

FACHWISSEN PRÜFVERFAHREN FÜR ELASTOMERE

Ein Angebot des

 **RING**

PRÜFLABOR

RICHTER

PRÜFEN BERATEN ENTWICKELN

Quelle: www.o-ring-prueflabor.de
Stand der Information: 06/2015 (Vers. 2)

Druckverformungsrestprüfung (DVR-Prüfung):

Prüftechnische Grundlagen und Empfehlungen für die praktische Anwendung

Autoren:
Dipl.-Ing. (FH) Ulrich Blobner
Dipl.-Ing. Bernhard Richter

Verwendete Prüfnormen:

ISO 815-1 (Ausgabe 09-2014), ASTM D395 (Ausgabe 2014)

Elastomere sind keine idealelastischen Werkstoffe. Verformt man beispielsweise eine Dichtung über einen längeren Zeitraum, so wird diese nach Wegnahme der Verformung nicht wieder ganz in ihre ursprüngliche Form zurückkehren. Findet diese Verformung unter Hitze statt, ist dieser Effekt besonders deutlich, auch wenn die jeweilige polymertypische Temperaturobergrenze nicht überschritten wurde.

Bei der genormten DVR-Prüfung wird ein in seinen Abmessungen genau definierter Elastomerprobekörper auf einen bestimmten, vorab festgelegten Prozentwert in einer Vorrichtung verpresst (meist 25%) und im verspannten Zustand über einen bestimmten Zeitraum (oft 24h) in einem Laborofen gelagert. Nach Entspannung (Aufhebung der Verpressung) wird die Resthöhe gemessen und der Druckverformungsrest in Prozent berechnet.

Dieser Artikel behandelt die Druckverformungsrestprüfung (DVR-Prüfung) nur bei erhöhter Temperatur und die Diskussion und Bewertung der Ergebnisse und ihre Bedeutung für die praktische Anwendung.

1. Kurzer historischer Überblick über die Entwicklung und Normung des Druckverformungsrest - Prüfverfahrens

Die Bestimmung des Druckverformungsrestes wurde in Deutschland erstmals im Dezember 1940 in der DIN 53 511 Blatt 3 Kreuzausgabe¹ („Prüfung von Gummi Elastisches Verhalten von Weichgummi gemessen nach Druckbeanspruchung mit bestimmter Größe der Zusammendrückung“) genormt.

In den Standardwerken der deutschsprachigen Fachliteratur der ersten Hälfte des 20. Jahrhunderts taucht der Begriff „Druckverformungsrest“ nicht auf. Der Druckverformungsrestprüfung ähnliche Verfahren werden aber bereits im 19. Jahrhundert untersucht, allerdings mit meist anderen Fragestellungen als diejenigen, welche heute an die DVR-Prüfung gestellt werden.

Wegweisend waren die Druckversuche von STÉVART², der ab 1871 dazu veröffentlichte. Er verpresste bei Raumtemperatur Gummirechteckringe mit unterschiedlichen Durchmesser- und Höhenverhältnissen. Er variierte diese Parameter und beobachtete dabei die Auswirkungen auf die Querschnittsgeometrie (Ausbauchen, Knicken usw.). Er konnte damit für den Fall eines Rechteckringes die Bedeutung der Probeabmessungen bei Druckversuchen nachweisen. Diese Erkenntnis gilt selbstverständlich auch für heutige DVR-Prüfungen und es gibt seit vielen Jahrzehnten vorgeschriebene Probekörperabmessungen, die zwischen ISO- und ASTM-Normen fast identisch sind und somit zu vergleichbaren Ergebnissen führen.

In dem deutschen Standardwerk zur Elastomerprüfung „Der Kautschuk und seine Prüfung“³ aus dem Jahr 1910, wird auf Seite 214ff. eine Apparatur zur Messung der bleibenden Dehnung von Ringproben vorgestellt. Die Dehnung wurde nicht durch einen vorab vorgegebenen Dehnungsweg herbeigeführt, sondern durch Belastungsgewichte. Ob die Prüfung auch bei erhöhten Temperaturen durchgeführt wurde ist aus der Literaturstelle nicht ersichtlich, jedoch sehr unwahrscheinlich, weil die Heißluftalterung von Gummiwerkstoffen erst ab ca. 1916 in den USA erstmalig auftritt.

Im Handbuch der Kautschukwissenschaft von 1930 werden ausführlicher sogenannte Streckproben beschrieben, die gewisse Ähnlichkeit mit der heute angewendeten Zugverformungsrestprüfung⁴ aufweisen, jedoch ohne Einfluss von Temperatur. Zur „Druckprobe“, die als eine Art Vorläufer des Druckverformungsrestes angesehen werden kann, schreiben MEMMLER und SCHOB: „Die Ermittlung elastischen Verhaltens durch Messen des Formänderungsrestes nach längerer Einwirkung von Druckkräften, analog der Streckprobe, kommt für reine Materialuntersuchungen kaum vor, findet sich aber hier und da in Abnahmevorschriften für Dichtungsringe und ähnliche Weichgummiwaren.“⁵ Aus diesem Zitat wird ersichtlich, dass man Druckversuche vornehmlich zur Bestimmung von Elastizitäts-, nicht aber von Vernetzungseigenschaften verwendete.

Im „Handbuch der Gesamten Kautschuktechnologie“⁶ von 1935 finden sich unter Druckversuchen auch nur Verweise auf bereits oben genannte Quellen und ein Hinweis auf eine englischsprachige Literaturstelle.

¹ Eine Kreuzausgabe war die zweite Version einer Norm, welche meist wegen eines kleinen Fehlers zweimal im selben Jahr herausgegeben wurde. Diese Praxis wurde bis Ende der 1960er Jahre durchgeführt. Dadurch konnte man sich den Kauf einer neuen Norm sparen und die geringfügigen Änderungen von Hand nachtragen.

² STÉVART in: Bull. Musée Ind. Belg. 59, 1871, S.5-15 und 63, 1873, S.5-15

³ HINRICHSSEN, F.W. und MEMMLER, K.: Der Kautschuk und seine Prüfung, Verlag von S.Hirzel, Leipzig, 1910

⁴ Die Zugverformungsrestprüfung ist zwar ein eigenständig genormtes Prüfverfahren, das jedoch mit der Druckverformungsrestprüfung verwandt ist. Bei manchen Fertigteilen ist der Zugverformungsrest leichter zu bestimmen als der Druckverformungsrest und kann so als Alternative angewendet werden.

Siehe hierzu auch unseren Fachwissenartikel zum Zugverformungsrest auf unserer Webseite:

<http://www.o-ring-prueflabor.de/de/prueflabor/leistungsangebot/zugverformungsrest/>

⁵ MEMMLER, K.(Hrsg.): Handbuch der Kautschukwissenschaft, Verlag von S.Hirzel, Leipzig, 1930, S.634f.

⁶ Vgl. HAUSER, E.A.: Handbuch der gesamten Kautschuktechnologie, Union Deutsche Verlagsgesellschaft, Berlin, Band 1, S.125f.

Anders hingegen findet man in der amerikanischen und britischen Literatur viel früher Ausführungen und Abhandlungen zum Thema. So wurde die amerikanische ASTM-Norm zum Druckverformungsrest („compression set“) bereits erstmalig 1934⁷ veröffentlicht und somit 6 Jahre vor der entsprechenden DIN.

Die schnell und stark wachsende Automobilindustrie der USA benötigte relativ früh vibrationsdämpfende Elastomerbauteile. Dieser Umstand war vermutlich die treibende Kraft für die tiefgehende Suche nach Prüfverfahren zum Verhalten von Elastomeren unter Druck. Bis heute wird wohl aus diesem Grund auch in den USA die Prüfung des Druckverformungsrestes nicht nur nach einem konstanten Verpressungsweg, sondern auch öfter noch alternativ nach einer konstanten Verpressungskraft (wie z.B. bei Prüfung von Motorlagern sinnvoll) durchgeführt.

Eine umfangreiche Abhandlung der DVR-Prüfung findet sich bereits 1930 bei ABBOTT⁸, jedoch mit besonderem Augenmerk auf die Verpressung unter konstanter Last. Der in diesem Aufsatz enthaltene wegweisende Anforderungskatalog⁹ bzw. die Checkliste zur DVR-Prüfung ist durch die Vorschriften heutiger Normen in fast allen Punkten beantwortet und erfüllt.

Die Erkenntnis, dass die DVR-Prüfung auch eine einfache und ausgezeichnete Prüfmethode zur Bestimmung des Vernetzungsgrades eines Elastomerbauteiles ist, war wohl auch in den USA der 1930er Jahre noch nicht Allgemeingut. So schreibt CARPENTER 1937 nur, dass „die hohe Temperatur [bei der DVR-Prüfung] den Effekt des plastischen Fließens erhöht und ein gewisses beschleunigtes Altern ermöglicht, welches üblicherweise dazu führt die Rückverformungskraft der Probekörper zu reduzieren.“¹⁰ Dieses Wissen über die Möglichkeit, den Vernetzungszustand mittels DVR zu untersuchen, scheint sich also erst später durchgesetzt zu haben.

Nun zurück zur eingangs zitierten DIN-Normung: Der direkte Nachfolger der DIN 53 511, Blatt 3 (Ausgabe Dezember 1940) wurde im Juli 1960 die DIN 53 517 („Prüfung von Kautschuk und Gummi Bestimmung des Druck – Verformungsrestes“), die im März 2000 von der DIN ISO 815 („Bestimmung des Druckverformungsrestes bei Umgebungs-, erhöhten oder niedrigen Temperaturen“) abgelöst wurde.¹¹

Die aktuell gültigen ISO und ASTM-Normen werden im Kapitel 3 näher vorgestellt und kommentiert.

2. Sinn und Zweck der DVR-Prüfung

Die Druckverformungsrestprüfung ist eine relativ einfache, aber auch aussagekräftige Prüfmethode, die zu ganz unterschiedlichen Zwecken durchgeführt wird.

2.1 Vergleichende Bewertung der Rezeptur

Sie soll eine vergleichende Rezepturbewertung zulassen, d. h. der DVR bildet als Werkstoffkennwert das Leistungspotential der Rezeptur in Datenblättern ab. Hierzu werden oft - in Anlehnung an die ASTM D395B - die Prüfzeiten 22⁺²h oder 70⁺²h verwendet. Die Prüfung hierzu

⁷ ASTM – International: Designation: D395 – 14 (Approved July 1, 2014): Standard Test Methods for Rubber Property – Compression Set, S.1, Fußnote 1

⁸ ABBOTT, Franz D.: The Testing of Automotive Rubber Parts Assembled under Compression, Part I – Deflection under Compression und Part II – Compression-Set and Some Special Tests in: Industrial and Engineering Chemistry – Analytical Edition, publ. by The American Chemical Society, Easton, Pa., 2.Jg., April 15, 1930, S.145-159

⁹ Ebd., S.157

¹⁰ CARPENTER, Arthur, W.: Physical Testing and Specifications in: DAVIS, Carroll, C. und BLAKE, John T. (Hrsg.): The Chemistry and Technology of Rubber, Reinhold Publishing Corporation, New York, 1937, S. 807

¹¹ Diese Informationen wurden zusammengestellt mit Hilfe der Deutschen Nationalbibliothek, Leipzig, der Technischen Informationsbibliothek, Hannover und des DIN – Normenausschusses Materialprüfung (NMP).

findet an Normprobekörpern statt (üblich ist der Probekörper B der ISO 815 mit einer Abmessung von ca. Ø13x6 mm). In manchen Fällen kann der ermittelte Druckverformungsrest auch indirekt eine Antwort über das Vernetzungssystem geben. So zeigen beispielsweise peroxidisch vernetzte EPDM Elastomere signifikant bessere Ergebnisse als mit Schwefel vernetzte.

2.2 Fertigteilprüfung

Die größte praktische Bedeutung der Druckverformungsrestprüfung liegt in der Fertigteilprüfung, ganz besonders bei O-Ringen. Dabei geht es nicht darum, den rezepturspezifischen Kennwert zu ermitteln wie er in Werkstoffdatenblättern zu finden ist, sondern eine Aussage über den Vulkanisationsgrad¹² des Fertigteiles geben zu können. Jedoch gibt der DVR kaum eine Aussage über die viskoelastischen Eigenschaften des Werkstoffs. Liegt der DVR-Wert nicht mehr als 10-30% über dem rezepturspezifischen Kennwert für 24⁻² h (Prüftemperatur = zulässige 1000h-Dauertemperatur), kann man noch von einem akzeptablen Vulkanisationsgrad ausgehen. Orientierungswerte für eine Fertigteilspezifikation (allgemeiner Industriestandard bzw. guter Stand der Technik) finden sich in der untenstehenden Tabelle 1, die der ISO-Norm 3601 Teil 5 (ISO 3601-5 (2015-04-01), Seite 3, Table 2 „O-ring requirements“) entnommen ist.¹³

Polymerbasis		NBR				HNBR		FKM				VMQ	EPDM				ACM	Prüfme- thode
Vernetzungs- system		schwefel- vernetzt		peroxid.- vernetzt									schwefel- vernetzt		peroxid.- vernetzt			
Härte IRHD	°,CM	70	90	75	90	75	90	70	75	80	90	70	70	80	70	80	70	ISO 48 CM
Max. DVR 24(+0/-2)h	%	35	35	30	30	40	50	25	25	25	30	35	30	35	30	30	40	ISO 815-1, Methode A
Testtem- peratur	°C	100	100	100	100	150	150	200	200	200	200	175	100	100	150	150	150	

Tab.1: Auszug aus der ISO 3601-5 (Ausgabe 2015-04-01)

2.3 Überprüfung der anwendungstechnischen Eignung

Die DVR-Prüfung soll den Nachweis einer anwendungstechnischen Eignung erbringen. Ist das Lebensdauer-Temperaturkollektiv der Anwendung bekannt, lässt sich daraus über vereinfachte Arrheniusmultiplikatoren (Faustregel: 10 Kelvin Temperaturerhöhung = Verdoppelung der Reaktionsgeschwindigkeit der Alterung) eine isotherme Ersatzbeanspruchung (= zeitlich geraffte thermische Ersatzbeanspruchung bei einer konstanten Temperatur) ermitteln. Wird das Fertigteil dann über diese isotherme Ersatzbeanspruchung (Zeit/Temperatur) geprüft, lässt sich damit die Anwendung über einen Laborversuch ziemlich realitätsnah abbilden.

¹² Der DVR gibt keine Aussage über die dynamischen viskoelastischen Eigenschaften des Werkstoffs, sondern in erster Linie über den Vernetzungszustand, welcher natürlich indirekt die viskoelastischen Eigenschaften unter länger dauernder statischer Verformung beeinflusst. vgl. hierzu: RAHM, W.: Kurzzeitprüfverfahren für Gummi in der Qualitätssicherung in KGK Kautschuk Gummi Kunststoffe, Hüthig Verlag, Heidelberg, 48.Jahrgang, Nr. 9/1995, S.635

¹³ In der ISO 3601-5 (Second Edition 2015-04-01) kam es auf Seite 3 beim Layout zu einer fehlerhaften Verschiebung in „Table 2“. In der zweiten Zeile wurden die Härtewerte falschen Basispolymeren zugeordnet. Richtigerweise gehören zu FKM die Härteklassen (IRHD) 70, 75, 80, 90, zu VMQ nur 70, zu EPDM-S 70 und 80, zu EPDM-P ebenfalls 70 und 80 und zu ACM nur 70. In den darunterliegenden Zeilen kam es zu keinen Verschiebungen, so dass nach Korrektur der Zuordnung die Tabelle dennoch verwendet werden kann. Der Fehler wird in Bälde korrigiert.

2.4 Ermittlung von Aussagen über das Langzeitverhalten

Auf den ersten Blick mag es so scheinen, dass Prüfzeiten bei der DVR-Messungen zwischen 6 bis 18 Wochen keine Aussage über das Langzeitverhalten von Dichtungen über die gesamte Lebensdauer eines Produktes geben können, das Jahre und teilweise sogar über Jahrzehnte seine Dichtwirkung erfüllen muss. Wenn jedoch bei mindestens zwei, idealerweise bei drei unterschiedlichen Temperaturen das Langzeit-Druckverformungsrestverhalten des Fertigteiles bekannt ist, und wenn die höchste Prüftemperatur noch eine uneingeschränkte, d. h. nicht durch geometrische Effekte (Verhältnis freier Oberfläche zur Masse, z.B. durch große Schnurstärke eines Ringes, siehe Unterabschnitt 6.2.1) verzögerte Alterung zulässt, lassen sich daraus Lebensdauergeraden ermitteln.

Ein Fachaufsatz von Bernhard Richter zu dieser Thematik kann unter folgendem Link auf unserer Webseite aufgerufen werden¹⁴:

http://www.o-ring-prueflabor.de/download/Langzeitverhalten_von_O_Ringen.pdf

Während die Druckverformungsrestprüfung beschreibt, wie sich die Alterung des Werkstoffes auf das Rückstellvermögen auswirkt, das heißt, wie weit sich die Dichtung gesetzt hat bzw. wie weit sie einer Spaltänderung noch folgen kann, gibt es auch die Möglichkeit, den Einfluss der Alterung auf die Verformungskraft zu beschreiben. Dies wird bei der Druckspannungsrelaxation gemessen, siehe hierzu auch unsere Hinweise unter diesem Stichwort

Dieser Artikel befasst sich nur mit dem Druckverformungsrest in Heißluft. In einigen Fällen kann man jedoch eine vertiefte Vorhersage für die Praxisanwendung erhalten, wenn zusätzlich ein DVR in einem flüssigen Prüfmedium (z.B. Motor-, Getriebeöl o.ä.) ermittelt wird. Das ist ein Trend in neueren Spezifikationen gerade auch bei Fahrzeugherstellern.

Auf unserer Webseite ist dazu folgender weiterführender Fachartikel von Bernhard Richter erhältlich¹⁵:

<http://www.o-ring-prueflabor.de/de/fachaufsaetze/bewertung-der-ergebnisse-von-bestaendigkeits-und-alterungspruefungen/>

3. Wichtige momentan gültige internationale Prüfnormen zum Druckverformungsrest (DVR)

Zur Bestimmung des Druckverformungsrestes gibt es verschiedene internationale Prüfnormen. Im Folgenden erhalten Sie einen Überblick über die beiden am häufigsten angewendeten, die ISO 815 und die ASTM D395. Wie bei anderen Werkstoffnormen auch, ist das primäre Ziel, die Ermittlung eines bestimmten Werkstoffkennwertes zur Beschreibung der Eigenschaft einer vorgegebenen Rezeptur. Hierzu werden dann auch bestimmte Normprobekörper vorgeschrieben (siehe weiter unten im Text). Die große praktische Bedeutung der Normen kommt aber daher, dass man damit auch den Vernetzungsgrad von Fertigteilen überprüfen und den Vulkanisationsprozess der Fertigteile beurteilen kann.

Beide oben genannten Normen beschreiben jedoch „nur“ die DVR-Prüfung an genormten Probekörpern, nicht aber an realen Dichtungen, wie z.B. O-Ringen. Letztere können auch einer DVR-Prüfung unterzogen werden, aber die Ergebnisse sind nur für Kurzzeitprüfungen (24h) mit

¹⁴ Dieser Fachaufsatz wurde auch in einer Zeitschrift veröffentlicht: RICHTER, Bernhard: Lebensdauer von O-Ringen in: O+P „Ölhydraulik und Pneumatik“, Vereinigte Fachverlage GmbH, Mainz, 42. Jahrgang, Nr.5/1998

¹⁵ Dieser Aufsatz wurde in einem Jahrbuch veröffentlicht: RICHTER, Bernhard: Beständigkeitsprüfungen von elastomeren Werkstoffen und Dichtungen in: KIEFER, Sandra und BERGER, Karl-Friedrich (Hrsg.): Dichtungstechnik Jahrbuch 2012, ISGATEC GmbH, Mannheim, 2011, S.118ff.

den an Normprobekörpern ermittelten Werten vergleichbar, wenn die Prüftemperatur die zulässige maximale 1000h-Dauertemperatur-Belastungsgrenze des Werkstoffes nicht überschreitet. Durch zahlreiche eigene Laborergebnisse kann diese Aussage bestätigt werden. So wird z.B. bei länger andauernden Druckverformungsrestprüfungen an O-Ringen (ab 70h) ein Einfluss der Dichtungsgeometrie erkennbar (siehe Punkt 6.2.1). Größere Schnurstärken ergeben je nach Temperatur- und Zeitbedingungen an O-Ringen bessere Ergebnisse als solche mit geringerer Schnurstärke, da die freie Oberfläche bezogen auf die Masse bei größeren Schnurstärken abnimmt und dadurch mehr Werkstoffmasse im O-Ring-Kern zur Verfügung steht, der vom Umgebungssauerstoff nicht angegriffen und gealtert werden kann.

Die ISO 815-1 in der aktuell gültigen Fassung vom September 2014 befasst sich mit der Druckverformungsrestprüfung bei erhöhten Temperaturen, während der Teil 2 dieser Norm die DVR-Messung bei tiefen Temperaturen beschreibt. Die empfohlene Verpressung der Probekörper hängt von deren Härte ab. Für Elastomerproben im Härtebereich von 10-80 IRHD wird eine Verpressung von $25 \pm 2\%$ vorgeschrieben, für 80 bis 89 IRHD $15 \pm 2\%$ und für 90-95 IRHD $10 \pm 1\%$. Es gibt zwei verschiedene Arten von Probekörpern:

- **Typ A** ($\varnothing = 29\text{mm} \pm 0,5\text{mm} \times h = 12,5\text{mm} \pm 0,5\text{mm}$)
und
- **Typ B** ($\varnothing = 13\text{mm} \pm 0,5\text{mm} \times h = 6,3\text{mm} \pm 0,3\text{mm}$).

Stehen keine Prüfplatten mit den geforderten Höhen zur Verfügung ist eine Schichtung von maximal drei Lagen erlaubt.¹⁶ Die Verwendung des größeren Prüfkörpers wird bei Elastomeren mit einem niedrigen Druckverformungsrest empfohlen, da durch die größeren Abmessungen auch eine bessere Genauigkeit erzielt werden kann.¹⁷ Es soll aber an dieser Stelle schon darauf hingewiesen werden, dass damit das Verhältnis von freier Oberfläche zur Masse in keinsten Weise mehr mit typischen Fertigteilen wie O-Ringen vergleichbar ist. Bei den großen Probekörpern kommt verhältnismäßig wenig Masse mit der Umgebungsluft in Berührung, was bei hohen Temperaturen nur eine begrenzte Alterung zulässt. Hier besteht dann die Gefahr, dass die dabei gewonnenen Ergebnisse die Alterungs- bzw. Relaxationsbeständigkeit von Elastomerwerkstoffen deutlich besser darstellen als sie in Wirklichkeit – an realen Dichtungen – sind.

Die Verpressung der Probekörper findet bei Raumtemperatur (23°C) statt. Die Norm macht auch genaue Angaben zur Prüfdauer, Prüftemperaturen, Vorbehandlung der Proben und Anforderungen an den Laborofen. Besonderes Augenmerk muss auf das Prüfende gelegt werden. Es wird zwischen drei Methoden unterschieden:

Methode A fordert, dass unmittelbar nach Entnahme (d.h. praktisch noch bei Prüftemperatur) die Prüfvorrichtung geöffnet werden soll. Die Probekörper werden dann auf eine Holzunterlage gelegt und nach 30 ± 3 min. soll die Höhe gemessen werden.

Die **Methode B** fordert eine Abkühlung auf Raumtemperatur im verspannten Zustand zwischen 30 und 120 min. Dann wird die Form geöffnet und nach weiteren 30 ± 3 min die Höhe gemessen.

Die **Methode C** fordert, dass am Ende der Prüfzeit die Prüfvorrichtung im Ofen geöffnet wird und die Probekörper noch einmal 30 ± 3 min. im Ofen bei Prüftemperatur zur Entspannung verbleiben sollen. Dann werden die Probekörper entnommen und nach weiteren 30 ± 3 min. Abkühlung bei Raumtemperatur wird die Höhe gemessen.“

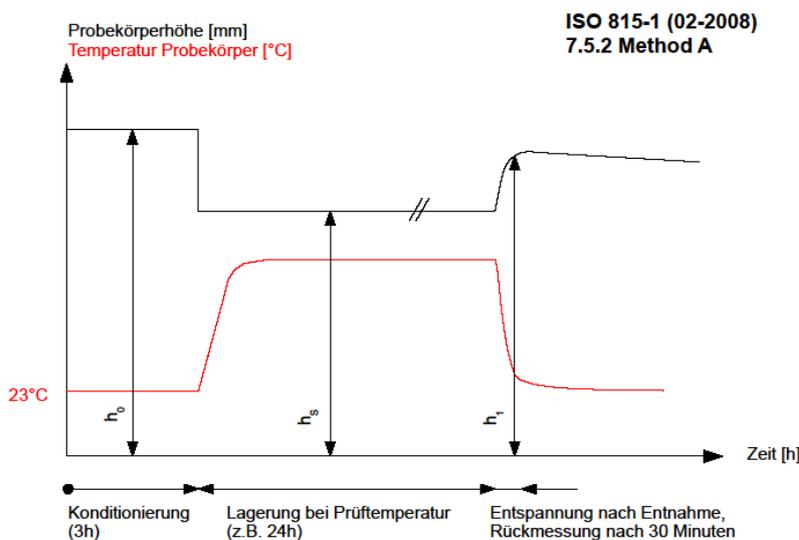
¹⁶ Manche Hausspezifikationen großer Automobilhersteller fordern die DVR-Prüfung an geschichteten Probekörpern ($3 \times 2\text{mm}$). Ein Hersteller fordert bspw., dass die 2mm starken Probekörper für den DVR aus dem gleichen Plattenmaterial geschnitten werden sollen, wie die Probekörper für den Weiterreißwiderstand. Wie in Abb.10 dieses Fachartikels ersichtlich wird, erreicht man den optimalen Weiterreißwiderstandes eines Werkstoffes mit einem anderen Vernetzungsgrad als den optimalen Druckverformungsrest. Durch diese Vorschrift muss sich der MischungsHersteller auf einen bestimmten Vernetzungsgrad festlegen und kann ihn nicht nach Belieben variieren.

¹⁷ vgl. BROWN, Roger: Physical Testing of Rubber, Springer-Verlag, New York, ⁴2006, S. 213

Die besten (d.h. die niedrigsten) DVR-Werte erhält man mit Methode C. Die hohe Temperatur bei der Entspannung bedingt eine höhere Beweglichkeit des molekularen Netzwerkes und damit eine leichtere Rückstellung in Richtung der ursprünglichen Form. Die schlechtesten, also höchsten DVR-Werte erhält man mit Methode B, da die Probekörper verspannt bis zur Raumtemperatur abgekühlt werden und erst dann entspannt werden.

Die Methode B mit teilweise kleineren Modifikationen wird bevorzugt in der Automobilindustrie angewandt. So findet sie sich wieder in der VW PV3330 (Ausgabe Juli 2004) und der PV3307 (Ausgabe August 2004) oder in der DBL 6038 (Ausgabe November 2011) von Daimler. Die Methode B sorgt aber auch mitunter für einige Diskussionen aufgrund stark voneinander abweichender Werte. Dies hat besonders mit der Art der Abkühlung zu tun. Hier erhält man nur dann eine gute Wiederholbarkeit, wenn man die Abkühlung durch einen Ventilator unterstützt und die Abkühlzeit so bemisst, dass unabhängig von der Prüftemperatur und der Masse der Druckverformungsrest-Platten immer vor der Entspannung der Proben die Labortemperatur von $23\pm 2^{\circ}\text{C}$ erreicht wird. Hier gibt es vor allem dann viele Diskussionen mit Kunden unseres Prüflabors, wenn dadurch die Sollwerte nicht mehr erreicht werden. Aber schon eine um 5°C erhöhte Entspanntemperatur der Prüflinge gegenüber der Labortemperatur kann das Ergebnis um über 10% verbessern.

Die folgenden Abbildungen 1 bis 5 veranschaulichen die unterschiedlichen Abkühl- und Entspannungsverfahren der ISO 815-1 (Verfahren A bis C) und der Volkswagen DVR-Prüfvorschriften PV3307 und PV3330.



DR

R

Abb.1: ISO 815-1, Methode A: Rückmessung 30 Minuten nach Entspannung

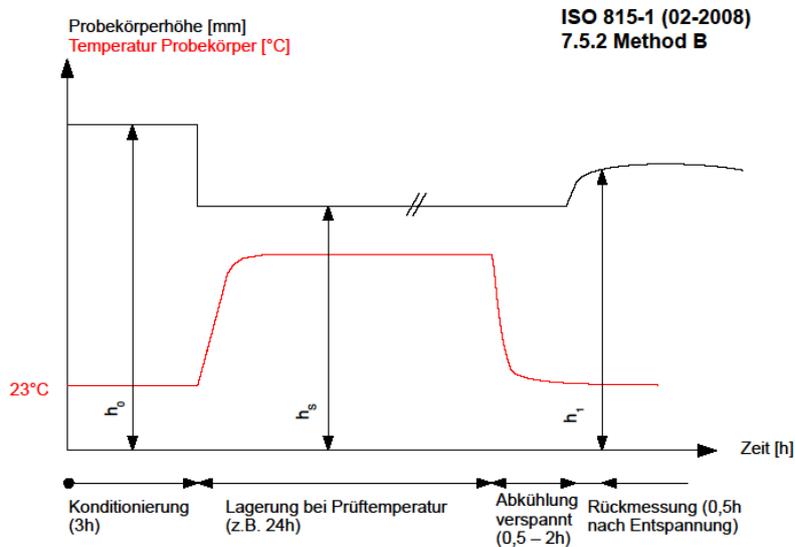


Abb.2: ISO 815-1, Methode B: Abkühlung auf Raumtemperatur im verspannten Zustand, Rückmessung 30 Minuten nach Entspannung, die Methode mit den höchsten Anforderungen an den Werkstoff

PRÜF LABOR

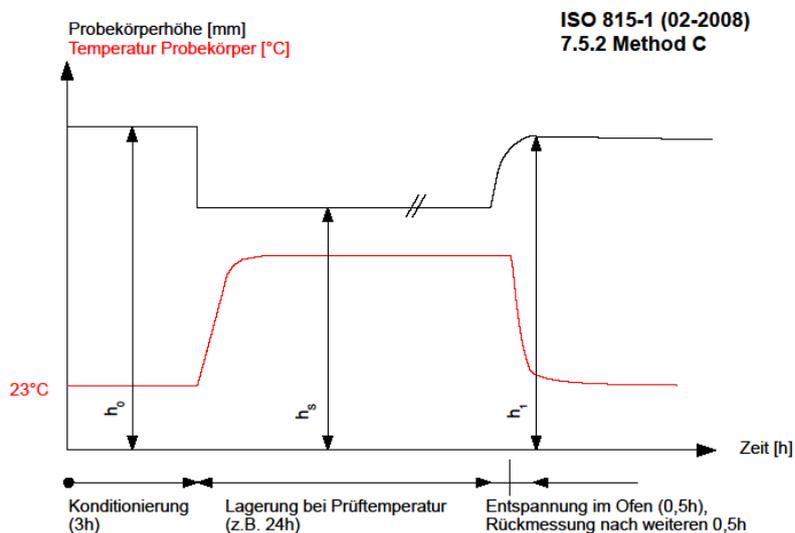


Abb.3: ISO 815-1, Methode C: 30 Minuten Entspannung im Ofen bei Prüftemperatur, Rückmessung 30 Minuten nach Abkühlung auf Raumtemperatur, die Methode mit den geringsten Anforderungen an den Werkstoff

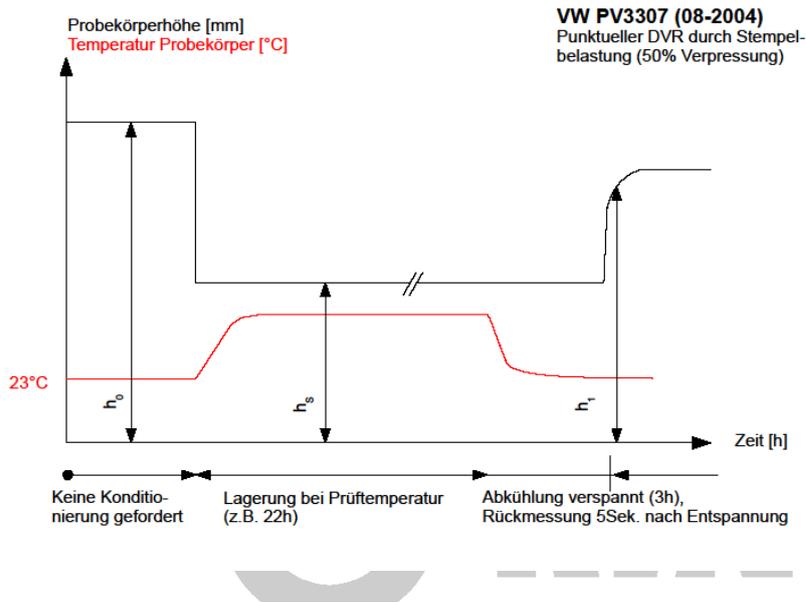


Abb.4: VW PV 3307: Sehr hohe Verpressung durch Stempelbelastung und lange Abkühlung im verspannten Zustand, ähnlich der oben dargestellten Methode B – Die geforderte Rückmessung innerhalb von 5 Sekunden nach Entspannung ist in der Praxis sehr schwierig zu realisieren.

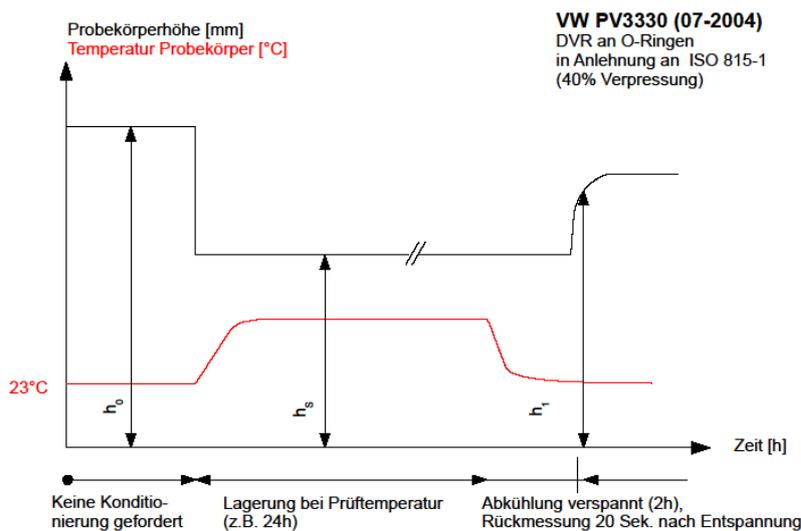


Abb.5: VW PV 3330: Prüfvorschrift speziell für O-Ringe mit hoher Verpressung (40%) und langer Abkühlung im verspannten Zustand, ähnlich der oben dargestellten Methode B – Die geforderte Rückmessung nach Entlastung erfolgt innerhalb von 20 Sekunden nach Entspannung.

Nach der ISO 815-1 wird der DVR wie folgt berechnet:

$$DVR = \frac{h_0 - h_1}{h_0 - h_S} \times 100$$

h_0 = ursprüngliche Höhe des Probekörpers [mm]
 h_1 = Höhe des Probekörpers nach Entspannung [mm]
 h_S = Höhe des Abstandshalters zwischen den Prüfplatten = verpresste Höhe [mm]
 DVR = Druckverformungsrest [%]

Aus der Formel wird ersichtlich, dass ein idealelastischer Werkstoff einen Druckverformungsrest von 0% hätte, d.h. der Werkstoff federt wieder vollkommen in seine Ausgangshöhe zurück. Ein rein

plastischer Werkstoff hätte einen DVR von 100% (bei Prüftemperatur), in der praktischen Anwendung wäre dies der „worst case“, d.h. die Dichtung „bleibt sitzen“ und hat folglich keine Restdichtkraft mehr. In manchen Fällen kann sich daraus sogar ein Wert von über 100% ergeben, weil sich die Probe nach der Entspannung noch abkühlt und damit schwindet, bevor der Referenzwert h_1 ermittelt wird (Methode A). Beim Langzeit-DVR kann das Schrumpfen auch durch Weichmacherverluste bedingt sein.

Die ASTM D395 (Ausgabe 2014) befasst sich mit der Ermittlung des Druckverformungsrestes bei erhöhten Temperaturen, während die ASTM Norm D1229 die DVR Bestimmung bei Tieftemperaturen behandelt. Der ASTM Normenausschuss hat sich also hier nicht der ISO Vorgehensweise angeschlossen, die den DVR bei erhöhten und tiefen Temperaturen in einer Norm zusammenfasst (ISO 815-1 und 2).¹⁸ Der Teil A der ASTM D395 behandelt die Ermittlung des DVR unter konstanter Kraft, die mit Hilfe einer entsprechend starken vorgespannten Feder auf den Probekörper aufgebracht wird. Da diese Methode in Europa wenig verbreitet ist, wird in diesem Fachartikel nicht näher darauf eingegangen.

Im Teil B der ASTM D395 geht es um die Verformungsprüfung unter konstanter Verpressung. Der geforderte Probekörper 1A ist in seinen Abmessungen identisch mit dem Probekörper Typ A der ISO 815-1, kleine Unterschiede gibt es nur bei der Höhe des Probekörpers 2B. Die ASTM fordert hier eine Höhe von $6,0\text{mm} \pm 0,2\text{mm}$, während die ISO 815 eine Höhe von $6,3\text{mm} \pm 0,3\text{mm}$ verlangt. Diese Unterschiede werden aber als unerheblich auf das Ergebnis eingestuft. In der Praxis halten die Probekörper diese Höhenanforderungen sowieso nicht immer ein. Wichtiger für ein belastbares Ergebnis ist es, dass die Verpressung vergleichbar ist, zum Beispiel 25%.

Auf den ersten Blick scheint es noch einen Unterschied bei den Prüfzeiten zu geben. Während die ASTM u.a. eine Prüfzeit von 22h fordert, sind es in der ISO-Norm 24 h. Da in der täglichen Laborpraxis die Einlagerungszeiten nicht auf die Minute eingehalten werden können, ist eine Toleranz notwendig. Diese beträgt bei der ASTM +2h und bei der ISO-Vorschrift -2h, so dass auch hier wieder ein Vergleichbarkeit zwischen beiden Normen vorhanden ist. Nach dem Entfernen aus dem Ofen, sollen die Prüfkörper sofort entspannt werden und auf einer Holzplatte¹⁹ für 30 Minuten abgekühlt werden, dann erfolgt die Rückmessung. Die ASTM bietet nur diese eine Entspannungs- und Abkühlungsprozedur, die der Methode A der ISO 815-1 entspricht. Abschließend kann festgestellt werden, dass sich mit Hilfe dieser beiden Normen ermittelten Ergebnisse durchaus vergleichen lassen, wenn die Prüfparameter (Zeit, Temperatur, Verpressung und Entspannungsmethode) gleich gewählt wurden.

RICHTER

¹⁸ vgl. BROWN, Roger: Physical Testing of Rubber, Springer-Verlag, New York, ⁴2006, S. 214

¹⁹ Es wird in der Norm ausdrücklich eine Holzplatte wegen ihrer geringen thermischen Leitfähigkeit empfohlen.

4. Verschiedene Prüfvorrichtungen zur Bestimmung des DVR

Beide oben zitierten Prüfnormen geben auch genaue Anweisungen über die Beschaffenheit der Prüfvorrichtung. Gefordert sind starke und biegesteife Metallplatten, die über Distanzstücke („spacer“) auf die gewünschte Höhe verschraubt werden. In den folgenden Abb.6 und 7 ist der Aufbau möglicher, normgerechter Prüfvorrichtungen ersichtlich. Abbildung 8 zeigt eine Sondervorrichtung für die Prüfung nach VW PV 3307.



Abb.6: Die O-Ring Prüflabor Richter GmbH besitzt zahlreiche Sätze von DVR-Prüfwerkzeugen mit unterschiedlich tief eingeschliffenen Grundplatten (siehe untere Platte auf dem Bild), so dass der Einsatz von Abstandshaltern entfallen kann.

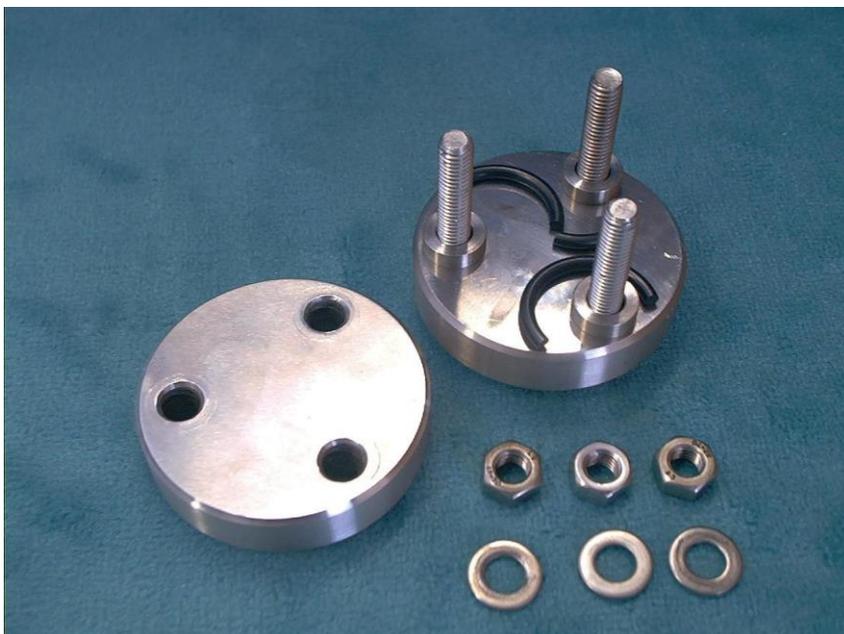


Abb.7: Plane Platten zur DVR-Messung mit Distanzstücken, DVR-Werkzeuge wie sie im Prüflabor Richter für DVR-Prüfungen in Medien verwendet werden. Durch die runde Form ist eine Einlagerung im Becherglas problemlos möglich.

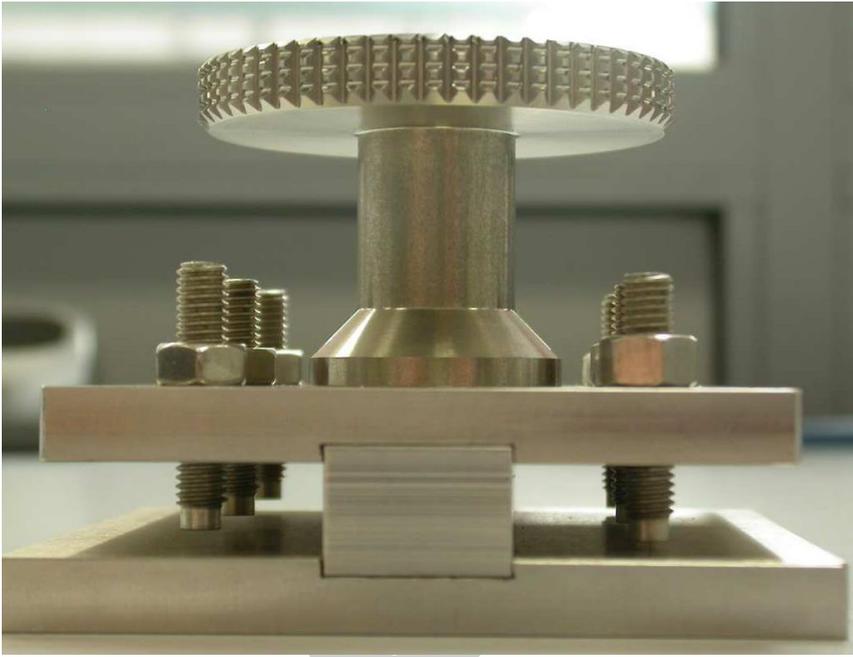


Abb.8: DVR-Prüfvorrichtung nach VW-Prüfvorschrift PV 3307 (Ausgabe August 2004) und VDA 675218 (Ausgabe Dezember 1992), hergestellt von Gibrite Instruments, Bergamo, Italien

Die Abb. 8 stellt eine Sonderprüfvorrichtung dar. Mit ihr wird die Elastomerprobe nicht vollflächig belastet, sondern mit einem Stempel mit einem Durchmesser von 4,5 mm und einem Kantenradius von 0,2mm. Der Einsatz dieses Prüfmittels hat seine besonderen Vorteile bei der DVR-Prüfung von Schläuchen, bei denen damit über die gesamte, mehrlagige Wandstärke gemessen werden kann. Treten am definierten Radius Risse an der Probe auf, liegt ein Hinweis auf niedrige Weiterreißfestigkeit bei erhöhter Temperatur vor.

Besonders bei der DVR-Prüfung von Silikonem (VMQ) im Temperaturbereich von 150°C oder höher und von Fluorkautschuken (>200°C) kann es – wenn die Probekörper schlecht getempert sind – zum Anhaften der Probekörper an das Prüfwerkzeug kommen. Beim Öffnen desselben, werden die Proben etwas in die Höhe gezogen und die Ergebnisse dadurch positiv verfälscht. Um dieses Ankleben der Proben an die Form zu vermeiden, wird die Verwendung von Gleitmitteln in den Normen vorgeschrieben. Im Prüflabor Richter verwendet man standardmäßig Silikonöl, welches nur sehr dünn mit einem Baumwollappen aufgetragen wird, in Sonderfällen, insbesondere bei sehr hohen Temperaturen kommen auch hauchdünne PTFE-Folien zum Einsatz, die jedoch bei der Berechnung des DVR berücksichtigt werden müssen. Außerdem muss sichergestellt werden, dass das Gleitmittel keine Wechselwirkung mit dem Elastomer eingeht. Ein weiterer Effekt der Gleitmittel besteht darin, Querverformung des Probekörpers zu ermöglichen. Ist diese Querverformung behindert, ändert sich der Spannungszustand im Probekörper, was auch indirekt die Ergebnisse beeinflussen kann

Besonderes Augenmerk sollte auch auf die Herstellung der Probekörper gelegt werden. In der Regel werden die Probekörper nach ISO 815-1 Typ B ($\varnothing = 13\text{mm}$) aus 6mm starken Prüfplatten gestanzt. Je nach Härte und Materialtyp bekommt man meist keine rechtwinklige Schnittkante zur Auflagefläche. Deswegen ist das O-Ring Prüflabor Richter dazu übergegangen, die Probekörper mit einem Drehmesser zu schneiden.

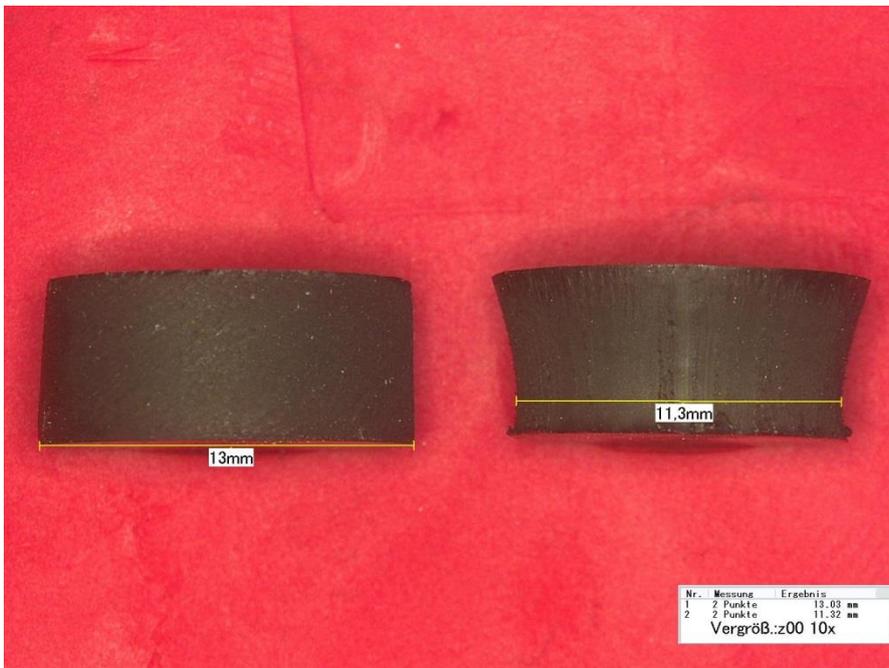


Abb.9: Rechts ist der gestanzte Probekörper erkennbar, links der geschnittene. Im vorliegenden Fall weicht der kleinste Durchmesser des gestanzten Probekörpers (11,3mm) bis zu 13% vom Sollwert (13mm) ab!

5. Leistungsspektrum wichtiger Elastomere nach der ISO/DIS 3601-5

Die ISO 3601 Teil 5 wurde unter deutscher Projektleitung erarbeitet, u.a. war auch Bernhard Richter daran beteiligt. Die momentan gültige Ausgabe stammt vom April 2015. Sie ersetzt die ISO 3601-5 aus dem Jahr 2002.

Die ISO 3601 besteht aus fünf Teilen und befasst sich mit O-Ringen zur Abdichtung von Fluiden im Maschinenbau. Es werden darin u.a. Durchmesser, Toleranzen, Einbausituationen, Qualitätskriterien, Stützringe und schließlich Werkstoffspezifikationen für O-Ringe in allgemeinen industriellen Anwendungen und für die dafür verwendeten Mischungen festgelegt. Um letztere Mischungsspezifikationen wird es im Folgenden gehen. Die Anforderungen für das Fertigprodukt O-Ring wurden bereits oben zitiert. In den in der ISO für die Werkstoffe aufgestellten Forderungen werden auch der Einfluss der Härte und des Vernetzungssystems auf den DVR berücksichtigt. Werden diese Sollwerte eingehalten, kann der Praktiker sicher sein, einen Werkstoff nach einem guten Stand der Technik zu erhalten.

Folgende Tabelle 2²⁰ gibt einen Auszug wieder:

Prüfbedingungen	NBR 70 IRHD,M [100°C] schwefel- vernetzt	NBR 90 IRHD,M [100°C] schwefel- vernetzt	NBR 75 IRHD,M [100°C] peroxidisch vernetzt	NBR 90 IRHD,M [100°C] peroxidisch vernetzt	HNBR 75 IRHD,M [125°C]	HNBR 90 IRHD,M [125°C]	Prüfmethode
max. DVR, 72(+0/-2) h	40	40	40	40	40	45	ISO 815-1:2014, Method A
max. DVR, 336(+0/-2)h	60	70	50	60	60	70	ISO 815-1:2014, Method A

²⁰ Die Daten sind entnommen aus: ISO 3601-5 Fluid power systems – O-rings – Part 5: Specification of elastomeric materials for industrial applications, 2015-04-01, S. 4ff.

Prüfbedingungen	FKM 70, 75, 80 IRHD,M [175°C]	FKM 90 IRHD,M [175°C]	VMQ 70 IRHD,M [175°C]	EPDM 70 IRHD,M [100°C] schwefel- vernetzt	EPDM 80 IRHD,M [100°C] schwefel- vernetzt	EPDM 70, 80 IRHD,M [125°C] peroxidisch vernetzt	ACM 70 IRHD,M [150°C]	Prüfmethode
max. DVR, 72(+0/-2) h	25	30	35	30	35	25	40	ISO 815-1: 2014, Method A
max. DVR, 336(+0/-2)h	40	45	55	60	60	40	50	ISO 815-1: 2014, Method A

Tab. 2: Die DVR-Werte, welche in dieser Tabelle gefordert werden, stellen Vorgaben für Rezepturen auf, die an Probekörpern des Typs B (Ø13mmx6mm) ermittelt werden. Diese Probekörper werden aus Prüfplatten geschnitten oder gestanzt.

Am Beispiel des schwefelvernetzten NBR werden bei den Langzeit DVRs (336h) die Unterschiede auf Grund unterschiedlicher Härte sichtbar. Ein Werkstoff mit einer hohen Härte ergibt meist einen erhöhten, also schlechteren DVR-Wert, da harte Elastomermischungen einen größeren Füllstoffanteil haben. Dadurch nimmt die Polymermatrix, die durch ihre Vernetzungen für die Rückfederung verantwortlich ist, einen geringeren Anteil im Compound ein. Beim EPDM erkennt man klar die Unterschiede, welche durch ein verschiedenartiges Vernetzungssystem generiert werden. Obwohl der peroxidisch vernetzte EPDM bei höheren Temperaturen als der schwefelvernetzte geprüft wird, kann er bessere DVR Werte erreichen.

6. Wissenswertes für die Deutung und Bewertung von DVR-Prüfergebnissen

So wichtig auch einzelne Werkstoffkennwerte wie der Druckverformungsrest sein können, so sollte man doch bei der Bewertung dieser Eigenschaft immer im Auge behalten, welche zusätzliche Eigenschaften der Rezeptur bzw. des Fertigteil für die Anwendung eine wichtige Rolle spielen (siehe Punkt 6.1). Wenn in bestimmten Anwendungsfällen tatsächlich der Druckverformungsrest das wesentliche Kriterium für eine sichere Dichtfunktion ist – was bei vielen O-Ringen der Fall ist – sollte man auch verstehen, von welchen Einflüssen ein guter, das heißt ein niedriger DVR-Wert abhängt (siehe Punkt 6.2 mit Unterpunkten).

6.1 Einflüsse des Druckverformungsrestes bzw. des Vernetzungsgrades auf die Werkstoffeigenschaften

Wie bereits oben angesprochen ist der Druckverformungsrest ein indirektes Maß für die Vernetzungsdichte eines Werkstoffs. Die Vernetzungsdichte hat gravierenden Einfluss auf verschiedene wichtige Eigenschaften einer Dichtung. Es gibt keine bestimmte Vernetzungsdichte bei der alle Eigenschaften ein Optimum erreichen, sondern es gilt hier für den jeweiligen Anwendungsfall einen Kompromiss zu finden. Dies wird an der folgenden Grafik²¹ (Abb.10) ersichtlich:

²¹ Dieses Diagramm wurde mit Hilfe folgender Vorlage aus der Fachliteratur erstellt und überarbeitet: MATSCHINSKI, Paul (Hrsg.): Roh- und Hilfsstoffe in der Gummiindustrie, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1968, S. 171

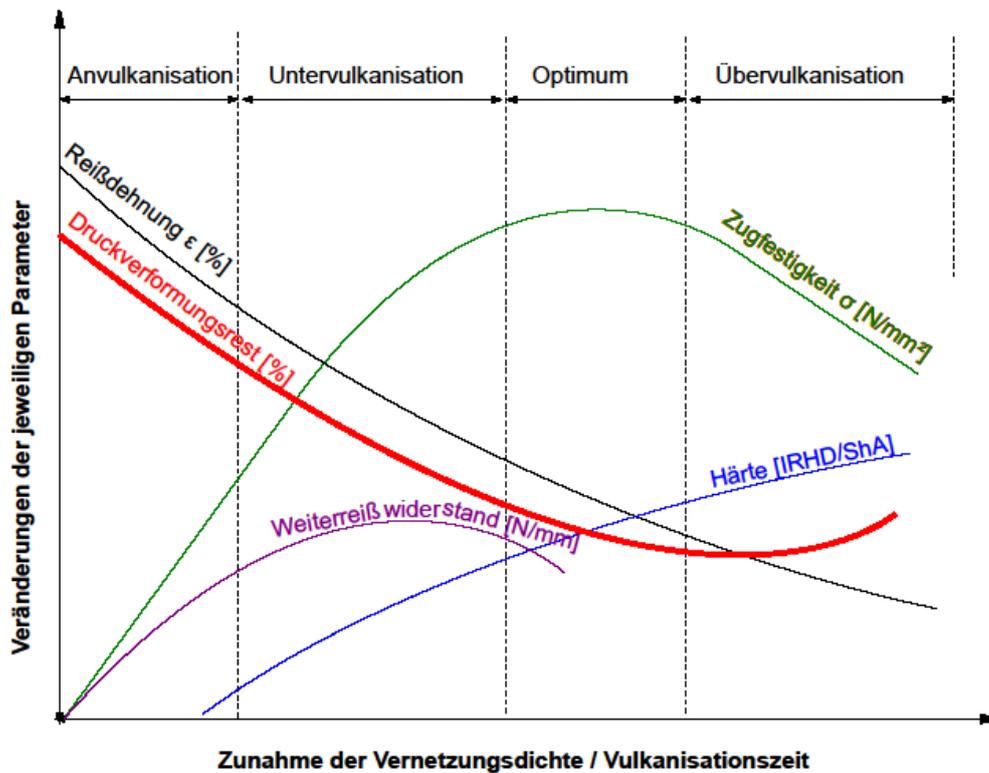


Abb. 10: Der Druckverformungsrest erreicht seinen niedrigsten, also besten Wert erst gegen Ende des optimalen Vulkanisationsgrades bzw. zu Beginn des Übervulkanisationsbereiches.

6.2 Einflüsse auf das DVR-Prüfergebnis

Das Ergebnis des DVR-Wertes kann durch viele Faktoren positiv wie negativ beeinflusst werden. Die Kenntnis der Einflussfaktoren auf die DVR-Ergebnisse ist wichtig, um zu stabilen und reproduzierbaren Messwerten zu kommen. Besonders hilfreich ist dieses Wissen, wenn sich die Messergebnisse an der Grenze einer Spezifikationsforderung befinden.

6.2.1 Einfluss der Probekörpergeometrie

Die folgende Tab.3 zeigt, dass man bei einem guten Vulkanisationsgrad von NBR O-Ringen (=NBR-Rezeptur 1) nach 22h bei 100°C Prüftemperatur keinen Einfluss der Schnurstärke außerhalb typischer Messunsicherheiten erkennen kann. Dasselbe gilt auch bei peroxidisch vernetzten EPDM O-Ringen nach 22h bei 150°C und bei FKM O-Ringen nach 22h bei 200°C. Dagegen zeigt bereits der 70h-Wert bei der NBR-Rezeptur 1, dass dickere Schnurstärken bessere Ergebnisse erzielen.

Das Beispiel mit der NBR-Rezeptur 2 zeigt bessere DVR-Werte der kleineren Schnurstärke nach 22h bei 100°C, was klar darauf hinweist, dass die dünne Schnurstärke (1,78 mm) besser vulkanisiert ist als die dicke Schnurstärke (6,99mm)

Diese Ergebnisse zeigen auf, dass für Überprüfungen des Vulkanisationsgrades an Fertigteilen bevorzugt 24h Prüfzeiten angewendet werden sollten, weil damit der Geometrieinfluss, das heißt, die Probendicke, nur unwesentlich in das Ergebnis einfließt (Dies gilt bei Prüftemperaturen bis zur 1000h-Dauertemperatur Belastungsgrenze des Werkstoffes.)

	NBR (Rezeptur 1)			NBR (Rezeptur 2)		
Schnurstärke [mm]	1,78	3,53	6,99	1,78	3,53	6,99
DVR nach 22+2h, bei 100°C [%]	10,4	12,8	9	11,4	15,7	18
DVR nach 70+2h, bei 100°C [%]	23,8	23	16,8	24,3	24,2	28,9

Tab.3: Einfluss der Schnurstärke auf den DVR

Im folgenden Diagramm (Abb.11) wird ersichtlich, dass der O-Ring mit der geringsten Schnurstärke (d2 = 1,78 mm) die schlechtesten DVR Werte aufweist. Der kritische DVR-Wert von 90% wird bereits nach 205h erreicht. Die besten Ergebnisse erhält man mit dem O-Ring mit einer Schnurstärke von 6,99 mm. Der kritische DVR-Wert von 90% stellt sich hier erst nach 1300h ein. Dieser O-Ring lässt sich am ehesten mit den Abmessungen des Probekörpers des Typ B (Ø13mmx6,3mm) nach der ISO 815-1 vergleichen. Vor diesem Hintergrund wird ersichtlich, dass sich DVR-Werte, welche an Normprobekörpern ermittelt wurden nicht mit Werten an O-Ringen vergleichen lassen und in der Regel besser sind als die an realen Dichtungen gemessenen Werte.

Einfluss der Schnurstärke auf den Druckverformungsrest bei 125°C

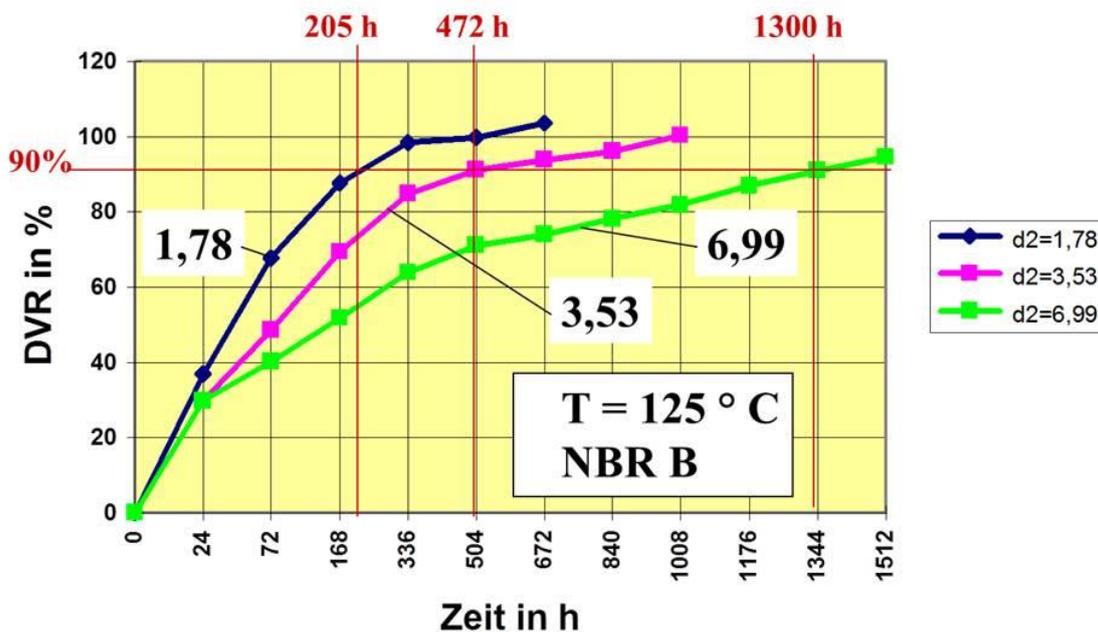


Abb. 11: Einfluss der Schnurstärke auf den Druckverformungsrest von NBR bei 125°C (Langzeit DVR-Messungen) (Quelle des Diagramms: O-Ring Prüflabor Richter GmbH, Großbottwar)

Wie lassen sich nun die oben gefundenen Ergebnisse theoretisch erklären? Die Geschwindigkeit von chemischen Reaktionen nimmt exponentiell mit der Temperatur zu (Arrheniusgleichung), was für die Alterung durch Wärme und Sauerstoff bedeutet, dass ein O-Ring nur dann uneingeschränkt altert, wenn er ausreichend mit Sauerstoff in Kontakt kommt. Ist das Verhältnis von freier Oberfläche zur Masse durch die Geometrie (=Schnurstärke) vorgegeben, dann ist damit die Zufuhr von Sauerstoff geometrieabhängig begrenzt. DVR-Langzeitversuche an NBR O-Ringen haben gezeigt, dass dieser Geometrieinfluss bei 80°C noch keine signifikante Bedeutung hat, dass aber

bereits bei 100°C ein erheblicher Einfluss erkennbar ist (ca. 4 facher Sauerstoffbedarf gegenüber 80°C) und dass der Einfluss bei 125°C gravierend ist (ca. 25-facher Sauerstoffbedarf gegenüber 80°C). Allerdings gilt das Gesetz von Arrhenius nur, wenn immer genügend Reaktionspartner zur Verfügung stehen. Da das Arrheniusgesetz zeigt, dass bei 100°C die Alterungsreaktion 4 mal schneller als bei 80°C abläuft, so wird das nur passieren, wenn auch 4 mal so viel Sauerstoff bei 100°C wie bei 80°C zur Verfügung steht.

Bei Temperaturen bis ca. 20-25°C unterhalb der zulässigen Dauertemperaturen (1000h-Kriterium) von O-Ring Werkstoffen ist der Einfluss der Schnurstärke sehr gering. Bei NBR sind dies Temperaturen bis ca. 80°C, bei peroxidvernetztem EPDM bis ca. 125°C, bei FKM bis ca. 175°C und bei VMQ bis 150°C.

Was bedeuten nun diese Erkenntnisse für die Praxis? In kritischen Anwendungsfällen ist – sofern dies die Einbausituation ermöglicht – ein O-Ring mit größerer Schnurstärke zu bevorzugen. Darüber hinaus sind an Normprobekörpern gemessene Druckverformungsrestwerte bezüglich der Übertragbarkeit auf O-Ringe kritisch zu hinterfragen, wenn diese DVR-Werte bei höheren Temperaturen als den oben angegebenen ermittelt wurden.

6.2.2 Einfluss der prozentualen Verpressung

Wie bereits oben bei der Vorstellung der Prüfnorm ISO 815-1 angedeutet, ist die Verpressung von (25±2)% der am weitesten verbreitete Standard bei der Bestimmung des DVR. Bei härteren Werkstoffen verringert sich die Verpressung entsprechend. Es gibt aber auch Spezifikationen verschiedener Anwender von O-Ringen, die auch höhere Verpressungen fordern, wie z.B. 30%, 40% oder 50% (vgl. VW Spezifikation PV3330).

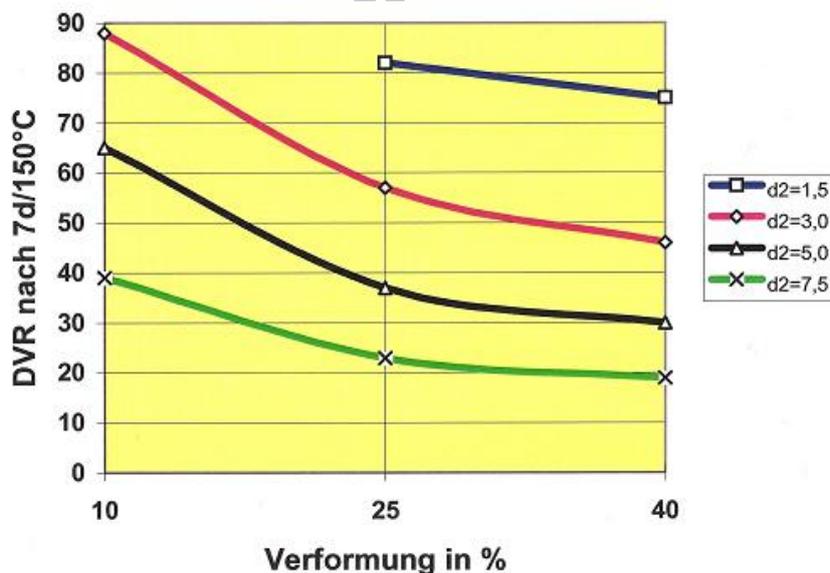


Abb. 12: Einfluss der Verformung / Verpressung und der Schnurstärke auf den DVR von O-Ringen, ermittelt an einer HNBR Musterrezeptur, DVR-Ergebnisse nach 7 Tagen (= 168h) bei 150°C²²

Generell lässt sich sagen, dass mit zunehmender Verpressung (bis ca. 35-40%) die DVR-Ergebnisse sich verbessern können und dass an O-Ringen bei Verpressungen unter 10% erheblich schlechtere Ergebnisse erzielt werden als bei 25%. Daher sollten die Einbauräume von O-Ringen auch sicherstellen, dass eine Mindestverformung von 10% eingehalten wird. Bei zu hoher Verpressung besteht bei hohen Temperaturen die Gefahr von inneren Spannungsrissen. Diese Gefahr nimmt mit zunehmender Schnurstärke zu. Daher liegen hier kritische Verformungen bei dicken Schnurstärken deutlich niedriger als bei dünnen Schnurstärken. Für O-Ringe mit maximal 6,99 mm Schnurstärke ist bei üblichen Härten (max. 90 Shore A) bei einer Verpressung

²² MAGG, H., Bayer AG, Seminar „O-Ringe in Kraftfahrzeugen“ am 07.10.1997 im Haus der Technik, Essen

von 25% erfahrungsgemäß die Gefahr des Aufplatzens durch innere Spannungsrisse gering, vorausgesetzt die zulässigen Dauertemperaturen werden nicht überschritten.

6.2.3 Einfluss der Entspannungstemperatur des Probekörpers

Wie oben bereits beschrieben und in den Abbildungen 1 bis 3 dargestellt, erlaubt die ISO 815-1 drei verschiedenen Entspannungsmethoden (Abschnitt 7.5.2 in der Norm: Verfahren A, B, C):

Beim Verfahren A wird sofort nach der Entnahme aus dem Ofen entspannt, während beim Verfahren B die Probekörper nach Entnahme aus dem Ofen im verspannten Zustand für 30-120 Minuten auf Raumtemperatur abgekühlt werden. Letzteres Verfahren ist das für eine Elastomermischung anspruchsvollste und man erhält üblicherweise damit die schlechtesten Werte. Werkstoffe, die eine geringe Elastizität bei Raumtemperatur besitzen (z.B. Fluor- und Acrylatkautschukmischungen) zeigen große Messwertunterschiede zwischen Verfahren A und B. Diese Werkstoffe federn im warmen Zustand verhältnismäßig schneller zurück als bei Raumtemperatur.²³

Für die praktische Anwendung bedeutet dies, dass Werkstoffe mit einer geringen Elastizität bei Raumtemperatur bzw. tiefen Temperaturen in dynamischen Systemen mit großen Temperaturschwankungen nur begrenzt eingesetzt werden können. Bei dauerhafter Hochtemperatur ist ein Einsatz unproblematischer.

6.2.4 Einfluss des Prüfmediums

Dieser Artikel befasst sich nur mit der DVR-Prüfung in Heißluft, dennoch sei kurz darauf verwiesen, dass DVR-Prüfungen in Medien in vielen Fällen bessere DVR-Werte als in reinem Umgebungs-luftkontakt ergeben. Dies hat damit zu tun, dass das entsprechende Kontaktmedium die Dichtung vor Sauerstoff und einer schnellen Alterung schützt. In Ausnahmefällen gibt es aber auch Kontaktmedien, die aggressiver als Luft sind, hier zeigt sich dann ein gegenteiliges Bild.

Zu dieser Thematik gibt es einen bereits oben zitierten Fachartikel auf unserer Webseite: <http://www.o-ring-prueflabor.de/de/fachaufsaetze/bewertung-der-ergebnisse-von-bestaendigkeits-und-alterungspruefungen/>

Für die praktische Anwendung bedeutet dies in vielen Fällen, dass eine Dichtung, die allseitig von einem Medium umschlossen ist, eine längere Lebensdauer aufweist.

6.2.5 Einfluss von besonderen Dichtungsformen auf die Reproduzierbarkeit der Messung

Um reproduzierbare Prüfergebnisse zu erhalten, sollten bei komplizierteren Dichtungsgeometrien (also keine O-Ringe), wie z.B. Flanschdichtungen genaue Prüfmethoden festgelegt werden. Es empfiehlt sich hier in den Prüfbedingungen die Stelle, an welcher der zu prüfende Abschnitt aus der Dichtung herausgeschnitten wird und die oft schwierige Positionierung des Probekörpers im Prüfplan der Wareneingangsprüfung genau festzuhalten. Entweder muss eine spezielle Vorrichtung zur Aufnahme und zum Halten des zu prüfenden Stückes beschafft werden oder es wird beispielsweise bei Flanschdichtungen ein Kreuzungspunkt von drei oder vier Dichtungsarmen herausgeschnitten, so dass der Probekörper sicher und selbständig in der DVR-Prüfvorrichtung stehen kann. Selbstverständlich können auch Abschnitte aus Flanschdichtungen liegend geprüft werden, jedoch ergeben sich hier oft Probleme durch Haltenoppen, konkave Form, Bindenähte und die geringe Höhe, was die Genauigkeit und Reproduzierbarkeit einschränkt. Generell empfiehlt es sich solche speziellen Prüfpläne in Zusammenarbeit mit dem Hersteller der Dichtung zu erarbeiten. Dies erleichtert die Kommunikation bei auftretenden Problemen.

²³ vgl. NAGDI, Khairi: Gummi-Werkstoffe Ein Ratgeber für Anwender, Ratingen, 2002, S. 300

Für die Praxis bedeutet dies, dass – wo unbedingt notwendig – individuelle Prüfmethodiken festgelegt werden sollen. Entscheidend ist hier aber eine klare Kommunikation und Abstimmung dieser Abweichungen zwischen allen Beteiligten (Hersteller, Abnehmer und evtl. beauftragtes Prüflabor). Im O-Ring Prüflabor Richter bestehen umfangreiche Erfahrungen mit DVR-Prüfungen an Fertigteilen. Eine häufig angewandte Methode bei Profildichtungen ist es, an annähernd planparallelen Profilscheiben zu messen und dabei die Messpunkte zu kennzeichnen. Im Vergleich zu Normprobekörpern und zu O-Ringen kann dies allerdings zu etwas größeren Messunsicherheiten führen.

6.2.6 Einfluss der Verarbeitung

Die Eigenschaften von Elastomerprodukten werden durch das modulare Netzwerk nachhaltig beeinflusst. Zum einen entsteht eine jeweils charakteristische Netzwerkstruktur und zum anderen ist ebenso die Netzwerkdichte von Bedeutung, d.h. die Anzahl der Vernetzungsbrücken und deren Länge.²⁴

Dieses modulare Netzwerk ist von zwei Faktoren entscheidend abhängig, zum einen von der Rezepturqualität und zum anderen von der Verarbeitungsqualität. Diese beiden Eigenschaften kombiniert sind ein Maß für die Lebensdauerqualität einer Dichtung, über welche mit Hilfe des DVR Aussagen gemacht werden können.

Lebensdauerqualität (DVR) = Rezepturqualität x Verarbeitungsqualität

Die multiplikative Verknüpfung bedeutet, dass eine hohe Rezepturqualität, also ein gutes Compound wirkungslos bleibt, wenn eine Elastomerdichtung bei der Herstellung nicht unter den richtigen Bedingungen vulkanisiert wird. Im Gegensatz zu optimal vulkanisierten Probekörpern aus Prüfplatten werden Dichtungen oft innerhalb eines Bruchteiles der Zeit vulkanisiert. Daher haben Datenblatt-Angaben lediglich eine Aussagekraft über die Rezepturqualität, nicht aber über die Qualität der Fertigprodukte.

Viele Mischungen werden heute bereits im Werkzeug vollständig ausvulkanisiert, jedoch bewirkt der hohe allgegenwärtige Kostendruck, dass mitunter die Zykluszeit und folglich die Vulkanisationszeit gekürzt wird, ein Sparen an der falschen Ecke mitunter fatalen Folgen. Es gibt jedoch auch Mischungen, die eine längere Vulkanisationszeit benötigen, die sich nicht wirtschaftlich während des Spritzgießprozesses realisieren lässt. Diese Dichtungen werden bis zum Erreichen der Formstabilität im Werkzeug belassen und dann anschließend in speziellen Temperöfen nachvernetzt. Hier besteht die Gefahr, dass dieser zusätzliche Arbeitsgang entweder vergessen wird oder nicht korrekt ausgeführt wird, da er sich nicht so einfach wie ein Spritzgießprozess automatisieren lässt. Fehlt dieser Arbeitsschritt, fällt die Dichtung mit hoher Wahrscheinlichkeit in der Praxis aus. Dieser Fehler lässt sich mit Hilfe der DVR-Prüfung meist problemlos erkennen und nachweisen.

Die folgende Verarbeitungsstudie (Tab.4 und 5)²⁵ von der Parker Hannifin GmbH, die an peroxidisch vernetzten HNBR-O-Ringen ermittelt wurde, zeigt einerseits die hohe Empfindlichkeit des DVR-Wertes gegenüber zu niedrigen Werkzeugtemperaturen (Tab. 4), andererseits belegen diese Diagramme, dass eine starke Untervernetzung von O-Ringen (T = 170 °C) nicht über eine Härtemessung nachgewiesen werden kann (Tab. 5), da die fertigungsbedingten Streuungen der Härtewerte fast durchweg innerhalb einer Bandbreite von 10 Härtepunkten liegen. Die Auflösung bzw. Empfindlichkeit der DVR-Messung ist hier viel höher als die der Härteprüfung. Besonders deutlich wird dies bei Betrachtung und Vergleich der Werte bei einer Werkzeugtemperatur von 170°C. Betrachtet man nur die Härtewerte, ist ein klarer Anstieg zu erkennen. Auf den ersten Blick könnte man davon ausgehen, dass dies ein Zeichen für den sich verbessernden Vernetzungsgrad ist. Vergleicht man aber die DVR-Ergebnisse bei 170°C muss man erstaunt feststellen, dass bei

²⁴ vgl. RAHM, W.: Kurzzeitprüfverfahren für Gummi in der Qualitätssicherung in: KGK Kautschuk Gummi Kunststoffe, Hüthig Verlag, Heidelberg, 48.Jahrgang, Nr. 9/1995, S.634

²⁵ Die Verarbeitungsstudie wurde öffentlich vorgestellt durch Bernhard Richter im Seminar „Dichtungswerkstoffe für O-Ringe“, Haus der Technik, "Anwendung und Instandhaltung von Gleitringdichtungen" am 29./30.November 1995

allen drei Zykluszeiten DVR-Werte von 100% oder größer²⁶ erreicht werden, ein Zeichen einer klaren Untervulkanisation, die in der Praxis zum sicheren Ausfall der Dichtung führen würde.

Werkzeugtemperatur	DVR nach Zykluszeit 60sec.	DVR nach Zykluszeit 120 sec.	DVR nach Zykluszeit 180 sec.
170°C	108%	103%	100%
190°C	95%	75%	47%
210°C	39%	35%	30%

Tab. 4: Einfluss der Verarbeitungsparameter auf den Druckverformungsrest (24h bei 150°C) an einem HNBR O-Ring mit den Abmessungen 19,3mm x 2,4mm (Quelle der Daten: Parker Hannifin GmbH)

Werkzeugtemperatur	Härte nach Zykluszeit 60sec.	Härte nach Zykluszeit 120 sec.	Härte nach Zykluszeit 180 sec.
170°C	58 IRHD	63 IRHD	66 IRHD
190°C	64 IRHD	68 IRHD	71 IRHD
210°C	67 IRHD	69 IRHD	69 IRHD

Tab. 5: Einfluss der Verarbeitungsparameter auf die Härte (24h bei 150°C) an einem HNBR O-Ring mit den Abmessungen 19,3mm x 2,4mm (Quelle der Daten: Parker Hannifin GmbH)

Auf die Praxis übertragen heißt das, dass erst DVR-Messungen an den Dichtungen selbst Aufschluss über den Vernetzungszustand der Dichtungen erbringen und dass die Härte der Dichtungen beziehungsweise die Formstabilität der Dichtungen eine Untervulkanisation zu ungenau anzeigen.

Ferner ist zu empfehlen firmenintern Mitarbeiter, welche mit dem Einkauf, Qualitätssicherung und Anwendung von Elastomeren zu tun haben, im Grundlagenwissen über Elastomere zu schulen und besonders darauf hinzuweisen, dass die Bedeutung der Härtemessung oft überbewertet wird und mitunter zu riskanten Fehlbeurteilungen und -einschätzungen führen kann. Durch vertieftes Wissen können bei Unstimmigkeiten mit dem Hersteller schneller und letztendlich auch kostengünstiger optimale Lösungen gefunden werden.

6.2.7 Einfluss üblicher Schwankungen der Prüfergebnisse verschiedener Messungen bzw. Labore (Wiederholbarkeit (r) / Vergleichbarkeit (R))

Die ISO 815-1 (Ausgabe 09-2014) enthält im Anhang A (Annex A) Informationen zur Präzision des Prüfverfahrens. Ermittelt wurden die Daten in einem Ringversuch im Jahr 1986. Es wurde die Wiederholbarkeit (r) und die Vergleichbarkeit (R) anhand der Probekörper des Typ A und B an drei verschiedenen Materialien ermittelt.

Die Ergebnisse zeigen, dass die verschiedenen Materialien, aber auch die Probekörperabmessungen erhebliche Unterschiede verursachen, so dass man nicht von einem bestimmten allgemeinen Wert der Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit von DVR-Prüfungen an Elastomeren sprechen kann.

Hinzu kommt, dass Prüfungen für den Anhang einer ISO-Norm höchsten Anforderungen genügen müssen. Es werden nur ausgewählte, lang bekannte und perfekt gemischte und verarbeitete Referenzelastomere verwendet und diese werden unter idealen Bedingungen geprüft. Mit Werkstoffen aus dem Produktionsalltag ist diese hohe Präzision meist nicht zu erreichen.

²⁶ Siehe hierzu auch die Erklärungen zu DVR-Werten >100% im Kap. 3 dieses Fachaufsatzes.

Präzision	Mittelwert [%]	Innerhalb eines Laboratoriums		Zwischen zwei Laboratorien	
		<i>r</i>	(<i>r</i>)	<i>R</i>	(<i>R</i>)
EPDM	14,8	3,3	22	4,5	30
NBR	24,4	4,3	18	7,7	32

Legende:

r = Wiederholpräzision in Einheiten der Messung
 (r) = Wiederholpräzision in Prozent (relativ)
 R = Vergleichpräzision in Einheiten der Messung
 (R) = Vergleichpräzision in Prozent (relativ)

Tab. 6: Präzisionsdaten für die DVR-Messung am Probekörper Typ B (\varnothing (13±0,5)mm und Dicke = (6,3 ± 0,3)mm) nach 30 Minuten (Methode A) bei 100°C, 24 h und 25% Verpressung²⁷

Für die Praxis bedeutet dies, dass Schwankungen im Bereich von +/-2%-Punkten an Normprobekörpern und von ± 3%-Punkten an Fertigteilen (O-Ringen) sich noch im Rahmen der Messungenauigkeit befinden. Es ist zwar üblich (aber nicht normgerecht) DVR-Werte mit einer Nachkommastelle anzugeben. Es empfiehlt sich aber diese Nachkommastelle in ihrer Bedeutung nicht überzubewerten. Wenn beispielsweise eine Spezifikation einen maximalen DVR-Wert von 30% erlaubt und Sie einen Werkstoff angeboten bekommen mit einem DVR-Wert von 29% und einen anderen Werkstoff mit einem DVR-Wert von 25% ist zu empfehlen letzteren zu wählen, auch wenn beide die Spezifikationsvorgabe auf den ersten Blick erfüllen. So haben Sie mit dem besseren DVR eine größere Sicherheit auch in Zukunft innerhalb der Spezifikationsforderung zu liegen.

PRÜFLABOR

7. Fazit

Die **Druckverformungsrestprüfung** gehört neben der Messung der Härte, Dichte und des Zugversuches zu den wichtigen einfachen Grundprüfverfahren der Elastomerindustrie.

Sie ist das jüngste Grundprüfverfahren und die ganze Aussagekraft welche in ihr steckt wurde erst in den letzten Jahrzehnten voll erkannt und wird teilweise bis heute noch nicht in vollem Umfang ausgenutzt.

Mit ihr lassen sich Rezepturen vergleichend bewerten, anwendungstechnische Eignungen überprüfen und Aussagen über das Langzeitverhalten eines Werkstoffes bzw. Fertigteiles ermitteln. Bei richtiger Kenntnis und Beherrschung aller wichtiger Einflussfaktoren auf das Prüfergebnis, kann sie auch für viele Elastomerbauteile (z.B. O-Ringe) zum Einsatz kommen und hier v.a. leicht ermittelbare und gut reproduzierbare Aussagen über die Verarbeitungsqualität geben.

²⁷ Die Daten wurden entnommen aus: ISO 815-1 (Ausgabe 09-2014), Übersetzung der Begrifflichkeiten mit Hilfe der DIN ISO 815 (Ausgabe 03-2000)