

Projektträger für das



# Schlussbericht vom 31.07.2025

zum IGF-Vorhaben 22803 N

## Thema

Prozessintegrierte Vorhersage des Vernetzungsgrades beim Elastomerspritzgießen

## Berichtszeitraum

01.07.2023 bis 30.06.2025

## Forschungsvereinigung

Kunststoffverarbeitung

Seffenter Weg 201

52074 Aachen

## Forschungseinrichtung

Institut für Kunststoffverarbeitung

Seffenter Weg 201

52074 Aachen



## Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Motivation und Zielsetzung.....</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Durchgeführte Arbeiten und Ergebnisse .....</b>	<b>5</b>
2.1	Arbeitspaket 1: Konstruktion und Fertigung einer DEA-Messzelle .....	5
2.2	Arbeitspaket 2: Spezifikation und Herstellung von Kautschukmischungen.....	6
2.3	Arbeitspaket 3: Herstellung von Plattenprobekörpern mit definiertem Vernetzungszustand .....	7
2.4	Arbeitspaket 4: Validierung der Messzelle und Vergleich mit konventionellen Vernetzungsgradmessungen.....	8
2.5	Arbeitspaket 5: Übertragung auf einen Aufbau zur In-Mould-Vernetzungsgradmessung.....	16
2.6	Arbeitspaket 6: Untersuchung der In-Mould-Vernetzungsgradmessung im Spritzgießprozess...	19
2.7	Arbeitspaket 7: Bewertung der Ergebnisse und Verfassen des Abschlussberichts .....	24
<b>3</b>	<b>Verwendung der Zuwendung .....</b>	<b>24</b>
<b>4</b>	<b>Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit.....</b>	<b>24</b>
<b>5</b>	<b>Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens der erzielten Ergebnisse insbesondere für KMU sowie ihres innovativen Beitrags und ihrer industriellen Anwendungsmöglichkeiten.....</b>	<b>26</b>
<b>6</b>	<b>Wissenstransfer in die Wirtschaft.....</b>	<b>27</b>
6.1	Durchgeführte Transfermaßnahmen .....	27
6.2	Geplante spezifische Transfermaßnahmen nach der Projektlaufzeit.....	28
<b>7</b>	<b>Literaturverzeichnis .....</b>	<b>29</b>
<b>8</b>	<b>Anhang.....</b>	<b>32</b>

## 1 Motivation und Zielsetzung

Die deutsche Kautschukindustrie hat im Jahr 2020 einen Gesamtumsatz von 9,37 Mrd. € erwirtschaftet [NN21]. Über 60 % am Umsatz entfällt auf die Industrie zur Herstellung technischer Elastomererzeugnisse (TEE). Insgesamt waren im Jahr 2020 in diesem Bereich über 50.000 Mitarbeiter beschäftigt, wobei fast zwei Drittel dieser Beschäftigten in klein- und mittelständischen Unternehmen tätig sind [KMS22]. TEE bedienen eine vielfältige Abnehmerschaft: Hauptkunde ist mit mehr als 50 % die Automobilindustrie gefolgt von Maschinenbau, Elektrotechnik, Bau- und Ausbaugewerbe sowie Energiewirtschaft und Medizintechnik. TEE werden meist zu dichtenden oder dämpfenden Zwecken eingesetzt, entweder als Formteile oder Endlosware [NN18]. Zur Herstellung von TEE hat sich das Spritzgießen als wichtigstes Fertigungsverfahren etabliert [JM04, Som03, RS13]. Die fortschreitende Verdrängung des zuvor eingesetzten Pressverfahrens liegt maßgeblich in der Erzielung deutlich kürzerer Vulkanisationszeiten und der höheren Automatisierbarkeit [RS13].

Die üblichen Kautschukmischungen sind aus vielfältigen Komponenten zusammengestellt, um so die Eigenschaften in weiten Bereichen einzustellen [RS13]. Der Kautschukbedarf an Natur- und Synthetikautschuken zur Herstellung von TEE lag im Jahr 2015 in Deutschland bei 318.000 t. Hinzu kommen Füllstoffe wie Ruß und Silica, deren Verarbeitungsmenge sich auf 292.000 t beläuft [NN18]. Neben den Mischungsbestandteilen werden die resultierenden Eigenschaften spritzgegossener Bauteile auch durch die Prozessbedingungen bestimmt. Eine sowohl wirtschaftlich als auch technisch relevante Rolle kommt der Heizzeit zu. Aufgrund der geringen thermischen Leitfähigkeit von Kautschuken macht diese vor allem bei dickwandigen Bauteilen, wie sie z. B. für Dämpfungsanwendungen oft notwendig sind, einen Großteil der Zykluszeit aus. Aus wirtschaftlichen Gründen wird die Heizzeit so kurz wie möglich gewählt. Durch unterschiedlichen Scherenergieeintrag oder andere abweichende Prozessbedingungen kann jedoch beim Spritzgießen von Zyklus zu Zyklus eine gleiche Heizzeit einen anderen Vernetzungsgrad zur Folge haben. Wird sie zu lang gewählt, führt dies bei Kautschuken mit Reversionsneigung (bspw. Naturkautschuk) zu einer sinkenden Vernetzungsdichte, sodass die resultierenden Bauteile außerhalb der Spezifikationsgrenzen liegen können. Aufgrund von Stichprobenmessungen, die zum Teil mehr als 24 h dauern, fallen solche Abweichungen von den Qualitätsvorgaben erst verspätet oder gar nicht auf. Zu lange wie auch zu kurze Heizzeiten führen folglich zu einer Erhöhung der Ausschussquote. Aus diesem Grund ist es wünschenswert, bereits im Elastomerspritzgießprozess inline eine Aussage über den Vernetzungsgrad treffen zu können, um so aktiv die Heizzeit individuell für einen definierten Vernetzungszustand anpassen zu können.

Für die Messung des Vernetzungsgrads von Elastomerprodukten existieren zahlreiche etablierte Verfahren, die abseits der laufenden Produktion zum Einsatz kommen. Viele Verfahren basieren auf einer Zunahme der elastischen Eigenschaften mit zunehmendem Vernetzungsgrad. Dazu zählen beispielsweise die Zugprüfung, dynamisch-mechanische Analyse (DMA), Druckverformungsrest (DVR), Temperature Scanning Stress Relaxation (TSSR), Differential Scanning Calorimetry (DSC) und Härtemessung. Einige dieser Prüfverfahren sind jedoch nur für genormte Probekörper oder kleinere Bauteile durchführbar. Alle genannten Prüfverfahren werden nach der Bauteil- bzw. Probekörperherstellung durchgeführt und sind demnach nicht zur prozessintegrierten Steuerung der Heizzeit geeignet.

Eine Möglichkeit zur Messung der Vernetzungseigenschaften im Werkzeug ist das Ultraschallverfahren. In [JSH09] wurde gezeigt, dass die gemessene Schallgeschwindigkeit als Funktion der Heizzeit einen ähnlichen Verlauf aufweist wie eine Vernetzungsisotherme mittels Rubber Prozess Analyzer (RPA) Messung. Der Nachteil dieses Aufbaus ist jedoch die Notwendigkeit eines Ultraschallemitters und -empfängers, was den Einsatz

im Werkzeug aufgrund des beschränkten Bauraums stark einschränkt. Das Verfahren wurde für eine Proben-  
dicke von 1 mm und 3 mm im Pressverfahren untersucht [JS09].

Im Bereich der Duroplaste stellt die dielektrische Analyse (DEA) eine etablierte Methode zur Überwachung  
des Aushärteprozesses dar [KRS09, LM05]. Entsprechende Sensoren können entweder folienartige Einweg-  
sensoren oder Einbausensoren sein, die in den Abmessungen mit Werkzeuginnendruckensensoren vergleichbar  
sind. Durch Anlegen einer sinusförmigen Spannung wird eine Bewegung der Ladungsträger im Werkstoff er-  
zwungen: Positiv geladene Teilchen wandern zum negativen Pol und umgekehrt. Diese Bewegung hat einen  
sinus-förmigen Strom mit einer Phasenverschiebung zur Folge. Die Amplituden- und Phasenverschiebung des  
Antwortsignals ist abhängig von der Beweglichkeit der Ionen und Dipole in dem analysierten Material. Aus  
diesem Grund findet die DEA Anwendung bei der Untersuchung des Vernetzungsverhaltens von Duroplasten.  
Im Falle von reaktiven Harzsystemen wird mit fortschreitender Aushärtereaktion das Probenmaterial visko-  
ser. Die freie Beweglichkeit der Ladungsträger verringert sich, wodurch die Amplitude im resultierenden Sig-  
nal abnimmt und die Phasenverschiebung ansteigt [NN20]. Bisher kommen dafür vor allem sogenannte  
Kammensensoren zum Einsatz, bei denen sich die Elektroden konzentrisch oder nebeneinander alternierend  
auf der Sensoroberfläche befinden. Durch die Lage der Gegenpole stellt sich ein parabelförmiges, elektrisches  
Feld („fringe field“) ein, dessen Eindringtiefe ungefähr dem Elektrodenabstand (<1 mm) entspricht [NN20].  
Konventionelle Sensoren – ob Kamm- oder Monotroden-Sensor – haben außerdem den Nachteil, dass  
elektrisch leitfähige Materialien wie Kohlenstofffasern oder Ruße zu Elektrodenpolarisation führen, die die  
Messung stark beeinträchtigt. In [Cha18] wurde die Entwicklung eines beschichteten Monotroden-Sensors  
und die Anwendbarkeit auf kohlenstofffaserverstärkte Epoxidharze gezeigt. DEA-Monotroden nutzen die der  
Sensoroberfläche entgegengesetzte Werkzeugwand als Gegenpol. Zwischen den beiden Polen entsteht des-  
halb ein lineares Feld („bulk field“), das eine Eindringtiefe von ca. 12-15 mm ermöglicht [Cha22]. Moderne  
Monotroden besitzen eine nicht näher spezifizierte, abrasionsbeständige Beschichtung, die eine elektrische  
Trennung zwischen Sensor und leitfähigen Materialien ermöglicht und dadurch auch für rußgefüllte Kaut-  
schuke einsetzbar ist. Bisher beschränkt sich der Einsatz der DEA jedoch fast ausschließlich auf Duroplaste  
und ist für Kautschuke kaum erforscht.

Eine grundlegende Untersuchung zur Beschreibung der Vulkanisation von Naturkautschuk mittels DEA wurde  
in [CNT+18] durchgeführt. Hier wurde eine Ähnlichkeit zwischen Vernetzungsisotherme und Kapazität fest-  
gestellt, was auch bereits in Voruntersuchungen zur Beantragung des Vorhabens am IKV für Ethylen-Propy-  
len-Dien-Kautschuk (EPDM) gezeigt werden konnte. In den Untersuchungen von [CNT+18] wurde jedoch nur  
ein Pressvorgang einer kleinen Probe (1,5 mm Höhe) untersucht. Die verwendete Naturkautschukmischung  
enthielt außerdem keinen Ruß. Leitfähige Ruße führen zu verschiedenen Störphänomenen wie bspw. Elekt-  
rodenpolarisation bei der DEA [Eve19]. Die Anwendbarkeit auf industriennahe Mischungen ist deshalb in  
[CNT+18] nicht belegt.

Der am IKV verfügbare Monotroden-Sensor weist eine Beschichtung auf, die eine Messung von Mischungen  
mit unterschiedlichen Rußtypen bei Frequenzen von 1 mHz bis 1 MHz ermöglicht. Damit sollen aus prozess-  
integrierten Messungen Vernetzungsgrade ermittelt werden und zur Heizzeitoptimierung dickwandiger  
Bauteile genutzt werden.

## 2 Durchgeführte Arbeiten und Ergebnisse

Zur Erreichung der prozessintegrierten Messung des Vernetzungsgrades wurden im Antrag aufeinander aufbauende Arbeitspakete vorgesehen, deren Inhalt und Ergebnisse im Folgenden dargestellt sind.

### 2.1 Arbeitspaket 1: Konstruktion und Fertigung einer DEA-Messzelle

Im ersten Schritt wurde eine Messzelle entwickelt und gefertigt, die eine DEA von Kautschukproben unter definierten Bedingungen ermöglicht (Abbildung 2.1). Die definierten Messbedingungen sind notwendig, um die im späteren Verlauf erhobenen In-Mould-Daten gezielt erheben und interpretieren zu können. Die Messzelle wurde für die Verwendung eines Monotrodensensors vom Typ TMM 3c/3R der Firma Netzsch Gerätebau GmbH, Selb, ausgelegt. Aufgrund der im Zentrum der Messkammer vorherrschenden homogenen Bedingungen ist der Sensor dort vorgesehen.

Die dielektrischen Eigenschaften sind insbesondere stark temperaturabhängig, sodass eine Temperaturregelung (vgl. Abbildung 2.1) der Messzelle vorgesehen wurde. Realisiert wird die Temperaturregelung mit Hilfe von elektrischen Heizpatronen und einem Regelgerät, sodass Temperaturen im Bereich prozessnaher Vernetzungstemperaturen von bis zu 200 °C erreicht werden können.

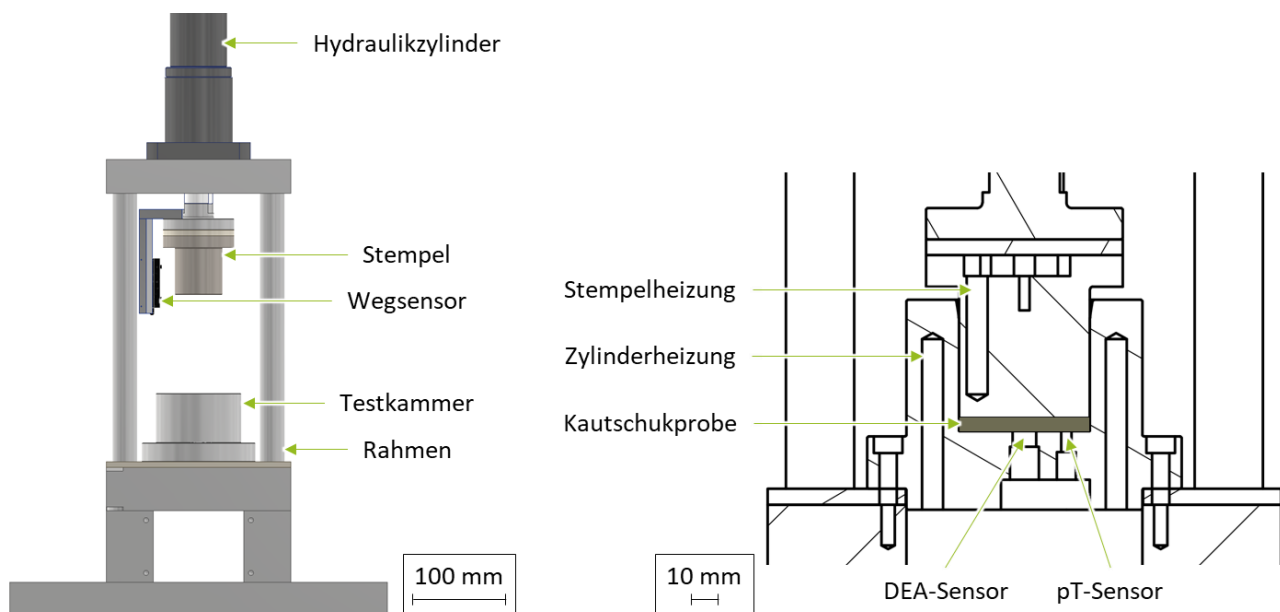


Abbildung 2.1: Entwickler DEA-Prüfstand

Um darüber hinaus eine Druckabhängigkeit untersuchen zu können, verfügt die Messzelle über einen hydraulisch verfahrbaren Stempel, über den ebenfalls ein definierter Druck aufgebracht werden kann. Zur Überwachung der Messbedingungen ist neben dem DEA-Sensor ein zusätzlicher Druck- und Temperatursensor vom Typ 6190CA2 der Firma Kistler Instrumente GmbH, Sindelfingen, in einem Abstand von 16 mm zum DEA-Sensor verbaut.

Durch die Temperaturregelung ist es möglich, die Änderung der dielektrischen Eigenschaften während des Vernetzungsvorganges aufzuzeichnen. Daraus können in AP 4 Erkenntnisse für die Konstruktion des In-Mould-Messkonzeptes gezogen und eine Strategie entwickelt, wie der Einfluss der Temperatur und des Drucks kompensiert werden kann. Für die Dimensionierung der Kavität dieses Konzeptes wurden Angaben

des Herstellers berücksichtigt, wonach von einer messbaren Bauteildicke von bis zu 15 mm auszugehen ist [Cha22]. Aus diesem Grund wurde die Messzelle so ausgelegt, dass eine stufenlose Verstellung der Messkammerhöhe von <1 mm bis ca. 30 mm möglich ist. Die Einstellung der Probendicke erfolgt über die Einwaage des Materials und wird über den Wegsensor überwacht sowie im Anschluss an die Probendurchführung mittels Dickenmessgerät überprüft. Der Durchmesser der Prüfkammer beträgt 50 mm. Die Steuerung von Stempelbewegung, Sensoren und Messzeit erfolgt über einen Arduino Uno Mikrocontroller.

## 2.2 Arbeitspaket 2: Spezifikation und Herstellung von Kautschukmischungen

Für die nachfolgenden Untersuchungen wurden diverse industrierelevante Kautschukmischungen in Zusammenarbeit mit dem projektbegleitenden Ausschuss (PA) definiert. Diese wurden in ihrer Zusammensetzung variiert und für die Messungen mehrfach hergestellt. Der Hauptfokus liegt auf einer Nitril-Butadien-Kautschuk (NBR)-Rezeptur und den darauf basierenden Variationen. Die resultierenden Rezepturen sind in Tabelle 2.1 zusammengefasst.

Mischungsbestandteil	Standardrezeptur [phr]	Variation 1 [phr]	Variation 2 [phr]
Polymer	100 (NBR Krynac 3345F)		100 (BR CB 22)
N550 (Ruß)	50	50	50
Stearinsäure	1	1	1
Zinkoxid	2,5	2,5	2,5
Vulkanox HS LG (TMQ)	1,5	1,5	1,5
Schwefel	0,9	0,9	0,9
Rhenogran TBzTD	3	1,5	1,5
Rhenogran MBTs	1,5	0,75	0,75
Vulkalent E/C	0,5	0,5	0,5
<b>Gesamt:</b>	<b>160,9</b>	<b>158,65</b>	<b>158,65</b>

Tabelle 2.1: Verwendete NBR- und BR-Rezepturen

Zunächst wurde die Standardrezeptur mit dem PA definiert und geprüft. Da es sich um eine industrienahe Mischung handelt, ist der Beschleunigergehalt (Rhenograne) vergleichsweise hoch. Dadurch ist die Vernetzungsrate nach der Inkubationszeit sehr hoch, was am steilen Anstieg des Reaktionsumsatzes in Abbildung 2.2 zu erkennen ist. Da für die Untersuchungen mittels DEA eine hohe Trennschärfe im Bereich der Vernetzung von ca. 20-80 % benötigt wird, wurde der Beschleunigergehalt reduziert, sodass die Vernetzung in diesem Bereich langsamer abläuft.

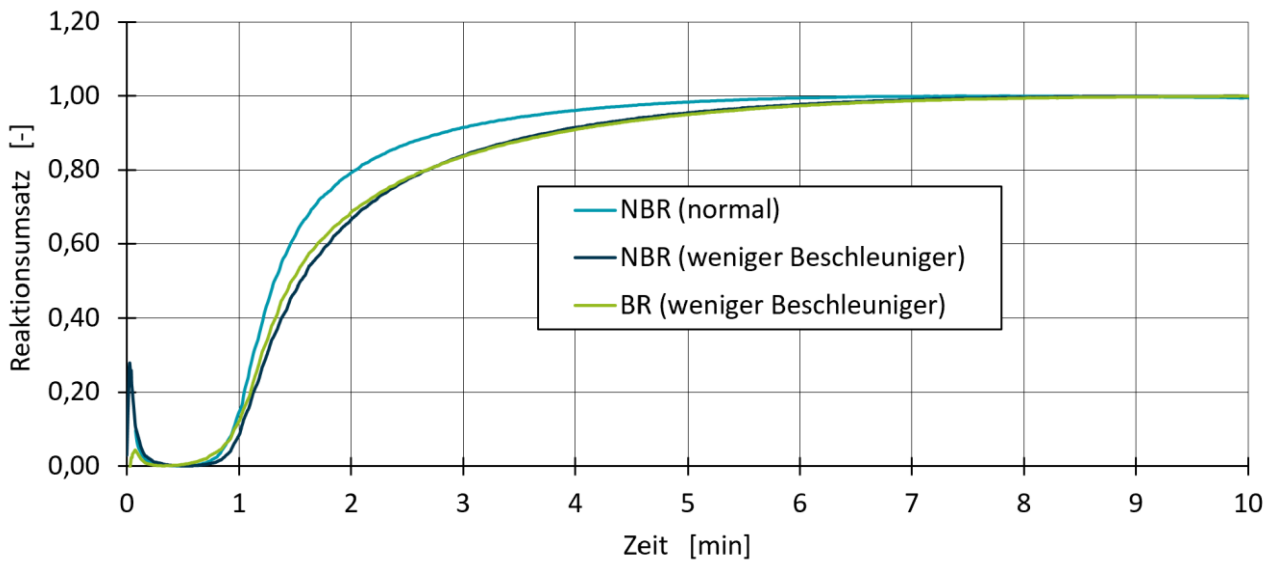


Abbildung 2.2: Vulkameterkurven (RPA) für NBR- und BR-Mischungen bei 170 °C

Die Polarität des Polymers ist für die Eignung in der DEA von entscheidender Bedeutung, weshalb das polare NBR in einer Variation durch ein unpolares BR ersetzt wurde. Aus Abbildung 2.2 ist ersichtlich, dass die Vernetzungskinetik identisch ist und Unterschiede in den durchzuführenden DEA-Messungen auf die Eigenschaften des Polymers zurückzuführen sein werden. Die Polarität wurde anhand des Hildebrand'schen Löslichkeitsparameters bewertet sowie im Anschluss an die Plattenherstellung mittels Kontaktwinkelmessung überprüft.

Darüber hinaus wurden diverse industrielle Mischungen von den Mitgliedern des PA zur Verfügung gestellt. Unter anderem wurde eine Naturkautschuk-Mischung (NR) verwendet, die in folgenden Variationen bereitgestellt wurde. Da es sich um eine Serienrezeptur handelt, sind genaue Bezeichnungen und Anteile nicht bekannt. Bei Mischungszusammensetzung 5 handelt es sich um die vollständige Rezeptur.

Mischungsbestandteil	Mischung 1	Mischung 2	Mischung 3	Mischung 4	Mischung 5
Polymer	✓	✓	✓	✓	✓
Ruß	✓	✓	✓	✓	✓
Alterungsschutz		✓	✓	✓	✓
Stearinsäure			✓	✓	✓
Zinkoxid			✓	✓	✓
Schwefel				✓	✓
Beschleuniger					✓

Tabelle 2.2: Verwendete NR-Variationen

Sofern nicht anders spezifiziert, handelt es sich bei dem im Folgenden verwendeten Material um NBR der Variation 1 – also mit weniger Beschleuniger –, auch als NBR\_wB bezeichnet.

### 2.3 Arbeitspaket 3: Herstellung von Plattenprobekörpern mit definiertem Vernetzungszustand

Zur Validierung der DEA wurden Platten mit einer Dicke von 2 mm auf einer Heizpresse der Firma Rucks Maschinenbau GmbH, Glauchau, bei einer Heizplattentemperatur von 170 °C hergestellt. Die Heizzeit variiert

dabei von 30 s bis zu 180 s, jeweils in Schritten von 10 s. Im Anschluss an die Heizzeit werden die Platten unmittelbar in ein Wasserbad überführt, um sie schnell abzukühlen und eine weitere Vernetzung soweit wie möglich zu unterdrücken. Diese Platten können anschließend beliebig kombiniert werden. Somit kann ein abweichender Vernetzungsgrad an bestimmten Stellen eines Stapels aus mehreren Platten simuliert werden.

Darüber hinaus wurden zahlreiche Proben mit definiertem Vernetzungsgrad im Prüfstand hergestellt, der den Vorteil einer einfacheren und schnelleren Entformung und somit geringere Schwankungen in der tatsächlichen Heizzeit ermöglicht (vgl. Kapitel 2.4).

## 2.4 Arbeitspaket 4: Validierung der Messzelle und Vergleich mit konventionellen Vernetzungsgradmessungen

### Methodik und Versuchsablauf

Die dielektrischen Messungen sollen sowohl auf ihre physikalischen Ursachen (bspw. Polarität des Polymers) hin untersucht, als auch mit etablierten Prüfmethoden für Kautschuke korreliert werden. Hierfür werden folgende Prüfmethoden untersucht:

- Vulkametrie nach DIN 53529
- Druckverformungsrest nach DIN ISO 815-1
  - Probekörper Typ B
  - Beanspruchungsdauer: 24 h
  - Prüftemperatur: 23 °C
- Temperature Scanning Stress Relaxation (TSSR)
  - Dehnung: 50 %
  - Isotherme Relaxation: 120 min bei 23 °C
  - Anisotherme Relaxation: bis 300 °C bei 2 K/min
- Quelltest
  - Lösungsmittel: Essigsäureethylester (Ethylacetat)
  - Prüfdauer: 24 h
  - Nach Entnahme unmittelbar Bestimmung der Massenzunahme

Im Laufe der Untersuchungen haben sich einige Methoden als geeigneter erwiesen, weshalb diese im Folgenden intensiver genutzt werden. Insbesondere die TSSR hat den Nachteil, dass die Probenvorbereitung vergleichsweise aufwendig ist, da S2-Zugstäbe produziert werden müssen. Zusätzlich dauern die Messungen mit ca. 4,5 h zwar kürzer als DVR oder Quelltests, jedoch kann pro Gerät nur eine Probe gleichzeitig geprüft werden. Außerdem hat sich gezeigt, dass die Prüfung in ihrer Aussagekraft eine ähnliche Sensitivität wie Quelltests aufweist [HFN+25].

Bei der DEA wird ein elektrisches Wechselfeld  $E$  in der Kautschukprobe erzeugt. Hierfür wird eine elektrische Wechselspannung  $U$  vom Monotrodensensor aufgeprägt und ein durch die Verschiebung  $D$  von Ladungsträgern entstehender Strom  $I$  gemessen. Das Funktionsprinzip ist in Abbildung 2.3 zusammengefasst. Aus dem Verhältnis von Spannung und Antwortstrom sowie dem Phasenversatz der beiden sinusförmigen Signale können diverse dielektrische Größen abgeleitet werden [Cha18, NN20]. Hierzu zählt die komplexe dielektrische Funktion, welche folgendermaßen definiert ist [GS15]:

$$D = \varepsilon^* \varepsilon_0 E$$

$$\varepsilon^* = \varepsilon' + i \varepsilon''$$

Die komplexe Permittivität  $\varepsilon^*$  verhält sich damit analog zum komplexen Drehmoment  $S^*$ , wie es in der Scherrheometrie (RPA) verwendet wird. Der Realteil  $\varepsilon'$  (Permittivität) beschreibt dabei die gespeicherte Energie oder Polarisierbarkeit des Dielektrikums. Der Imaginärteil  $\varepsilon''$  wird vor allem durch die Bewegung freier Ladungsträger beeinflusst und wird daher als dielektrischer Verlustfaktor bezeichnet. Dieser ist nicht zu verwechseln mit dem Verlustwinkel  $\delta$  und dessen Tangens, welcher der Quotient aus Imaginär- und Realteil der komplexen Permittivität ist.

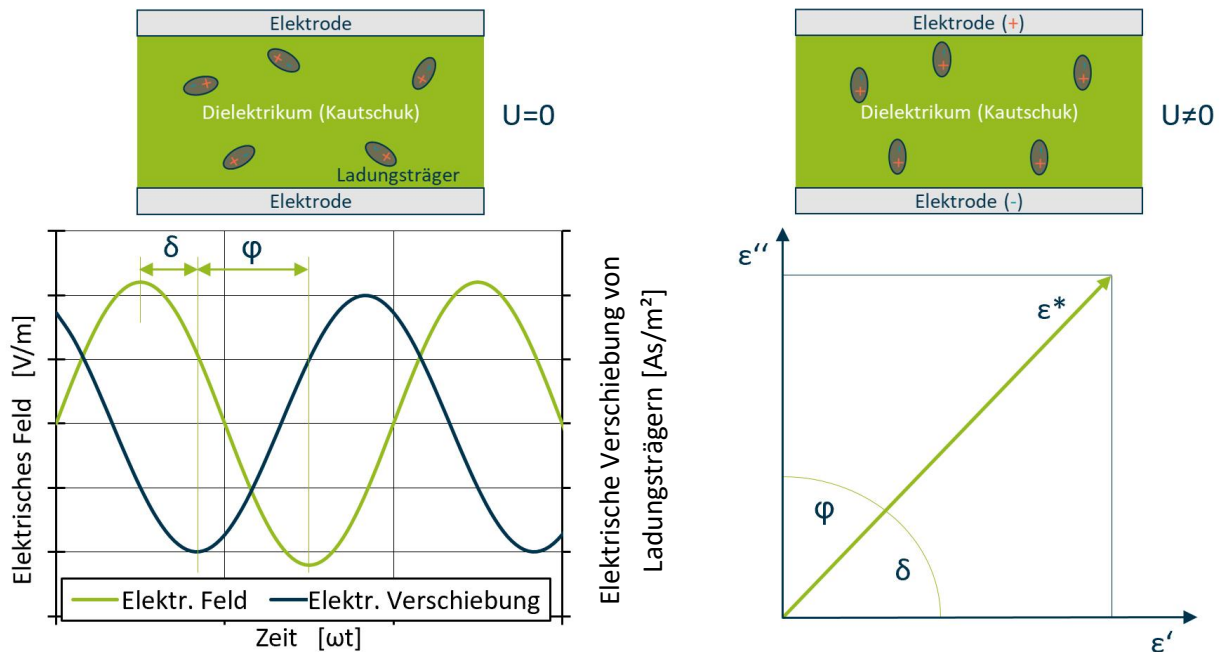


Abbildung 2.3: Funktionsprinzip der DEA

Die Parameter der DEA-Messungen wurden nach einem Screening festgelegt und im weiteren Projektverlauf konstant gehalten. Relevant sind hier insbesondere die Anregungsfrequenzen, welche aus 82 möglichen Frequenzen wie folgt definiert wurden: 1 Hz, 10 Hz, 100 Hz, 1 kHz, 10 kHz, 100 kHz und 1 MHz. Die Frequenzen werden sequentiell hintereinander gereiht, sodass ein Messzyklus aus allen 7 Frequenzen ca. 1,2 s dauert. Geringere Frequenzen eignen sich nur bedingt und führen in jedem Fall zu einem längeren Messzyklus und damit zu einer geringeren Auflösung der Messung. Zusätzlich muss bei jeder Messung der korrekte Abstand der Sensoroberfläche zur gegenüberliegenden Wand eingestellt werden, da dieser benötigt wird, um eine gleichbleibende elektrische Feldstärke zu erreichen.

Für die Durchführung eines Versuchs wird zunächst der Prüfstand entsprechend der gewünschten Vernetzungs- bzw. Prozesstemperatur gewählt und die Probe vorbereitet. Hierfür wird Material bei Raumtemperatur verwendet, entsprechend der gewünschten Probendicke und der Materialdichte abgewogen und in die Prüfkammer gegeben. Anschließend wird das Material zügig durch den Stempel komprimiert und die eingestellte Kraft aufrechterhalten. Die Zeit zwischen dem Kontakt der Probe zur heißen Prüfkammer und dem Starten der Messung kann somit auf unter 5 s begrenzt werden, wodurch eine vorzeitige Vernetzung vermieden wird (vgl. Abbildung 2.2).

Sofern die Probe im Anschluss abgekühlt werden soll um die Vernetzung zu stoppen, muss die Entnahme ebenso schnell durchgeführt werden. Die Probe wird dann unmittelbar nach der Entnahme in ein Wasserbad (Raumtemperatur) gegeben und dort abgekühlt.

Als Standardbedingungen wurden folgende Prüfbedingungen verwendet:

- Prüfkammer- und Zylindertemperatur: 170 °C
- Stempeldruck: 40 bar
- Probendicke: 3 mm

### Ergebnisse der Offline-Messung

Zunächst wurden Untersuchungen an den Platten durchgeführt, die in AP 2 konventionell auf einer Presse mit definiertem Vernetzungsgrad hergestellt wurden. Hierfür wurden neben den Prüfkörpern für DVR-Prüfungen Proben mit einem Durchmesser von 48 mm aus den Platten entnommen, welche dann in den Prüfstand eingelegt wurden. Anschließend wird die Messung so lange durchgeführt, bis die Permittivität sich nach dem anfänglichen Druck- und Temperatenausgleich nicht mehr signifikant ändert. Der konstante Wert wird dann für diese Messung als diskrete Größe verwendet. Die durchgeführten Versuche zeigen, dass ein zunehmender Vernetzungsgrad zu einer Zunahme der Permittivität der Platten führt (Abbildung 2.4). Der Vernetzungsgrad wurde mittels unterschiedlicher Heizzeit variiert und anhand des Druckverformungsrests (DVR) validiert, welcher mit zunehmendem Vernetzungsgrad sinkt. Die Heizzeit basiert auf Vulkametermessungen bei identischer Temperatur. Der DVR wurde gemäß DIN ISO 815 an 3 gestapelten Proben bestimmt [NN22].

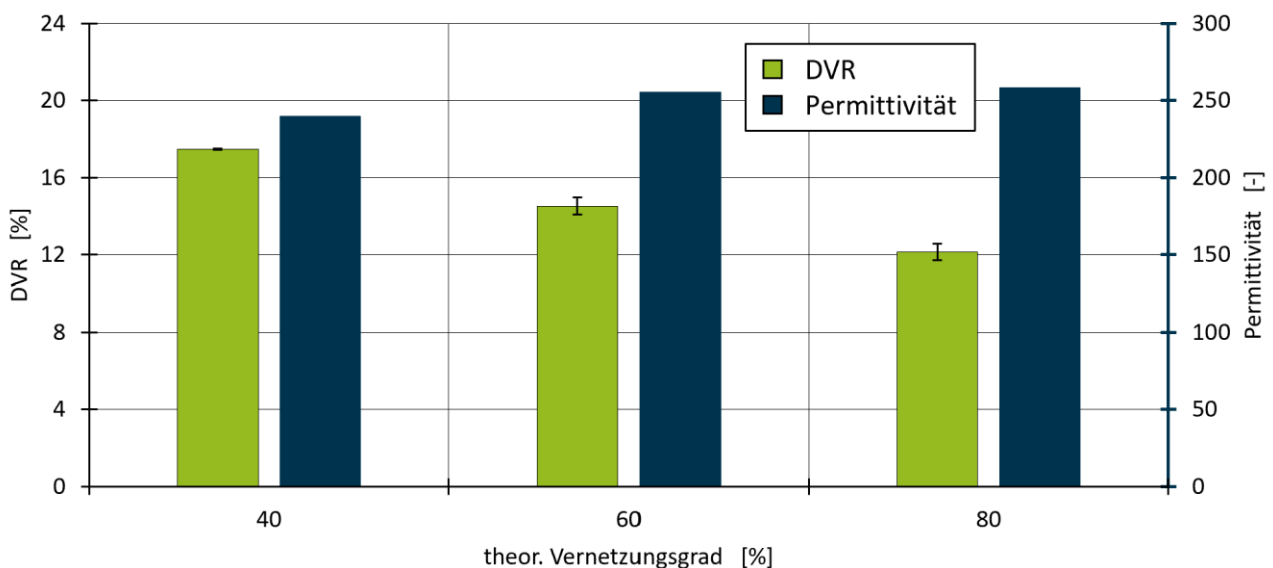


Abbildung 2.4: Permittivität und Druckverformungsrest bei unterschiedlichem Vernetzungsgrad

Während in Abbildung 2.4 einzelne Platten betrachtet werden, soll durch die Kombination von Platten unterschiedlicher Vernetzungsgrade untersucht werden, ob sich neben dem integralen Wert über die Probendicke auch eine Aussage über lokal untervernetzte Proben erreichen lässt. Hierfür wurden Platten mit einer sehr langen Vernetzungszeit und einem sehr niedrigen Vernetzungszeit kombiniert. Abbildung 2.5 zeigt beispielhaft die Kombination von drei Platten, von denen jeweils 2 für 180 s vulkanisiert wurden und eine für nur 30 s. Diese Platten wurden anschließend in unterschiedlicher Reihenfolge kombiniert und im Prüfstand getestet. Sensornah bedeutet, dass sich die untervulkanisierte Platte unmittelbar am Sensor befindet,

während sensorfern entsprechend bedeutet, dass sie sich an der entgegengesetzten Prüfkammerwand befindet. Im dritten Fall befindet sich die untermittlungsplatte zwischen den beiden stark vulkanisierten Platten.

Hier ist zu erkennen, dass sich die Permittivität nur im sensornahen Fall bereits nach kurzer Zeit nicht mehr signifikant ändert. Da die Prüfkammer in diesem Fall nicht temperiert ist, kann die Änderung der anderen Kurven nicht auf eine Vernetzungsreaktion zurückzuführen sein. Darüber hinaus ist die Anzahl der einzelnen Platten und damit der mittlere Vernetzungsgrad aller Schichten identisch. Es ist daher vielmehr davon auszugehen, dass die vorliegende Messung stark durch einen Luftspalt zwischen Probe und Sensoroberfläche beeinflusst wird. Befindet sich die untermittlungsplatte unmittelbar auf der Sensoroberfläche, kann sich diese unter dem Stempeldruck verformen bzw. relaxieren und an den Sensor anschmiegen. Bei den stark vulkanisierten Platten ist dies nicht möglich bzw. die Relaxation läuft sehr langsam ab, sodass der Einfluss des Luftspaltes ebenfalls nur langsam abnimmt. Diese These wird durch die Messungen mit untermittlungsplattiertem Material sowohl im Offline-Prüfstand als auch in den späteren Spritzgießversuchen unterstützt. Bei ausreichendem Druck schmiegt sich das Material spaltfrei an die Sensoroberfläche an und ermöglicht reproduzierbare Messungen.

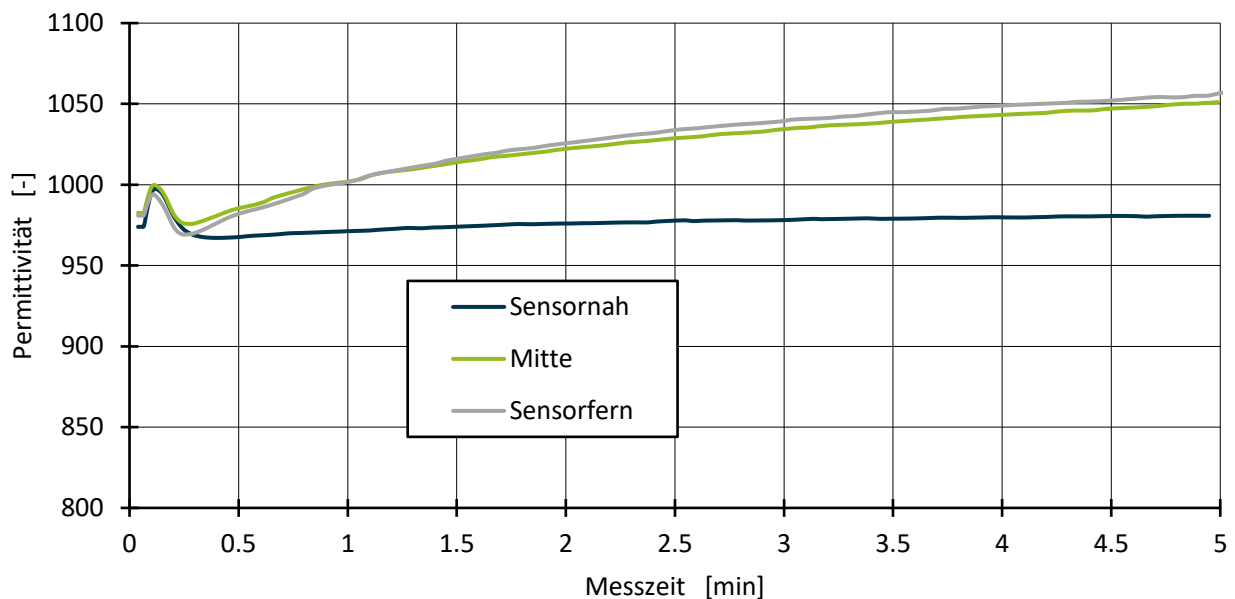


Abbildung 2.5: Kombination unterschiedlich stark vernetzter Platten (3 x 2 mm)

Der Fokus der Versuche im entwickelten Offline-Prüfstand lag in der Untersuchung der Vernetzungsreaktion bei prozessrelevanten Temperaturen. Hierfür wurde der Prüfstand entsprechend temperiert, die Probe eingelegt und die Messung gestartet. Der resultierende Permittivitätsverlauf ist in Abbildung 2.6 für eine Probendicke von 5 mm bei allen aufgezeichneten Frequenzen dargestellt.

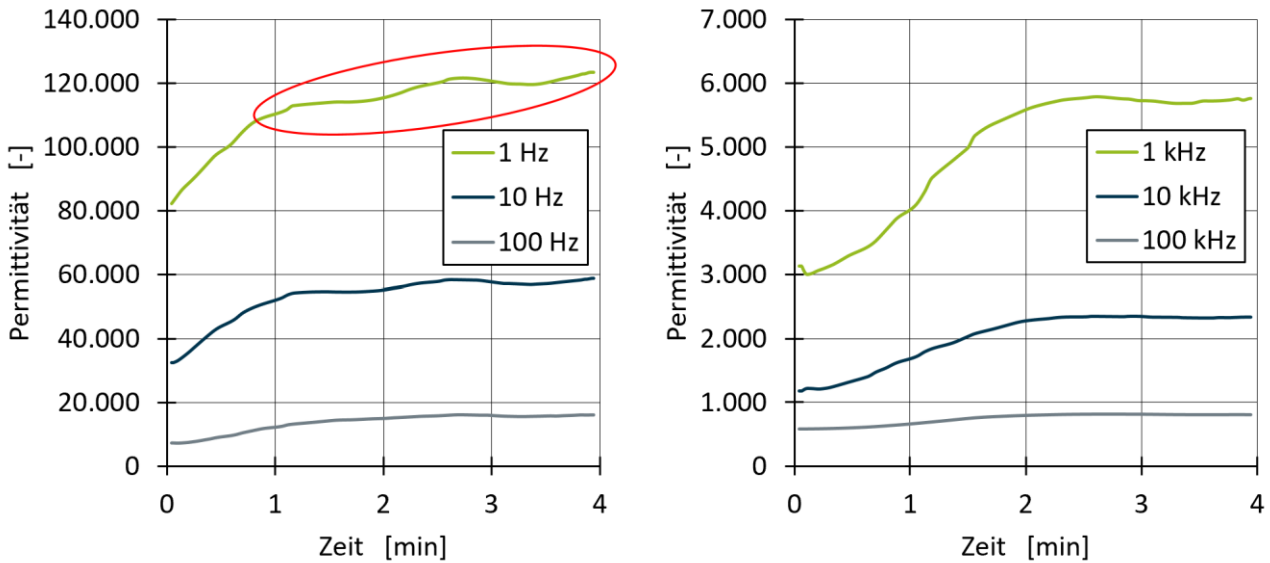


Abbildung 2.6: Temperatureinfluss auf die DEA-Messung (Probendicke: 5 mm)

Auf der linken Seite sind die Frequenzen von 1-100 Hz dargestellt, wobei sehr deutlich eine überlagerte Schwingung erkennbar ist, welche sich anhand des eingebauten Thermoelements den Schwingungen der Temperaturregelung zuordnen lässt. Anhand dieser Erkenntnisse wird der Einfluss der Temperatur bei niedrigen Frequenzen (<100 Hz) deutlich. Dieser Einfluss lässt sich theoretisch im Nachhinein korrigieren, indem die bereits vernetzte Probe abgekühlt und anschließend nochmals bei gleicher Temperatur geprüft wird. Die so erhaltenen Permittivitätsverläufe können subtrahiert (Schritt 1) und anschließend normiert (Schritt 2) werden. Mit diesem Vorgehen erhält man den in Abbildung 2.7 dargestellten Verlauf, welcher der Vernetzungsisothermen aus dem RPA sehr ähnlich ist. Zum Zweck der Vergleichbarkeit wurde hierbei eine Probendicke von 2 mm verwendet, welche der Dimension einer RPA-Probe nahekommt.

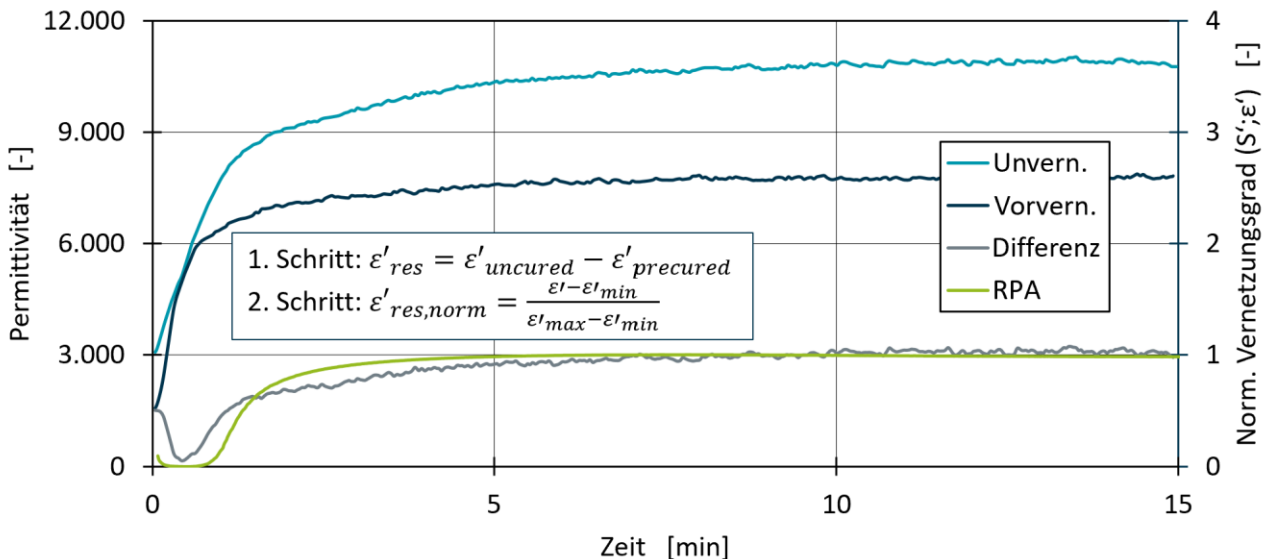


Abbildung 2.7: Vorgehen zur Eliminierung des Temperatureinflusses (Messfrequenz: 100 Hz, Probendicke: 2 mm)

Hierbei ist zu berücksichtigen, dass der Temperatureinfluss auf eine bereits vernetzte Probe möglicherweise nicht mit dem Temperatureinfluss auf eine unvernetzte Probe gleichzusetzen ist. Da der Temperatureinfluss insbesondere vor dem Einsetzen der Vernetzungsreaktion und bei niedrigen Frequenzen auftritt, kann auf

eine Korrektur i.d.R. verzichtet werden. Die folgenden Messungen enthalten daher keine Korrektur des Temperatureinflusses.

Neben der Temperatur kann auch der Druck einen entscheidenden Einfluss auf die Messgenauigkeit haben. Beispielsweise besteht die Möglichkeit, dass bei bestimmten Rußstrukturen oder niedriggefüllten Mischungen die Perkolationsgrenze unter Druck überschritten wird und die Leitfähigkeit stark zunimmt [Pop15]. Zur Klärung dieser Frage wurde der Hydraulikdruck des Stempels variiert. Die resultierende Permittivität in Abbildung 2.8 zeigt jedoch bei allen Frequenzen keine Abhängigkeit vom gewählten Druck.

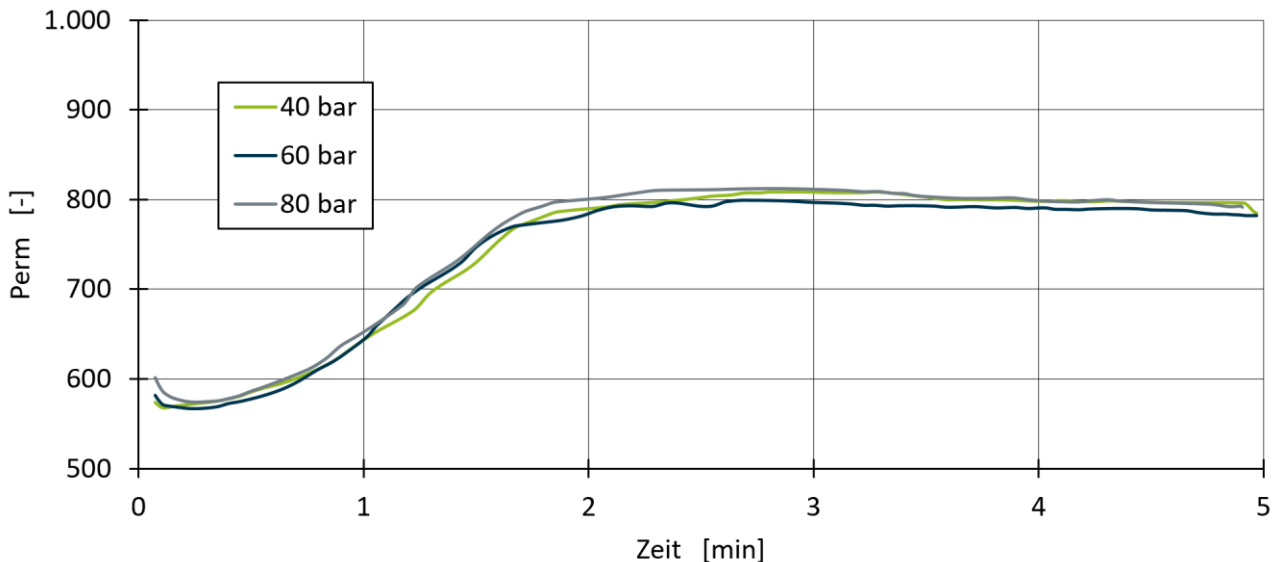


Abbildung 2.8: Resultierende Permittivität bei Variation des Prüfkammerdrucks (Prüf­temperatur: 170 °C, Messfrequenz: 100 kHz, Probendicke: 5 mm)

Dies kann darauf zurückzuführen sein, dass bei der gewählten Mischungszusammensetzung (50 phr N550) die Perkolationsgrenze bereits überschritten ist. Wie bereits dargestellt, hat außerdem eine ausreichende Kontaktkraft einen deutlich größeren Einfluss auf das Messergebnis. Aufgrund des beschichteten Monotrodsensors besteht im Gegensatz zu früheren Generationen nicht mehr die Gefahr, dass die Messung leitfähiger Systeme vollständig versagt, jedoch besteht weiterhin die Möglichkeit, dass manche Füllstoffsysteme eine Druckabhängigkeit aufweisen. Bei den betrachteten Mischungen konnten jedoch keine Auffälligkeiten festgestellt werden.

Die Untersuchung des Einflusses des Vernetzungsfortschritts auf die DEA ohne Änderung von Masse- oder Werkzeugtemperaturen kann anschaulich anhand von zwei Mischungen mit unterschiedlichem Beschleunigergehalt untersucht werden. Da hierbei die Mischungszusammensetzung nur um 1,4 % variiert, wurde die Änderung der Wärmeleitfähigkeit als vernachlässigbar betrachtet. Änderungen der Permittivität können daher zweifelsfrei auf den unterschiedlichen Vernetzungsfortschritt zurückgeführt werden, welcher bereits in Abbildung 2.2 anhand der Vulkameterkurven dargestellt wurde. Bei Betrachtung der Permittivität lässt sich dieser Unterschied ebenfalls feststellen (Abbildung 2.9). Die Probe mit einem geringeren Beschleunigergehalt weist ab ca. 70 s eine geringere Steigung der Permittivität also der Theorie nach eine langsamere Vernetzung auf als die Standard NBR-Rezeptur. Das Maximum ist ebenfalls deutlich zu höheren Zeiten verschoben.

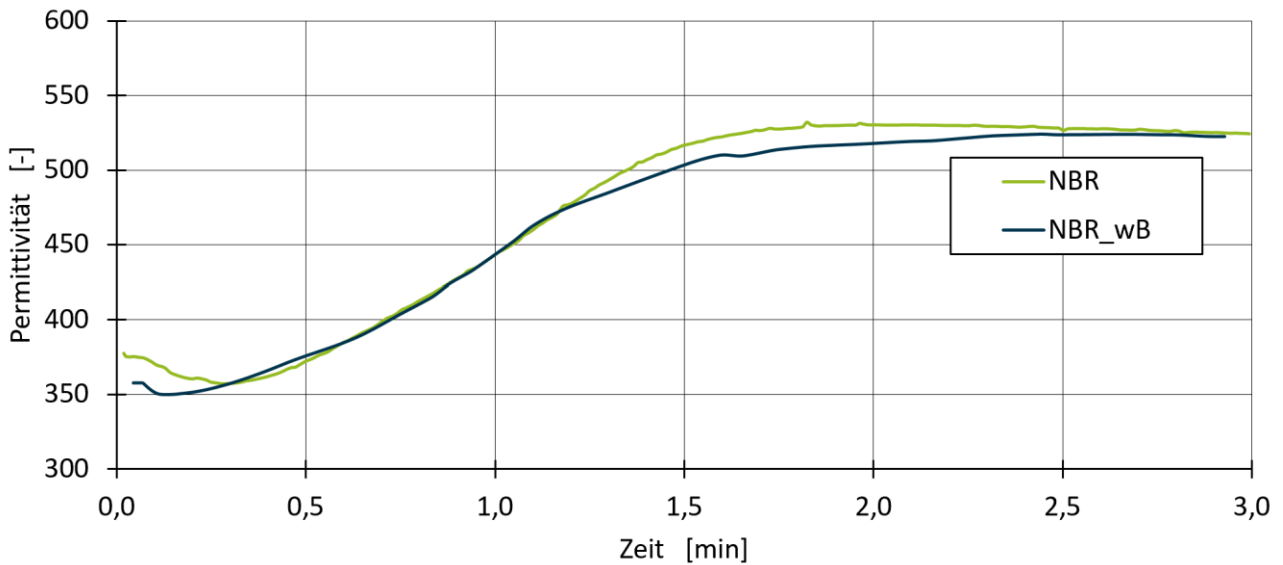


Abbildung 2.9: Vergleich der Permittivität von NBR und NBR mit weniger Beschleuniger (Prüftemperatur: 170 °C, Messfrequenz: 100 kHz, Probendicke: 3 mm)

Die unterschiedliche Zunahme der Permittivität ( $\Delta$ Permittivität) sowie die hohe Reproduzierbarkeit werden deutlich, wenn die Verläufe der beiden Mischungen bei unterschiedlichen Heizzeiten dargestellt werden. In Abbildung 2.10 wurde die Heizzeit in 15- bzw. 30-s-Schritten variiert. Das Maximum verschiebt sich von ca. 2 min zu 2,6 min. Der Vernetzungsfortschritt lässt sich folglich mit der Permittivität bei unterschiedlichen Beschleunigersystemen deutlich unterscheiden.

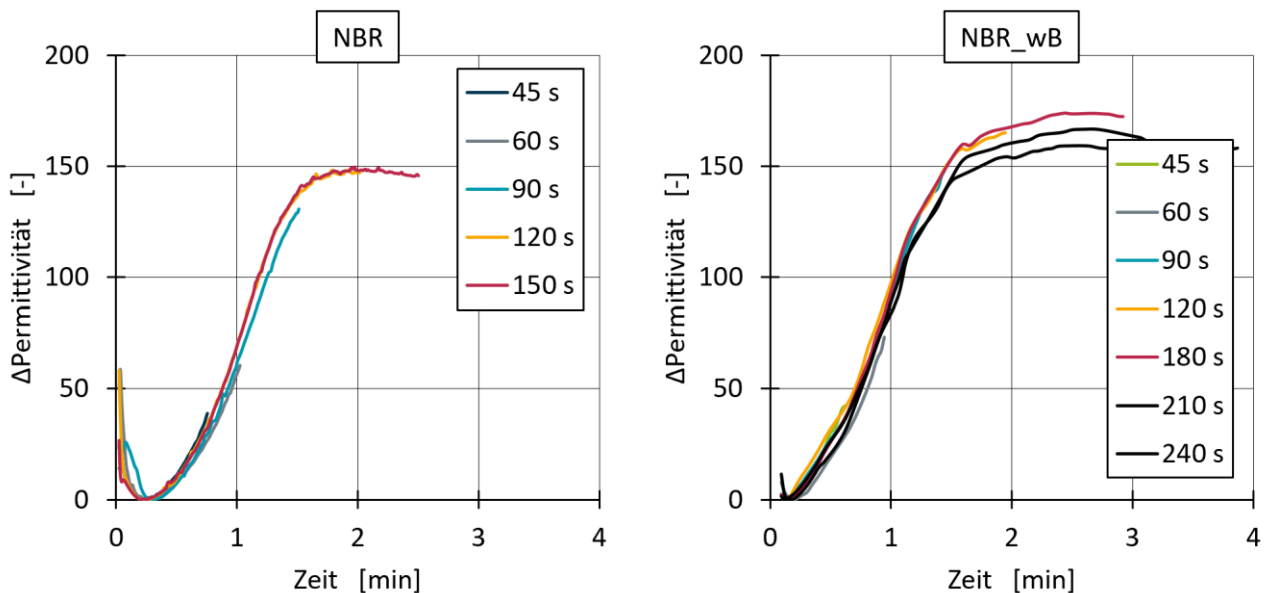


Abbildung 2.10: Verlauf der Permittivität für unterschiedliche Heizzeiten

Zuvor wurde bereits postuliert, dass der Beschleunigergehalt keinen Einfluss auf die thermischen Eigenschaften hat. Im Folgenden wird darüber hinaus der Einfluss der einzelnen Mischungsbestandteile auf die Permittivität untersucht. Daraus sollen Erkenntnisse gezogen werden, wie sich andere Mischungsrezepturen in der DEA verhalten könnten. Für die Untersuchungen wurden Mischungen hergestellt, die als Basis NBR und 50 phr Ruß enthalten sowie jeweils einen der weiteren Mischungsbestandteile (X). Die einzelnen Messergebnisse sind in Abbildung 2.11 aufgetragen, gemeinsam mit jenen der vollständigen Mischung.

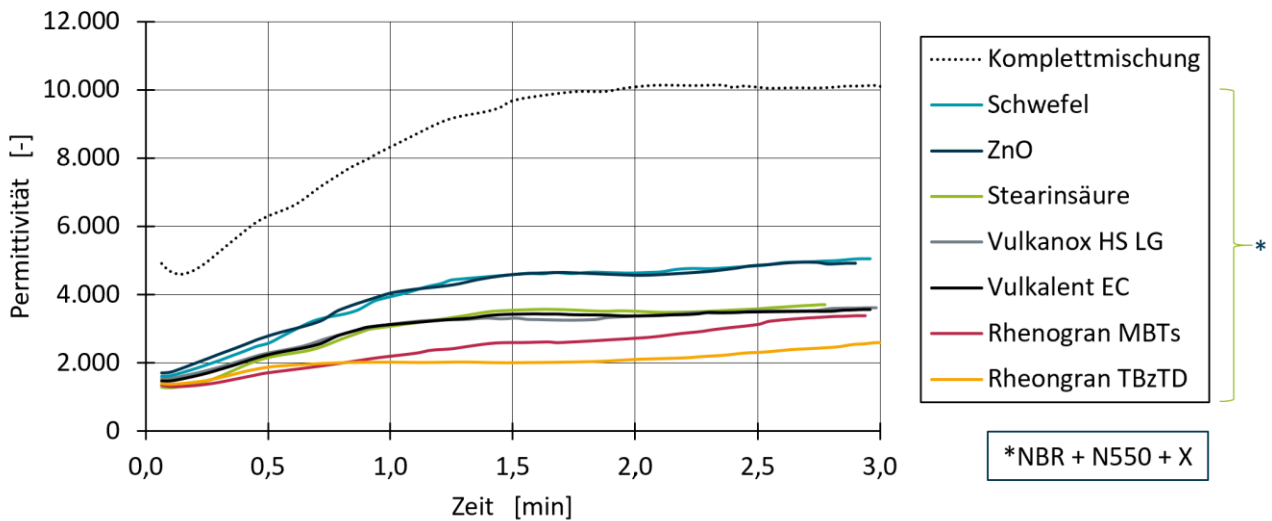


Abbildung 2.11: Permittivität der einzelnen Mischungsbestandteile (Prüf­temperatur: 170 °C, Messfrequenz: 100 Hz, Probendicke: 3 mm)

Die variierten Rhenograne haben den geringsten Beitrag zur Permittivität. Die hohe Sensitivität der DEA für Schwefel ist bereits aus früheren Untersuchungen bekannt [WHFL21]. Der Beitrag des Zinkoxids an der Permittivität ist nahezu identisch mit dem des Schwefels. Obwohl auch die Mischungen mit den Einzelkomponenten teilweise theoretisch vernetzungsfähig sind, bildet nur die Gesamtheit eine Mischung, die in der betrachteten Heizzeit von 180 s einen signifikanten Anstieg der Permittivität zeigt. Die Betrachtung der Einzelkomponenten weist jedoch ähnlich wie die Temperatur eine hohe Frequenzabhängigkeit auf. Bei höheren Frequenzen wird deren Einfluss nochmals geringer, wie Abbildung 2.12 deutlich zu entnehmen ist.

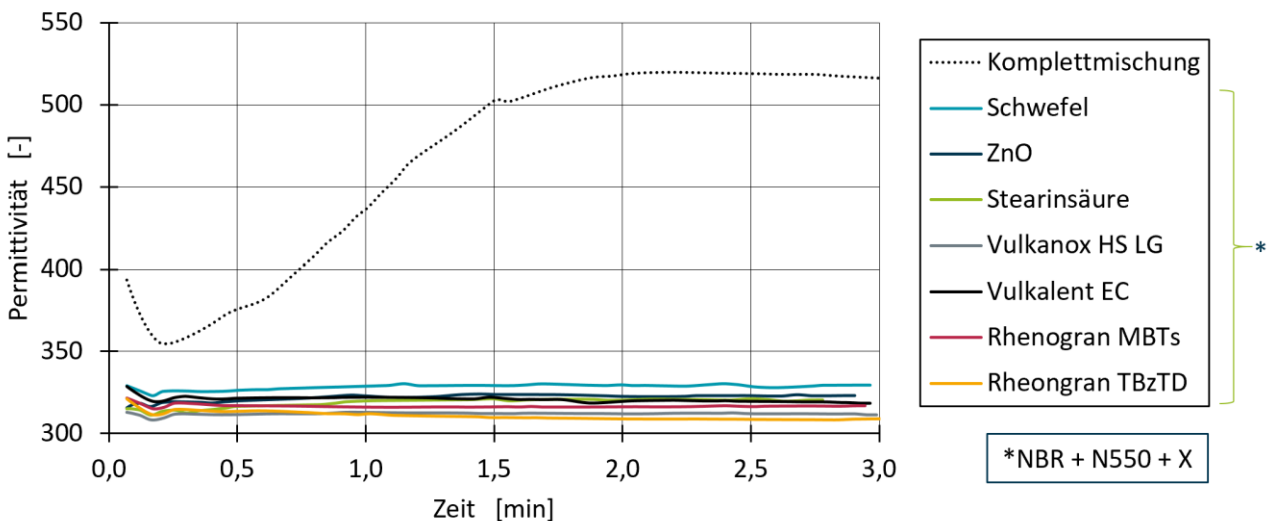


Abbildung 2.12: Permittivität der einzelnen Mischungsbestandteile (Prüf­temperatur: 170 °C, Messfrequenz: 100 kHz, Probendicke: 3 mm)

Ähnliche Untersuchungen wurden ebenfalls mit den Naturkautschuk-Mischungen aus Tabelle 2.1 durchgeführt. Abbildung 2.13 zeigt die Mischungsvariationen 4 und 5 sowie die Vernetzungsisothermen (Umsatz). Grundsätzlich zeigt die Permittivität einen ähnlichen Verlauf wie bei NBR und zeigt sogar eine reversionssähnliche Abnahme der Permittivität bei längerer Heizzeit. Die Reversionsempfindlichkeit der NR-Mischung ist in den Vulkameterkurven deutlich erkennbar. Der steile Anstieg der Permittivität bei ca. 1 min ist auf den

Einfluss des Alterungsschutzmittels zurückzuführen und hat somit nicht unmittelbar etwas mit der Vernetzungsreaktion zu tun.

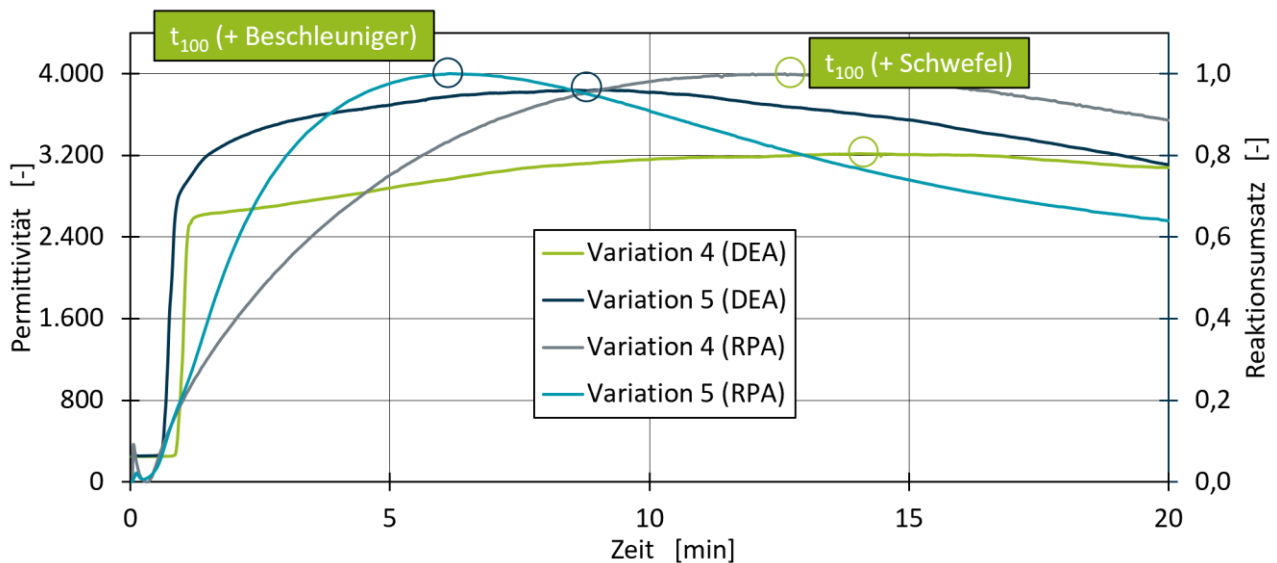


Abbildung 2.13: Permittivität und Umsatz von NR-Variation 4 und 5 (Prüftemperatur: 170 °C, Messfrequenz: 100 Hz, Probendicke: 2 mm)

### Zwischenfazit

In AP 4 konnte gezeigt werden, dass die Permittivität durch den Vernetzungsfortschritt beeinflusst wird und somit für eine In-Mould-Messung genutzt werden kann. Der Druckeinfluss ist bei den realisierbaren Drücken vernachlässigbar, ebenso wie der Temperatureinfluss bei Frequenzen >10 kHz. Auch die Mischungskomponenten können einen starken Einfluss auf die Permittivität haben, welcher jedoch besonders bei geringen Frequenzen ( $\leq 100$  Hz) ausgeprägt ist. Sowohl Unterschiede im Beschleunigergehalt sowie Reversion bei NR-Mischungen können mittels DEA detektiert werden.

## 2.5 Arbeitspaket 5: Übertragung auf einen Aufbau zur In-Mould-Vernetzungsgradmessung

In AP 5 wurden die bisherigen Erkenntnisse genutzt, um ein Werkzeugkonzept zu entwickeln, welches geeignet ist, die Vernetzungsgraderfassung im Spritzgießprozess zu validieren.

### Werkzeugkonzept

Aus den Erkenntnissen in AP 4 ergeben sich diverse Anforderungen an ein geeignetes Werkzeug. Die wichtigsten Eigenschaften, die das Werkzeug erfüllen soll, sind:

- Unterschiedliche oder verstellbare Wanddicken des Formteils
- Homogene, kavitätsnahe Temperierung
- Möglichkeit der Sensorintegration
- Möglichkeit der Probenextraktion aus dem Formteil
- Einfacher und wirtschaftlicher Umbau

Ein Großteil der Anforderungen kann durch ein Tauchkantenwerkzeug erfüllt werden. Das am IKV vorhandene Werkzeug hat eine zylinderförmige Kavität mit einem Durchmesser von 100 mm und einer variablen Höhe von 2 bis ca. 20 mm. Da der Sensor hier jedoch nur an der beweglichen Stirnseite angebracht werden

kann, müssen für die Kabelführung zusätzliche Modifikationen in Form von Platten realisiert werden. Als einziger Nachteil ist zu nennen, dass das Werkzeug über einen Kaltkanal verfügt, wodurch Änderungen der Mas- setemperatur, die bspw. in der Plastifiziereinheit entstehen, nicht oder nur verspätet in der Kavität wahrgenommen werden. Da dieses System jedoch zu einem nahezu angusslosen Formteil führt, wird dieser Nachteil im Sinne der Nachhaltigkeit in Kauf genommen.

Das finale Werkzeugkonzept ist in Abbildung 2.14 dargestellt. Zu sehen ist die Schnittansicht der schließseitigen Werkzeughälfte (unterhalb der Trennebene) sowie der Stempel der Düsenseite. Der DEA-Sensor ist in einem Abstand von 20 mm vom Anguss angebracht. Gegenüber ist auf dem gleichen Radius ein pT-Sensor vom Typ 6190CA2 untergebracht, sodass unter Annahme eines (rotations-)symmetrischen Werkzeugzu- stands Druck und Temperatur an der DEA-Sensorposition bestimmt werden können.

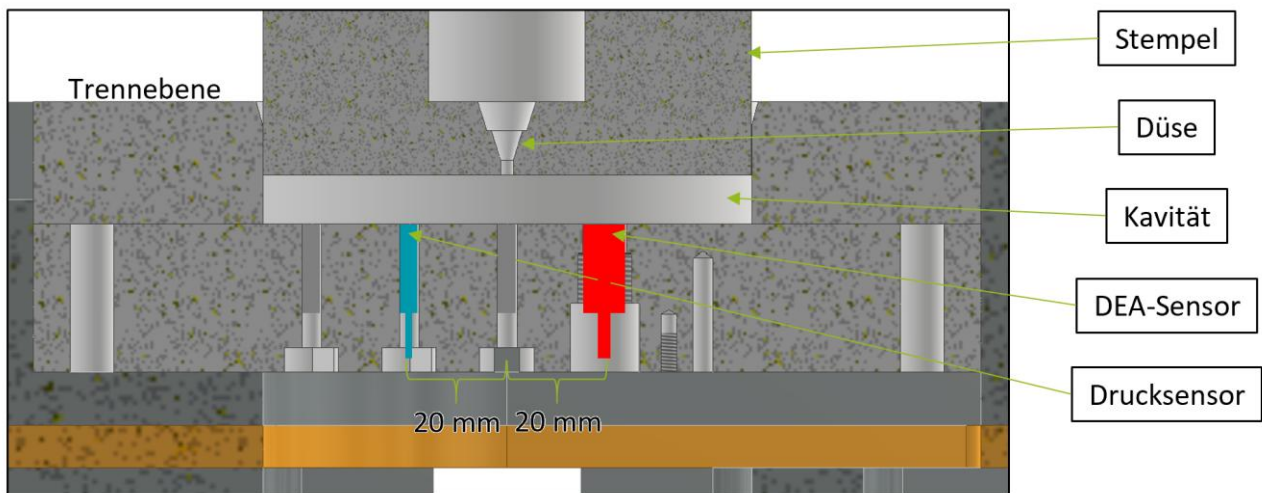


Abbildung 2.14: Werkzeugkonzept zur In-Mould-Messung des Vernetzungsgrades

Die Höhe der Kavität ist stufenlos verstellbar und wird in der Praxis mit Distanzstücken in der Trennebene fixiert. Verwendet wird das Werkzeug auf einer Vertikal-Spritzgießmaschine der Firma LWB Steinl GmbH & Co. KG, Altdorf, vom Typ VSEFE 3000/2000 s P.

### Simulation des Spritzgießprozesses zur Abschätzung der Formteilqualität

Um die Relevanz der durchzuführenden Untersuchungen zu überprüfen und mögliche alternative Ansätze zu identifizieren, wurde im ersten Treffen des PA eine Umfrage zur Steuerung der Heizzeit durchgeführt. An der in Abbildung 2.15 gezeigten Abstimmung nahmen 20 Personen teil, wobei eine Mehrfachnennung möglich war. Dreiviertel der Befragten gaben an, dass der Prozess auf dem Erfahrungswissen des Bedieners basiert, was die hohe Relevanz der Forschung zum Ersetzen von implizitem Wissen belegt. Die Hälfte der Befragten nutzt außerdem die Simulation von verschiedenen Prozesspunkten, um die Auswirkung von Prozessschwankungen auf die Endprodukteigenschaften abschätzen zu können. Daher wurde in Zusammenarbeit mit der Firma Sigma Engineering GmbH, Aachen, ein digitaler Zwilling des Spritzgießprozesses erstellt.

Für die Steuerung der Heizzeit werden vor allem folgende Systeme benutzt:

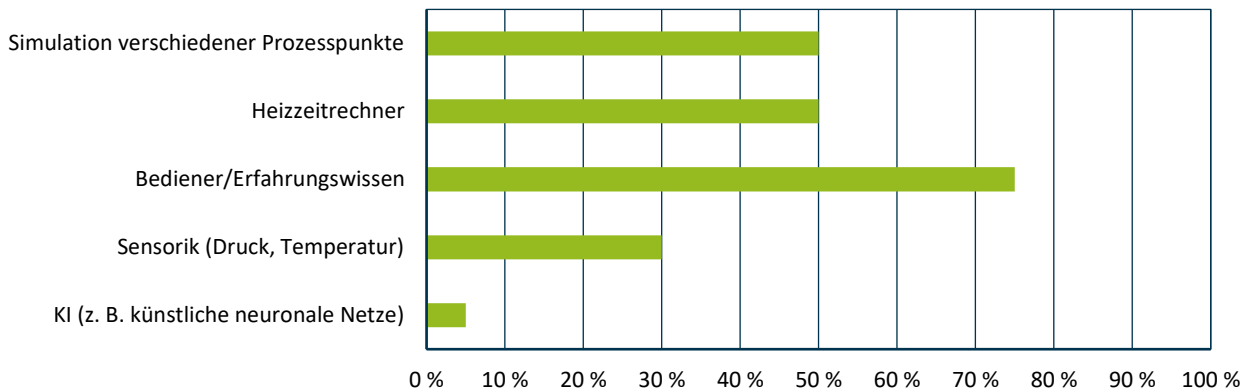


Abbildung 2.15: Umfrage zur Prozesseinrichtung (20 Teilnehmer)

Das Werkzeug samt Kaltkanal wurde mit detailliertem Verlauf der Kühlkanäle und der Lage der Heizpatronen in das Simulationsprogramm Sigmasoft 6.1.1.3 importiert. In Abbildung 2.16 sind die Fließkanäle (rot), Temperierkanäle (blau) und Heizpatronen (braun) zu erkennen.

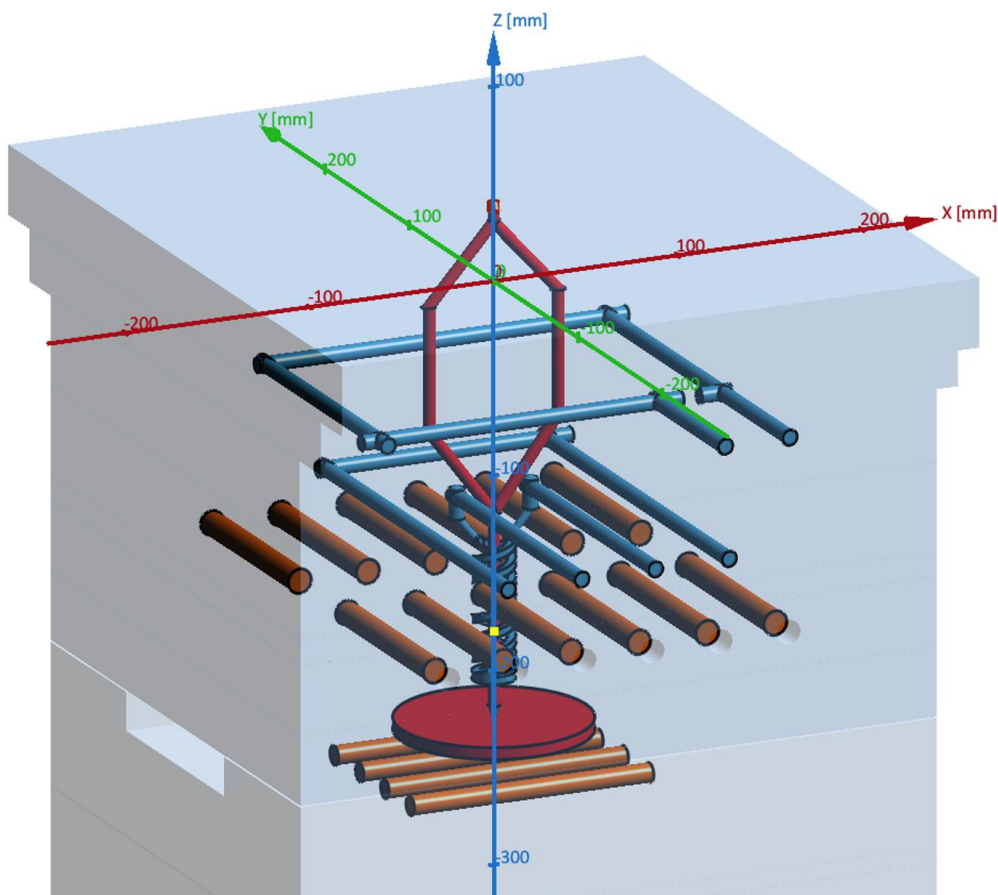


Abbildung 2.16: Modell des Spritzgießwerkzeugs mit erkennbarer Temperierung

Die Materialdaten für die Mischung NBR\_wB wurden soweit möglich analytisch bestimmt. Die detaillierten Viskositäts- und Vernetzungskurven sind dem Anhang zu entnehmen. Aufgrund der Unzulänglichkeiten der

Rheometrie bei hohen Scherraten wurden die Viskositätsdaten so angepasst, dass Massetemperatur (Dissipation) und Druckverlauf dem realen Prozess entsprechen. Anschließend wurde die Spritzgieß- und Vernetzungssimulation auf Basis eines faktoriellen Versuchsplans mehrfach durchgeführt. Aufgrund der Korrelation mit den praktischen Versuchen werden die Ergebnisse im nächsten Kapitel beschrieben.

## 2.6 Arbeitspaket 6: Untersuchung der In-Mould-Vernetzungsgradmessung im Spritzgießprozess

Zur Etablierung der neuen Messmethode im Elastomerspritzgießprozess ist eine praxisnahe Validierung notwendig. Hierfür wurden umfangreiche Spritzgießversuche mit dem in Kapitel 2.5 dargestellten Werkzeug durchgeführt. Zu Beginn wurde der Einfluss der Heizzeit auf den resultierenden Vernetzungsgrad für eine Formteildicke von 6 mm ermittelt. Dafür wurden die in Tabelle 2.3 zusammengefassten Prozesseinstellungen verwendet. Diese wurden sofern nicht explizit anders angegeben auch für alle weiteren Untersuchungen verwendet. Die verwendete Spritzgießmaschine verfügt über ein sogenanntes EFE-Einspritzsystem, bestehend aus einer Plastifiziereinheit (EF bzw. 1) und einem Spritzkolben (E bzw. 2).

Prozessparameter	Wert	Einheit
Temperatur Plastifiziereinheit (EF)	80	°C
Extruderdrehzahl	30	1/min
Plastifiziervolumen	54	cm <sup>3</sup>
Einspritzgeschwindigkeit 1 (EF)	20	cm <sup>3</sup> /s
Scherspalt	0	%
Temperatur Einspritzkolben (E)	80	°C
Einspritzgeschwindigkeit 2 (E)	15	cm <sup>3</sup> /s
Nachdruckhöhe 2	700	bar
Nachdruckdauer 2	30	s
Schließkraft	400	kN
Werkzeugtemperatur	170	°C

Tabelle 2.3: Prozessparameter für Spritzgießversuche

Bei der angegebenen Werkzeugtemperatur handelt es sich um den Soll-Wert der Werkzeugwandtemperatur. Diese wurde regelmäßig mittels Kontaktthermometer überprüft. Die einzustellenden Temperaturen liegen aufgrund der konturfernen Beheizung teils deutlich (bis zu 25 K) über den Ist-Werten.

Abbildung 2.17 zeigt die am Ende der variierten Heizzeit gemessene Permittivität bei 100 kHz sowie die im Nachgang bestimmten Quellgrade. Die Proben wurden analog zu den Offline-Messungen in Wasser abgeschreckt.

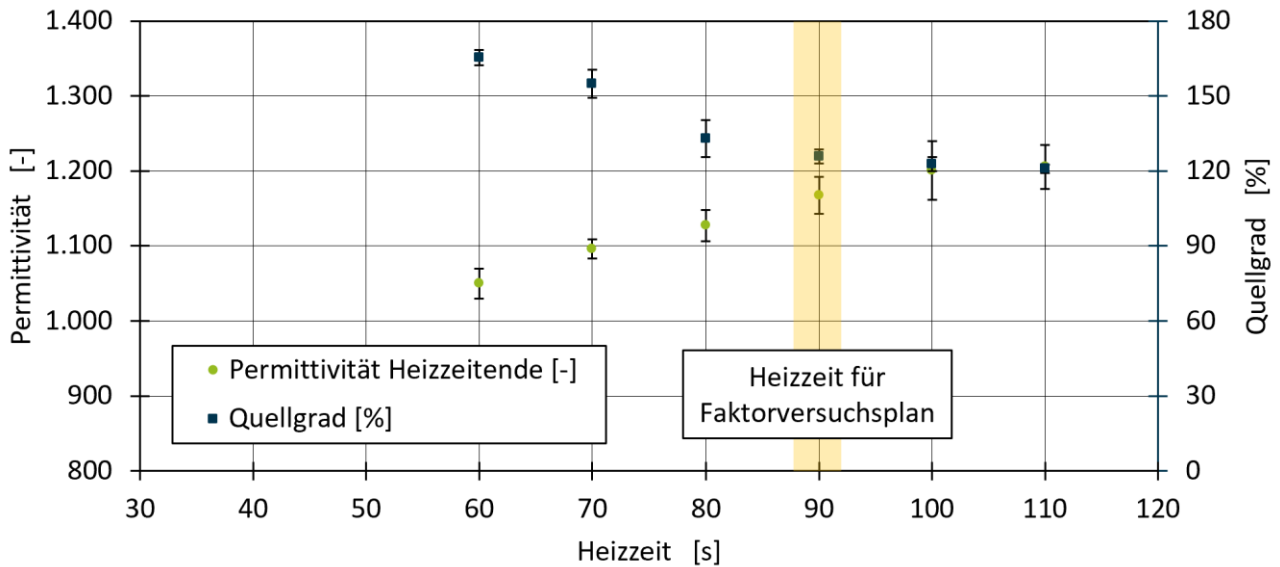


Abbildung 2.17: Permittivität und zugehöriger Quellgrad nach unterschiedlichen Heizeiten

Alle Prozesspunkte wurden mindestens fünfmal wiederholt und aus den Messungen der Mittelwert sowie die Standardabweichung  $\sigma$  ermittelt. In den Diagrammen ist folglich der Mittelwert  $\pm 1 \sigma$  angegeben. Die Permittivität sowie auch der Quellgrad steigen, respektive sinken, kontinuierlich und nähern sich ab ca. 100 s einem Gleichgewichtswert an. Aufgrund des reziproken Zusammenhangs von Quell- und Vernetzungsgrad ergibt sich ein negativer Korrelationskoeffizient von  $-0,96$  für die Permittivität und den Quellgrad, was einer sehr starken Korrelation entspricht. Hier wird bereits deutlich, dass sich die DEA sehr gut zur prozessintegrierten Überwachung des Vernetzungszustands eignet.

Da es sich bei den Prozessparametern in Tabelle 2.3 um einen Zentralpunkt handelt und beabsichtigt ist, den Vernetzungsgrad sowohl positiv als auch negativ zu beeinflussen, wird eine Heizeit von 90 s (gelb markiert) für die nachfolgenden Untersuchungen zu Prozessschwankungen verwendet. Die zur Simulation der Prozessschwankungen variierten Prozessparameter sind Tabelle 2.4 zu entnehmen.

Prozessparameter	Niedrige Einstellung (-)	Hohe Einstellung (+)
Kaltkanaltemperatur	K- = 70 °C	K+ = 90 °C
Werkzeugtemperatur	W- = 160 °C	W+ = 180 °C
Beschleunigergehalt	B- = 1,5 phr TBzTD & 0,75 phr MBTs	B+ = 3 phr TBzTD & 1,5 phr MBTs

Tabelle 2.4: 2<sup>3</sup>-Faktorenversuchsplan für Spritzgießsimulation und -versuche

Für die Eckpunkte wurden die Kaltkanal- und die Werkzeugtemperatur um jeweils  $\pm 10$  °C verändert. Bei den Variationen des Beschleunigergehaltes handelt es sich um die Standardrezeptur (B+) und NBR\_wB (B-).

Auf Basis des Faktorenversuchsplans wurden ebenfalls Spritzgießversuche durchgeführt und an den Probekörpern Messungen des mechanischen Verlustwinkels und Quelltests durchgeführt. Abbildung 2.18 zeigt die Permittivität am Heizeitende und die dazugehörigen Verlustwinkel für die NBR-Standardrezeptur. Für jedes Diagramm wurde jeweils die Frequenz mit der höchsten Korrelation gewählt (vgl. Tabelle 2.5).

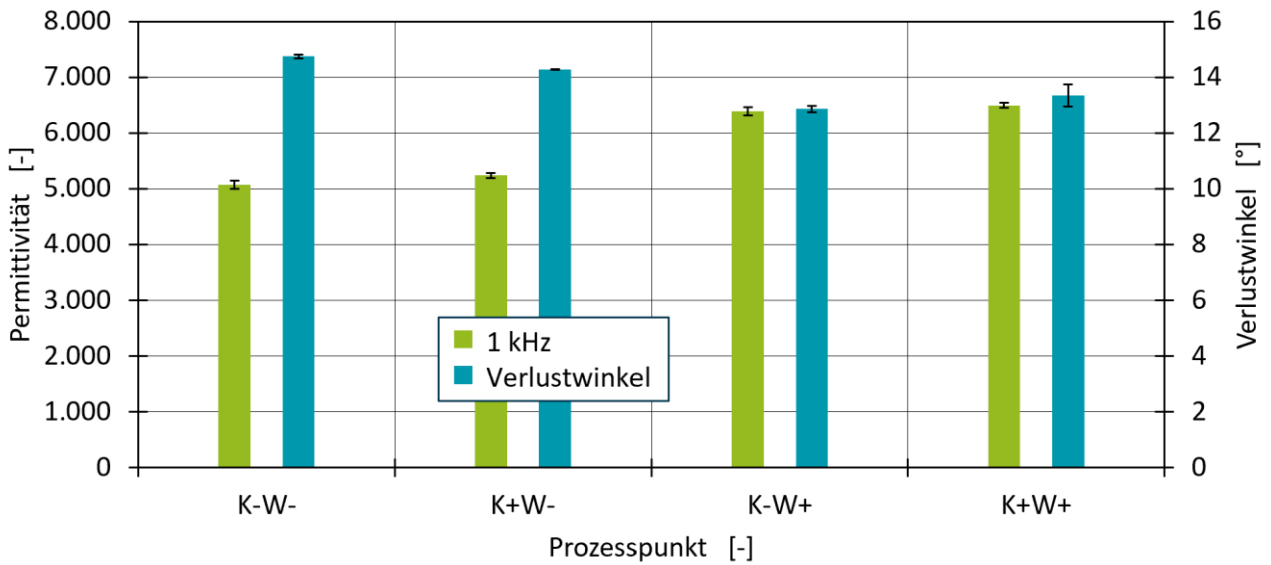


Abbildung 2.18: Permittivität (1 kHz) und mech. Verlustwinkel von NBR

Bei geringerer Werkzeugtemperatur (W-) wirkt sich eine höhere Kaltkanaltemperatur (K+) positiv auf den Verlustwinkel aus (höherer Vernetzungsgrad). Dies korreliert ebenfalls mit der beobachteten höheren Permittivität. Eine höhere Werkzeugtemperatur führt zu einem geringeren Verlustwinkel (höherer Vernetzungsgrad) und einer höheren Temperatur, wobei die Kaltkanaltemperatur keinen signifikanten Einfluss hat.

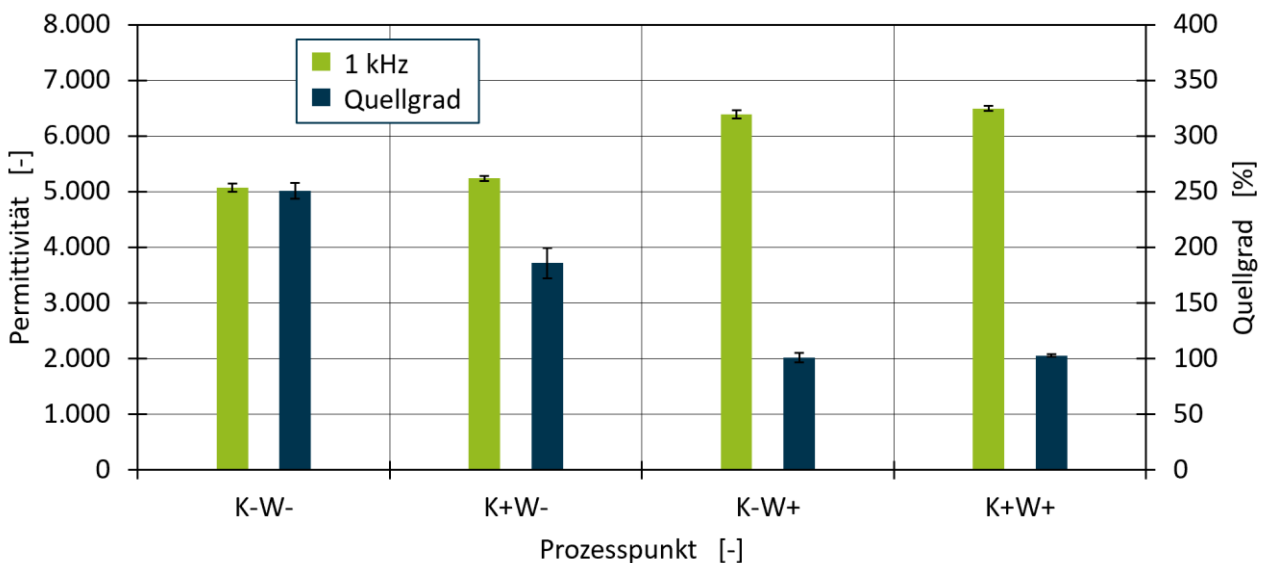


Abbildung 2.19: Permittivität (1 kHz) und Quellgrad von NBR

Die Ergebnisse der Verlustwinkelmessungen lassen sich mittels Quelltest reproduzieren. Auch hier sinkt der Quellgrad bei kälterem Werkzeug mit steigender Kaltkanaltemperatur, während bei wärmerem Werkzeug keine Abhängigkeit sichtbar ist. Die genauen Korrelationskoeffizienten werden später zusammengefasst. Anhand der Abbildungen wird jedoch bereits deutlich, dass die Permittivität stark negativ mit dem Vernetzungsgrad korreliert, welcher anhand des Quellgrads oder des Verlustwinkels validiert wird.

Bei reduziertem Beschleunigergehalt (NBR\_wB) korrelieren besonders die hohen Frequenzen mit dem Verlustwinkel, sofern die Werkzeugtemperatur hoch ist, bei niedrigerer Werkzeugtemperatur korrelieren jedoch vorrangig die geringeren Frequenzen. In Abbildung 2.20 ist dies anhand einer niedrigen Frequenz von 1 Hz

ersichtlich. Hier steigt der Verlustwinkel mit abnehmender Permittivität bzw. steigender Kaltkanaltemperatur.

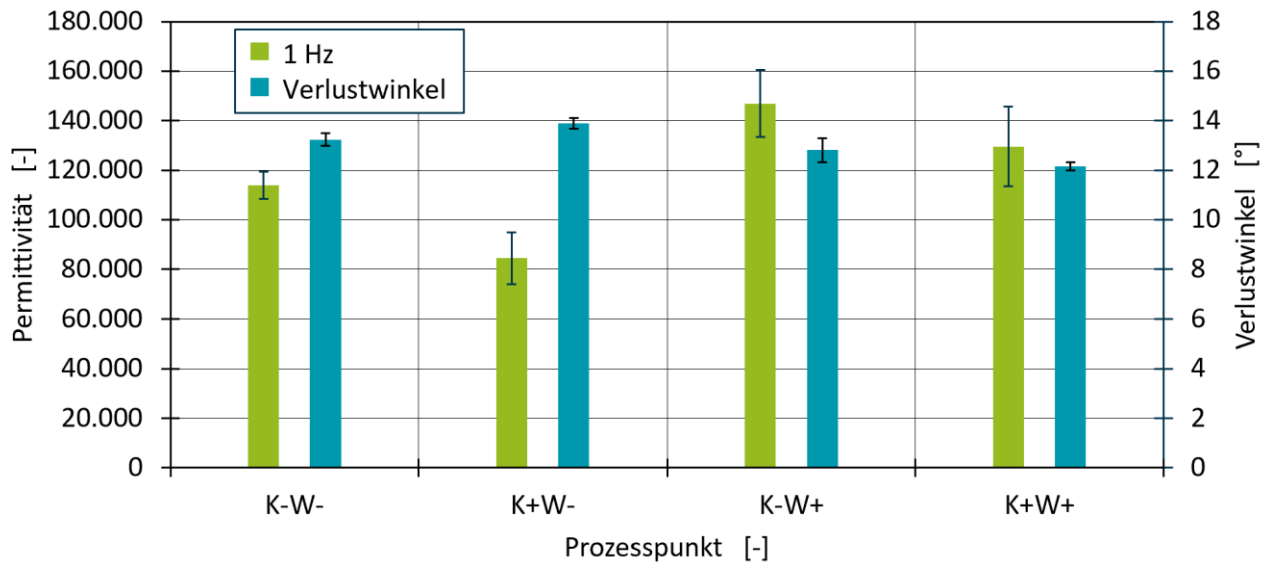


Abbildung 2.20: Permittivität (1 Hz) und mech. Verlustwinkel von NBR\_wB

Der Quellgrad korreliert ebenfalls stark mit der Permittivität, allerdings ist der Einfluss der Kaltkanaltemperatur auf die Permittivität stärker ausgeprägt als auf den Quellgrad (Abbildung 2.21). Die genauen Ursachen hierfür sind nicht bekannt, es kann sich hierbei um temperaturbedingte Effekte handeln.

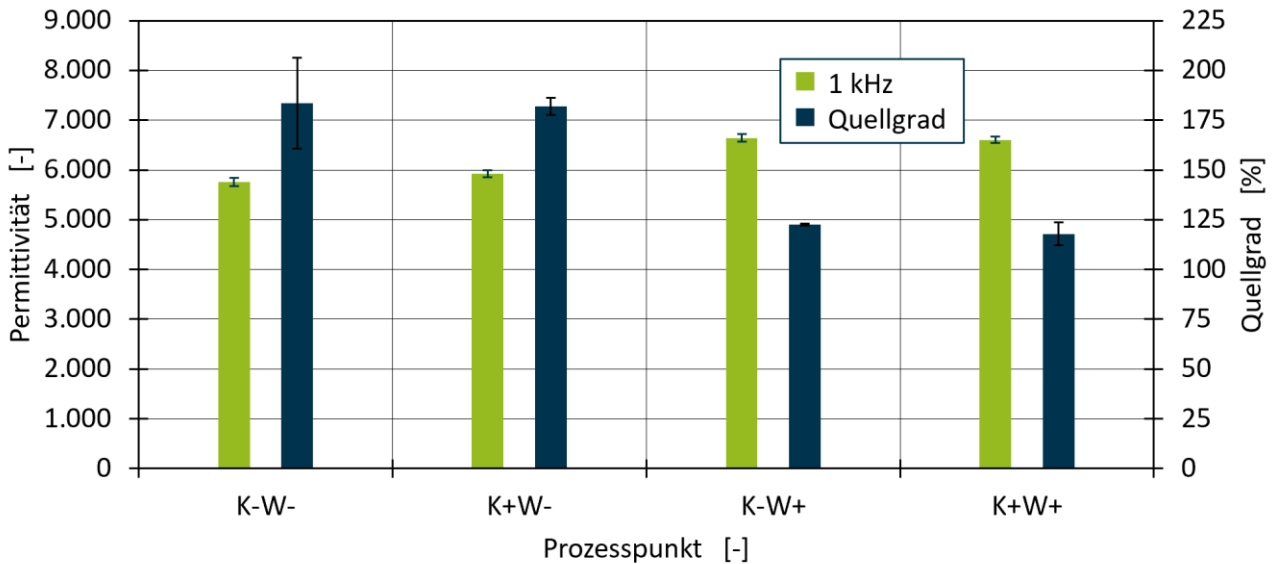


Abbildung 2.21: Permittivität (1 kHz) und Quellgrad von NBR\_wB

Für die durchgeführten Spritzgießversuche und die anschließenden Prüfungen wurde die Pearson-Korrelation bestimmt, deren Korrelationskoeffizienten in Tabelle 2.5 zusammengefasst sind [Schä16].

Größe/Frequenz	1 Hz	10 Hz	100 Hz	1 kHz	10 kHz	100 kHz	Quellgrad
Verlustwinkel	-0,88	-0,81	-0,70	-0,89	-0,72	-0,80	0,83
Quellgrad	-0,81	-0,93	-0,92	-0,92	-0,46	-0,55	1

Tabelle 2.5: Korrelationskoeffizienten der Permittivität und der Formteileigenschaften

Die Korrelationskoeffizienten zeigen für einen Großteil der Frequenzen eine sehr starke negative Korrelation ( $< -0,7$ ). Der mechanische Verlustwinkel weist dabei für alle Frequenzen eine sehr starke Korrelation auf, während die Korrelation des Quellgrads mit der Permittivität bei hohen Frequenzen etwas geringer ist. Aus den vorliegenden Ergebnissen kann geschlossen werden, dass die Permittivität gut geeignet ist, den resultierenden Verlustwinkel sehr gut und den resultierenden Quellgrad ebenfalls gut vorherzusagen.

Die Pearson-Korrelation wurde darüber hinaus für die durchgeführten Simulationen aufgestellt. Hierbei wurden die Variationen von Kaltkanal- und Werkzeugtemperatur verwendet und der von der Simulation am Zyklusende berechnete Vernetzungsgrad mit dem Quellgrad und dem mechanischen Verlustwinkel der dazugehörigen praktischen Versuche verglichen. Die Simulation ermöglicht eine extrem gute Korrelation von  $-0,9998$  der berechneten Vernetzungsgrade mit dem Quellgrad. Für den mechanischen Verlustwinkel ist die Korrelation mit  $-0,86$  ebenfalls sehr hoch. Die Spritzgießsimulation ermöglicht also eine zuverlässige Aussage über die Veränderung des Vernetzungsgrades bei schwankenden Prozessbedingungen. Zum Aufbau eines Materialmodells und insbesondere zur Abbildung von Materialschwankungen sind allerdings umfangreiche rheologische und thermische Prüfungen notwendig.

Um die These der In-Mould-Messung mittels DEA zu validieren und deren Eignung für eine Prozessregelung zu überprüfen, wurde die Permittivität im laufenden Prozess verwendet, um trotz schwankender Massetemperatur eine gleichbleibende Vernetzung zu erreichen. Die schwankende Massetemperatur wird durch eine Änderung der Einspritzgeschwindigkeit erreicht. Der Spritzgießzyklus wird anschließend nicht nach einer definierten Heizzeit beendet, sondern wenn die Permittivität einem Vernetzungsgrad von ca. 70 % entspricht. Die Formteile werden anschließend geprüft und festgestellt, ob eine gleichbleibende Qualität bewertet anhand des Verlustwinkels erreicht werden kann.

Abbildung 2.22 zeigt die Ergebnisse der Regelung für eine Einspritzgeschwindigkeit von  $5 \text{ cm}^3/\text{s}$  sowie  $15 \text{ cm}^3/\text{s}$ . Die Prüfung des Verlustwinkels wurde anschließend sowohl links (l) als auch rechts (r) der von den Sensoren gebildeten Mittellinie durchgeführt. Wird bei höherer Einspritzgeschwindigkeit nicht nach einer fixen Heizzeit sondern bei konstanter Permittivität entformt, kann der Zyklus bereits 23 s früher beendet werden, wobei sogar ein geringfügig höherer Vernetzungsgrad erreicht wird. Insbesondere sind die Schwankungen zwischen den geregelten Zyklen (blau) deutlich geringer als innerhalb eines Formteils (l und r) oder innerhalb des faktoriellen Versuchsplans (gelb) bei identischer Heizzeit.

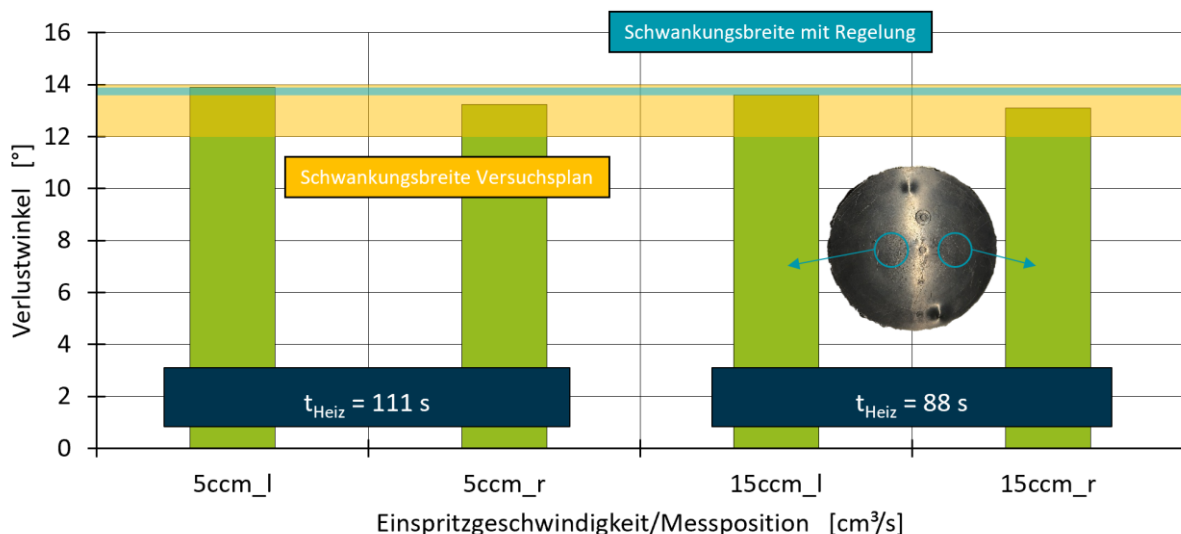


Abbildung 2.22: Potenzial der Prozessregelung auf Basis der DEA

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass die DEA gut geeignet ist, um einen durch Prozess- und Materialschwankungen variierenden Vernetzungsgrad von NBR-Mischungen schon im Formwerkzeug zu detektieren. Durch eine Regelegung der Heizzeit auf Basis der Permittivität kann Heizzeit eingespart oder die Formteilqualität reproduzierbar gesteigert werden. Herausforderungen bestehen in der Messung weniger polarer Mischungen wie BR, EPDM oder Silikonen.

### 2.7 Arbeitspaket 7: Bewertung der Ergebnisse und Verfassen des Abschlussberichts

In diesem Arbeitspaket wurden die erlangten Erkenntnisse bewertet und zu dem vorliegenden Schlussbericht zusammengefasst.

## 3 Verwendung der Zuwendung

- wissenschaftlich-technisches Personal (Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans)
  - 20PM

		Projektmonat:																								
AP:	Arbeitsschritt:	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	Σ AP:
1	Konstruktion	■	■	■																						2
2	Mischungsherstellung		■	■														■	■							2
3	Plattenherstellung				■	■																				2
4	Validierung Messzelle						■	■	■	■	■	■	■	■	■	■										9
5	Übertragung In-mould															■	■									2
6	In-mould Messungen																	■	■	■	■	■	■	■	■	6
7	Dokumentation																								■	1
Summe Monat:		1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	24
		Personaleinsatz																								Σ PM:
Ang. mit wiss. Abschluss																										
Techniker																										
Stud. Hilfskraft																										

- Geräte (Einzelansatz B des Finanzierungsplans)
  - Für das beantragte Forschungsprojekt wurde am 19.06.2024 eine DEA-Messzelle für 21.706,79 € bei der Firma HMF Maschinen & Formenbau GmbH beschafft.
- Leistungen Dritter (Einzelansatz C des Finanzierungsplans)
  - Im Forschungsprojekt sind keine Leistungen Dritter vorgesehen.

## 4 Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Für die Planung und Durchführung des Forschungsvorhabens war ein wissenschaftlicher Mitarbeiter mit Universitätsabschluss erforderlich. Die Stelle des wissenschaftlichen Mitarbeiters war zur unmittelbaren Betreuung und erfolgreichen Durchführung des Projektes notwendig. Der Mitarbeiter formulierte die Ziele, entwickelt das Arbeitsprogramm und erarbeitet die Lösung der wissenschaftlichen Problemstellung.

Der wissenschaftliche Mitarbeiter hat in der Vorbereitung zu den Versuchen Mischungsrezepturen definiert. Hierbei wurden Compounds mit unterschiedlichen Mischungsbestandteilen hergestellt, verglichen und bewertet. Ziel war es, praxisnahe Mischungen mit verschiedenen Eigenschaften zu entwickeln, welche mit dem PA abgestimmt wurden und im Anschluss für die gesamte Projektlaufzeit verwendet wurden.

Bei der Herstellung der unterschiedlichen Mischungen im Innenmischer und deren Weiterverarbeitung auf einer Elastomerspritzgießmaschine hat der wissenschaftliche Mitarbeiter die Versuche geplant und nach ersten Prozess Erfahrungen ein Prozessfenster festgelegt. In diesem Zusammenhang werden geeignete Versuchspläne erstellt und bearbeitet.

Der wissenschaftliche Mitarbeiter hat die Ergebnisse gebündelt und ausgewertet. Diese Ergebnisse wurden dem PA im Laufe des Projektes präsentiert. Der Mitarbeiter hat mit dem PA mögliche Optimierungen der Mischungszusammensetzungen abgestimmt. Der Mitarbeiter kommunizierte mit Werkzeugbauern, Anlagenherstellern oder Herstellern von technischen Elastomererzeugnissen (TEE).

Während der gesamten Projektlaufzeit hat der wissenschaftliche Mitarbeiter die wissenschaftlichen Hilfskräfte angeleitet. Die Dokumentation der Lösungswege und der Ergebnisse wurde vom wissenschaftlichen Mitarbeiter übernommen. Dem wissenschaftlichen Mitarbeiter oblag die Vorbereitung und Durchführung des erarbeiteten Technologietransfers. Er hat Veröffentlichungen und Vorträge verfasst und die erarbeiteten Ergebnisse einem breiten Publikum vorgestellt.

Um eine technisch einwandfreie Einrichtung der Spritzgießmaschine zu gewährleisten, wurde ein technischer Angestellter benötigt. Der beantragte Angestellte leitete die Umrüstarbeiten der Spritzgießmaschine. Seine Aufgabe bestand weiterhin darin, die studentischen Hilfskräfte in die sichere Bedienung der Spritzgießmaschine einzuführen. Dies umfasste insbesondere den Umgang mit Peripheriegeräten der Spritzgießmaschine sowie die Inbetriebnahme des Prozesses.

Durch die studentischen Hilfskräfte wurde der wissenschaftliche Mitarbeiter bei der Durchführung der geplanten Arbeitsschritte unterstützt. Der erhebliche Aufwand der Versuche und Bauteilprüfungen sowie die Parallelisierung dieser Vorgänge machte die Mitarbeit von zwei studentischen Hilfskräften über die gesamte Projektlaufzeit notwendig. Die Planung des Versuchsprogramms wurde von dem betreuenden wissenschaftlichen Mitarbeiter übernommen.

Studentische Hilfskraft 1 hat zu Beginn des Vorhabens in AP 1 die Konstruktion einer DEA-Messzelle unterstützt. Danach hat sie in AP 4 die Messzelle validiert und zusätzlich mit konventionellen Vernetzungsgradmessungen verglichen. Zusätzlich wurde die studentische Hilfskraft 1 bei der Übertragung der neu gewonnenen Kenntnisse auf einen Aufbau zur In-Mould-Vernetzungsgradmessung unterstützend tätig. Die Untersuchung der In-Mould-Vernetzungsmessung im Spritzgießprozess in AP 6 war ebenfalls Aufgabe der ersten studentischen Hilfskraft. Die zweite studentische Hilfskraft hat in AP 2 die verschiedenen, vom wissenschaftlichen Mitarbeiter definierten Kautschukmischungen im Innenmischer und auf dem Walzwerk des IKV hergestellt. Danach hat sie in AP 3 Plattenprobekörper mit definiertem Vernetzungszustand hergestellt. In der Schlussphase des Projektes unterstützten beide studentischen Hilfskräfte den wissenschaftlichen Mitarbeiter bei der umfangreichen Auswertung und der Aufbereitung der gesammelten Versuchsergebnisse.

In diesem Vorhaben wurde eine werkzeug- bzw. prozessintegrierte Bewertung des Vernetzungsgrads entwickelt und erfolgreich validiert. Hierzu wurde ein Offline-Messprüfstand zur Bestimmung des Vernetzungsgrades mittels DEA konstruiert und extern in Fertigung gegeben. Die Konstruktion und Fertigung durch einen Werkzeugbauer war notwendig, da durch die gleichzeitige Einstellung von Druck und Messkammervolumen

hohe Anforderungen an Konstruktion und Fertigungstoleranzen gegeben waren. Mit dem Offline-Messprüfstand kann das dielektrische Verhalten unterschiedlicher Kautschukmischungen untersucht werden. Die Messzelle hat gegenüber der Messung im Spritzgießwerkzeug den eklatanten Vorteil, dass Druck und Temperatur sehr genau bestimmbar sind und kaum quantifizierbare Einflüsse, wie z.B. die beim Einspritzvorgang eingebrachte Scherenergie, vermieden werden. Darüber hinaus werden sehr geringe Probenmengen benötigt, was eine schnelle Untersuchung zahlreicher Variationen ermöglicht.

Die geleisteten Arbeiten entsprechen in Inhalt und Umfang dem beantragten und bewilligten Antrag und sind daher notwendig und angemessen.

## **5 Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens der erzielten Ergebnisse insbesondere für KMU sowie ihres innovativen Beitrags und ihrer industriellen Anwendungsmöglichkeiten**

Eine Abweichung von der optimalen Heizzeit führt zu Abweichungen der resultierenden Produkteigenschaften, sodass diese gegebenenfalls außerhalb der geforderten Spezifikationsgrenzen liegen. Solche Bauteile müssen aussortiert werden und können zudem nicht, wie in der Thermoplastverarbeitung üblich, als Rezyklat dem Verarbeitungsprozess erneut zugeführt werden. Dies führt zu hohen Ausschussquoten, die je nach Bauteilkomplexität bis zu 15 % betragen, sowie erhöhten Kosten. Weiterhin hat die Verarbeitung immer kleinerer Lose eine häufigere Prozesseinrichtung und Einstellung der Heizzeit zur Folge. Insbesondere für KMU stellen diese wirtschaftlichen Verluste ein großes Problem dar, da häufig nicht die Mittel für eigene Forschungs- und Entwicklungsarbeiten zur Reduzierung der Ausschussquoten bereitgestellt werden können. Die Investition in neuartige Sensorik ist für KMU mit einem hohen Investitionsrisiko verbunden, wenn der Nutzen in Form einer Produktivitätssteigerung nicht bekannt ist. Betroffen sind besonders KMU, da allein im Bereich der Industrie zur Herstellung von TEE zwei Drittel aller Beschäftigten (etwa 343.000) in mittelständischen Unternehmen tätig sind [NN18]. Hinzu kommt ein Fachkräftemangel, der besonders KMU abseits großer Ballungsräume trifft [NN11].

Bislang ist eine systematische In-Mould-Erfassung des Vernetzungsgrades und Steuerung der Heizzeit im Spritzgießprozess kaum möglich. Wie eine Umfrage im Rahmen des PA belegt, basiert die Einstellung eines Elastomerspritzgießprozesses bislang auf Schätzwerten der notwendigen Heizzeit (welche auf Vulkameterversuchen oder Simulationen beruhen) und Trial-and-Error Versuchen. Darüber hinaus kommen Heizzeitrechner zum Einsatz, die die notwendige Heizzeit basierend auf Mischungs- und Prozessdaten abschätzen.

Produkte der Kautschukindustrie müssen dabei mechanisch und optisch den steigenden Qualitätsanforderungen genügen [NN14]. Wie ebenfalls in der Umfrage deutlich wird, unterliegt der Prozess aber Schwankungen, welche erst durch fehlerhafte Bauteile (d. h. teils lange nach der Fertigung) erkannt werden. In Bezug auf die Auswirkungen von Prozessparametern und -schwankungen auf die Bauteilqualität sind kaum explizite wissenschaftliche Erkenntnisse vorhanden. Die Durchführung von Trial-and-Error Versuchen führt zwangsläufig zu Ausschuss, was insbesondere durch den zeitlichen Versatz zwischen Produktion und dem Vorliegen der Prüfergebnisse aus den Bauteilprüfungen herrührt. Ein wichtiges Verfahren zur Beurteilung der Bauteilqualität stellt der gemessene Druckverformungsrest (DVR) dar, der gemäß DIN ISO 815 [NN22] mindestens 24 Stunden dauert, häufig erwarten Automobilhersteller die Prüfung über 72 Stunden. Die Bauteilproduktion wird währenddessen nicht angehalten, wodurch sich für Unternehmen ein hohes Produktionsrisiko ergibt.

Genügen die in der Zwischenzeit hergestellten Bauteile nicht den Qualitätsanforderungen, müssen diese zur Erreichung der Spezifikationen entweder energie-, personal- und zeitaufwendig nachgetempert werden oder führen endgültig zu Ausschuss. Folglich entstehen zusätzliche Lager-, Maschinen- und Personalkosten, welche durch eine frühzeitige Erkennung des Vernetzungszustandes und die Anpassung der Heizzeit eingespart werden können.

Indem der Vernetzungszustand, wie gezeigt, während des laufenden Prozesses kontinuierlich bewertet wird, kann basierend auf den erlangten Erkenntnissen in den laufenden Prozess eingegriffen werden, indem die Heizzeit nicht wie üblich auf einen empirisch ermittelten Wert eingestellt wird, sondern der Zyklus beendet wird, sobald die Permittivität den mit dem gewünschten Vernetzungsgrad korrelierenden Wert erreicht hat. Hierfür reicht im besten Fall ein Referenzzyklus, sodass entsprechende Grenzen eingestellt werden können und anschließend der Vernetzungsgrad auf Grundlage der Grenzen und der gezeigten Korrelation während der Heizzeit kontinuierlich bestimmt wird.

Erkenntnisse über den Vernetzungszustand im Werkzeug erlauben es daher Verarbeitern, bereits vor der Entformung Hinweise über das Erreichen des Qualitätsfensters ihrer Bauteile zu erhalten. Schwankungen können so prozesstechnisch kompensiert, möglicher Ausschuss signifikant reduziert und das Produktionsrisiko gesenkt werden. Da die Materialkosten mit ca. 40-70 % den höchsten Anteil an den Produktionskosten von Gummi- und Kunststoffwaren darstellen [PDB00, SLJ11], erhöht eine Reduktion des Ausschusses die Wirtschaftlichkeit, senkt die Kosten und stärkt die Position der Unternehmen am Markt. Weiterhin kann durch explizites Wissen die Abhängigkeit der Unternehmen vom Erfahrungswissen einzelner Mitarbeiter zur Prozesseinrichtung reduziert werden, was besonders KMU hilft. Durch die gesteigerte Prozesstransparenz können außerdem Produktionsoptimierungen generell leichter realisiert werden.

Die Verringerung des Ausschusses trägt weiterhin zu einer gesteigerten Energieeffizienz bei: Es müssen weniger Materialressourcen zur Erreichung der benötigten Stückzahl aufgewendet werden (geringerer Energiebedarf bei der Materialherstellung) und die produktspezifischen Maschinenlaufzeiten werden verringert (geringerer Energiebedarf an der Anlage). Eine Reduzierung der heizzeitbedingten Ausschussquote führt daher zu signifikanten Energieeinsparungen.

## 6 Wissenstransfer in die Wirtschaft

### 6.1 Durchgeführte Transfermaßnahmen

Maßnahme	Ziel	Ort/Rahmen	Datum/Zeitraum
Akademische Lehre / Personaltransfer	Ausbildung Studierender praxisnahe Ausbildung potenzieller Nachwuchskräfte für KMU	Projektbearbeitung durch studentische Hilfskräfte; Durchführung von Bachelor- und Masterarbeiten	Während der Laufzeit
Dialog mit Fachpersonal der Wirtschaft	Berücksichtigung von Anforderungen und Problemstellungen der Elastomerspritzgießbranche	Besuch am IKV, Reisen zu Unternehmen	04.07.2023, 24. und 25.08.2023, 29.04.2024, 29.05.2024, 05.11.2024, 15.01.2025, 10.02.2025, 26.02.2025, 26.03.2025, 18.06.2025

Fachbeiratsgruppe	Intensive Diskussion mit Vertretern des Bereichs Kautschuktechnologie, insb. KMU	Fachbeiratsgruppensitzung „Kautschuktechnologie“ am IKV	08.11.2023, 06.11.2024
Hinweise in der Fachpresse	Bekanntmachung durch IKV eigene Öffentlichkeitsabteilung	IKV-Insight, Linked-In	Kontinuierlich
Projektbegleitender Ausschuss	Intensiver Dialog mit potenziellem Nutzerkreis	3 Sitzungen des Projektbegleitenden Ausschusses	09.11.2023, 29.01.2025, 30.06.2025
Soziale Medien	Bekanntmachung auf z. B. LinkedIn, Youtube	Projektkurzbeschreibung mit Ansprechpartner auf IKV-Homepage und Social Media (Instagram)	Kontinuierlich
Vorträge und Posterpräsentationen	Vorstellung und Diskussion von Projektergebnissen	DKT 2024 German Rubber Conference, Nürnberg 15th Fall Rubber Colloquium, Hannover	01.07.2024 11.09.2024
Wissenschaftliche Publikationen	Vorstellung und Dokumentation der wichtigsten Ergebnisse für grundlegenden als auch anwendungsorientierte Leserkreise	Tagungsumdrucke der Deutschen Kautschuktagung sowie des Kautschuk Herbst Kolloquiums	Juli 2024, September 2024

## 6.2 Geplante spezifische Transfermaßnahmen nach der Projektlaufzeit

Maßnahme	Ziel	Ort/Rahmen	Datum/Zeitraum
Fachbeiratsgruppe	Intensive Diskussion mit Vertretern des Bereichs Kautschuktechnologie, insb. KMU	Fachbeiratsgruppensitzung „Kautschuktechnologie“ am IKV	November 2025
Forschungsbericht	Erstellung einer Dokumentation der Forschungsergebnisse und Weitergabe an interessierte KMU	Detaillierter Forschungsbericht, der interessierten Unternehmen zur Verfügung gestellt wird	Q1 nach Projektabschluss
Dialog mit Fachpersonal der Wirtschaft	Ergebnistransfer in die Elastomerspritzgießbranche	Besuch am IKV, Reisen zu Unternehmen K-Messe Düsseldorf Internationales Kolloquium Kunststofftechnik des IKV	Kontinuierlich 2025 2026
Soziale Medien	Bekanntmachung auf z.B. LinkedIn, Youtube	Projektkurzbeschreibung mit Ansprechpartner auf IKV-Homepage und Social Media	Kontinuierlich
Akademische Lehre / Personaltransfer	Ausbildung Studierender, praxisnahe Ausbildung potenzieller Nachwuchskräfte für KMU	Lehrveranstaltungen an der RWTH Aachen: Kunststoffverarbeitung II; Kautschuktechnologie	Kontinuierlich

Vorträge und Posterpräsentationen	Vorstellung und Diskussion von Projektergebnissen, Ansprechen von nationalem und internationalem Fachpublikum	VDI, PPS, SPE Antec	2025, 2026
Hinweise in der Fachpresse	Bekanntmachungen durch IKV eigene Öffentlichkeitsabteilung	IKV-Presseverteiler für Pressemitteilungen und Fachartikel in über 40 Zeitschriften im Bereich Kunststofftechnik und Maschinenbau, LinkedIn	Kontinuierlich
Wissenschaftliche Publikationen mit QR-Code zum Leitfaden	Vorstellung und Dokumentation der wichtigsten Ergebnisse für grundlegendes als auch anwendungsorientierte Leserkreise	Vsl. in der anerkannten Fachzeitschrift: „Kautschuk, Gummi, Kunststoffe“	Q2 nach Projektabschluss
Leitfaden zum Download	Erstellung eines Leitfadens zur prozessintegrierten Vorhersage des Vernetzungsgrades beim Elastomerspritzgießen und Weitergabe an Industrie	Detaillierter Auslegungskatalog, der interessierten Unternehmen als Download über die IKV-Homepage zur Verfügung gestellt wird	Q2 nach Projektabschluss
Beratung von Unternehmen / Workshops	Hilfestellung bei projektnahen Problemstellungen der KMU bspw. über Workshops	Wissenstransfer von der Forschungsstelle in die Industrie	Kontinuierlich
Anschlussprojekte	ZIM-Kooperationsprojekt mit der Industrie	Es wird geprüft, ob mit einem Unternehmen ein ZIM-Projekt durchgeführt werden kann.	Q1 - Q4 nach Projektabschluss
Multiplikatoren	Übertragung der gewonnenen Erkenntnisse auf weitere Prozesse im Elastomerspritzgießen	Wissenstransfer von der Forschungsstelle in die Industrie, Beratung	Q1 - Q4 nach Projektabschluss
Dissertation	Qualifikation des wissenschaftlichen Mitarbeiters zur Promotion	Promotionsstudium an der RWTH Aachen	Vsl. Q3 nach Abschluss der Projektlaufzeit
Webinare	Information und Beratung zu projektnahen Fragestellungen	Wissenstransfer von der Forschungsstelle in die Industrie	Kontinuierlich

## 7 Literaturverzeichnis

- [Cha18] CHALOUKKA, A.: *Development of a dielectric sensor for the real-time in-mould characterization of carbon fiber reinforced thermosets*. Universität Augsburg, Dissertation, 2018
- [Cha22] CHALOUKKA, A.: *Persönliche Mitteilung*. Netzsch Process Intelligence, Selb, 21.01.2022

- [CNT+18] CHUEANGCHAYAPHAN, N.; NITHI-UTHAI, N.; TECHAKITIROJ, K.; MANUSPIYA, H.: Evaluation of dielectric cure monitoring for in situ measurement of natural rubber vulcanization. *Advances in polymer technology*. 37 (2018), S. 3384-3391
- [Eve19] EVERS, N.: *Möglichkeiten und Grenzen zur Detektion von Chargenschwankungen in Kautschukmischungen mittels DEA-Sensorik*. Institut für Kunststoffverarbeitung, RWTH Aachen, unveröffentlichte Bachelorarbeit, 2019 - Betreuer: M. Drach
- [GS15] GRELLMANN, W.; SEIDLER, S.: *Kunststoffprüfung*. München, Wien: Carl Hanser Verlag, 2015
- [HFN+25] HOPMANN, CH.; FEY, F.; NILLIUS, U.; LEUCHTENBERGER-ENGEL, L.; LIMPER, A.: Monitoring the Degree of CrossLinking using the Resonance Frequency as an alternative to established long-term Measurements. *Kautschuk Gummi Kunststoffe* (2025) 3, S. 47-54
- [JM04] JOHANNABER, F.; MICHAELI, W.: *Handbuch Spritzgießen*. München: Carl Hanser Verlag, 2004
- [JS09] JAUNICH, M.; STARK, W.: Monitoring the vulcanization of rubber with ultrasound: Influence of material thickness and temperature. *Polymer Testing*. 28 (2009), S. 906-906
- [JSH09] JAUNICH, M.; STARK, W.; HOSTER, B.: Monitoring the vulcanization of elastomers: Comparison of curemeter and ultrasonic online control. *Polymer Testing*. 28 (2009), S. 84-88
- [KMS22] KRAFT, ST.; MAURER M.; STEINHAUS, H.: *Branchenausblick 2030+: Die Kautschukindustrie*. Stiftung Arbeit und Umwelt der IG BCE. Februar 2022, S. 27
- [KRS09] KRAUS, N.; RÖDEL, T.; SCHADE, B.: Klarlacke optimal härten. *Farbe und Lack*. 3 (2009), S. 102-105
- [LM05] LODEIRO, M.; MULLIGAN, D.: Cure monitoring techniques for polymer composites, adhesives and coating. *Measurement Good Practice Guide*. 75 (2005), S. 21-32
- [NN11] N. N.: *Die Kautschukindustrie 2010*. Wirtschaftsverband der deutschen Kautschukindustrie e. V., Frankfurt am Main, 2011
- [NN14] N. N.: *Die Kautschukindustrie 2013*. Wirtschaftsverband der deutschen Kautschukindustrie e. V., Frankfurt am Main, 2014
- [NN18] N. N.: *Die Kautschukindustrie 2016*. Wirtschaftsverband der deutschen Kautschukindustrie e. V., Frankfurt am Main, 2018
- [NN20] N. N.: *DEA 288 Ionic –Dielektrische Analyse des Aushärteverhaltens*. Datenblatt, NETZSCH-Gerätebau GmbH, Selb, 2020
- [NN21] N.N.: *Die Kautschukindustrie 2019|2020*. Wirtschaftsverband der deutschen Kautschukindustrie e.V., Frankfurt am Main, 2021
- [NN22] N. N.: *DIN ISO 815: Elastomere oder thermoplastische Elastomere. Bestimmung des Druckverformungsrestes*. Berlin: Beuth Verlag GmbH, 2016
- [PDB00] PATTANAYAK, S.K.; DEPRO, B.M.; BINGHAM, T.H.: *Economic Analysis of the Rubber Tire Manufacturing MACHT*. Research Triangle Institute Center for Economics Research, Final Report to RTI Project Number 7647-001-010

- [Pop15] POPOV, V. L.: *Kontaktmechanik und Reibung*. Berlin: Springer Verlag, 2015
- [RS13] RÖTHEMEYER, F.; SOMMER, F.: *Kautschuk Technologie, Werkstoffe – Verarbeitung – Produkte*. München, Wien: Carl Hanser Verlag, 2013
- [Schä16] SCHÄFER, TH.: *Methodenlehre und Statistik*. Berlin: Springer Verlag, 2016
- [SLJ11] SCHRÖTER, M.; LERCH, CH.; JÄGER, A.: *Materialeffizienz in der Produktion: Einsparpotenziale und Verbreitung von Kompetenzen zur Materialeinsparung im verarbeitenden Gewerbe*. Fraunhofer-Institut für System- und Innovationsforschung, Endberichterstattung an das Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie (BMWi)
- [Som03] SOMMER, J.G.: *Elastomer Molding Technology*. Hudson, OH, USA: Elastech, 2003
- [WHFL21] WIESEL, C.; HOPMANN, CH.; FACKLAM, M.; LIMPER, A.: Detektion von Chargenschwankungen beim Elastomerspritzgießen. *Gummi Fasern Kunststoffe* 74 (2021) 9, S. 360-365

## 8 Anhang

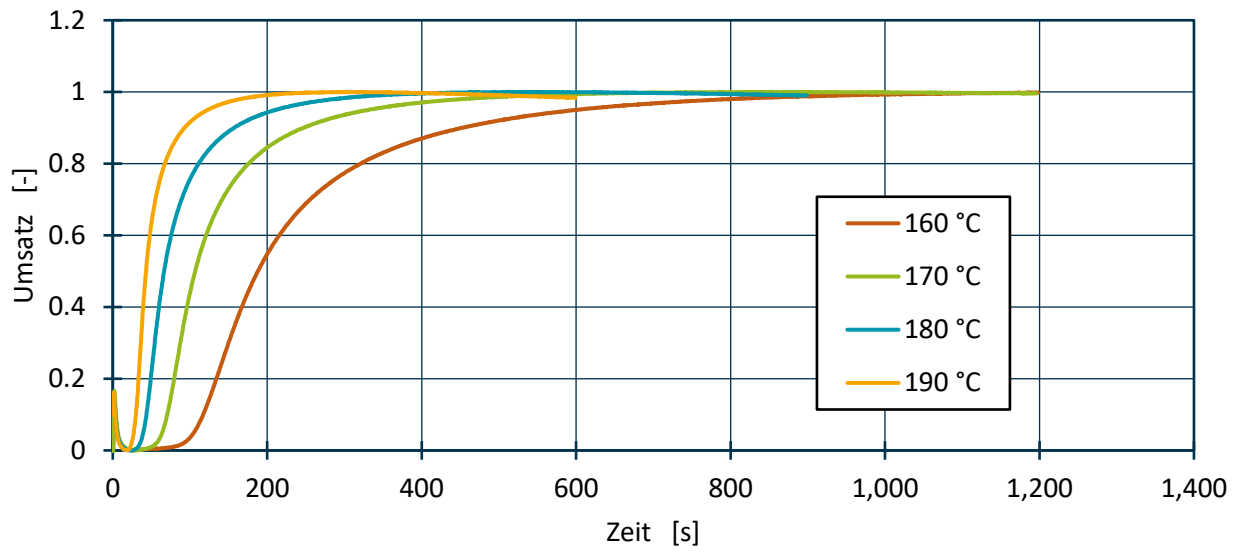


Abbildung 8.1: Vernetzungsisothermen für die Simulation

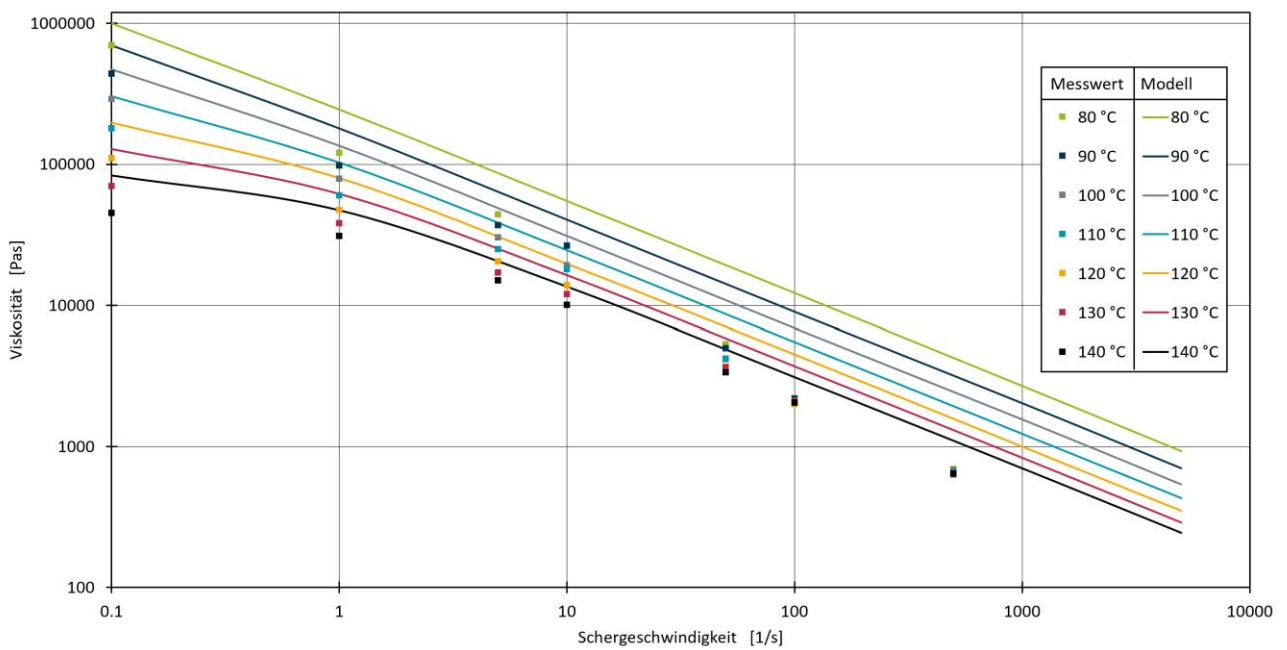


Abbildung 8.2: Angepasste Viskositätskurven für die Simulation