einer coextrudierten, rot-blauen EPDM-Kautschukmischung. In Anlehnung an [67, 108]. 143

Abbildung 10.7 Reproduzierbarkeit der visualisierten Umlaufströmung im Schneckenkanal anhand von drei unabhängigen Experimenten. Die Mitte des Materialeinzuges befindet sich bei $0 D$. $T_E = 70\text{ }^\circ\text{C}$, $T_P = 70\text{ }^\circ\text{C}$, $n = 80\text{ min}^{-1}$ und $p_{ST} = 35\text{ bar}$. In Anlehnung an [67]. 144

Abbildung 10.8 Modifizierter Kautschukstreifen für die Nachstellung eines in der Industrie oftmals auftretenden Strangabrisses. 148

Abbildung 10.9 Prüfpositionen zur Detektion der lokalen Wärmeleitfähigkeit eines spritzgegossenen Formteils. . . 150

Abbildung 10.10 Messpunkte für die Shore A Härteprüfung. 151

Abbildung 10.11 Entnahmepositionen der DVR-Prüfkörper aus den drei Schichten. 152

Abbildung 10.12 Vorrichtung zur Komprimierung der DVR-Prüfkörper. 152

Abbildung 10.13 Prüfaufbau für die zerstörungsfreie dynamisch-mechanische Charakterisierung direkt am Formteil mit dem Prüfgerät JIDOKA S101II. 153

Abbildung 11.1 Amplitudensweep von CSM bei drei Temperaturen zur Detektion des linear-viskoelastischen Bereiches. Es wurde eine Scheramplitude von $\gamma_0 = 0,2^\circ$ gewählt. 158

Abbildung 11.2 Proben nach der Charakterisierung der komplexen Viskosität am RPA. (links) schwarze Komponente, (Mitte) weiße Komponente, (rechts) 50% Kombination aus der schwarzen und weißen Komponente. 158

Abbildung 11.3 Einfluss des Rußes der schwarz-weißen CSM-Kautschukmischung auf die komplexe Viskosität mit (mV) und ohne (oV) Vorscherung bei $T = 60\text{ }^\circ\text{C}$. Schwarze (S), Weiße (W) und schwarz-weiße (SW) Komponente. 159

Abbildung 11.4 Komplexe Viskosität von CSM mit (mV) und ohne (oV) Vorscherung bei mehreren Prüftemperaturen. 159

Abbildung 11.5	Amplitudensweep von EPDM bei drei Temperaturen zur Detektion des linear-viskoelastischen Bereiches. Es wurde eine Scheramplitude von $\gamma_0 = 0,1^\circ$ gewählt.	160
Abbildung 11.6	Einfluss der blauen (B) bzw. rot-blauen (RB) EPDM-Komponente auf die komplexe Viskosität mit Vorscherung (mV) bei einer Prüftemperatur von $T = 80^\circ\text{C}$	161
Abbildung 11.7	Einfluss der Lagerdauer bei Raumtemperatur auf die komplexe Viskosität mit Vorscherung (mV) von EPDM bei einer Prüftemperatur von $T = 80^\circ\text{C}$	162
Abbildung 11.8	Komplexe Viskosität von EPDM mit (mV) und ohne (oV) Vorscherung bei mehreren Prüftemperaturen.	162
Abbildung 11.9	Komplexe Viskosität von EPDM ohne (oV) Vorscherung bei mehreren Prüftemperaturen.	163
Abbildung 11.10	Komplexe Viskosität von EPDM mit (mV) Vorscherung bei mehreren Prüftemperaturen.	163
Abbildung 11.11	Wandhaften an der Oberfläche der im Schneckenkanal nach dem Dosiervorgang vernetzten rot-blauen EPDM-Kautschukmischung.	164
Abbildung 11.12	Visualisierte Einlaufströmung am HKR beim Durchströmen einer Düse mit der Dimension von $L/D = 30/1$. (links) Wandhaftende NBR-Kautschukmischung [105], (rechts) Wandgleitende rot-grüne EPDM-Kautschukmischung [105].	165
Abbildung 11.13	Amplitudensweep von SBR bei drei Temperaturen zur Detektion des linear-viskoelastischen Bereiches. Es wurde eine Scheramplitude von $\gamma_0 = 0,1^\circ$ gewählt.	165
Abbildung 11.14	Einfluss der Lagerdauer von SBR bei Raumtemperatur auf die komplexe Viskosität mit Vorscherung (mV) bei einer Prüftemperatur von $T = 80^\circ\text{C}$	166
Abbildung 11.15	Komplexe Viskosität von SBR mit (mV) und ohne (oV) Vorscherung bei mehreren Prüftemperaturen.	167
Abbildung 11.16	Amplitudensweep von SBR-1 bei mehreren Temperaturen zur Detektion des linear-viskoelastischen Bereiches. Es wurde eine Scheramplitude von $\gamma_0 = 0,1^\circ$ gewählt. Jede Linienart stellt eine Messung dar.	168

Abbildung 11.17 Komplexe Viskosität von SBR-1 mit (mV) und ohne (oV) Vorscherung bei mehreren Prüftemperaturen. 168

Abbildung 11.18 Komplexe Viskosität mit Vorscherung (RPA) und Scherviskosität (HKR) von SBR-1 bei mehreren Prüftemperaturen. Die Linienarten bzw. Symbole stellen mehrere Messungen dar. 169

Abbildung 11.19 pvT-Verhalten der EPDM-Kautschukmischung. . . 171

Abbildung 11.20 pvT-Verhalten der SBR-Kautschukmischung. . . . 172

Abbildung 11.21 pvT-Verhalten von SBR-1. 173

Abbildung 11.22 Reproduzierbarkeit des pvT-Verhaltens von SBR-1. Die Linienarten stellen die fünf Messungen dar. . 173

Abbildung 11.23 Spezifische Wärmekapazität des ersten Aufheizvorganges (AI-1) als Funktion der Temperatur bei einer Heizrate von 10 K min^{-1} . Entnahme der Proben (1-3) direkt aus der EPDM-Kautschukmischung. 174

Abbildung 11.24 Mittelwerte (MW) der spezifischen Wärmekapazität des ersten (AI-MW) und zweiten (AII-MW) Aufheizvorganges von EPDM als Funktion der Temperatur bei einer Heizrate von 10 K min^{-1} . . . 175

Abbildung 11.25 Spezifische Wärmekapazität von SBR beim ersten Aufheizvorgang (AI) als Funktion der Temperatur bei einer Heizrate von 10 K min^{-1} . Die Entnahme der Proben (1-3) erfolgte direkt aus der SBR-Kautschukmischung. 176

Abbildung 11.26 Schwankungen im ersten Aufheizvorgang (AI) bei der Ermittlung der spezifische Wärmekapazität einer Labormischung (SBR-1). Die Heizrate beträgt 10 K min^{-1} , wobei die Proben (1-5) direkt aus der Kautschukmischung entnommen wurden. 177

Abbildung 11.27 Schwankungen im ersten (AI) und zweiten (AII) Aufheizvorgang bei der Ermittlung der spezifische Wärmekapazität einer Labormischung ohne Vernetzungssystem (SBR-1) bei einer Heizrate von 10 K min^{-1} . Die Entnahme der Proben (1-2) erfolgte direkt aus der Kautschukmischung. 178

- Abbildung 11.28 Probengeometrie zur Bestimmung des Einflusses der Auflagefläche. (oben) Optimierte Probenvorbereitung und Entnahme aus gepressten Prüfplatten. (unten) Direkte Entnahme aus der Kautschukmischung. 179
- Abbildung 11.29 Optimierte Probenvorbereitung führt zu geringen Streuungen ($\Delta c_p < 0,09 \text{ J g}^{-1} \text{ K}^{-1}$) bei der Charakterisierung der spezifischen Wärmekapazität von Kautschukmischungen (SBR-1) bei einer Heizrate von 10 K min^{-1} . Die Entnahme der planparallelen Proben (1-5) erfolgte aus einer bei Raumtemperatur gepressten Prüfplatte. 180
- Abbildung 11.30 Wärmeleitfähigkeit der EPDM-Kautschukmischung von $60 \text{ }^\circ\text{C}$ bis $180 \text{ }^\circ\text{C}$. Transient Plane Source (TPS), Oberfläche (OF), Isotrop (ISO), Dickenrichtung (DR), Guarded Heat Flow Meter (GHF), Laser Flash Analyzer (LFA) und Transient Line Source (TLS). In Anlehnung an [109]. 181
- Abbildung 11.31 Mit der stationären Guarded Heat Flow Meter (GHF)-Methode ermittelte Wärmeleitfähigkeiten der SBR-Kautschukmischung in einem Temperaturbereich von $60 \text{ }^\circ\text{C}$ bis $180 \text{ }^\circ\text{C}$ 184
- Abbildung 11.32 Wärmeleitfähigkeit der SBR-1 Kautschukmischung von $60 \text{ }^\circ\text{C}$ bis $180 \text{ }^\circ\text{C}$. Transient Plane Source (TPS), Oberfläche (OF), Isotrop (ISO), Dickenrichtung (DR), Guarded Heat Flow Meter (GHF), Laser Flash Analyzer (LFA) und Transient Line Source (TLS). In Anlehnung an [109]. 185
- Abbildung 11.33 Einfluss der schwarzen (S), weißen (W) und schwarz-weißen (SW) Komponente sowie einer Lagerungsdauer von 21 Tagen bei Raumtemperatur auf das Vernetzungsverhalten der coextrudierten CSM-Kautschukmischung bei $T_V = 150 \text{ }^\circ\text{C}$. Referenz ist SW. 187
- Abbildung 11.34 Ermittlung des Vernetzungsverhalten von EPDM bei $180 \text{ }^\circ\text{C}$ durch drei Labore. Wandgleiteffekte während der RPA-Messung bedingt durch unterschiedliche Folienmaterialien. 188
- Abbildung 11.35 Zeitlicher Verlauf des SBR-Vernetzungsgrades bei mehreren Temperaturen. 189

Abbildung 11.36 Zeitlicher Verlauf des Vernetzungsgrades von SBR-1 bei mehreren Temperaturen und je fünf Messungen an jeweils neuen Proben. 189

Abbildung 12.1 Axiales Massetemperaturprofil in der Einspritzkammer nach dem Dosieren von 750 cm³ einer nicht vernetzenden SBR-Kautschukmischung. 80-80-92 steht für T_E - T_P - n , mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_P und der Schneckendrehzahl n . Messdaten (Symbole), Regressionsmodell (DoE). . 191

Abbildung 13.1 Schnittbilder der durchgeführten Heizzeitreihe zur Ermittlung der erforderlichen Vulkanisationszeit bei gegebenen Prozessparametern. 196

Abbildung 14.1 Einfluss der Schneckendrehzahl auf die axiale Massetemperatur von CSM. 80-80-70-20 entspricht T_E - T_P - n - p_{ST} , mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_P , der Schneckendrehzahl n und dem Staudruck p_{ST} 198

Abbildung 14.2 Einfluss von Prozessparametern auf die axiale Massetemperatur von EPDM. 60-60-70-20 entspricht T_E - T_P - n - p_{ST} , mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_P , der Schneckendrehzahl n und dem Staudruck p_{ST} . In Anlehnung an [67, 108]. 199

Abbildung 14.3 Vergleich der Massetemperaturverläufe von CSM und EPDM. 80-80-70-20 entspricht T_E - T_P - n - p_{ST} , mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_P , der Schneckendrehzahl n und dem Staudruck p_{ST} . In Anlehnung an [107]. 200

Abbildung 14.4 Einfluss der Schneckendrehzahl auf das axiale Massetemperaturprofil von SBR. 60-70-80-50 entspricht T_E - T_P - n - p_{ST} , mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_P , der Schneckendrehzahl n und dem Staudruck p_{ST} 201

- Abbildung 14.5 Einfluss von Prozessparametern auf die axiale Massetemperatur von SBR-1. 60-70-70-0 entspricht T_E - T_P - n - p_{ST} , mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_P , der Schneckendrehzahl n und dem Staudruck p_{ST} 202
- Abbildung 14.6 Einfluss der Schneckendrehzahl n auf die Umlaufströmung im Schneckenkanal. Die Mitte des Materialeinzuges befindet sich bei 0 D, mit dem Schneckendurchmesser D . $T_E = 80^\circ\text{C}$, $T_P = 80^\circ\text{C}$ und 70-20 entspricht n - p_{ST} , mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_P und dem Staudruck p_{ST} . In Anlehnung an [106]. 203
- Abbildung 14.7 Visualisierung der Umlaufströmung im Schneckenkanal. Die Angabe der Position (z. B. 8 D) entspricht der Länge des abgewickelten Schneckenkanals in Vielfachen vom Schneckendurchmesser D . (links) CSM, (Mitte) CSM, (rechts) EPDM. 80-80-90-20 entspricht T_E - T_P - n - p_{ST} , mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_P , der Schneckendrehzahl n und dem Staudruck p_{ST} . [67, 106, 108]. 204
- Abbildung 14.8 Gegenüberstellung der Umlaufströmungen von EPDM [67] und CSM [106] bei gleichen Prozessparametern. Die Mitte des Materialeinzuges befindet sich bei 0 D, mit dem Schneckendurchmesser D . $T_E = 80^\circ\text{C}$, $T_P = 80^\circ\text{C}$ und 70-20 entspricht n - p_{ST} , mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_P , der Schneckendrehzahl n und dem Staudruck p_{ST} . . . 206
- Abbildung 14.9 Berechnete Dosierparameter während des Dosiervorgangs von SBR-1. $T_E = 60^\circ\text{C}$, $T_P = 70^\circ\text{C}$ und 70-0 entspricht n - p_{ST} , mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_P , der Schneckendrehzahl n und dem Staudruck p_{ST} 207
- Abbildung 14.10 Detektion eines Strangabbrisses mit dem Dosierparameter bei der Zentralpunkteinstellung (SBR-1). . 208

Abbildung 15.1 Statische und dynamische Kennwerte von gepressten Prüfplatten aus einer fabrikneuen und einer für 125 Tage bei Raumtemperatur gelagerten SBR-Kautschukmischung in Abhängigkeit der Heizzeit. Statische (C_S) und dynamische (C_D) Federkonstante sowie Verlustwinkel δ [104]. 210

Abbildung 15.2 Druckverformungsrest (DVR) von gepressten Prüfplatten aus einer fabrikneuen und einer für 125 Tage bei Raumtemperatur gelagerten sowie Härte nach Shore A von gepressten Prüfplatten aus einer fabrikneuen SBR-Kautschukmischung in Abhängigkeit der Heizzeit [104]. 211

Abbildung 16.1 Lokaler Druckverformungsrest als Funktion der Heizzeit (Einstellung E1). 214

Abbildung 16.2 Einfluss unterschiedlicher Massetemperaturen am Ende des Dosiervorgangs auf den lokalen Druckverformungsrest als Funktion der Heizzeit. Einstellung E1 ($n = 80 \text{ min}^{-1}$, geringere Massetemperatur am Ende des Dosiervorgangs) und Einstellung E2 ($n = 120 \text{ min}^{-1}$, höhere Massetemperatur am Ende des Dosiervorgangs), mit der Schnecken-drehzahl n 215

Abbildung 16.3 Gemittelter Druckverformungsrest (DVR) sowie Verlustwinkel δ als Funktion der Heizzeit von Einstellung E1 ($n = 80 \text{ min}^{-1}$, geringere Massetemperatur am Ende des Dosiervorgangs), mit der Schneckendrehzahl n 216

Abbildung 16.4 Gegenüberstellung des Verlustwinkels der mit Einstellung E1 und E2 produzierten Formteile. Einstellung E1 ($n = 80 \text{ min}^{-1}$, geringere Massetemperatur am Ende des Dosiervorgangs) und Einstellung E2 ($n = 120 \text{ min}^{-1}$, höhere Massetemperatur am Ende des Dosiervorgangs), mit der Schneckendrehzahl n 217

Abbildung 17.1 Wärmeleitfähigkeit λ einer gepressten SBR-Prüfplatte als Basis für die Beurteilung der lokalen Unterschiede in der Wärmeleitfähigkeit eines spritzgegossenen SBR-Formteils. Charakterisierung von λ mit Hilfe der Guarded Heat Flow Meter-Methode.221

- Abbildung 17.2 Mit Hilfe von SIGMASOFT® v5.3 simulierte Strömungsverteilung während der Füllphase eines dickwandigen Formteils. Schnitt durch die Mitte des Angusses. Kavitätentemperierung mit Hilfe von Heizpatronen (160 °C), Startmassetemperatur $T_M = 80$ °C, Volumenstrom $\dot{V} = 18,75$ cm³ s⁻¹, Wärmeleitfähigkeiten: Stahl $\lambda_S = 30$ W m⁻¹ K⁻¹, Kautschuk $\bar{\lambda}_{FT} = 0,368$ W m⁻¹ K⁻¹, Wärmeübergangskoeffizienten: Stahl und Stahl von 800 W m⁻² K⁻¹, Heizpatronen und Stahl von 10 kW m⁻² K⁻¹ sowie Stahl und Kautschuk von 800 W m⁻² K⁻¹. 221
- Abbildung 17.3 Mit Hilfe von SIGMASOFT® v5.3 simulierte Temperaturverteilung des Versuchswerkzeuges [84] vor Beginn des Einspritzvorgangs. (oben) Schnittdarstellung durch die Mitte des Anspritzpunktes. (links unten) Düsenseitige Oberflächentemperatur der Kavität. (rechts unten) Schließseitige Oberflächentemperatur der Kavität. Düsenseitige Fluidtemperierung (80 °C), Schließseitige Beheizung mittels Heizpatronen (160 °C), Wärmeleitfähigkeit des Stahles $\lambda_S = 30$ W m⁻¹ K⁻¹, Wärmeübergangskoeffizient zwischen Stahl und Stahl von 800 W m⁻² K⁻¹ und zwischen Heizpatronen und Stahl von 10 kW m⁻² K⁻¹. 222
- Abbildung 18.1 Während des Dosiervorgangs einer SBR-Kautschukmischung am Prüfstand aufgezeichnete Drücke P2-P4 (Einstellung E1). 223
- Abbildung 18.2 Mit Hilfe einer linearen Regression der gemessenen Drücke (Drucksensoren P1-P4) berechnete transiente Druckgradienten $\partial p/\partial z$ im abgewickelten Schneckenkanal für ausgewählte Dosierzeiten t_D (SBR, Einstellung E1). Die Mitte des Einzugs befindet sich bei 0 m. 224
- Abbildung 18.3 Während des Dosiervorgangs einer SBR-Kautschukmischung am Prüfstand mit Mantelthermoelementen M1-M3 aufgezeichnete Temperaturen im Plastifizierzylinder (Sensorpaket S3, Einstellung E1). 225
- Abbildung 18.4 Mit Hilfe einer linearen Regression der gemessenen Temperaturen im Plastifizierzylinder (Mantelthermoelemente M1-M3) berechnete transiente Zylinderwandtemperaturen von Sensorpaket S3 für ausgewählte Dosierzeiten (SBR, Einstellung E1). 226

Abbildung 18.5 Verlauf der berechneten transienten Grenzschichttemperaturen T_{GS} als Funktion der Länge des abgewickelten Schneckenkanals während des Dosierens einer SBR-Kautschukmischung (Einstellung E1). Position der Sensorpakete S1-S4 im Plastifizierzylinder. Die Mitte des Einzugs befindet sich bei 0 m. Ende des Materialeinzugs bei Z_E , Beginn der Fluidtemperierung (Öl) des Plastifizierzylinders bei Z_{FT} und Lage des Heizbandes zwischen Z_E und Z_{FT} 227

Abbildung 18.6 Experimentell am Prüfstand ermittelte (Gemessen) versus mit dem Prozessmodell simulierte mittlere Massetemperatur (SBR, Einstellung E1) ohne und mit Umlaufströmung (US). 228

Abbildung 18.7 Schergeschwindigkeiten im letzten Volumenelement in x- und z-Richtung am Ende des Dosiervorgangs (SBR, Einstellung E1). 229

Abbildung 18.8 Einfluss der mit Hilfe der Sensorpakete S1-S4 berechneten Temperatur in der Mitte des Einzugs $\bar{T}_0 = 50\text{ °C}$ sowie naheliegender Startmasstemperaturen von $\bar{T}_0 = T_P = 60\text{ °C}$ und $\bar{T}_0 = 25\text{ °C}$ auf die mit dem Prozessmodell simulierten Massetemperaturprofile (SBR, Einstellung E1). Blaustrichlierte Linie stellt die Massetemperatur des vorherigen Zyklus dar. 230

Abbildung 18.9 Gegenüberstellung der simulierten und gemessenen Massetemperaturen von SBR-1. Einstellung 60-70-70-0 entspricht $T_E-T_P-n-p_{ST}$, mit der Temperatur des Materialeinzuges T_E , der Temperatur des Plastifizierzylinders T_P , der Schneckendrehzahl n und dem Staudruck p_{ST} . Startmasstemperatur \bar{T}_0 wurde mit Hilfe der Sensorpakete S1-S4 berechnet. 231

Abbildung A.1 Während des Dosiervorgangs einer SBR-Kautschukmischung am Prüfstand mit Mantelthermoelementen M1-M3 aufgezeichnete Temperaturen im Plastifizierzylinder (Sensorpaket S1, Einstellung E1).243

Abbildung A.2 Während des Dosiervorgangs einer SBR-Kautschukmischung am Prüfstand mit Mantelthermoelementen M1-M3 aufgezeichnete Temperaturen im Plastifizierzylinder (Sensorpaket S2, Einstellung E1).244

- Abbildung A.3 Während des Dosiervorgangs einer SBR-Kautschukmischung am Prüfstand mit Mantelthermoelementen M₁-M₃ aufgezeichnete Temperaturen im Plastifizierzylinder (Sensorpaket S₄, Einstellung E₁).[244](#)
- Abbildung A.4 Mit Hilfe einer linearen Regression der gemessenen Temperaturen im Plastifizierzylinder (Mantelthermoelemente M₁-M₃) berechnete transiente Zylinderwandtemperaturen von Sensorpaket S₁ für ausgewählte Dosierzeiten (SBR, Einstellung E₁).[245](#)
- Abbildung A.5 Mit Hilfe einer linearen Regression der gemessenen Temperaturen im Plastifizierzylinder (Mantelthermoelemente M₁-M₃) berechnete transiente Zylinderwandtemperaturen von Sensorpaket S₂ für ausgewählte Dosierzeiten (SBR, Einstellung E₁).[245](#)
- Abbildung A.6 Mit Hilfe einer linearen Regression der gemessenen Temperaturen im Plastifizierzylinder (Mantelthermoelemente M₁-M₃) berechnete transiente Zylinderwandtemperaturen von Sensorpaket S₄ für ausgewählte Dosierzeiten (SBR, Einstellung E₁).[246](#)

TABELLENVERZEICHNIS

Tabelle 4.1	Hauptbestandteile einer schwefelvernetzenden Naturkautschukmischung in Abhängigkeit des geforderten Eigenschaftsprofils [153].	25
Tabelle 4.2	Verfahren und Rohstoffe für die Herstellung von Kieselsäuren und Silikaten. In Anlehnung an [153].	31
Tabelle 4.3	Mono- und bifunktionelle organische Silane und deren Anwendung. In Anlehnung an [153].	34
Tabelle 9.1	Übersicht über die technische Ausstattung.	113
Tabelle 9.2	Radiale Abstände der Mantelthermoelemente im Plastifizierzylinder (Innendradius von 16 mm) für die indirekte Ermittlung der Zylinderwandtemperatur.	121
Tabelle 9.3	Abstände der verdrillten und verlöteten Thermoleitungen Typ K im Temperaturmesssteg zur Detektion der Massetemperatur.	123
Tabelle 9.4	Prinzipielle Zusammensetzungen der untersuchten und industriell hergestellten Kautschukmischungen.	125
Tabelle 10.1	Parameter für die Ermittlung der komplexen Viskosität am Rubber Prozess Analyser D-MDR3000.	130
Tabelle 10.2	Parameter für die Ermittlung der Scherviskosität am HKR.	131
Tabelle 10.3	Parameter für die Ermittlung des pvT-Verhaltens.	132
Tabelle 10.4	Parameter für die Ermittlung der spezifischen Wärmekapazität.	133
Tabelle 10.5	Prüfgeräte und erforderliche Probengeometrien zur Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit.	134
Tabelle 10.6	Gewählte Faktoren und betrachtete Stufen des DoEs zur Detektion der axialen Massetemperatur in der Einspritzkammer nach dem Dosieren von 750 cm ³	137
Tabelle 10.7	Prozesseinstellungen zur Durchführung der Heizzeitreihe mit der SBR-Kautschukmischung.	139
Tabelle 10.8	Repräsentative Prozesseinstellung für die Ermittlung des quasi-stationären Zustandes bei der Ermittlung der axialen Massetemperatur einer EPDM-Kautschukmischung.	141

Tabelle 10.9	Versuchsparameter zur Detektion des Einflusses der Schneckendrehzahl auf das axiale Massetemperaturprofil bei Einsatz der CSM-Kautschukmischung.	145
Tabelle 10.10	Versuchsparameter eines vollfaktoriellen DoEs inkl. Zentralpunkt zur Detektion der Einflüsse von Prozessparametern auf das axiale Massetemperaturprofil bei Einsatz der EPDM-Kautschukmischung.	145
Tabelle 10.11	Versuchsparameter zur Detektion des Einflusses der Schneckendrehzahl auf das axiale Massetemperaturprofil bei Einsatz der SBR-Kautschukmischung.	146
Tabelle 10.12	Versuchsparameter eines vollfaktoriellen DoEs inkl. Zentralpunkt zur Detektion der Einflüsse von Prozessparametern auf das axiale Massetemperaturprofil bei Einsatz von SBR-1.	146
Tabelle 10.13	Versuchsparameter zur Ermittlung des Einflusses der Schneckendrehzahl auf die Ausbildung der Umlaufströmung im Schneckenkanal bei Verwendung der CSM-Kautschukmischung.	147
Tabelle 10.14	Versuchsparameter zur Herstellung von gepressten Prüfplatten.	148
Tabelle 10.15	Definierte Vulkanisationszeiten für die Produktion von SBR-Formteilen.	149
Tabelle 10.16	Eingesetzte Prüparameter für die statische und dynamische Analyse mit dem Prüfgerät JIDOKA S101II	154
Tabelle 11.1	Modellparameter von SBR zur Beschreibung der komplexen Viskosität mit dem Ostwald-deWale Modell und dem Temperaturverschiebungsfaktor nach Arrhenius.	167
Tabelle 11.2	Modellparameter von SBR-1 zur Beschreibung der komplexen Viskosität mit dem Ostwald-deWale Modell und dem Temperaturverschiebungsfaktor nach Arrhenius.	170
Tabelle 11.3	Probenmassen der direkt aus der Labormischung entnommenen Proben zur Ermittlung der spezifischen Wärmekapazität.	176
Tabelle 11.4	Probenmassen der direkt aus der Labormischung ohne Vernetzungssystem entnommenen Proben zur Ermittlung der spezifischen Wärmekapazität.	177

Tabelle 11.5	Probenmassen der optimierten Probenherstellung zur Ermittlung der spezifischen Wärmekapazität.	179
Tabelle 11.6	Gegenüberstellung der mittleren Wärmeleitfähigkeiten ($\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$) und Standardabweichungen (%) von EPDM.	183
Tabelle 11.7	Gegenüberstellung der mittleren Wärmeleitfähigkeiten ($\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$) und Standardabweichungen (%) von SBR-1.	186
Tabelle 12.1	Modellkoeffizienten des Regressionsmodells zur Berechnung der axialen Massetemperatur in der Einspritzkammer.	193
Tabelle 13.1	Prozesszeiten zur Herstellung von spritzgegossenen SBR-Formteilen.	195
Tabelle 14.1	Modellkoeffizienten des Regressionsmodells zur mathematischen Beschreibung des Dosierparameters. $R^2 = 0,99$	207
Tabelle 15.1	Mit Hilfe einer Kalibrierfeder aus Stahl ermittelte Reproduzierbarkeit der statischen (C_S) und dynamischen (C_D) Federkonstanten sowie des Verlustwinkels δ . Maximale Abweichung des Mittelwerts von 30 durchgeführten Messungen [104].	209

VERWENDETE ABKÜRZUNGEN

AI	erster Aufheizvorgang bei der DSC-Messung
AII	zweiter Aufheizvorgang bei der DSC-Messung
B	blau
BR	Butadien-Kautschuk
CAS	Computerunterstützte Automatisierungssysteme GmbH & Co. KG
CCD	Central-Composite Design
CSM	chlorsulfoniertes-Polyethylen
CR	Chloropren-Kautschuk
DCP	Dicumylperoxid
DMA	dynamisch-mechanische Analyse
DoE	Design of Experiment
DR	Dickenrichtung
DSC	Differential Scanning Calorimeter
DVR	Druckverformungsrest
E ₁	Einstellung 1
E ₂	Einstellung 2
EDMA	Ethylenglycoldimethacrylat
EPDM	Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk
FIFO	First-In First-Out
FILO	First-In Last-Out
FT	Formteil
Gew.	Gewicht
GHF	Guarded Heat Flow Meter

GP	gepresste Platte
HKR	Hochdruck-Kapillarrheometer
HNBR	hydrierter Acrylnitril-Butadien-Kautschuk
IR	Infrarot
IRHD	International Rubber Hardness Degree
ISO	Isotrop
K-BKZ	Kaye-Bernstein-Kearsley-Zapas
KS	Kieselsäure
L	Liganden
L	links
LFA	Transient Laser Flash
M ₁	wandnahes Mantelthermoelement im Plastifizierzylinder je Sensorpaket S
M ₂	Mantelthermoelement im Plastifizierzylinder je Sensorpaket S
M ₃	wandfernes Mantelthermoelement im Plastifizierzylinder je Sensorpaket S
M	Mitte
mV	mit Vorscherung
MW	Mittelwert
NBR	Acrylnitril-Butadien-Kautschuk
NMR	Kernspinresonanzmethode, im englischen als <i>Nuclear Magnetic Resonance</i> bezeichnet
NR	Naturkautschuk
OF	Oberfläche
OFAT	One-Factor-At-a-Time
oV	ohne Vorscherung
P ₁	Bezeichnung des Drucksensors im Plastifizierzylinder in der Nähe des Einzuges

P ₂	Bezeichnung des Drucksensors im Plastifizierzylinder
P ₃	Bezeichnung des Drucksensors im Plastifizierzylinder
P ₄	Bezeichnung des Drucksensors im Plastifizierzylinder in der Nähe der Schneckenspitze
phr	parts per hundred rubber
p _v T	Beziehung zwischen Druck p , spezifischem Volumen v und Temperatur T
R	rechts
R	rot
RB	rot-blau
RPA	Rubber Process Analyzer
S ₁	Bezeichnung des Sensorpakets im Plastifizierzylinder in der Nähe des Einzuges
S ₂	Bezeichnung des Sensorpakets im Plastifizierzylinder
S ₃	Bezeichnung des Sensorpakets im Plastifizierzylinder
S ₄	Bezeichnung des Sensorpakets im Plastifizierzylinder in der Nähe der Schneckenspitze
S ₈	Schwefel
SW	schwarz-weiß
S	schwarz
SBR	Styrol-Butadien-Kautschuk
SBR-1	Styrol-Butadien-Kautschuk
SKS	silanisierte Kieselsäure
Q	Silikon-Kautschuk
SBR	Styrol-Butadien-Kautschuk
TAC	Triallylcyanurat
TESPT	Bis(triethoxysilylpropyl)tetrasulfid
TLS	Transient Line Source

TPS	Transient Plane Source
US	Umlaufströmung
W	weiß
Z	Zylinder

VERWENDETE SYMBOLE

a	Temperaturleitfähigkeit	$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$
a_T	Temperaturverschiebungsfaktor	-
\bar{A}_D	mittlere Dosierarbeit	J
b	Kanalbreite	m
b^*	axiale Kanalbreite	m
C	Federkonstante	N mm^{-1}
c	Konzentration	mol cm^{-3}
C_0	Modellkoeffizient eines DoEs	$^\circ\text{C}$
C_0	Modellkoeffizient eines DoEs	$\text{J cm}^{-3} \text{s}$
C_D	dynamische Federkonstante	N mm^{-1}
c_L	longitudinale Schallgeschwindigkeit	m s^{-1}
c_p	spezifische Wärmekapazität bei konstantem Druck	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$
c_R	spezifische Wärmekapazität der Referenzsubstanz	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$
C_S	statische Federkonstante	N mm^{-1}
c_t	Vernetzungsdichte zur Zeit t	mol cm^{-3}
c_v	spezifische Wärmekapazität bei konstantem Volumen	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$
c_∞	maximal mögliche Vernetzungsdichte	mol cm^{-3}
D	Schneckendurchmesser	m
D	Kanaldurchmesser	m
d	Probendicke	m
d	Durchmesser	m
D_{MZ}	Durchmesser des Materialzylinders des HKRs	m
e^*	axiale Stegbreite	m

E_A	Aktivierungsenergie	J mol^{-1}
E_D	im Volumenelement dissipierte Energie	W
f	Frequenz	Hz
F_a	minimal übertragene Schubkraft	N
F_S	übertragene Schubkraft	N
F_t	übertragene Schubkraft zur Zeit t	N
F_V	Vorspannkraft	N
F_∞	übertragene Schubkraft nach unendlicher Zeit	N
G'	Speichermodul	Pa
G'_0	Speichermodul bei keiner Deformation	Pa
G'_{0-KS}	Speichermodul eines Kautschuks mit Kieselsäure	Pa
G'_{0-SKS}	Speichermodul eines Kautschuks mit silanisierter Kieselsäure	Pa
G''	Verlustmodul	Pa
G'_∞	Speichermodul bei unendlicher Deformation	Pa
h	Kanalhöhe	m
h_0	Ausgangshöhe der DVR-Probe	mm
h_E	Höhe der DVR-Probe nach Entlastung	mm
h_K	Komprimierte Höhe der DVR-Probe	mm
i	Anzahl der geförderten Volumenelemente pro Zeitschritt	-
K	Reaktionsgeschwindigkeit	s^{-1}
K	Konsistenz	Pa s^n
k	RPA-spezifischer Gerätefaktor	-
K_0	Reaktionsgeschwindigkeit bei Referenztemperatur	s^{-1}
K_1	Modellparameter des Schmidt-Modells	$\text{Pa cm}^3 \text{g}^{-1}$
K_{1D}	korrigierte Konsistenz	Pa s^n
K_2	Modellparameter des Schmidt-Modells	$\text{Pa cm}^3 \text{g}^{-1} \text{K}^{-1}$

K_3	Modellparameter des Schmidt-Modells	Pa
K_4	Modellparameter des Schmidt-Modells	Pa
K_5	Modellparameter des Schmidt-Modells	$\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$
K_6	Modellparameter des Schmidt-Modells	K^{-1}
K_7	Modellparameter des Schmidt-Modells	K^{-1}
\bar{K}_{1D}	korrigierte gemittelte Konsistenz	Pa s^n
L	Länge	m
L	Länge der Förderschnecke	m
m	Masse	kg
m	reziproker Fließindex	-
M_D	Dosiermoment	N m
m_P	Masse der Probe	kg
m_R	Masse der Referenz	kg
n	Fließindex	-
n	Reaktionsordnung	-
n	Schneckendrehzahl	min^{-1}
p	Druck	Pa
P_D	Dosierleistung	W
p_E	Einlaufdruck	Pa
P_H	hydraulische Leistung	W
P_M	mechanische Leistung	W
p_{RSP}	Druck im Plastifizierzylinder bei Verwendung der Rückstromsperre	Pa
p_{ST}	Staudruck	Pa
\dot{q}	Wärmestrom	W m^{-2}
\dot{Q}_0	Wärmeinhalt der Masse pro Zeiteinheit bei Eintritt in das Kontrollvolumen	W
\dot{Q}_1	Wärmeinhalt der Masse pro Zeiteinheit bei Austritt aus dem Kontrollvolumen	W
\dot{q}_K	konvektiver Wärmestrom	W m^{-2}

\dot{Q}_S	gesamter Wärmestrom in die Förderschnecke	W
\dot{q}_S	eintretender Wärmestrom pro Flächeneinheit in die Förderschnecke	W m^{-2}
\dot{Q}_Z	gesamter Wärmestrom in den Zylinder	W
\dot{q}_Z	eintretender Wärmestrom pro Flächeneinheit in den Zylinder	W m^{-2}
R	Radius	m
R^2	Bestimmtheitsmaß	-
R_G	universelle Gaskonstante	$\text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1}$
S	Scorch-Index	-
S^*	komplexes übertragenes Drehmoment	N m
S'	elastischer Anteil des komplexen Drehmoments	N m
S''	viskoser Anteil des komplexen Drehmoments	N m
t	Steigung	m
T	Temperatur	$^{\circ}\text{C}$
t	Zeit	s
T_0	Referenztemperatur	K
$t_{1/2}$	Halbwertszeit	s
t_D	Dosierzeit	s
T_E	Temperatur des Materialeinzuges	$^{\circ}\text{C}$
T_{EK}	Temperatur der Einspritzkammer	$^{\circ}\text{C}$
T_g	Glasübergangstemperatur	$^{\circ}\text{C}$
T_{GS}	Grenzschichttemperatur	$^{\circ}\text{C}$
T_{GS0}	Grenzschichttemperatur am Beginn des Volumenelementes	$^{\circ}\text{C}$
T_{GS1}	Grenzschichttemperatur am Ende des Volumenelementes	$^{\circ}\text{C}$
t_i	Inkubationszeit	s
t_{i0}	Inkubationszeit bei Referenztemperatur	s
T_M	Massetemperatur	$^{\circ}\text{C}$

T_P	Plastifizierzylindertemperatur	$^{\circ}\text{C}$
T_V	Vulkanisationstemperatur	$^{\circ}\text{C}$
t_V	Vulkanisationszeit	s
T_Z	Zylindertemperatur	$^{\circ}\text{C}$
\bar{T}	mittlere Temperatur	$^{\circ}\text{C}$
\bar{T}_0	Temperatur der eingezogenen Kautschukmischung	$^{\circ}\text{C}$
\bar{T}_M	mittlere Massetemperatur	$^{\circ}\text{C}$
v	spezifisches Volumen	$\text{cm}^3 \text{g}^{-1}$
v_b	Umfangsgeschwindigkeit	m s^{-1}
v_{bx}	Umfangsgeschwindigkeit in x-Richtung	m s^{-1}
v_{bz}	Umfangsgeschwindigkeit in z-Richtung	m s^{-1}
V_D	Dosiervolumen	$\text{cm}^3 \text{s}^{-1}$
v_x	Geschwindigkeit in x-Richtung	m s^{-1}
v_z	Geschwindigkeit in z-Richtung	m s^{-1}
v_{zS}	Geschwindigkeit in z-Richtung unterhalb des Nulldurchgangs der Schergeschwindigkeit	m s^{-1}
v_{zZ}	Geschwindigkeit in z-Richtung oberhalb des Nulldurchgangs der Schergeschwindigkeit	m s^{-1}
\bar{v}_z	mittlere Geschwindigkeit in z-Richtung	m s^{-1}
\dot{V}	Volumenstrom	$\text{m}^3 \text{s}^{-1}$
\dot{V}_D	Druckvolumenstrom	$\text{m}^3 \text{s}^{-1}$
\dot{V}_H	Volumenstrom des hydraulischen Systems	$\text{m}^3 \text{s}^{-1}$
\dot{V}_I	Volumenstrom in z-Richtung	$\text{m}^3 \text{s}^{-1}$
\dot{V}_{II}	Volumenstrom in x-Richtung	$\text{m}^3 \text{s}^{-1}$
\dot{V}_N	Volumenstrom für newtonschen Flüssigkeiten	$\text{m}^3 \text{s}^{-1}$
\dot{V}_S	Schleppvolumenstrom	$\text{m}^3 \text{s}^{-1}$
X	Vernetzungsgrad	-
x	Koordinate	m
X_D	Dosierparameter	$\text{J cm}^{-3} \text{s}$
Y	dimensionslose y-Koordinate	-

y	Koordinate	m
y^*	Nulldurchgang der Schubspannung	m
\hat{y}	Nulldurchgang der Schubspannung	m
Z	Länge des abgewickelten Schneckenkanals	m
z	Koordinate	m
Z_E	halbe abgewickelte Breite des Materialeinzugs	m
Z_{FT}	Beginn der Fluidtemperierung des Plastifizierzylinders	m
$\partial p/\partial x$	Druckgradient in x-Richtung	Pa m^{-1}
$\partial p/\partial z$	Druckgradient in z-Richtung	Pa m^{-1}
Δc_p	Differenz der spezifischen Wärmekapazität	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$
Δl	Längenänderung	m
Δp	Druckdifferenz	Pa
Δt	Zeitschritt	s
ΔT	Temperaturdifferenz	K
Δt_D	Differenz in der Dosierzeit	K
ΔV	Volumenelement	m^3
Δz	Breite des Volumenelementes	m
Π	dimensionsloser Druckgradient	-
Φ	Füllgrad	phr
Φ	Fluidität	$\text{Pa}^{-m} \text{s}^{-1}$
Φ'	Wärmestrom	W m^{-1}
α	Winkel	°
α	Volumetrischer thermischer Ausdehnungskoeffizient	K^{-1}
α_{IR}	Absorptionskoeffizient	-
α_Z	Wärmeübergangskoeffizient des Zylinders	$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$
β	Öffnungswinkel	°

γ	Deformation	%
γ	Deformation	°
γ_0	Scheramplitude bei geringer Deformation	°
γ_D	dispersive Oberflächenenergie	J m^{-2}
γ_O	Oberflächenenergie	J m^{-2}
γ_{Sp}	spezifische (polare) Oberflächenenergie	J m^{-2}
$\dot{\gamma}$	Schergeschwindigkeit	s^{-1}
$\dot{\gamma}_S$	scheinbare Schergeschwindigkeit	s^{-1}
$\dot{\gamma}_x$	Schergeschwindigkeit in x-Richtung	s^{-1}
$\dot{\gamma}_z$	Schergeschwindigkeit in z-Richtung	s^{-1}
δ	Breite der Grenzschicht	m
δ	Leckspalt	m
δ	Phasen- oder Verlustwinkel	°
η	Viskosität	Pa s
η^*	komplexe Viskosität	Pa s
η_{1D}	Viskosität bei einer eindimensionalen Betrachtung (z-Richtung)	Pa s
η_{2D}	Viskosität bei einer zweidimensionalen Betrachtung (x- und z-Richtung)	Pa s
η_{eff}	effektive Viskosität	Pa s
η_{HM}	Wirkungsgrad des Hydromotors	-
η_S	scheinbare Viskosität	Pa s
η_W	wahre Viskosität	Pa s
η'	realer Anteil der komplexen Viskosität	Pa s
η''	imaginärer Anteil der komplexen Viskosität	Pa s
κ	Kalibrierfaktor der TLS-Methode	-
κ	Kompressibilität	Pa^{-1}
λ	Wärmeleitfähigkeit	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$
λ_{IR}	Wellenlänge	m^{-1}
λ_Z	Wärmeleitfähigkeit des Zylinders	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$

$\bar{\lambda}$	mittlere Wärmeleitfähigkeit	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$
μ	Normierungsfaktor	$\text{m}^3 \text{s}^{-1}$
μ	diskrete Position im Schneckenkanal	-
ρ	Dichte	kg m^{-3}
τ	diskreter Zeitschritt	-
τ	Wandschubspannung	Pa
τ_x	Schubspannung am Schneckengrund in x-Richtung	Pa
τ_{yx}	Schubspannung in der x-Ebene in y-Richtung	Pa
τ_{yz}	Schubspannung in der z-Ebene in y-Richtung	Pa
τ_z	Schubspannung am Schneckengrund in z-Richtung	Pa
φ	Steigungswinkel	rad
φ_A	äußerer Steigungswinkel	rad
ω	Kreisfrequenz	rad s^{-1}
ϵ	Emissionskoeffizient	-
ϕ_0	Wärmestrom in den leeren Tiegel	W
ϕ_P	Wärmestrom in die Probe	W
ϕ_R	Wärmestrom der Referenzsubstanz	W

LITERATUR

- [1] ASTM 6204. *Measurement of Unvulcanized Rheological Properties Using Rotorless Shear Rheometers*. 2007 (siehe S. [53](#), [130](#)).
- [2] ASTM D5930-01. *Test Method for Thermal Conductivity of Plastics by Means of a Transient Line-Source Technique*. 2001. DOI: [10.1520/D5930-01](#) (siehe S. [64](#)).
- [3] C. Abeykoon, P. J. Martin, A. L. Kelly und E. C. Brown. "A review and evaluation of melt temperature sensors for polymer extrusion". In: *Sensors and Actuators A: Physical* 182 (2012), S. 16–27. DOI: [10.1016/j.sna.2012.04.026](#) (siehe S. [15](#)).
- [4] J. F. Agassant. *Polymer processing: Principles and modeling*. Munich: Hanser, 1991. ISBN: 3-446-14584-2 (siehe S. [88](#), [96](#), [99](#)).
- [5] G. Ao, Q. Hu und M.-S. Kim. "Properties of Activated Carbon Blacks Filled SBR Rubber Composites". In: *Carbon letters* 9.2 (2008), S. 115–120. DOI: [10.5714/CL.2008.9.2.115](#) (siehe S. [30](#)).
- [6] E. B. Bagley. "End Corrections in the Capillary Flow of Polyethylene". In: *Journal of Polymer Science* 28.5 (1957), S. 624–627. DOI: [10.1063/1.1722814](#) (siehe S. [57](#)).
- [7] E. Becker. "Die effektive Viskosität bei viskometrischer Druck-Schlepp-Strömung mit Anwendung auf Extruder und Gleitlager". In: *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* 9.12 (1978), S. 452–459. DOI: [10.1002/mawe.19780091210](#) (siehe S. [99](#)).
- [8] D. Berkemeier, V. Groth, V. Pogatzki, A. Potthoff und T. Timm. "Produktadaptive Prozeßregelung für das Kautschuk-Spritzgießen (Teil 1)". In: *Kautschuk Gummi Kunststoffe* 43.8 (1990), S. 705–716 (siehe S. [11](#), [18–20](#)).
- [9] D. Berkemeier, V. Groth, V. Pogatzki, A. Potthoff und T. Timm. "Produktadaptive Prozeßregelung für das Kautschuk-Spritzgießen (Teil 2)". In: *Kautschuk Gummi Kunststoffe* 43.7 (1990), S. 610–621 (siehe S. [18](#)).
- [10] W. Binder. *Modellierung der Transportvorgänge in Einschneckenextrudern*. Dissertation. Montanuniversität Leoben. 1999 (siehe S. [12](#), [13](#), [91](#), [97](#), [101](#)).

- [11] P. Böckh und T. Wetzel. "Erzwungene Konvektion". In: *Wärmeübertragung*. Hrsg. von P. Böckh und T. Wetzel. Berlin, Heidelberg: Springer, 2011, S. 79–120. DOI: [10.1007/978-3-642-15959-6_3](https://doi.org/10.1007/978-3-642-15959-6_3) (siehe S. [87](#), [100](#)).
- [12] H. Bockhorn, Hrsg. *Soot formation in combustion: Mechanisms and models*. Bd. 59. Springer series in chemical physics. Berlin u.a.: Springer, 1994. ISBN: 3-540-58398-X (siehe S. [27](#), [28](#)).
- [13] B. B. Boonstra, H. Cochrane und E. M. Dännenberg. "Reinforcement of Silicone Rubber by Particulate Silica". In: *Rubber Chemistry and Technology* 48.4 (1975), S. 558–576. DOI: [10.5254/1.3539660](https://doi.org/10.5254/1.3539660) (siehe S. [32](#), [33](#)).
- [14] S. Brockhaus, V. Schöppner, B. Klie und U. Giese. "Grundlegende Studie und alternative Methode zur Bewertung des Wandgleit-effekts bei hochviskosen Kautschukmischungen". In: *Kautschuk Gummi Kunststoffe* 11-12 (2014), S. 44–51 (siehe S. [15](#)).
- [15] E. C. Brown, A. L. Kelly und P. D. Coates. "Melt temperature field measurement in single screw extrusion using thermocouple meshes". In: *Review of Scientific Instruments* 75.11 (2004), S. 4742–4748. DOI: [10.1063/1.1808895](https://doi.org/10.1063/1.1808895) (siehe S. [16](#)).
- [16] R. Brzoskowski, J. L. White, F. C. Weissert, N. Nakajima und K. Min. "Experimental Study of the Flow Characteristics of Rubber Compounds in Extruder Screws". In: *Rubber Chemistry and Technology* 59.4 (1986), S. 634–650. DOI: [10.5254/1.3538225](https://doi.org/10.5254/1.3538225) (siehe S. [12](#), [13](#)).
- [17] R. Brzoskowski, K. Kubota, K. Chung, J. L. White, F. C. Weissert, N. Nakajima und K. Min. "Experimental and Theoretical Study of the Flow Characteristics of Rubber Compounds in an Extruder Screw". In: *International Polymer Processing* 1.3 (1987), S. 130–136. DOI: [10.3139/217.870130](https://doi.org/10.3139/217.870130) (siehe S. [12](#), [13](#)).
- [18] V. Buchebner. *Entwicklung des Prototyps eines Systems zur Heizzeitverkürzung im Kautschukspritzguss*. Masterarbeit. Montanuniversität Leoben. 2013 (siehe S. [188](#)).
- [19] A. J. Bur und S. C. Roth. "Temperature gradients in the channels of a single-screw extruder". In: *Polymer Engineering and Science* 44.11 (2004), S. 2148–2157. DOI: [10.1002/pen.20221](https://doi.org/10.1002/pen.20221) (siehe S. [16](#), [17](#)).
- [20] P. J. Carreau. "Rheological Equations from Molecular Network Theories". In: *Transactions of the Society of Rheology* 16.1 (1972), S. 99–127. ISSN: 0038-0032. DOI: [10.1122/1.549276](https://doi.org/10.1122/1.549276) (siehe S. [58](#)).

- [21] F. Cernuschi, L. Lorenzoni, P. Bianchi und A. Figari. "The effects of sample surface treatments on laser flash thermal diffusivity measurements". In: *Infrared Physics & Technology* 43.3-5 (2002), S. 133–138. DOI: [10.1016/S1350-4495\(02\)00131-7](https://doi.org/10.1016/S1350-4495(02)00131-7) (siehe S. 66).
- [22] G. Chaloupka. *Analyse von Messabweichungen bei der Hochdruck-Kapillarrheometrie von Elastomeren*. Bachelorarbeit. Montanuniversität Leoben. 2015 (siehe S. 131).
- [23] G. Chaloupka. *Potential für die Heizzeitverkürzung beim Kautschukspritzgießen unter Nutzung von Scher- und Dehnerwärmung*. Masterarbeit. Montanuniversität Leoben. 2017 (siehe S. 188).
- [24] Z. Cheheb, P. Mousseau, A. Sarda und R. Deterre. "Thermal Conductivity of Rubber Compounds Versus the State of Cure". In: *Macromolecular Materials and Engineering* 297.3 (2012), S. 228–236. DOI: [10.1002/mame.201100127](https://doi.org/10.1002/mame.201100127) (siehe S. 62).
- [25] C. C. Chen. "Melt temperature measurement in a twin-screw extruder with infrared fiber optic probes". In: *Society of Plastic Engineers* (1992), S. 931–936 (siehe S. 16).
- [26] M. M. Coleman, J. R. Shelton und J. L. Koenig. "Raman Spectroscopic Studies of the Vulcanization of Rubbers. III. Studies of Vulcanization Systems Based on 2-Mercaptobenzothiazole". In: *Rubber Chemistry and Technology* 45.1 (1972), S. 173–181. DOI: [10.5254/1.3544697](https://doi.org/10.5254/1.3544697) (siehe S. 43).
- [27] M. M. Coleman, J. R. Shelton und J. L. Koenig. "Raman and ESR Spectroscopic Studies of Accelerator Systems. II. Thermal Degradation Vulcanizing Systems and Its Significance to Vulcanization Mechanisms". In: *Rubber Chemistry and Technology* 46.4 (1973), S. 957–980. DOI: [10.5254/1.3547420](https://doi.org/10.5254/1.3547420) (siehe S. 43).
- [28] A. Y. Coran. "Vulcanization. Part V. The Formation of Crosslinks in the System: Natural Rubber-Sulfur-MBT-Zinc Ion". In: *Rubber Chemistry and Technology* 37.3 (1964), S. 679–688. DOI: [10.5254/1.3540360](https://doi.org/10.5254/1.3540360) (siehe S. 43).
- [29] W. P. Cox und E. H. Merz. "Correlation of dynamic and steady flow viscosities". In: *Journal of Polymer Science* 28.118 (1958), S. 619–622. DOI: [10.1002/pol.1958.1202811812](https://doi.org/10.1002/pol.1958.1202811812) (siehe S. 55).
- [30] M. M. Cross. "Rheology of non-Newtonian fluids: A new flow equation for pseudoplastic systems". In: *Journal of Colloid Science* 20.5 (1965), S. 417–437. DOI: [10.1016/0095-8522\(65\)90022-X](https://doi.org/10.1016/0095-8522(65)90022-X) (siehe S. 58).
- [31] DIN 51005. *Thermische Analyse (TA): Begriffe*. 2005 (siehe S. 60).

- [32] DIN 53513. : *Determination of the viscoelastic properties of elastomers on exposure to forced vibration at non-resonant frequencies*. 1990 (siehe S. 76).
- [33] DIN 53529-1. : *Testing of rubber and elastomers; measurement of vulcanization characteristics (curometry); general working principles*. 1983 (siehe S. 67, 136).
- [34] DIN 53529-2. *Testing of rubber and elastomers; measurement of vulcanization characteristics (curometry); evaluation of cross-linking isotherms in terms of reaction kinetics*. 1983 (siehe S. 67, 136).
- [35] DIN 53529-3. *Testing of rubbers; curemetry; types and applications of rotorless curemeters*. 1983 (siehe S. 67).
- [36] DIN ISO 7619-1. *Elastomere oder thermoplastische Elastomere, Bestimmung der Eindringhärte - Teil 1: Durometer-Verfahren (Shore-Härte)*. 2010 (siehe S. 74, 75, 151).
- [37] DIN ISO 7619-2. *Elastomere oder thermoplastische Elastomere - Bestimmung der Eindringhärte - Teil 2: IRHD-Taschengeräteverfahren (ISO 7619-2:2010)*. 2012 (siehe S. 74).
- [38] DIN ISO 815-1. *Elastomere oder thermoplastische Elastomere - Bestimmung des Druckverformungsrestes - Teil 1: Bei Umgebungstemperaturen oder erhöhten Temperaturen (ISO 815-1:2008)*. 2008 (siehe S. 75, 151).
- [39] J. Dick, E. Norton und T. Xue. "Effects of Variation in Strain Measurements with the Extended Dynamic Range (EDR) of the RPA on the Accuracy of Shear Thinning Measurements for Rubber Compounds". In: *Conference Proceedings of the IRC and DKT2015*. 2015 (siehe S. 55).
- [40] W. Dierkes. *Economic mixing of silica-rubber compounds: Interaction between the chemistry of the silica-silane reaction and the physics of mixing*. Ph.D Thesis. University of Twente. 2005 (siehe S. 36).
- [41] J.-B. Donnet, Hrsg. *Carbon black: Science and technology*. 2.ed., rev. and expanded. New York: Dekker, 1993. ISBN: 0-8247-8975-x (siehe S. 27, 29).
- [42] E. Egil. "Der Spritzgießprozeß unter Berücksichtigung verschiedener Elastomere". In: *Spritzgießen technischer Gummi-Formteile*. Hrsg. von Lothar Fink und Michael Bode. Düsseldorf: VDI-Verl., 1981. ISBN: 3-18-404073-9 (siehe S. 11, 12, 40).
- [43] G. W. Ehrenstein, G. Riedel und P. Trawiel. *Thermal Analysis of Plastics*. München: Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG, 2004. DOI: [10.3139/9783446434141](https://doi.org/10.3139/9783446434141) (siehe S. 58–61).

- [44] K. Eiermann und K.-H. Hellwege. "Thermal conductivity of high polymers from -180°C . to 90°C ." In: *Journal of Polymer Science* 57.165 (1962), S. 99–106. DOI: [10.1002/pol.1962.1205716508](https://doi.org/10.1002/pol.1962.1205716508) (siehe S. [62](#), [182](#), [183](#)).
- [45] P. E. Fanning und M. A. Vannice. "A DRIFTS study of the formation of surface groups on carbon by oxidation". In: *Carbon* 31.5 (1993), S. 721–730. DOI: [10.1016/0008-6223\(93\)90009-Y](https://doi.org/10.1016/0008-6223(93)90009-Y) (siehe S. [29](#)).
- [46] M. Fasching. *Berechnungsmodell für Temperaturerhöhungen während der Einspritzphase im Kautschukspritzguss*. Masterarbeit. Montanuniversität Leoben. 2012 (siehe S. [57](#)).
- [47] M. Fasching. *Robust Processing in Rubber Injection Molding Using Advanced Simulation Methods and Material Data*. Dissertation. Montanuniversität Leoben. 2015 (siehe S. [5](#), [51](#), [55](#), [59](#), [61](#), [71](#), [75](#), [130](#), [132](#), [170](#)).
- [48] C. Fellner. *Heizzeitverkürzung im Elastomerspritzguss durch Ausnutzung des Effekts der Kompressionserwärmung*. Masterarbeit. Montanuniversität Leoben. 2012 (siehe S. [116](#), [188](#)).
- [49] M. Fischer. *Untersuchungen zum Anschmelzen und zum Ort der Schmelzewirbelbildung in Einschneckenextrudern*. Diplomarbeit. Montanuniversität Leoben. 1995 (siehe S. [13](#)).
- [50] W. P. Fletcher und A. N. Gent. "Nonlinearity in the Dynamic Properties of Vulcanized Rubber Compounds". In: *Transaction of the Institute of the Rubber Industrie* 29.5 (1953), S. 266–280. DOI: [10.5254/1.3543472](https://doi.org/10.5254/1.3543472) (siehe S. [35](#)).
- [51] J.B.J Fourier. *The analytical theory of heat*. Cambridge University Press, 1878. URL: <https://archive.org/details/analyticaltheory00fourrich> (besucht am 26.01.2019) (siehe S. [62](#)).
- [52] W. Friesenbichler. *Ermittlung von rheologischen Kenndaten für wandgleitende PVC-U Mischungen und ihre Anwendung für Düsenberechnungen beim Extrudieren*. Dissertation. Montanuniversität Leoben. 1992 (siehe S. [14](#)).
- [53] W. Friesenbichler, A. Neunhäuserer und I. Duretek. "Rheometry of polymer melts using processing machines". In: *Korea-Australia Rheology Journal* 28.3 (2016), S. 167–174. DOI: [10.1007/s13367-016-0016-5](https://doi.org/10.1007/s13367-016-0016-5) (siehe S. [57](#)).

- [54] J. Fröhlich, W. Niedermeier und H.-D. Luginsland. "The effect of filler–filler and filler–elastomer interaction on rubber reinforcement". In: *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* 36.4 (2005), S. 449–460. DOI: [10.1016/j.compositesa.2004.10.004](https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2004.10.004) (siehe S. [35](#), [37](#)).
- [55] D. Gabriel. *Quantitative Rasterkraftmikroskopie von Kautschuksystemen*. Dissertation. Universität Duisburg-Essen. 2016 (siehe S. [29](#)).
- [56] S. D. Gehman. "Heat Transfer in Processing and Use of Rubber". In: *Rubber Chemistry and Technology* 40.1 (1967), S. 36–99. DOI: [10.5254/1.3539047](https://doi.org/10.5254/1.3539047) (siehe S. [62](#)).
- [57] K. Geiger. "Rheologische Charakterisierung von EPDM-Kautschukmischungen mittels Kapillarrheometer-Systemen". In: *Kautschuk Gummi Kunststoffe* 42.4 (1989), S. 273–283 (siehe S. [14](#)).
- [58] K. Geiger, Martin. G.A., A. Sobotta und C. Bonten. "Numerische Simulation von Strömungsvorgängen in Extrusionswerkzeugen für teilvernetzte oder hochgefüllte Kunststoffschmelzen". In: *Journal of Plastic Technology* 13.2 (2017), S. 144–174 (siehe S. [51](#)).
- [59] A. K. Ghosh und B. Adhikari. "Reinforcing Properties of a Modified Carbon Black in NR and in an NR-NBR Blend". In: *Kautschuk Gummi Kunststoffe* 52.10 (1999), S. 681–688 (siehe S. [29](#)).
- [60] H. Giesekus und G. Langer. "Die Bestimmung der wahren Fließkurve nicht-newtonscher Flüssigkeiten und plastischer Stoffe mit der Methode der repräsentativen Viskosität". In: *Rheologica Acta* 17.1 (1977) (siehe S. [98](#)).
- [61] W. Gohl. *Elastomere - Dicht- und Konstruktionswerkstoffe: Gummitechnik, Richtlinien und Anwendungsbeispiele für Konstruktion und Praxis*. 3. überarbeitete Auflage. Württ: expert verlag, 1983. ISBN: 3-88508-878-9 (siehe S. [41](#), [73](#)).
- [62] C Goodyear. "Improvement of India-Rubber Fabrics". Pat. 3633. 1844 (siehe S. [40](#)).
- [63] C. J. Gornik. *Neue Erkenntnisse zur Plastifiziereinheit von Spritzgießmaschinen basierend auf experimentellen Untersuchungen*. Dissertation. Montanuniversität Leoben. 2007 (siehe S. [14](#)).
- [64] A. Gottwald und U. Scheler. "Extrusion monitoring of polymer melts using a high temperature surface-NMR probe". In: *Macromolecular Materials and Engineering* 290.5 (2005), S. 438–442 (siehe S. [17](#)).

- [65] H. J. Graf und J. Seward. *The Extrusion Process from the Viewpoint of a Technical Rubber Goods Producer*. Conference Proceeding of the International Conference Mini Derucom and Prodesc. Paderborn, 2002 (siehe S. [13](#), [14](#)).
- [66] H. J. Graf, J. Seward und S. D. Baird. "The Extruder - A Look into the "Black Box"". In: *Kautschuk Gummi Kunststoffe* 57.4 (2004), S. 148–150 (siehe S. [13](#), [14](#)).
- [67] G. Graninger. *Untersuchung des Temperatur- und Strömungsverhaltens beim Kautschukspritzgießen mithilfe eines neu entwickelten Schneckenprüfstandes*. Masterarbeit. Montanuniversität Leoben. 2016 (siehe S. [139](#), [143](#), [144](#), [147](#), [198](#), [199](#), [202](#), [204–206](#)).
- [68] W. Grellmann und S. Seidler. *Kunststoffprüfung*. 2. Auflage. München: Carl Hanser, 2011. ISBN: 978-3-446-42722-8 (siehe S. [56](#)).
- [69] T. C. Gruber und C. R. Herd. "Anisometry Measurements in Carbon Black Aggregate Populations". In: *Rubber Chemistry and Technology* 70.5 (1997), S. 727–746. DOI: [10.5254/1.3538456](#) (siehe S. [220](#)).
- [70] M. Gschwandl, R. C. Kerschbaumer, B. Schritteser, P. F. Fuchs, S. Stieger und L. Meinhart. "Thermal Conductivity Measurement of Industrial Rubber Compounds using Laser Flash Analysis: Applicability, Comparison and Evaluation". In: Conference Proceedings of the International Conference of the Polymer Processing Society. 2018 (siehe S. [181](#)).
- [71] K. E. Gui, C. S. Wilkinson und S. D. Gehman. "Vibration Characteristics of Tread Stocks". In: *Industrial & Engineering Chemistry* 44.4 (1952), S. 720–723. DOI: [10.1021/ie50508a021](#) (siehe S. [35](#)).
- [72] S. E. Gustafsson. "Transient plane source techniques for thermal conductivity and thermal diffusivity measurements of solid materials". In: *Review of Scientific Instruments* 62.3 (1991), S. 797–804. DOI: [10.1063/1.1142087](#) (siehe S. [65](#)).
- [73] M. Gustavsson, E. Karawacki und S. E. Gustafsson. "Thermal conductivity, thermal diffusivity, and specific heat of thin samples from transient measurements with hot disk sensors". In: *Review of Scientific Instruments* 65.12 (1994), S. 3856–3859. DOI: [10.1063/1.1145178](#) (siehe S. [65](#)).
- [74] D. Gysau. *Füllstoffe*. 2., überarb. Aufl. Technologie des Beschichtens. Hannover: Vincentz Network, 2006. ISBN: 3-87870-337-6 (siehe S. [31](#)).
- [75] T. Hancock. Pat. BP 9952. 1843 (siehe S. [40](#)).

- [76] D. Hands. "The Thermal Transport Properties of Polymers". In: *Rubber Chemistry and Technology* 50.3 (1977), S. 480–522. DOI: [10.5254/1.3535156](https://doi.org/10.5254/1.3535156) (siehe S. 62).
- [77] A. Hasse, O. Klockmann, A. Wehmeier und H.-D. Luginsland. "Influence of the Amount of Di- and Polysulfane Silanes on the Crosslinking Density of Silica-Filled Rubber Compounds". In: *Kautschuk Gummi Kunststoffe* 55.5 (2002), S. 236–243 (siehe S. 33).
- [78] C. Heinle. *Simulationsgestützte Entwicklung von Bauteilen aus wärmeleitenden Kunststoffen*. Dissertation. Technischen Fakultät der Universität Erlangen-Nürnberg. 2012 (siehe S. 220).
- [79] F. Hensen, W. Knappe und H. Potente, Hrsg. *Handbuch der Kunststoff-Extrusionstechnik*. Bd. 1. München: Hanser, 1989. ISBN: 3446143408 (siehe S. 83, 84).
- [80] C. R. Herd, G. C. McDonald und W. M. Hess. "Morphology of Carbon-Black Aggregates: Fractal Versus Euclidean Geometry". In: *Rubber Chemistry and Technology* 65.1 (1992), S. 107–129. DOI: [10.5254/1.3538594](https://doi.org/10.5254/1.3538594) (siehe S. 220).
- [81] H. Herwig. "Strahlung Schwarzer Körper (blackbody radiation)". In: *Wärmeübertragung A-Z*. Hrsg. von H. Herwig. Berlin, Heidelberg: Springer, 2000, S. 214–220. ISBN: 978-3-642-63106-1. DOI: [10.1007/978-3-642-56940-1_49](https://doi.org/10.1007/978-3-642-56940-1_49) (siehe S. 16).
- [82] C. H. Holzer. *Ein Meßverfahren zur praxisnahen rheologischen Charakterisierung von Kautschuken*. Dissertation. Montanuniversität Leoben. 1996 (siehe S. 14).
- [83] R. Hornig. "Comparison of Various CSR Methods regarding the Static Long-term Sealing Behaviour of AEM, ACM and HNBR Compounds". In: *International Polymer Science and Technology* 37.11 (2010), S. 1–15. DOI: [10.1177/0307174X1003701101](https://doi.org/10.1177/0307174X1003701101) (siehe S. 77).
- [84] R. Hosiner. *Versuchswerkzeugkonstruktion*. Erwin Mach Gummitechnik GmbH. Hirm, Österreich, 2012 (siehe S. 115, 222).
- [85] K. Hummel. "Zur kinetik der peroxid-vulkanisation". In: *Die Makromolekulare Chemie* 101.1 (1967), S. 188–199. DOI: [10.1002/macp.1967.021010110](https://doi.org/10.1002/macp.1967.021010110) (siehe S. 45).
- [86] T. Hutterer, B. Praher, G. R. Berger und W. Friesenbichler. "Determination of the temperature of an industrial rubber compound after dosing. A new ultrasound based method." In: Conference Proceedings of the DKT2018. 2018 (siehe S. 11, 17).
- [87] ISO 11357. : *Plastics - Differential scanning calorimetry (DSC)*. 2014 (siehe S. 60).

- [88] ISO 22007-2. *Plastics - Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity - Part 2: Transient plane heat source (hot disc) method*. 2015 (siehe S. 65).
- [89] ISO 22007-4. *Plastics - Determination of thermal conductivity and thermal diffusivity - Part 4: Laser flash method*. 2017 (siehe S. 66).
- [90] ISO 6502. : *Rubber - Guide to the use of curemeters*. 1999 (siehe S. 47).
- [91] ISO 6721-1. *Plastics - Determination of dynamic mechanical properties - Part 1: General principles*. 2011 (siehe S. 76).
- [92] ISO 6721-12. *Plastics - Determination of dynamic mechanical properties - Part 12: Compressive vibration - Non-resonance method*. 2009 (siehe S. 76).
- [93] ISO 6721-2. *Plastics - Determination of dynamic mechanical properties - Part 2: Torsion-pendulum method*. 2008 (siehe S. 76).
- [94] ISO 6721-4. *Plastics - Determination of dynamic mechanical properties - Part 4: Tensile vibration - Non-resonance method*. 2008 (siehe S. 76).
- [95] ISO 6721-5/A1. *Plastics - Determination of dynamic mechanical properties - Part 5: Flexural vibration - Non-resonance method - Amendment 1*. 2007 (siehe S. 76).
- [96] A. I. Isayev und J. S. Deng. "Nonisothermal Vulcanization of Rubber Compounds". In: *Rubber Chemistry and Technology* 61.2 (1988), S. 340–361. DOI: [10.5254/1.3536192](https://doi.org/10.5254/1.3536192) (siehe S. 48).
- [97] A. I. Isayev, M. Sobhanie und J. S. Deng. "Two-Dimensional Simulation of Injection Molding of Rubber Compounds". In: *Rubber Chemistry and Technology* 61.5 (1988), S. 906–937. DOI: [10.5254/1.3536226](https://doi.org/10.5254/1.3536226) (siehe S. 48).
- [98] A. Janeschitz-Kriegl und J. Schijf. "A Study of radial heat transfer in single-screw extruders". In: *Plastics and Polymers* 37 (1969), S. 523–528 (siehe S. 87).
- [99] C. Jepsen. "Untersuchungen zum Wandgleitverhalten von Kautschukmischungen am Hochdruckkapillar-Viskosimeter". In: *Kautschuk Gummi Kunststoffe*. Bd. 41. 1988, S. 342–352 (siehe S. 14).
- [100] F. Johannaber und W. Michaeli. *Handbuch Spritzgießen*. 2. Aufl. München: Carl Hanser Verlag, 2004. ISBN: 978-3-446-22966-2. DOI: [10.3139/9783446440982](https://doi.org/10.3139/9783446440982) (siehe S. 3).
- [101] M. R. Kamal und S. Sourour. "Kinetics and thermal characterization of thermoset cure". In: *Polymer Engineering and Science* 13.1 (1973), S. 59–64. DOI: [10.1002/pen.760130110](https://doi.org/10.1002/pen.760130110) (siehe S. 48).

- [102] M.-J. Kang, Y.-J. Heo, F.-L. Jin und S.-J. Park. "A review: Role of interfacial adhesion between carbon blacks and elastomeric materials". In: *Carbon letters* 18 (2016), S. 1–10. DOI: [10.5714/CL.2016.18.001](https://doi.org/10.5714/CL.2016.18.001) (siehe S. [30](#)).
- [103] R. S. Kapur, J. L. Koenig und J. R. Shelton. "Raman Spectral Studies of 2-Mercaptobenzothiazole Accelerator Systems". In: *Rubber Chemistry and Technology* 47.4 (1974), S. 911–923. DOI: [10.5254/1.3540473](https://doi.org/10.5254/1.3540473) (siehe S. [43](#)).
- [104] R. C. Kerschbaumer, B. Lechner und W. Friesenbichler. "Advanced Part Quality Testing – Compression Set vs. Non-Destructive and Fast Measurement Device JIDOKA S101 II". In: Conference Proceedings of the DKT2018. 2018 (siehe S. [209–211](#)).
- [105] R. C. Kerschbaumer, B. Lechner, L. Perko und W. Friesenbichler. "Visualization of Flow Patterns and Dead Volume in Rubber Processing by Means of Capillary Rheometry with various Die Geometries". In: Regional Conference Polymer Processing Society Graz 2015. 2015 (siehe S. [164](#), [165](#)).
- [106] R. C. Kerschbaumer, B. Lechner, G. Graninger, M. Haselmann und W. Friesenbichler. "A First Approach to Visualize the Flow Behavior in the Screw Channel for a CSM – Rubber Compound". In: 25. *Leobener Kunststoff-Kolloquium*: Hrsg. von G. Pinter und G. Pilz. Schriftenreihe Kunststofftechnik Leoben. Leoben: Eigenverlag, 2016, S. 195–196. ISBN: 978-3-9503248-5-3 (siehe S. [139](#), [202–204](#), [206](#)).
- [107] R. C. Kerschbaumer, B. Lechner, G. Graninger und W. Friesenbichler. "Characterization of the Temperature Profile during Dosing under Steady State Conditions by Means of a Specially Designed Test Stand". In: Conference Proceedings of the International Conference of the Polymer Processing Society. Lyon, 2016 (siehe S. [118](#), [122](#), [139](#), [140](#), [142](#), [198](#), [200](#)).
- [108] R. C. Kerschbaumer, B. Lechner, G. Graninger und W. Friesenbichler. "Strömungs- und Temperaturverhältnisse in der Kautschuk-Plastifiziereinheit". In: 26. *Leobener Kunststoff-Kolloquium*: Hrsg. von W. Friesenbichler und G. R. Berger. Schriftenreihe Kunststofftechnik Leoben. Leoben, 2017, S. 155–164. ISBN: 978-3-9503248-6-0 (siehe S. [139](#), [143](#), [198](#), [199](#), [202](#), [204](#)).
- [109] R. C. Kerschbaumer u. a. "Comparison of steady-state and transient thermal conductivity testing methods using different industrial rubber compounds". In: *Polymer Testing, under review* (2018) (siehe S. [62–66](#), [181](#), [185](#)).

- [110] S. R. Khimi und K. L. Pickering. "Comparison of dynamic properties of magnetorheological elastomers with existing antivibration rubbers". In: *Composites Part B: Engineering* 83 (2015), S. 175–183. DOI: [10.1016/j.compositesb.2015.08.033](https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.08.033) (siehe S. 36).
- [111] B. Klie. *Bewertung der stofflichen Homogenität von Kautschukmischungen durch Einsatz der Laser Induced Breakdown Spectroscopy (LIBS)*. Dissertation. Fakultät für Maschinenwesen der Rheinisch- Westfälischen Technischen Hochschule Aachen. 2016 (siehe S. 39).
- [112] M. Klüppel. "The Role of Disorder in Filler Reinforcement of Elastomers on Various Length Scales". In: *Filler-Reinforced Elastomers/Sanning Force Microscopy*. Bd. 164. Advances in Polymer Science. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2003, S. 1–86. ISBN: 978-3-540-00530-8. DOI: [10.1007/b11054](https://doi.org/10.1007/b11054) (siehe S. 37).
- [113] C. M. Kok. "A thermal analysis study of the interactions of curatives in the accelerated sulphur vulcanization system". In: *European Polymer Journal* 21.6 (1985), S. 579–582. DOI: [10.1016/0014-3057\(85\)90086-2](https://doi.org/10.1016/0014-3057(85)90086-2) (siehe S. 43).
- [114] S. Kulkarni. *Robust process development and scientific molding: Theory and practice*. München und Cincinnati, Ohio: Carl Hanser, 2010. ISBN: 978-1-56990-501-2 (siehe S. 70).
- [115] A. Limper. *Methoden zur Abschätzung der Betriebsparameter bei der Kautschukextrusion*. Dissertation. Fakultät für Maschinenwesen der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen. 1985 (siehe S. 12).
- [116] V. M. Lobe und J. L. White. "An experimental study of the influence of carbon black on the rheological properties of a polystyrene melt". In: *Polymer Engineering and Science* 19.9 (1979), S. 617–624. DOI: [10.1002/pen.760190905](https://doi.org/10.1002/pen.760190905) (siehe S. 52).
- [117] H. Lobo und C. Cohen. "Measurement of Thermal Conductivity of Polymer Melts by the Line-Source Method". In: *Polymer Engineering and Science* 30.2 (1990). DOI: [10.1002/pen.760300202](https://doi.org/10.1002/pen.760300202) (siehe S. 64).
- [118] H. Lorenz. *Mikrostruktur-basierte Modellierung des mechanischen Verhaltens gefüllter Elastomere*. Dissertation. Technischen Universität Dresden. 2012 (siehe S. 36, 37).
- [119] O. Lückert. *Pigment + Füllstoff: Tabellen*. 6. Auflage. Hannover: Vincentz, 2002. ISBN: 3-87870-744-4 (siehe S. 31).

- [120] A. S. Luyt. "A differential scanning calorimetric study of the interaction of 2-mecraptobenzothiazole, sulfur, zinc oxide and stearic acid/zinc stearate in the presence of polyisoprene". In: *Journal of Applied Polymer Science* 48 (1991), S. 449–457 (siehe S. 43).
- [121] U. Masberg und A. Potthoff. "Quick-Vulkanisation: Die Formel 1 der Herstellung von Kautschukformteilen". In: *Kautschuk Gummi Kunststoffe* 58.8 (2005), S. 499–504 (siehe S. 18, 19).
- [122] R. S. McDonald. "Surface Functionality of Amorphous Silica by Infrared Spectroscopy". In: (*The Journal of Physical Chemistry* 62.10 (1958), S. 1168–1178. DOI: [10.1021/j150568a004](https://doi.org/10.1021/j150568a004) (siehe S. 31).
- [123] G. Menges, E. Haberstroh, W. Michaeli und E. Schmachtenberg. *Menges Werkstoffkunde Kunststoffe*. München: Carl Hanser, 2011. ISBN: 978-3-446-42762-4. DOI: [10.3139/9783446443532](https://doi.org/10.3139/9783446443532) (siehe S. 62).
- [124] E. Mitsoulis. "50 Years of the K-BKZ Constitutive Relation for Polymers". In: *ISRN Polymer Science* 2013.3 (2013), S. 1–22. DOI: [10.1155/2013/952379](https://doi.org/10.1155/2013/952379) (siehe S. 52).
- [125] E. Mitsoulis, M. Battisti, A. Neunhäuserer, L. Perko, W. Friesenbichler, M. Ansari und S. G. Hatzikiriakos. "Flow behaviour of rubber in capillary and injection moulding dies". In: *Plastics, Rubber and Composites* 46.3 (2017), S. 110–118. DOI: [10.1080/14658011.2017.1298207](https://doi.org/10.1080/14658011.2017.1298207) (siehe S. 52).
- [126] D. C. Montgomery. *Design and analysis of experiments*. Eighth edition, international student version. Singapore: John Wiley & Sons Inc, 2013. ISBN: 978-1-118-09793-9 (siehe S. 69–71).
- [127] M. Mooney. "Explicit Formulas for Slip and Fluidity". In: *Journal of Rheology* 2 (1931), S. 210–222. DOI: [10.1122/1.2116364](https://doi.org/10.1122/1.2116364) (siehe S. 14).
- [128] N. J. Morrison und M. Porter. "Temperature Effects on the Stability of Intermediates and Crosslinks in Sulfur Vulcanization". In: *Rubber Chemistry and Technology* 57.1 (1984), S. 63–85. DOI: [10.5254/1.3536002](https://doi.org/10.5254/1.3536002) (siehe S. 42).
- [129] H. Mosser. *Ermittlung von Schnecken- und Zylinderwandtemperatur und des axialen Wärmestromes im An- und Aufschmelzbereich des Einschneckenextruders*. Studienarbeit. Montanuniversität Leoben. 1996 (siehe S. 88).
- [130] J. Müller, S. Kummer und D. Fischer. "New ultrasonic probes for in-line monitoring of polymer melts". In: *Measurement Science and Technology* 20.9 (2009), S. 097002. DOI: [10.1088/0957-0233/20/9/097002](https://doi.org/10.1088/0957-0233/20/9/097002) (siehe S. 17).

- [131] M. Musialek. *Beitrag zur Vorhersage des Fließverhaltens hochgefüllter Kunststoffe*. Dissertation. Universität Stuttgart. 2016 (siehe S. 51).
- [132] N. N. *Moving Die Rheometer*. URL: https://www.rubber-testing.com/wp-content/uploads/EN_MonTech-Moving-Die-Rheometer_low.pdf (besucht am 20. 11. 2018) (siehe S. 53).
- [133] N. N. *Prüfgerät Jidoka S 101 II: Systembeschreibung*. CAS-Computer-unterstützte Automatisierungssysteme GmbH & Co. KG. Reinbeck, Deutschland (siehe S. 76, 77).
- [134] N. N. *D-MDR 3000: Application Manual*. 2008 (siehe S. 53).
- [135] W. Obendrauf. *Neue Methoden zur Temperatur- und Dehnviskositätsmessung für die Simulation von Kunststoffverarbeitungsprozessen*. Dissertation. Montanuniversität Leoben. 1996 (siehe S. 16).
- [136] H. Oggenmüller. *Einfluss von Füllstoffen auf die Wärmeleitfähigkeit von Elastomeren*. 2008. URL: <https://www.hoffmann-mineral.com/content/download/282/2361/> (besucht am 17. 11. 2018) (siehe S. 62, 220).
- [137] M. H. Pahl, R. Ernst und H. Wilms. *Lagern, Fördern und Dosieren von Schüttgütern*. 2. überarbeitete. Auflage. Praxiswissen Verfahrenstechnik. Leipzig: Fachbuchverlag, 1993. ISBN: 3-343-00842-7 (siehe S. 56).
- [138] S. J. Park, K.-S. Cho und S.-K. Ryu. "Filler–elastomer interactions: Influence of oxygen plasma treatment on surface and mechanical properties of carbon black/rubber composites". In: *Carbon* 41.7 (2003), S. 1437–1442. DOI: [10.1016/S0008-6223\(03\)00088-5](https://doi.org/10.1016/S0008-6223(03)00088-5) (siehe S. 30).
- [139] W. J. Parker, R. J. Jenkins, C. P. Butler und G. L. Abbott. "Flash Method of Determining Thermal Diffusivity, Heat Capacity, and Thermal Conductivity". In: *Journal of Applied Physics* 32.9 (1961), S. 1679–1684. DOI: [10.1063/1.1728417](https://doi.org/10.1063/1.1728417) (siehe S. 66).
- [140] A. R. Payne. "The dynamic properties of carbon black-loaded natural rubber vulcanizates. Part I". In: *Journal of Applied Polymer Science* 6.19 (1962), S. 57–63. DOI: [10.1002/app.1962.070061906](https://doi.org/10.1002/app.1962.070061906) (siehe S. 35).
- [141] A. R. Payne. "Effect of dispersion on the dynamic properties of filler-loaded rubbers". In: *Journal of Applied Polymer Science* 9.6 (1965), S. 2273–2284. DOI: [10.1002/app.1965.070090619](https://doi.org/10.1002/app.1965.070090619) (siehe S. 35, 36).

- [142] P. Pelz. *Rheologie der Kautschukmischungen*. 2001. URL: https://www.fst.tu-darmstadt.de/media/fachgebiet_fst/dokumente/forschung_1/verffentlichungen_1/010901_pelz_die_rheologie_der_kautschukmischungen.pdf (besucht am 13. 11. 2018) (siehe S. 53).
- [143] L. Perko. *Heizzeitverkürzung im Kautschukspritzguss unter Ausnutzung der Scher-, Dehn- und Kompressionserwärmung*. Dissertation. Montanuniversität Leoben. 2014 (siehe S. 16, 57, 111, 112, 122, 164, 170, 188).
- [144] H. Potente. "Approximationsgleichungen für Schmelzeextruder". In: *Rheologica Acta* 22.4 (1983), S. 387–395 (siehe S. 96).
- [145] A. Potthoff. "Simulation of the rubber injection molding process. Real time or offline - A comparison". In: *Conference Proceedings of the DKT2018*. 2018 (siehe S. 19).
- [146] B. Praher, K. Straka und G. Steinbichler. "An ultrasound-based system for temperature distribution measurements in injection moulding: System design, simulations and off-line test measurements in water". In: *Measurement Science and Technology* 24.8 (2013), S. 084004. DOI: [10.1088/0957-0233/24/8/084004](https://doi.org/10.1088/0957-0233/24/8/084004) (siehe S. 17).
- [147] B. Praher, K. Straka, J. Usanovic und G. Steinbichler. "Ultrasound based monitoring of the injection moulding process - Methods, applications and limitations". In: *AIP Conference Proceedings*. American Institute of Physics, 2014, S. 159–162. DOI: [10.1063/1.4873755](https://doi.org/10.1063/1.4873755) (siehe S. 17).
- [148] K. Putzig, B. Klie, E. Haberstroh und U. Giese. "Investigation of wall slipping effects in EPDM rubber compounds as a function of the mixture composition and differently designed capillary surfaces in the high-pressure capillary viscometer (HCV)". In: *Conference Proceedings of the DKT2018*. 2018 (siehe S. 14).
- [149] B. Rabinowitsch. "Über die Viskosität und Elastizität von Solen". In: *Zeitschrift für Physikalische Chemie* 145A.1 (1929), S. 1–26. DOI: [10.1515/zpch-1929-14502](https://doi.org/10.1515/zpch-1929-14502) (siehe S. 57).
- [150] L. Rade, B. Westergren und P. Vachenauer. *Springers Mathematische Formeln: Taschenbuch für Ingenieure, Naturwissenschaftler, Informatiker, Wirtschaftswissenschaftler*. Berlin und Heidelberg: Springer, 2000. ISBN: 3-540-67505-1 (siehe S. 105).
- [151] W. Rahm. *Gummi als Werkstoff für technische Formteile: Formteilprüfung*. CAS-Computerunterstützte Automatisierungssysteme GmbH & Co.KG. Reinbeck, Deutschland (siehe S. 77).

- [152] M. Rescher. *Entwicklung eines Programmes zur Temperaturkorrektur der Scherviskosität und Ermittlung der Dehnaviskosität von polymeren Werkstoffen*. Masterarbeit. Montanuniversität Leoben. 2015 (siehe S. 57).
- [153] F. Röthemeyer und F. Sommer. *Kautschuk-Technologie: Werkstoffe - Verarbeitung - Produkte*. 3., neu bearb. und erw. Aufl. München: Carl Hanser Verlag, 2013. ISBN: 978-3-446-43776-0 (siehe S. 10, 25, 27, 30–32, 34, 37, 38, 40–44, 47, 62, 74, 75, 91).
- [154] R. S. Rowell und D. Finlayson. "Screw Viscosity Pumps". In: *Engineering* 114 (1922), S. 606 (siehe S. 85).
- [155] E. B. Rüb. *Analyse der Einstellparameter der Optimierungssoftware Cure² und ihre Auswirkungen auf die Formteilqualität*. Masterarbeit. Montanuniversität Leoben. 2014 (siehe S. 19).
- [156] E. Sasse. *Verarbeitung von Kautschuk-Dryblend*. Diplomarbeit. Institut für Kunststoffverarbeitung in Industrie und Handwerk an der RWTH Aachen. 1986 (siehe S. 12).
- [157] C. Schick. "Differential scanning calorimetry (DSC) of semicrystalline polymers". In: *Analytical and bioanalytical chemistry* 395.6 (2009), S. 1589–1611. DOI: [10.1007/s00216-009-3169-y](https://doi.org/10.1007/s00216-009-3169-y) (siehe S. 61).
- [158] T. W. Schmidt. *Zur Abschätzung der Schwindung*. Dissertation. Technische Hochschule Aachen. 1986 (siehe S. 59, 85).
- [159] H. Schmitd. *Xe-NMR-spektroskopische Untersuchungen an Carbon Black und Graphit*. Dissertation. Fakultät für Naturwissenschaften der Universität Duisburg – Essen. 2003 (siehe S. 27).
- [160] G. J. Schneider, S. A. Fink, R. Rachel und D. Göritz. "Three-Dimensional Structure of Precipitated Silica as Determined by Electron Tomography". In: *Kautschuk Gummi Kunststoffe* 58.9 (2005) (siehe S. 31).
- [161] D. Schramm. *Möglichkeiten und Grenzen einer verbesserten Prozeßbeschreibung für Kautschukextruder: Zugl.: Paderborn, Univ., Diss., 2003*. Dissertation. Bd. 5. Polymerforschung in Paderborn. Aachen: Shaker, 2004. ISBN: 3-8322-2453-X (siehe S. 12, 14).
- [162] G. Schramm. *A Practical Approach to Rheology and Rheometry*. 2. Aufl. Germany: Gebrueder HAAKE GmbH, 2000 (siehe S. 56).
- [163] A. Schröder, M. Klüppel, R. H. Schuster und J. Heidberg. "Energetic Surface Heterogeneity of Carbon Black". In: *Kautschuk Gummi Kunststoffe* 54.5 (2001), S. 260–266 (siehe S. 28, 29).

- [164] S. Schuschnigg. *Rheologische Untersuchungen bei hohen Schergeschwindigkeiten mit Hilfe eines Mikrorheologie-Schlitzdüsen Messsystems*. Masterarbeit. Montanuniversität Leoben. 2004 (siehe S. 60).
- [165] F. R. Schwarzl. *Polymermechanik: Struktur und mechanisches Verhalten von polymeren*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin, 1990. ISBN: 978-3-642-64858-8. DOI: [10.1007/978-3-642-61506-1](https://doi.org/10.1007/978-3-642-61506-1) (siehe S. 60).
- [166] K. Siebertz, D. van Bebber und T. Hochkirchen. *Statistische Versuchsplanung: Design of Experiments (DoE)*. VDI-Buch. Heidelberg: Springer, 2010. ISBN: 978-3-642-05492-1. DOI: [10.1007/978-3-642-05493-8](https://doi.org/10.1007/978-3-642-05493-8) (siehe S. 69, 71).
- [167] S. Stieger, R. C. Kerschbaumer, M. Haselmann, G. R. Berger, M. Fasching und W. Friesenbichler. "Viscoelastic Material Characterization and Modeling of Industrial Rubber Compounds -K-BKZ Model". In: *Conference Proceedings of the Regional Conference of the Polymer Processing Society*. 2018 (siehe S. 52).
- [168] P. G. Tait. *Report on some of the physical properties of fresh and of sea water*. London, 1889 (siehe S. 59).
- [169] *Test Method for Evaluating the Resistance to Thermal Transmission of Materials by the Guarded Heat Flow Meter Technique*. West Conshohocken, PA, 2006. DOI: [10.1520/E1530-06](https://doi.org/10.1520/E1530-06) (siehe S. 63).
- [170] D. K. Thomas. "The degradation of polyisobutylene by dicumyl peroxide". In: *Transactions of the Faraday Society* 57 (1961), S. 511. DOI: [10.1039/TF9615700511](https://doi.org/10.1039/TF9615700511) (siehe S. 45).
- [171] H. Toutenburg, R. Gössl und J. Kunert. *Quality engineering: Eine Einführung in Taguchi-Methoden*. München: Prentice Hall, 1998. ISBN: 3827295351 (siehe S. 69).
- [172] E. Uhland. *Theoretische und experimentelle Untersuchungen zum anormalen Strömungsverhalten von extrahochmolekularem Polyäthylen hoher Dichte (HDPE)*. Dissertation. Universität Stuttgart. 1978 (siehe S. 14).
- [173] M. P. Wagner. "Reinforcing Silicas and Silicates". In: *Rubber Chemistry and Technology* 49.3 (1976), S. 703–774. DOI: [10.5254/1.3534979](https://doi.org/10.5254/1.3534979) (siehe S. 32).
- [174] M.-J. Wang und S. Wolff. "Filler-Elastomer Interactions. Part V. Investigation of the Surface Energies of Silane-Modified Silicas." In: *Rubber Chemistry and Technology* 65.4 (1992), S. 715–735. DOI: [10.5254/1.3538637](https://doi.org/10.5254/1.3538637) (siehe S. 32).

- [175] J. R. S. Waring. "Dynamic Study of Reinforcement". In: *Industrial & Engineering Chemistry* 43.2 (1951), S. 352–362. DOI: [10.1021/ie50494a027](https://doi.org/10.1021/ie50494a027) (siehe S. 35).
- [176] K. Wichterle und J. Ulbrecht. "Bestimmung der Parameter des Potenzansatzes nach Ostwald-de Waele aus rheometrischen Messungen an einem Viskosimeter mit schnellrotierender Scheibe". In: *Rheologica Acta* 6.4 (1967), S. 299–303. DOI: [10.1007/BF01984624](https://doi.org/10.1007/BF01984624) (siehe S. 58).
- [177] S. Wiegrefe. *Einfluss des Wandgleitens auf das Extrudieren von Kautschukmischungen*. Dissertation. Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover. 1992 (siehe S. 14).
- [178] S. Wolff und M.-J. Wang. "Filler—Elastomer Interactions. Part IV. The Effect of the Surface Energies of Fillers on Elastomer Reinforcement." In: *Rubber Chemistry and Technology* 65.2 (1992), S. 329–342. DOI: [10.5254/1.3538615](https://doi.org/10.5254/1.3538615) (siehe S. 32).
- [179] H. Woltron. *Kalibrierung von Infrarot-Fühlern zur Messung der Masetemperatur beim Spritzgießen und Extrudieren*. Studienarbeit. Montanuniversität Leoben. 1992 (siehe S. 16).
- [180] B. Wunderlich und H. BAur. *Heat Capacities of Linear High Polymers*. Bd. 7/2. *Advances in Polymer Science*. Berlin und Heidelberg: Springer, 1970. ISBN: 978-3-540-04763-6. DOI: [10.1007/BFb0051028](https://doi.org/10.1007/BFb0051028) (siehe S. 60).
- [181] L. T. Zhuravlev. "The surface chemistry of amorphous silica. Zhuravlev model". In: *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 173.1-3 (2000), S. 1–38. DOI: [10.1016/S0927-7757\(00\)00556-2](https://doi.org/10.1016/S0927-7757(00)00556-2) (siehe S. 32).
- [182] J. Ziegler. *Beeinflussung von Polymer-Füllstoff-Wechselwirkungen durch Oberflächenmodifizierung von Füllstoffen*. Dissertation. Universität Hannover. 2004 (siehe S. 34, 36).
- [183] G. Zitzenbacher. *Berechnung der rotatorischen Strömung, Verweilzeit und Deformation in der Meteringzone eines Einschneckenextruders*. Diplomarbeit. Montanuniversität Leoben. 1998 (siehe S. 12).
- [184] G. Zitzenbacher. *Modellierung der Transportvorgänge in Schubschneckenplastifiziereinheiten*. Dissertation. Montanuniversität Leoben. 2004 (siehe S. 12).

- [185] G. Zitzenbacher. *Modellierung der Transportvorgänge in Schubschneckenplastifiziereinheiten: Physikalische Modelle zur Beschreibung der Förderung und der thermischen Vorgänge in Einschneckenplastifiziereinheiten für die Spritzgießtechnik: Zugl.: Montanuniversität Leoben, Dissertation, 2004*. Saarbrücken: VDM Verlag Dr. Müller, 2008. ISBN: 978-3836485289 (siehe S. 12).
- [186] W. J. van Ooij, D. Zhu, M. Stacy, A. Seth, T. Mugada, J. Gandhi und P. Puomi. "Corrosion protection properties of organofunctional silanes – An overview". In: *Tsinghua Science and Technology* 10.6 (2005), S. 639–664. DOI: [10.1016/S1007-0214\(05\)70134-6](https://doi.org/10.1016/S1007-0214(05)70134-6) (siehe S. 33).

COLOPHON

This document was typeset using the typographical look-and-feel `classicthesis` developed by André Miede and Ivo Pletikosić. The style was inspired by Robert Bringhurst's seminal book on typography "*The Elements of Typographic Style*". `classicthesis` is available for both \LaTeX and \LyX :

<https://bitbucket.org/amiede/classicthesis/>

Happy users of `classicthesis` usually send a real postcard to the author, a collection of postcards received so far is featured here:

<http://postcards.miede.de/>

Thank you very much for your feedback and contribution.