FACHWISSEN PRÜFVERFAHREN FÜR ELASTOMERE

Ein Angebot des

O RING PRÜFLABOR RICHTER

PRÜFEN BERATEN ENTWICKELN

Quelle: www.o-ring-prueflabor.de
Stand der Information: 06/2015

Heißluftalterung von Elastomeren

Prüftechnische Grundlagen und wissenswerte Besonderheiten

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

Verwendete Prüfnormen:

ISO 188 (Ausgabe 10-2011), DIN 53508 (Ausgabe 03-2000), ASTM D 865-11 (Ausgabe 09-2011), ASTM D 573-04 (Reapproved 2010)

1. Definition der Alterung und Heißluftalterung

Die Bezeichnung „Alterung“ beschreibt bei Elastomeren eine Vielzahl von Prozessen die zu einem chemischen und physikalischen Um- und Abbau ausvulkanisierter Probekörper oder Fertigteile führen. In wenigen Fällen spielen auch biologische Abbauprozesse eine Rolle. Es wurden etliche Alterungs-Prüfmethoden entwickelt, die versuchen in einer Art „Zeitraffer“ diese Schädigungsmechanismen aus dem Alltagseinsatz von Dichtungswerkstoffen labortechnisch abzubilden. Die Schädigungsprozesse im Alterungsprozess sind unumkehrbar, also irreversibel und führen nach einer bestimmten Zeit- und Temperaturbelastung zu einer Unbrauchbarkeit des organischen Werkstoffes. Die wissenschaftliche Erfassung und Bewertung dieser Alterungsvorgänge soll u.a. dazu dienen, dass in der Anwendung von Werkstoffen diese Zeit- und Temperaturgrenzen nicht überschritten werden.

Allerdings werden trotz aller Normung und jahrzehntelanger Prüferfahrung immer wieder Diskussionen und ein Austausch aller Beteiligten notwendig sein, wenn es darum geht, wie genau ein Alterungstest eine bestimmte Situation in der Realität nachstellen kann. Oder anders in den Worten der Werkstoffprüfung und –analyse ausgedrückt: „Die spezifische Problematik der Wärmealterungsprüfung liegt in der Festlegung einer oder mehrerer funktionsbestimmender Kenngrößen des Gummis und in der Wahl der Versuchsbedingungen.“[1]

Die ablaufenden Prozesse der Alterung können in folgende Bereiche unterteilt werden:

- Alterung durch Strahlung:
  - UV-Strahlung, Licht (z.B. Xenonlicht)
  - Radioaktive Strahlung
- Alterung durch mechanische Beanspruchung:
  - Statische Belastung (z.B. Druck, Zug)
  - Dynamische Belastungen (z.B. Dauerschwingungen)
- Alterung durch Kontaktmedien
  - von außen auf das Elastomer einwirkend
    - Schwermetalle („Kautschukgifte“)
    - Flüssige Medien (z.B. Öle, Kraftstoffe, Säuren, Wasser u.v.m.)
  - in der Werkstoffstruktur vorhanden:
    - „Inhomogenität des Stoffgefüges
    - Akzessorische Verunreinigungen der Ausgangsstoffe
    - Verarbeitungsbedingte Verunreinigungen“[2]
- Alterung durch biologische Prozesse
- Alterung durch Gase:
  - Umgebungsluft (darin v.a. durch Sauerstoff)
  - Ozon (führt bei Dienkautschuken zur Rissbildung bei Dehnung)
  - Sonstige Gase, z.B. Blowby-Gase (= im Kurbelgehäuse eines Motors auftretendes Gas, das mit aggressiven Schadstoffen aus der Verbrennung angereichert ist)

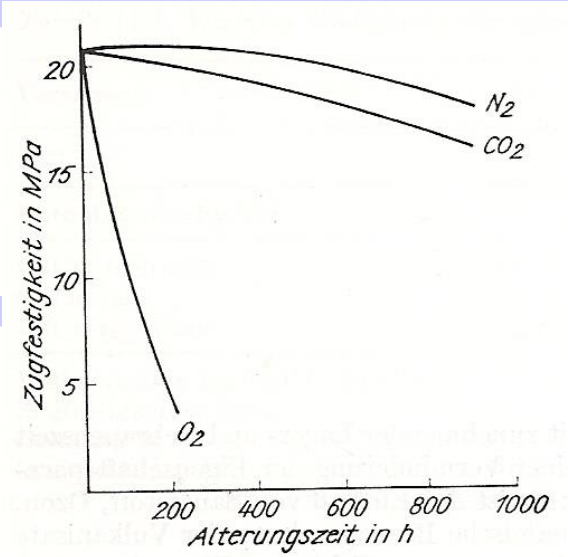

Abb.1: Alterung von Elastomeren in verschiedenen Gasen, verdeutlicht anhand der Abnahme der Zugfestigkeit in Abhängigkeit von der Alterungszeit[3]

[1] EHRHARDT, D.: Wärmealterungsbeständigkeit von Gummi in GAK, 09/1999, S.683
[2] AUTORENKOLLEKTIV: SCHMIEDEL, H. (federführender Autor): Prüfung hochpolymerer Werkstoffe, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, S.328
[3] KLEEMANN, Werner: Mischungen für die Elastverarbeitung, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1982, S.228, Bild 12.1

- Alterung durch Temperatur:
  - ohne Gas- bzw. Luftzufuhr, also in inerter bzw. abgeschlossener Atmosphäre (z.B. im Autoklaven)
  - mit Frischluftzufuhr (eigentlich eine Kombination von Alterung durch Gase (Sauerstoff) und Temperatur)

Der vorliegende Artikel über die Heißluftalterung wird sich mit einer Kombination der beiden letzten Punkte befassen, einer genormten Alterungsprüfung mit Hilfe erhitzter Umgebungsluft.

Bei der Heißluftalterung wird ein genormter Probekörper über einen vorab bestimmten Zeitraum bei einer vorab festgelegten konstanten Temperatur heißer Umgebungsluft ausgesetzt. Dies geschieht entweder für mehrere Proben in einer Art Umluftofen mit Frischluftzufuhr oder in nach Proben getrennten Zellenöfen. Die Bewertung der heißluftgealterten Werkstoffe erfolgt mit Hilfe eines Vergleichs wichtiger physikalischer Werte (z.B. Härte, Zugfestigkeit, Reißdehnung u.ä.) vor und nach der Alterung.

Durch die Heißluftalterung werden die meisten Elastomere verhärtet und die physikalischen Eigenschaften wie bspw. die Zugfestigkeit und Reißdehnung nehmen gravierend ab. Es gibt aber auch Ausnahmen, wie bspw. den Naturkautschuk, der durch heiße Luft zuerst stark erweicht und eine leimartige Konsistenz erreicht, bevor er dann verhärtet.
Die Eigenschaften eines Elastomerwerkstoffes ändern sich exponentiell mit der Temperatur (Arrheniusfunktion) und eher linear mit der Expositionszeit. Deswegen ist es wichtig, den Grenzeinsatztemperaturbereich des Elastomers zu kennen (welche wiederum von der Beanspruchungszeit abhängt), da sich dort kleine Temperaturerhöhungen bereits stark bemerkbar machen können (wenn man die Elastomere im Grenzbereich einsetzt).
Bei der Heißluftalterung denkt man unweigerlich nur an Prozesse im erhöhten Temperaturbereich. Durch die Oxidation des Werkstoffes verschiebt sich aber auch die Glasübergangstemperatur irreversibel nach oben, d.h. die Kälteflexibilität des Werkstoffes wird schlechter. Dieses Wissen ist vor allem wichtig bei Dichtungen mit starken Heiß- und Kaltluft-Wechselbeanspruchungen. Kommt noch eine Belastung durch flüssige Medien hinzu, dann gilt dieser Effekt u.U. nicht mehr.

2. Prozesse im Elastomer, ausgelöst durch Heißluftalterung

Während in den 1950er Jahren noch des Öfteren Lagerungen in Druckbehältern (z.B. Bierer-Davis-Bombe: Einlagerung in komprimiertem Sauerstoff bei 21 bar) üblich waren, spielen sie in unserem heutigen Prüfalltag keine Rolle mehr, da diese Form der Alterung sehr stark von der Realität der meisten Dichtungsanwendungen abweicht.
1952 wurde von GILLMAN und HAINES[4] eine Alterungsprüfung in einer „Wasserbombe“ vorgeschlagen. Die Proben wurden in einem Autoklaven in Wasser gelagert, das ein stark oxidierendes Mittel wie z.B. Kaliumchlorat enthielt. Proben der Flüssigkeit wurden regelmäßig entnommen, um deren oxidierende Wirkung zu überprüfen. Diese Prüfmethode taucht aber in der heutigen Literatur nicht mehr auf.

[4] BUIST, J.M.: Ageing and Weathering of Rubber, herausgegeben von: The Institution of the Rubber Industry, W.Heffer & Sons Ltd., Cambridge, 1956, S. 82

Dieser Artikel befasst sich nur mit der Lagerung in drucklosen Umluftöfen, den sogenannten „Geer[5]-Öfen“ bzw. Zellenöfen und den damit verbundenen Vor- und Nachteilen.
Bei den im folgenden beschriebenen Prozessen werden deswegen auch keine durch Druck zusätzlich oder verstärkt ausgelöste Alterungsprozesse behandelt.

2.1 Oxidation

Der Prozess der Oxidation ist in der praktischen Anwendung unerwünscht, da er das Polymer zerstört. In der Heißluftalterung wird versucht diesen bzw. einen der Realität ähnlichen Prozess der Oxidation unter definierten und reproduzierbaren Bedingungen durchzuführen.

Die Oxidation von Naturkautschuk ist bereits sehr lange bekannt und wurde schon 1865 von Spiller[6] beschrieben. „Er stellte fest, dass wasserdichter gummierter Filz nach sechs Jahren nicht mehr seine geschlossene Struktur und wasserdichten Eigenschaften aufwies. Nach Extraktion des Elastomers und der Verdampfung des Rückstands entstand ein harziger Film, der sich von dem üblichen charakteristischen Elastomerfilm unterschied. Dieses Produkt wurde „Spillers Harz“ genannt und das Phänomen, das zu seiner Entstehung führte, wurde als Oxidation erkannt.“[7]

Inzwischen sind 150 Jahre vergangen und eine Vielzahl von Untersuchungen über das Wesen und den Vorgang der Oxidation ist durchgeführt worden, wovon hier nur einen kurzer Auszug wiedergeben werden soll.
Eine Schlüsselrolle bei der Oxidation nimmt – wie der Name schon sagt – der Sauerstoff ein. „Bei der natürlichen Alterung von hochpolymeren Werkstoffen laufen stets Abbau- oder Vernetzungsreaktionen unter Beteiligung von Sauerstoff ab, da dieser – selbst beim Arbeiten unter anaeroben Bedingungen [= unter Sauerstoffabschluss] – im hochpolymeren Werkstoff vorhanden ist und den Reaktionsablauf maßgeblich beeinflusst.“[8]

Bereits 1921 konnte STEVENS für Naturkautschuk nachweisen, dass bei der Alterung eine chemische Bindung des Sauerstoffes stattfindet. Dies konnte durch eine Gewichtszunahme bewiesen werden.[9] Durch die moderne Analytik gibt es bereits Ansätze in der Forschung, die die Alterung eines Elastomerwerkstoffes anhand des aufgenommenen Sauerstoffs bewertet. Eine sehr empfindliche Methode konnte bereits durch WISE und Kollegen[10] aufgezeigt werden.

O-RING PRÜFLABOR RICHTER

[5] Der Begriff „Geerofen“ war bis in die 1960er Jahre in Deutschland üblich, wird aber heute kaum mehr angewandt. Inzwischen spricht man meist vom Wärmeschrank oder Alterungsofen. Der Begriff „Geer oven“ findet sich nur noch vereinzelt in der aktuellen englischsprachigen Literatur. Er geht zurück auf den Wissenschaftler Dr. W.C. Geer. Auf einem Symposium der ACS im September 1916 zum Thema „The Accelerated Life Test of Rubber Goods“ hielt er einen damals wegweisenden Vortrag zum Thema Wärmealterung, welcher in der Zeitschrift „India Rubber World“, 55, 1916, S. 127ff. wiedergegeben ist. “Weblink zur Zeitschrift (abgerufen am 16.01.2015) http://biodiversitylibrary.org/page/7113354
Siehe auch Geers Bilanz nach 10 Jahren Erfahrung mit der Heißluftalterung aus dem Jahr 1921 (India rubber world 1September 1921, S. 887ff) http://biodiversitylibrary.org/page/7050936 (abgerufen am 28.01.2015)
[6] SPILLER: Journal of the Chemical Society, Vol. 18.44-6, 1865
[7] Übersetzung eines englischen Zitats aus: GEER, William C. und EVANS, Walter, W.: Ten Years‘ Experience with Ageing Tests in: India rubber world, 1September 1921, S. 887 (http://biodiversitylibrary.org/page/7050936 abgerufen am 28.01.2015)
[8] AUTORENKOLLEKTIV: SCHMIEDEL, H. (federführender Autor): Prüfung hochpolymerer Werkstoffe, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, S.331
[9] STEVENS, H.P., Journal of the Society of Chemical Industry, 38(1921), S.1921ff., zitiert in: ECKER, R.: Mechanische-technologische Prüfung von Kautschuk und Gummi in: BOSTRÖM, S. (Hrsg.).: Kautschuk-Handbuch , Band 5, Stuttgart, Verlag Berliner Union, 1962, S. 176
[10] WISE, J. und GILLEN, K.T. und CLOUGH, R.L.: An ultrasensitive technique for testing the Arrhenius extrapolation assumption for thermally aged elastomers in: Polymer Degradation and Stability, Issue 3, 1995, S.403-418 (http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/014139109500137B abgerufen am 28.01.2015)

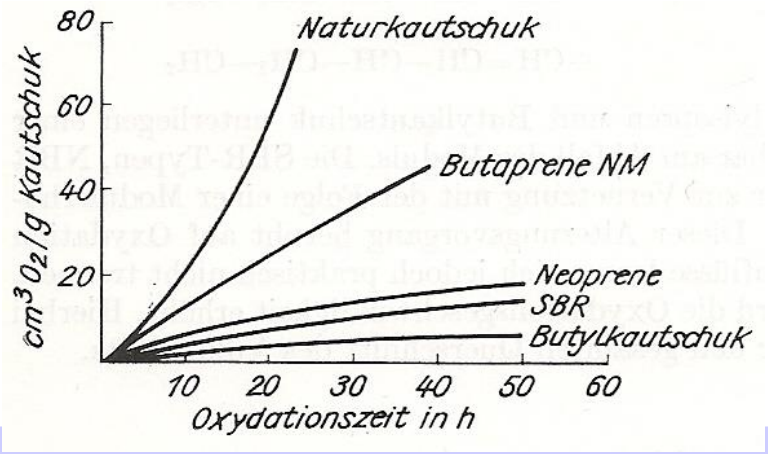

Abb.2: Sauerstoffaufnahme von schwach gefüllten Elastomeren bei 130°C (Butaprene NM = CR, Neoprene = CR) [11]

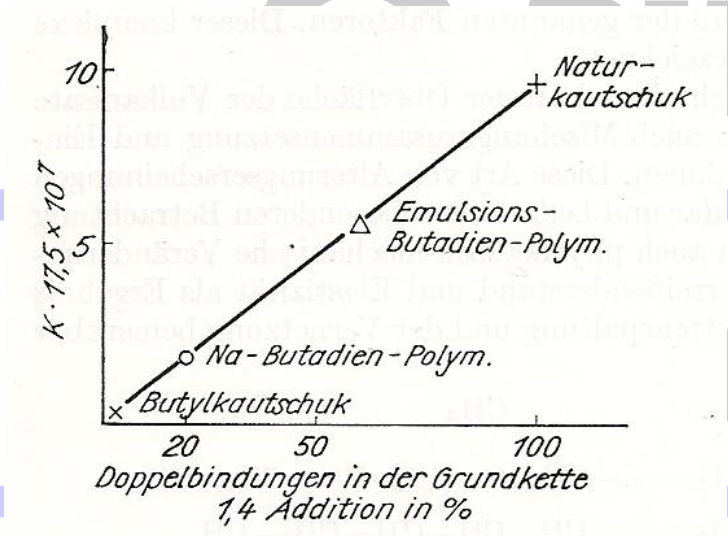

Abb.3: „Einfluss der Zahl der Doppelbindungen in der Grundkette auf die Geschwindigkeit der Sauerstoffaufnahme bei 120°C“ [12]

In späteren Untersuchungen an Naturkautschuk konnte nachgewiesen werden, dass die Oxidationsrate bis zu 90°C eine lineare Funktion der Zeit darstellt, aber bei 100°C und 110°C der Verlauf dann degressiv wird, d.h. dass sich die Oxidationsgeschwindigkeit mit der Zeit verlangsamte. Ferner wurde herausgefunden, dass die Oxidation pro 10K Temperaturerhöhung um einen Faktor von 2,5 zunimmt. Die Menge des absorbierten Sauerstoffes bezogen auf eine vorgegebene Verschlechterung der Zugfestigkeit (hier Halbierung der Werte) nahm ab, wenn die Prüftemperatur erhöht wurde.[13]

Entscheidend für die Alterung ist auch eine möglichst gleichmäßige Diffusion des Sauerstoffs in den Probekörper. In Praxis ist jedoch leider meist nur eine heterogene Oxidation möglich, d.h. dass die Randbereiche des Probekörpers viel stärker altern als die innenliegenden. In diesem Zusammenhang ist auch das Oberflächen- zu Volumenverhältnis der Probekörper von Interesse, auf welches noch später näher eingegangen wird.

[11] KLEEMANN, Werner: Mischungen für die Elastverarbeitung, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1982, S.228, Bild 12.3
[12] KLEEMANN, Werner: Mischungen für die Elastverarbeitung, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1982, S.228, Bild 12.2
[13] vgl. KEMP, A.R.; INGMANN, J.H.; MUELLER, G.S., Industrial & Engineering Chemistry 31 (1939), S.1472ff. Weblink: http://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/ie50360a009

CLOUGH und GILLEN[14] konnten 1991 für CR und SBR zeigen, dass die zunehmende heterogene Oxidation (d.h. die Alterung findet in den Randzonen viel schneller statt als im Inneren des Probekörpers), nicht wie vermutet mit einem selektiven Abbau der Antioxidantien in den Randbereichen zu tun hat, sondern dass mit zunehmender Alterung die Sauerstoffpermeabilität dramatisch abfällt und es dadurch zu einer heterogenen Oxidation kommt.

Die **oxidative Alterung** besteht im Wesentlichen aus zwei Faktoren:

1. Bruch von Molekülketten (Abbau des Molekülgerüstes)
2. Nachvernetzung (Aufbau des Molekülgerüstes)

Der folgende Text im Kasten ist für den chemisch Interessierten zum Weiterlesen, Sie können ihn aber auch überspringen und gleich bei Unterpunkt 2.2 fortfahren:

Im Jahr 2014 erschien in der GAK eine beachtenswerte Untersuchung zur thermooxidativen Alterung von NBR[15]. Eigentlich ein schon viel untersuchter Werkstoff, doch im vorliegenden Fall wurde noch einmal mit modernsten analytischen Methoden (PGC-MS, ATR-FTIR, NMR) in Verbindung und Kombination mit klassischen Methoden (z.B. Heißluftalterung, Gelanteil usw.) ein umfassendes Bild der Veränderung der Struktur und Eigenschaften des Elastomers aufgezeigt. Vieles der Ergebnisse ist auch auf andere Elastomertypen übertragbar.

Die Wissenschaftler konnten durch den Alterungsprozess beim NBR zwei wesentliche Veränderungen feststellen:

1. Physikalisch-chemischer Prozess (Migration von Paraffin (vgl. Unterpunkt 2.2 dieses Fachartikels) und Verbrauch der dem Compound zugesetzten Antioxidantien = chemische Stoffe zum Schutz gegen Alterung)
2. Chemischer Prozess: Oxidation (= Kettenbruch und Nachvernetzung, wie oben beschrieben)

Betrachten wir jetzt näher den ersten Prozessschritt: Durch das Ausgasen von Weichmachern kommt es zu einer Versteifung des Werkstoffes, dessen Elastizität abnimmt.
Nun zum zweiten Prozessschritt: Als zur Familie der Dienkautschuke gehörig, besitzt NBR Doppelbindungen, die unter Einwirkung von Hitze und Sauerstoff Radikale bilden können. Im Laufe dieses Vorgangs können sich diese Radikalen zu „gemäßigten“ seitenständigen chemischen Gruppen an der Molekülkette ausbilden oder sie können untereinander „rekombinieren“ und zusätzliche Netzwerkbrücken bilden. Durch diese neuen Netzwerkverbindungen nimmt die Elastizität des Werkstoffes verständlicherweise stark ab. Ferner konnte nachgewiesen werden, dass es bei der Kettenspaltung nicht zur Bildung kleiner Moleküle kommt, stattdessen entstehen parallel neue C=C Doppelbindungen. Neben all diesen Prozessen findet ununterbrochen die Oxidation statt, d.h. dass Sauerstoff den Alterungsprozess bestimmt. Es kommt also zu, durch Sauerstoff ausgelöste, Vernetzungen und die oxidierten Gruppen nehmen kontinuierlich zu.

Abschließend gliederten die Forscher den gesamten Prozess der thermooxidativen Alterung von NBR in drei Stufen (Bezugstemperatur 100°C):
„In der *ersten Stufe* (vor 60h) erfolgen die Veränderungen des Materials hauptsächlich durch den Verlust an Paraffin und den Verbrauch von Antioxidantien, korrespondierend zu der Abnahme von

[14] CLOUGH, R.L. und GILLEN, K.T.: Oxygen diffusion effects in thermally aged elastomers in: Polymer Degradation and Stability, Issue1, 1992, S.47-56 (Weblink zum Abstract, abgerufen am 28.01.2015: http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/014139109290022W)
[15] ZHAO, Jiaohong; YANG, Rui; IERVOLINO, Rossana; BARBERA, Stellario: Thermooxidative Alterung von NBR – Änderungen der chemischen Struktur und der mechanischen Eigenschaften in GAK, 12/2014, S.777-785

C-H-, -C=O- und –C=C-Gruppen.
In der *zweiten Stufe* setzt sich die schnelle Abnahme von C-H fort, (…), hauptsächlich [durch den stufenweisen] Anstieg zusätzlicher Vernetzungsstellen und [durch] oxidative Funktionen. (…) Da in dieser Stufe die Vernetzungsdichte nicht sehr hoch ist, erhöht sich die Härte nur moderat. (…) Die Vernetzung dominiert diese Stufe.
In der *dritten Stufe* (nach 1700h) ist die Vernetzungsdichte so hoch, dass Härte und Modul auf sehr hohe Werte ansteigen(…). Massive Oxidation führt zu mehr Kettenspaltungen und zu auf diese Weise gebildete gesättigte Spezies. (…) Oxidation und Kettenspaltung spielen in dieser Stufe durch die Bildung von Kettenenden und die Abnahme (…) [der effektiven Vernetzungsdichte] wichtige Rollen.“[16]
Abschließend fassen sie ihre Untersuchungen wie folgt zusammen: „Die Reaktionsmechanismen umfassen Vernetzung, Oxidation und oxidationsbedingte Kettenspaltung. Der Verlust von Paraffin und Antioxidantien beschleunigt den Alterungsprozess. Überwiegend tragen die Vernetzungsreaktionen zum Rückgang der Gummielastizität bei. Erst in einer späteren Alterungsstufe übernimmt die Kettenspaltung eine signifikante Rolle im Verlauf des Abbaus und führt zu einem erkennbaren Übergang in eine andere Stufe hinsichtlich mechanischer Eigenschaften und chemischer Struktur.“[17]

2.2 Ausgasen flüchtiger Bestandteile

Durch die Hitze während des Alterungsvorgangs gasen die flüchtigen Bestandteile (v.a. Weichmacher) an der Oberfläche des Probekörpers aus. Die erhöhte Löslichkeit der flüchtigen Bestandteile bei hohen Temperaturen führt zum schnellen Konzentrationsausgleich, d.h. flüchtige Bestandteile aus dem Inneren des Probekörpers wandern in seine Außenbereiche nach, also an die Oberfläche. Dort werden sie dann im klassischen Wärmeschrank durch die Luftströmung abtransportiert.
Es gilt diesen Effekt zu vermeiden bzw. gering zu halten, da er im Gegensatz zur oben beschriebenen Oxidation, die vornehmlich im Randbereich stattfindet, unerwünscht ist.

Dieses Ausgasen wird durch folgende Parameter[18] beeinflusst:

- Temperatur
- Diffusionsgeschwindigkeit der flüchtigen Bestandteile durch den Werkstoff des Probekörpers
- Oberflächen- zu Volumenverhältnis der Probekörper
- Konzentration der flüchtigen Bestandteile in der Ofenluft
- Luft- bzw. Anströmgeschwindigkeit der Probekörper im Ofen
- Menge der Frischluftzufuhr (Luftwechselrate)

2.3 Kreuzkontamination verschiedener Proben

Werden Probekörper verschiedener Elastomermischungen in ein und demselben Ofen gelagert kann es zu einem Austausch flüchtiger Bestandteile kommen, die bspw. aus Mischung A ausgasen und dann in Mischung B eindiffundieren.
Auch dieser Fall ist ein unerwünschter Nebeneffekt, den es zu vermeiden gilt.
In kritischen Fällen, in welchen ein hohes Maß an flüchtigen Bestandteilen erwartet wird, kann die

[16] ZHAO, Jiaohong; YANG, Rui; IERVOLINO, Rossana; BARBERA, Stellario: Thermooxidative Alterung von NBR – Änderungen der chemischen Struktur und der mechanischen Eigenschaften in GAK, 12/2014, S.784
[17] Ebd., S.785
[18] vgl. BILLE, H. und FENDEL, H.: How to Do Hot Air Aging Tests Properly: A Survey of Influencing Parameters and Practical Guidance on Dealing with them in KGK Kautschuk Gummi Kunststoffe, 47.Jg., Nr.2, 1994, S.129f.

Alterung in einem Zellenofen vorgenommen werden, in welchem jede Probe in einem separaten Glasrohr gealtert wird.
Neben dem gasförmigen Austausch gib es noch den Fall der Kreuzkontamination durch direkten physischen Kontakt (z.B. unterschiedliche Proben werden aufeinander gelagert oder abgekühlt). Auch lässt sich dies durch einfache laborinterne Arbeitsanweisungen und Schulungen der Mitarbeiter vermeiden.

2.4 Weitere unerwünschte Effekte

Ferner ist noch darauf zu achten, dass die Luft der Öfen keine sogenannten Kautschukgifte enthält. Dies sind Schwermetallverbindungen, die die Alterung von Elastomeren beschleunigen. Besonders seien hier Kupfer, Mangan und deren Verbindungen erwähnt.
So wird bspw. in verschiedenen Normen zur Heißluftalterung die Verwendung von Kupfer bzw. Kupferlegierungen im Bereich der Ofenkammer verboten.[19]

3. Sinn und Zweck der Heißluftalterung – praktischer Nutzen

3.1 Aussagen über die Hitzebeständigkeit eines Werkstoffes

Wird ein Elastomer Heißluft ausgesetzt, verändern sich seine physikalischen Eigenschaften. Besonders empfindlich auf Oxidation reagieren die Reißdehnung und Zugfestigkeit eines Gummiwerkstoffes. In der Heißluftalterung wird nun ein Bauteil einer vorab festgelegten Grenztemperatur ausgesetzt.
Bei der Hitzebeständigkeitsprüfung wird ein Elastomer der Temperatur ausgesetzt, die es auch in der praktischen Anwendung erfährt.[20] Man unterscheidet zwischen Kurzzeithitzebeständigkeit (Prüfzeiten: 24h ,72h ,168h) und Langzeithitzebeständigkeit (Prüfzeiten: ein Vielfaches von 168h).
Zur Bewertung der Ergebnisse werden wichtige Werkstoffparameter nach der Heißluftalterung mit ungealterten Proben verglichen (z.B. Härte, Volumen, Zugfestigkeit, Reißdehnung u.ä.). Die ermittelten prozentualen Änderungen geben eine Aussage über die Schädigung des Netzwerkes.
Generell gilt, je geringer die prozentualen Eigenschaftsänderungen des Werkstoffs nach Alterung sind, umso besser ist seine Heißluftbeständigkeit.
Die Heißluftalterung beleuchtet allerdings nur den Aspekt der Oxidation. In vielen praktischen Anwendungen kommen aber noch Medien, wie z.B. Kraftstoffe, hoch additivierte Öle oder aggressive Säuren hinzu.

3.2 Vorhersagen über die Lebensdauer eines Werkstoffes

In der Praxis von Dichtungsanwendungen taucht häufig die Frage auf, welche Lebensdauer ein Bauteil habe und welche maximale Temperatur ein bestimmter Elastomercompound aushalte. Es lässt sich hier keine eindeutige Antwort geben. Die Lebensdauer und maximale Temperaturbeständigkeit eines Werkstoffes kann immer nur in einer Kombination aus dauerhafter max. Belastungstemperatur und –zeit angegeben werden.
Generell gilt, je kürzer die geforderte Lebensdauer ist, umso höher kann die maximale Grenztem-

[19] vgl. International Standard ISO 188: ISO 188: Rubber, vulcanized or thermoplastic — Accelerated ageing and heat resistance tests, Fifth Edition: 2011-10-01, S.2, Unterabschnitt 4.1.1
[20] vgl. International Standard ISO 188: ISO 37: Rubber, vulcanized or thermoplastic — Accelerated ageing and heat resistance tests, Fifth Edition: 2011-10-01, S.2, Unterpunkt 3.3

peratur eines vorgegebenen bzw. zu untersuchenden Werkstoffes sein. In der Praxis tritt jedoch selten eine einzelne Dauertemperatur über den ganzen Gebrauchszeitraum auf. Meistens handelt es sich um Temperaturkollektive.
In der Heißluftalterung im Laborversuch geht es nun darum, diese Temperaturkollektive über vereinfachte Arrheniusmultiplikatoren (auch „Zeit-/Temperatur-Regel“ genannt) in eine isotherme Ersatzbeanspruchung zu überführen. Prüft man bspw. ein Fertigteil nach dieser ermittelten Zeit-/ Temperaturvorgabe (= isotherme Ersatzbeanspruchung), dann kann man mit einem Laborversuch die Praxisanwendung in der Regel ausreichend gut simulieren. Mit Hilfe der Ergebnisse wird nun eine „Alterungs-Masterkurve“ erstellt. Dazu wird die Änderung eines bestimmten Prüfparameters näher betrachtet, z.B. wann die Reißdehnung oder Zugfestigkeit 50% ihres Ausgangswertes erreicht haben oder wann der Druckverformungsrest einen Wert von 95% erreicht hat.

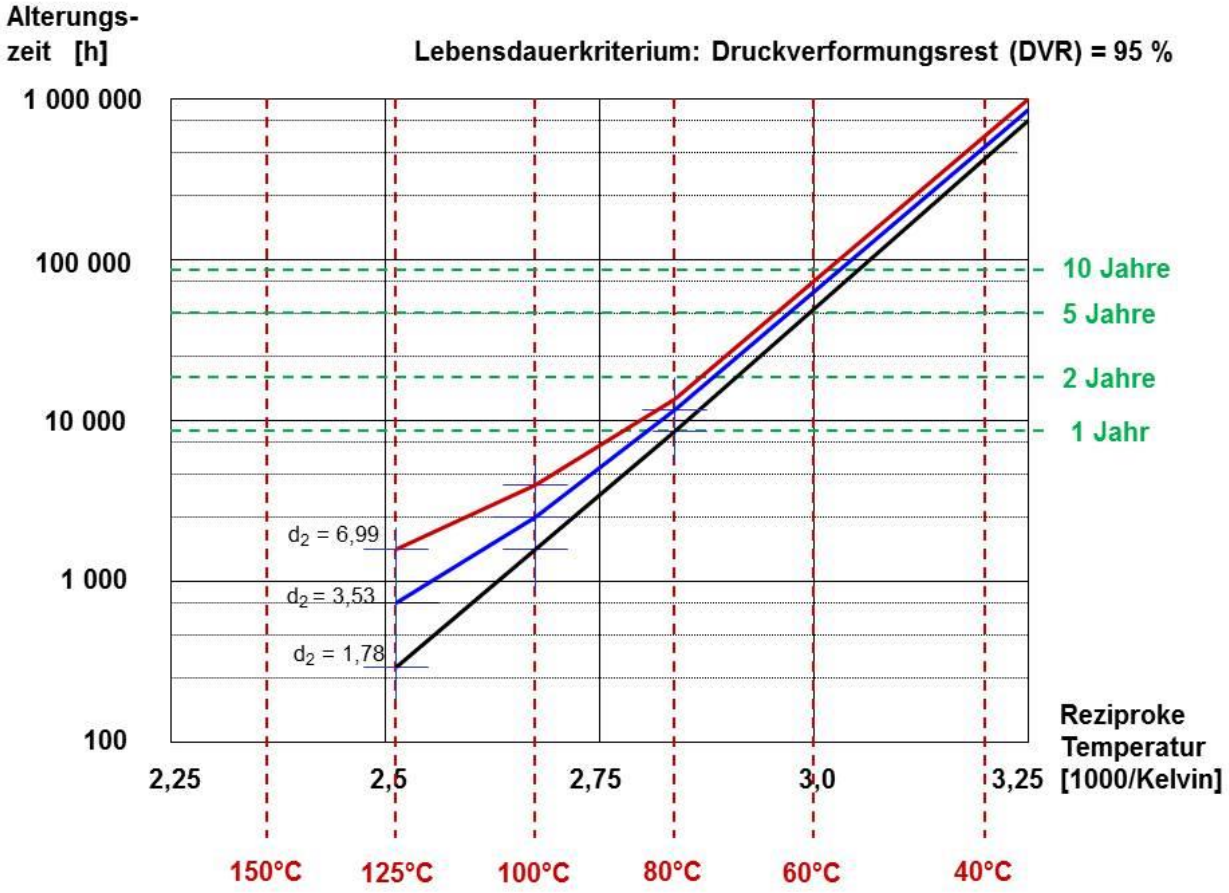

Abb. 4: Temperatureinsatzgrenzen eines guten NBR-Werkstoffes untersucht an O-Ringen mit drei verschiedenen Schnurstärken (d_2)[21]

In Abb.4 sind drei Lebensdauergeraden für ein und denselben Werkstoff (NBR) dargestellt. Die Unterschiede rühren daher, dass O-Ringe mit verschiedenen Schnurstärken untersucht wurden. Die besten Werte weist der O-Ring mit der größten Schnurstärke auf, da er auf Grund des großen Volumens nicht so schnell altert wie ein dünner O-Ring.

Als Lebensdauerkriterium wurde hier ein Druckverformungsrest von 95% gewählt.
Betrachten wir nun näher beispielhaft die schwarze Gerade für den NBR-O-Ring mit 1,78mm Schnurstärke. Die Gerade zeigt uns, bei welchen Zeit-/ Temperaturkombinationen dieser Wert erreicht wird. Bei der für NBR relativ hohen Temperatur von 125°C wird dieser DVR-Wert bereits

[21] RICHTER, Bernhard: Präsentation „Langzeitverhalten von O-Ring Dichtungen“, 2015, Folie 31

nach ca. 280 h erreicht. Folgen wir nun weiter dieser schwarzen Geraden, so sehen wir, dass wir bei 80°C bereits eine Lebensdauer von ca. 1 Jahr haben. Reduzieren wir die Temperatur um weitere 20°C erreichen wir das Lebensdauerkriterium (DVR = 95%) erst nach ca. 5 Jahren.
Der an dieser Thematik tiefer interessierte Leser sei auf die ISO 11346:2014 *(Rubber, vulcanized or thermoplastic -- Estimation of life-time and maximum temperature of use)* verwiesen, die sich ausführlich mit der Erstellung von Lebensdauergeraden befasst. Darin werden zwei verschiedenen Berechnungsmöglichkeiten dargestellt, u.a. auch der oben genannte Ansatz nach Arrhenius.

3.3 Aussagen über die Mischungs- und Verarbeitungsqualität eines Werkstoffes

Die Heißluftalterung gibt nur Auskunft über einen bestimmten Bereich der Mischungsqualität. Werden Alterungsprüfungen dem Leistungsprofil des Werkstoffs entsprechend und sachgerecht durchgeführt, bekommt man relativ gute Aussagen über die Hitzestabilität des Compounds (z.B. Beimischung von Antioxidantien, Verwendung bestimmter Vernetzungssysteme oder geeigneter Weichmacher in der richtigen Konzentration u.v.m.).
Wenn man die Ermittlung des Druckverformungsrestes – die mit Hilfe eines Heißluftofens stattfindet – auch als Unterprüfmethode der Heißluftalterung betrachtet, kann man mit dieser Methode gute Auskunft sowohl über die Verarbeitungs- als auch über die Mischungsqualität bekommen. Für die Überprüfung des Vulkanisationsgrades (= Verarbeitung) bevorzugt man kurze Prüfzeiten (24h), während für die Untersuchung der Mischungsqualität möglichst lange Prüfzeiten empfohlen werden.[22]

3.4 Ermittlung von Werkstoffkenndaten für numerische Berechnungen

Auch in der Elastomerindustrie nehmen Computersimulationen eine immer wichtigere Stellung ein. „Die Vorhersage der Lebensdauer von Dichtungen mit numerischen Methoden, wie der Finite-Elemente-Methode – FEM, ist wünschenswert, aber zur Zeit [2011] noch nicht Stand der Technik.“[23]
Die heute übliche FEM befasst sich meist immer noch mit der Simulation von ungealterten Werkstoffen. Jedoch gibt es auch Ansätze die Alterung von Elastomeren zu modellieren. Dazu müssen erweiterte Materialmodelle entwickelt werden, die „über das klassische strukturmechanische Konzept hinaus[gehen], es werden Kopplungen zu thermischen und physiko-chemischen Effekten in Elastomeren möglich: Diffusion und Quellung von Umgebungsmedien sowie daraus resultierende chemische Reaktionen, die zur Veränderung des Elastomerverhaltens führen, können im entwickelten Alterungsmodell über den FEM-Zugang berücksichtigt werden.“[24]
Um diese Modelle mit Daten zu „füttern“, sind u.a. auch Heißluftalterungen notwendig.

[22] Der interessierte Leser findet im folgenden Fachausatz auf unserer Webseite nähere Informationen: BLOBNER, Ulrich und RICHTER, Bernhard: Druckverformungsrestprüfung (DVR) – Prüftechnische Grundlagen und Empfehlungen für die praktische Anwendung, Juni 2014 darin die Kapitel 2 und 6.2.6
[23] ACHENBACH, Manfred: Modellierung der Alterung von Gummi in: STREIT, Gerhard (Hrsg.): Elastomere Dichtungssysteme, Expert Verlag, Renningen, 2011, S.291
[24] Ebd., S.291

4. Bedeutende Prüfnormen zur Heißluftalterung, Anforderungen an die Prüfgerätschaften

In unserem Prüfalltag ist die ISO 188 („Rubber, vulcanized or thermoplastic – Accelerated ageing and heat resistance tests“) die am häufigsten angewendete. Deswegen wird sie im Folgenden detailliert vorgestellt. Bei anderen wichtigen Normen (z.B. DIN 53508 und ASTM 573 und 865) werden nur die Abweichungen zur ISO 188 näher beschrieben.

Die Fachbegriffe der englischsprachigen ISO und ASTM-Normen werden in diesem Kapitel mit den Entsprechungen der deutschsprachigen DIN wiedergegeben, wenn auch manche Ausdrücke im Prüfalltag nicht oder sehr selten verwendet werden.

Fast alle wichtigen Normen zur Heißluftalterung befassen sich mit folgenden Punkten[25]:

- Probekörpergröße
- Temperatur
- Luftwechselrate
- Ofenbeladung
- Luft Zirkulationsgeschwindigkeit, Anströmgeschwindigkeit
- Trennung der Proben („separation of samples“)
- Alterungszeit

4.1 ISO 188 (Ausgabe Oktober 2011)[26]

Diese Norm unterscheidet zwischen zwei Methoden:
„Method A“ behandelt die Alterung in einem Zellenofen („cell-type oven“) oder in einem Wärmeschrank („cabinet oven“) mit langsamer Strömungsgeschwindigkeit und einer Erneuerung der Luft von mindestens 3- bis maximal 10-mal pro Stunde.[27]
Bei der „Method B“ handelt es sich um einen Wärmeschrank mit zwangsläufiger Durchlüftung („forced air circulation“) und ebenso wie bei „A“ mit 3-10 Luftwechseln pro Stunde.

4.1.1 Anforderungen an die Öfen

Die Größe der Öfen sollte so bemessen sein, dass das Volumen des Probekörpers max. 10% des Ofeninnenraums einnimmt. Diese Forderung ist im klassischen Wärmeschrank und bei den relativ kleinen standardisierten Probekörpern problemlos einzuhalten. Ebenso ist diese Forderung im Zellenofen zu erfüllen. In der Regel werden im Zellenofen ASTM Schulterstäbe der Größe „Die C“ verwendet, die maßlich fast mit den S1-Stäben der DIN identisch sind. Ein S1-Stab besitzt ein Volumen von ca. 3,73cm³. Es werden drei Schulterstäbe in einer Zelle eingelagert, so dass sich ein Probekörpervolumen von ca. 11,2cm³ ergibt. Die ASTM D865 schreibt als Zellen Borsilikat-Glasröhren vor, die einen Durchmesser von 38mm und eine Länge von 300mm haben. Das ergibt ein Volumen von ca. 340cm³ bzw. 340 ml, so dass die Probekörper nur etwa 3,3,% des Zellenvolumens belegen.

---

[25] vgl. BILLE, H. und FENDEL, H.: How to Do Hot Air Aging Tests Properly: A Survey of Influencing Parameters and Practical Guidance on Dealing with them in KGK Kautschuk Gummi Kunststoffe, 47Jg., Nr.2, 1994, S.130
[26] vgl. International Standard ISO 188: ISO 37: Rubber, vulcanized or thermoplastic — Accelerated ageing and heat resistance tests, Fifth Edition: 2011-10-01
[27] Wärmeschränke mit natürlicher Durchlüftung werden üblicherweise nicht in der Gummiindustrie, dafür aber in der Kabelindustrie eingesetzt. Abweichungen von bis zu 10°C innerhalb des Ofens von der eingestellten Temperatur sind nicht unüblich. Um eine akzeptable Toleranz von ±1°C Abweichung zu bekommen, wird vor Anwendung durch Messungen der Volumenbereich im Ofen gesucht, welcher diese Temperaturstabilität aufweist. vgl. SPETZ, Göran: Recent Developments in Heat Ageing Tests and Equipment in: Polymer Testing, 15.Jg., Heft 4, 1996, S.382

Es sollen im Ofen Möglichkeiten zum Aufhängen der Probekörper geschaffen werden, so dass sie keinen Kontakt untereinander und mit der Ofenwand haben.
Ferner dürfen kein Kupfer oder Kupferlegierungen im Ofen verwendet werden, da dieses als Kautschukgift wirkt und die Ergebnisse signifikant verfälschen könnte.
Die zugeführte Frischluft soll vor dem Einleiten auf Ofentemperatur erwärmt werden.
Beim Zellenofen handelt es sich um Glasröhren, ähnlich einem überdimensionierten Reagenzglas, die in einen guten thermischen (z.B. Aluminiumblock mit Bohrungen für die „Reagenzgläser“, Flüssigkeitsbad oder gesättigter Dampf) eingebracht werden. Abluft aus einer Zelle soll nicht in andere Zellen einströmen.
Beim klassischen Wärmeschrank darf es keine Trennwände im Ofenraum geben. Ebenso sind keine Ventilatoren in der Ofenkammer erlaubt.
Bei Öfen mit zwangsläufiger Durchlüftung wird zwischen

- „Type 1“ (laminare Strömung („laminar air flow“) mit Strömungsgeschwindigkeiten („air speed“) von 0,5 bis 1,5m/s)
  und
- „Type 2“ (turbulente Strömung („turbulent air flow“) mit einer durchschnittlichen Strömungsgeschwindigkeit von 0,5 ± 0,25 m/s)
  unterschieden.

Die meisten Alterungsprüfungen erfolgen bei uns in einem Wärmeschrank der „Method B, Type 1“ (zwangsläufige Durchlüftung mit laminarer Strömung).

Abb.1:Wärmeschrank mit geöffneter Tür und Einlegegittern, auf welchen die Probekörperhalterungen platziert werden

4.1.2 Anforderungen an die Probekörper

Die ISO 188 empfiehlt im Kapitel 6 Alterungsprüfungen nur an genormten Probekörpern, nicht jedoch an Fertigteilen. Außerdem sollten nur Probekörper mit ähnlichen Dimensionen miteinander verglichen werden.

Abb.2: Probekörperhalterung für Normprüfstäbe. Die Aufhängung erfolgt in einem Schulterbereich des Stabes, der im Zugversuch nicht untersucht wird. Durch eine einzelne Aufhängung der Probekörper mit entsprechenden Abständen wird eine Migration von Inhaltsstoffen vermieden.

Wir führen dennoch zahlreiche Alterungsprüfungen an Fertigteilen (z.B. O-Ringen) durch. Wichtig zu wissen ist, dass die Ergebnisse an Fertigteilen nur bedingt mit denen von Probekörpern vergleichbar sind. Hier erfordert es viel Erfahrung und Verständnis des Alterungsprozesses, um Prüfergebnisse an Fertigteilen richtig einordnen und bewerten zu können. Fertigteilprüfungen sind daher nur bedingt zur Ermittlung von rezepturspezifischen Werkstoffkennwerten geeignet, sie bilden aber die praktische Anwendung am besten ab.

Abb.3: Heißluftalterung an O-Ringen: Durch die vereinzelte Aufhängung wird ebenfalls eine Migration von Inhaltstoffen zwischen den Ringen vermieden. Die gebogenen Drähte an den O-Ringen dienen zur Unterscheidung, da Fertigteile oft – im Gegensatz zu Normprobekörpern – keine Bereiche aufweisen, die bleibend markiert werden können.

Ferner empfiehlt die ISO 188, dass darauf geachtet werden soll eine Migration von Inhaltsstoffen von einem Probekörper in einen anderen zu verhindern. (vgl. Unterabschnitt *„2.3 Kreuzkontamination verschiedener Proben“* dieses Fachartikels) Dieser Punkt ist für O-Ringe und andere Dichtungen in der Praxis ein untergeordneter Punkt, da hier in der Regel nur weichmacherarme oder gar weichmacherfreie Werkstoffe zum Einsatz kommen. In Fällen, in welchen dies aber von Einfluss sein kann, ist eine Prüfung im Zellenofen (siehe unten ASTM D 865) durchaus in Erwägung zu ziehen.

An absolut produktionsfrischen Probekörpern soll keine Alterungsprüfung durchgeführt werden. Die ISO schreibt für Standardprüfungen eine Wartezeit von mindestens 16h nach Vulkanisationsende vor.

Nach der Alterungsprüfung sollen die Probekörper mindestens 16h bis max. 6 Tage spannungsfrei ruhen und sich an die Laborumgebung akklimatisieren.

4.1.3 Einlagerungsdauer und -temperaturen

Die *Dauer* der Alterungsprüfung sollte so bemessen sein, dass nach deren Ende noch physikalische Prüfungen der Probekörper möglich sind. Es darf also der Elastomer nicht so stark geschädigt werden, dass er sich bspw. nicht mehr in eine Zugprüfmaschine einspannen ließe.
Sicherlich ist es sinnvoll, eine relative hohe Alterungstemperatur zu verwenden, da sich so die Prüfdauer verkürzt, jedoch weist die Norm darauf hin, dass es bei zu hohen Alterungstemperaturen zu Abbaumechanismen im Polymer kommen kann, die nicht mehr viel mit denen bei der Einsatztemperatur in der Praxis zu tun haben.
Bei Einlagerungstemperaturen ≤100°C beträgt die Temperaturtoleranz ±1°C und für Temperaturen von 125° bis einschließlich 300°C liegt sie bei ±2°C. Die ISO verweist auf Studien, die belegen, dass eine Abweichung der Temperatur nur um ein Grad Celsius einem Unterschied von 10% in der Alterungszeit entspricht (bei einem Arrhenius-Faktor von 2).

O RING PRÜFLABOR RICHTER

4.2 DIN 53508 (Ausgabe März 2000)[28]

Die DIN weicht in folgenden nennenswerten Punkten von der ISO 188 ab:

- Unterschiedliche Strömungsgeschwindigkeiten bei Alterungsöfen mit zwangsläufiger Durchlüftung (mindestens 30 Luftwechsel pro Stunde und Strömungsgeschwindigkeiten an den Probekörpern zwischen 0,25 bis 3m/s) (Unterabschnitt 6.2)
- Die DIN fordert vorzugsweise Messungen am Schulterstab S2, während die ISO keinen bestimmten Probekörper favorisiert. (Unterabschnitt 5)
- Für die Alterung in Zellenöfen werden mindestens 3 bis maximal 10 Luftwechsel pro Zelle und Stunde gefordert. Dies soll mit einem Durchflussmengenmesser überprüft werden (Unterabschnitt 6.4).
- Die DIN beschreibt auch die Alterung in Druckkammern (Sauerstoffbombe nach Bierer-Davis). Diese Prüfvariante fehlt in der ISO. (Unterabschnitt 4.2 und 6.5)
- Es werden vorzugsweise anzuwendende Prüfbedingungen angegeben: (70±1)°C bei 7 Tagen oder (100±1)°C bei 3 oder 7 Tagen. Die Prüfbedingung 70°C / 7Tage geht vermutlich noch auf den „Erfinder“ der Heißluftalterung Dr. W. C. Geer zurück, der diese Methode erstmals 1916 öffentlich vorstellte. Damals wurden Prüfungen fast ausschließlich an Naturkautschuk durchgeführt, was die niedrige Temperatur und kurze Prüfdauer erklärt. Diese Prüfparameterkombination kommt in der heutigen Werkstoffprüfung von Dichtungsmaterialien so gut wie nicht mehr zum Einsatz. Moderne Hochleistungskautschuke wie z.B. FKM oder VMQ zeigen bei solchen Belastungen nur geringe bzw. keine Alterungseffekte. Hier sind höhere Temperaturen und Einlagerungsdauern vonnöten. Aus diesem Grund erlaubt die DIN auch höhere Temperaturen und längere Prüfzeiten. (Unterabschnitt 7.2.1)

Besonders in der Automobilindustrie werden Öfen mit mehr als 30 Luftwechseln pro Stunde gefordert. Damit liegt man auf der sicheren Seite, sodass auch bei hohen Prüftemperaturen mit großem Sauerstoffbedarf für die zu untersuchenden Oxidationsprozesse immer ausreichend Luft zur Verfügung gestellt wird.

4.3 ASTM D573-04 (Reapproved 2010)[29]

Die ASTM D573 weicht in folgenden nennenswerten Punkten von der ISO 188 ab:

- Es sind nur Öfen mit zwangsläufiger Durchlüftung zugelassen. (Unterabschnitt 5.1)
- Es werden Mindest- und Maximalgröße für den Ofeninnenraum angegeben. (Unterabschnitt 5.1.1)
- Es wird gefordert, eine regelmäßige Überprüfung der Temperaturkonstanz im Ofen durchzuführen. (Onlineaufzeichnung, nicht nur bei der Kalibrierung) (Unterabschnitt 5.1.5)
- Die ASTM fordert eine mit mechanischen Mitteln (Lüfter) realisierte Umwälzung der Luft im Ofen, schreibt aber keine Strömungsgeschwindigkeit vor. Ferner ist darauf zu achten, dass die umgewälzte Luft nicht mit dem Lüftermotor in Berührung kommt, da an ihm bekanntlich Ozon entstehen kann. (Unterabschnitt 5.1.7.1)

[28] vgl. DIN 53508: Prüfung von Kautschuk und Elastomeren – Künstliche Alterung (Ausgabe: März 2000)
[29] vgl. ASTM – International: Designation: D573-04 (Reapproved 2010): Standard Test Method for Rubber – Deterioration in an Air Oven

4.4 ASTM D865 – 11 (approved 2011)[30]

Die ASTM D865 befasst sich ausschließlich mit der Heißluftalterung in Zellenöfen und verbindet nicht wie die ISO 188 beide Alterungsmethoden (Wärmeschrank und Zellenofen) in einer Norm.
Die sogenannten „Zellen“ bestehen aus Borsilikatglasröhren, ähnlich einem überdimensionalen Reagenzglas. Während die ISO 188 nur eine Mindesthöhe von 300mm ohne Angabe eines Durchmessers vorschreibt, finden sich in der ASTM klare Angaben. Dort müssen die Zellen eine Länge von 300mm bei einem Durchmesser von 38mm haben.

Die Angaben zum Prüfungsablauf sind in der ASTM genauer gefasst als in der ISO-Norm. Die Anwendung der folgenden Empfehlungen aus der ASTM machen aber auch Sinn für eine Prüfung nach ISO im Zellenofen:

- Nicht mehr als drei Probekörper sollen pro Zelle eingelagert werden.
- Pro Zelle sollen nur Probekörper aus ein und demselben Compound eingelagert werden.
- Die Probekörper sollen vertikal in der Zelle aufgehängt werden, so nah am Fuße der Glasröhre wie möglich. Die Probekörper sollen frei hängen, also sich gegenseitig nicht berühren, ebenso nicht die Zellenwand.
- Die reagenzglasförmige Zelle wird mit einem Stöpsel verschlossen, in welchem sich zwei Glasröhrchen befinden, die als Ein- und Auslass für die Umgebungsluft dienen.
- Es werden keine Luftwechselraten (wie in der DIN) oder Strömungsgeschwindigkeiten vorgeschrieben.
- Nach der Prüfung müssen die Zellen gründlich gereinigt werden, um flüchtige Bestandteile aus der Alterungsprüfung, die an den Glaswänden kondensiert sind, zu entfernen.

Abb.4: Mit drei ASTM Probekörpern (Die C) bestückte Zelle (= Borsilikatglasröhre) nach ASTM D865

[30] vgl. ASTM – International: Designation: D865-11: Standard Test Method for Rubber – Deterioration by Heating in Air (Test Tube Enclosure), Approved 2011

Abb. 5: Einführen der Zelle (=Borsilikatglasröhre) in den Zellenofen

Abb. 6: Die weißen Keramikringe dienen als Distanzhalter, um eine Migration von Inhaltsstoffen zu vermeiden.

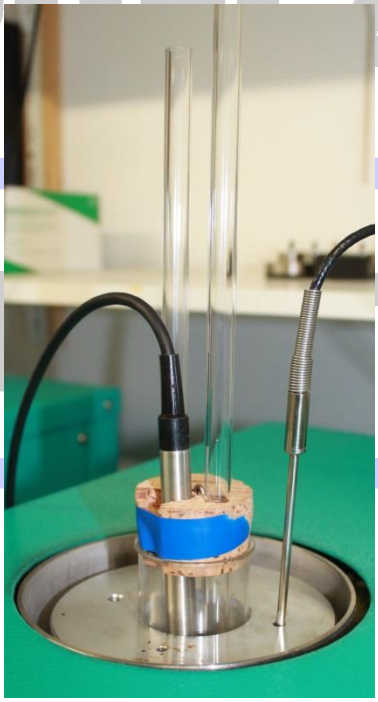

Abb. 7: In den Ofen eingeführte Zelle mit zusätzlicher Temperaturüberwachung in der Zelle (linkes Kabel) Der rechte Sensor im Aluminiumblock regelt die Temperatur.

Abb.8: Zusätzlicher Temperatursensor zur Überwachung der Innentemperatur in der Zelle

5. Wissenswertes für die Deutung und Bewertung von Prüfergebnissen aus der Heißluftalterung

Um die Prüfergebnisse aus der Heißluftalterung richtig deuten und einordnen zu können, ist es wichtig die Faktoren zu kennen, welche die Heißluftalterung stark beeinflussen und bei Nichtbeachtung sogar zu verfälschten Ergebnissen führen können.
Wenn man außerdem Prüfbedingungen und damit Alterungseffekte am Elastomer schaffen will, die möglichst gut den Praxiseinsatz widerspiegeln, ist es ebenfalls notwendig, wichtige Einflussfaktoren auf die Alterung zu kennen und diese zu beherrschen.
Außerdem werden im Folgenden teilweise auch Methoden und Empfehlungen beschrieben, wie man die zu untersuchenden Parameter ermittelt.

5.1 Einfluss der Temperaturstabilität

Den größten und wichtigsten Einfluss auf die Prüfergebnisse hat die Temperatur. Bereits kleine Abweichungen können zu deutlich unterschiedlichen Ergebnissen führen. Aus diesem Grund macht es keinen Sinn sich um die strikte Einhaltung anderer Parameter zu kümmern solange nicht sichergestellt ist, dass eine ausreichende Temperaturkonstanz über den gesamten Prüfzeitraum gegeben ist.
Es wird zwischen der Temperaturkonstanz über der gesamten Prüfzeit (abhängig von der Regelung des Ofens) und der Temperaturkonstanz an verschiedenen Punkten innerhalb des Ofens (abhängig von der Konstruktion des Ofens) unterschieden.

5.1.1 Über einen bestimmten Zeitraum

In einem 1995 veröffentlichten Fachaufsatz[31] wurde die Alterung eines NR und EPDM bei unterschiedlichen Temperaturen nach einer Einlagerungsdauer von 168h untersucht. Zur Bewertung wurden die Änderungen der Härte, Zugfestigkeit und Reißdehnung miteinander verglichen. Wie zu erwarten, zeigt die Härteänderung nur sehr ungenau die Variationen der Alterungsbedingungen auf, deswegen wird im Folgenden nicht mehr darauf eingegangen.
Bei der Alterung von Naturkautschuk zeigten sich folgenden Werte[32]:

Prüftemperatur [°C]	Zugfestigkeit [N/mm²]	Reißdehnung [%]
95	13	280
100	6,5	175
105	4	120

Tab.1: Einfluss unterschiedlicher Prüftemperaturen auf Kennwerte aus dem Zugversuch für ein Naturkautschukvulkanisat nach einer Heißluftalterung von 168h

Bei dem untersuchten EPDM wurde ebenfalls eine 168h Alterung bei den gleichen Temperaturen wie bei dem oben beschriebenen NR durchgeführt. Bei der Zugfestigkeit zeigte sich praktisch keine Änderung, nur bei der auf die Alterung sehr empfindlich reagierenden Reißdehnung war eine leichte Tendenz (= Verschlechterung der Reißdehnung) zu erkennen. Hier zeigt sich sehr deutlich wie wichtig die richtige Wahl der Prüftemperatur ist. Ein EPDM ist in der Regel viel hitzebeständiger als ein NR. Prüft man einen Werkstoff weit unterhalb seiner maximalen Temperaturgrenzen

[31] SPETZ, Göran: Recent Developments in Heat Ageing Tests and Equipment in: Polymer Testing 15.Jahrgang, Heft 4, 1996, S.381-395
[32] Es handelt sich um ca. Angaben, da in der Publikation diese Ergebnisse (S.390) nur in Diagrammen und nicht in Tabellen mit Zahlenwerten dargestellt wurden. Die dazugehörigen Ausgangswerte (vor Alterung) wurden in dieser Literaturquelle nicht angegeben.

kann man nur eine begrenzte bis hin zu keiner Aussage bekommen.
In der Regel befinden sich aber moderne Materialspezifikationen in den jeweiligen Grenzbereichen der verschiedenen Elastomere und in diesen Bereichen reagieren die Werkstoffe sehr sensibel auch auf kleinste Temperaturschwankungen. Unter „kleinsten Temperaturschwankungen“ können bereits Temperaturänderungen von >2K gemeint sein. Eine Temperaturerhöhung um 2 K bedeutet in etwa eine Erhöhung der Reaktionsgeschwindigkeit der Alterung um 15%
Mit moderner elektronischer Temperaturregelung ist die Einhaltung einer maximalen Abweichung von Werten kleiner 0,5K möglich, während mit früheren mechanischen Temperaturregelungen Schwankungen von 10K und mehr üblich waren.
In unserem Labor werden alle Ofentemperaturen online überwacht und dokumentiert. Wir verwenden dafür ein Temperaturüberwachungssystem von Testo (Saveris).

5.1.2 Innerhalb des Ofens

In dem wissenschaftlichen Fachaufsatz „How to Do Hot Air Aging Tests Properly“[33] beschreiben BILLE und FENDEL, wie sie die Temperaturverteilung im Wärmeschrank untersuchten. Sie verwendeten NiCr-Ni Thermoelemente mit sehr dünnen Kabeln, so dass sie problemlos durch die Dichtung der Ofentür durchgeführt werden konnten. Je nach Größe des Wärmeschrankes wurden bis zu 16 Thermoelemente eingebracht. Diese sind auf einem Gerüst angeordnet, so dass in allen wichtigen Bereichen des Ofens die Temperaturverteilung untersucht werden kann. Dieses Gerüst ist so gebaut, dass es auch im laufenden Betrieb eingesetzt werden kann und so auch eine mögliche Beeinflussung der Temperaturverteilung durch anwesende Probekörper ermittelt werden kann. Nach einer eineinhalbstündigen Stabilisierung der Temperatur führten sie Messungen über einen Zeitraum von 30 Minuten durch. Die Daten wurden mit Hilfe eines PC ausgewertet, so dass man u.a. auch die Abweichungen jedes einzelnen Messpunktes von der mittleren Temperatur Tm bekam.
Generell gilt, dass an keinem Ort des Ofens, an welchem sich Probekörper befinden die Abweichung von der eingestellten Ofentemperatur nicht größer als die in der Norm beschriebenen Toleranzen sein sollte (ISO 188: Einlagerungstemperaturen ≤ 100°C → ± 1°C und bei T ≥ 125°C → ±2°C). Um dies sicherzustellen und überwachen zu können, müssen die Thermoelemente über eine entsprechende Genauigkeit aufweisen. BILLE und FENDEL kalibrierten ihre Thermoelemente vor Anwendung mit Hilfe von Hochpräszisionsthermometern in einem Ölbad. Bei diesem Vorgang fanden sie Korrekturwerte üblicherweise unterhalb 0,3 K, so dass sie annahmen, dass die Genauigkeit der Temperaturkontrolle besser als 0,2 K war.

5.2 Einfluss der Luftwechselrate

Drei Methoden werden üblicherweise zur Kontrolle der Luftwechselrate angewendet[34]:

- Mit Hilfe des elektrischen Verbrauchs: Bei konstanter Temperatur führt eine Zunahme der Luftwechselrate zu einem erhöhten Stromverbrauch.
- Messung des Luftstroms an einer geeigneten Stelle (z.B. am Abluftrohr des Ofens), um daraus die Luftwechselrate zu berechnen
- In Sonderfällen kann ein inertes Gas in den Ofen eingefüllt werden, welches einfach zu überwachen ist. Mit der sich ändernden Gaskonzentration kann dann die Luftwechselrate berechnet werden.

[33] vgl. BILLE, H. und FENDEL, H.: How to Do Hot Air Aging Tests Properly: A Survey of Influencing Parameters and Practical Guidance on Dealing with them in KGK Kautschuk Gummi Kunststoffe, 47.Jg., Nr.2, 1994, S.132f.
[34] Ebd., S.135

Im Jahr 1982 untersuchte J.ROYO[35] vom spanischen „Instituto de Plásticos y Caucho“ in Madrid in einer größeren Studie den Einfluss der Luftwechselrate auf die Ergebnisse nach Heißluftalterung.
Im ersten Teil der Studie wurde der Einfluss der Luftwechselrate auf einen Naturkautschuk untersucht. Es konnten Effekte festgestellt werden, jedoch nicht immer in einer logischen Reihenfolge, deswegen wurden in einem zweiten Teil andere Polymere untersucht:
In einem Zellenofen wurde der Einfluss der Luftwechselraten von 3 und 6,5 und 10 Luftwechseln pro Stunde miteinander verglichen, um so das Spektrum der ISO 188 abzudecken. Die Werkstoffe wurden 168h bei 100°C und 125°C gealtert. Zusätzlich wurde die Alterung in einem Wärmeschrank mit zwangsläufiger Durchlüftung untersucht, allerdings bei einer sehr niedrigen Luftwechselrate von ca. einem Wechsel pro 8h. Überprüft wurden ein NR und je zwei verschiedene SBR-, NBR- und EPDM-Werkstoffe.
Ein Einfluss der Luftwechselrate auf die Prüfergebnisse ist nachweisbar. Dies konnte auch durch die statistische Nachbehandlung der Ergebnisse, u.a. mit der Standard Varianzanalyse gezeigt werden. Allerdings muss man zugeben, dass dieser Einfluss bei bestimmten Werkstoffen (in der vorliegenden Untersuchung besonders bei NR und SBR) nicht immer sofort zu erkennen ist. Stellvertretend für die zahlreichen Prüfergebnisse seien im Folgenden Daten aus dem Bericht zitiert, bei denen auch dem Laien die Einflüsse der Luftwechselrate ersichtlich sind:

Alterungsbedingungen	Ausgangswerte	Heißluftalterung 168h bei 100°C				Heißluftalterung 168h bei 125°C		
Ofentyp		Wärmeschrank	Zellenofen			Zellenofen		
Luftwechselrate (LW)		1LW/8h	3LW/h	6,5LW/h	10LW/h	3 LW/h	6,5LW/h	10LW/h
Zugfestigkeit Median [N/mm]	18,4	14,6	12,3	13,5	14,9	11,2	11,7	12,1
Reißdehnung Median [%]	740	480	450	460	490	390	360	370
Härteänderung Median [IRHD]	50 (hier absoluter Ausgangswert)	+6	+5	+9	+6	+5	+5	+3

Tab. 2: Einfluss unterschiedlicher Luftwechselrate auf einen EPDM-Compound (OE-EPDM)[36]

Interessant ist die Tatsache, dass die Alterung im Wärmeschrank (1LW / 8h) fast identische Werte zeigt wie die Alterung im Zellenofen bei 10 Luftwechseln pro Stunde. Die Prüfung von EPDM mit 100°C ist für diesen Werkstoff eher eine niedrigere Temperatur. Wie bereits oben mehrfach beschrieben, muss für eine Alterung genügend Sauerstoff zur Verfügung stehen und auf Grund der niedrigen Prüftemperatur ist der Sauerstoffbedarf im vorliegenden Fall eher gering. Es ist anzunehmen, dass bei 10 Luftwechseln im Zellenofen eine ähnliche Menge Sauerstoff wie im großvolumigen Wärmeschrank mit geringer Luftwechselrate zur Verfügung stand.
Schwierig zu erklären ist jedoch der Effekt, dass bei beiden Temperaturen die mechanischen Eigenschaften mit zunehmender Luftwechselrate besser werden. Die Änderungen sind allerdings sehr gering, so dass man nicht leicht behaupten kann, ob die Alterungsbedingungen die einzigen Einflussfaktoren auf die Ergebnisse darstellten. Hinzu kommt, dass sich diese Abweichungen noch teilweise im üblichen Schwankungsbereich der jeweiligen Prüfmethoden befinden.
Die Oberfläche scheint nicht durch die Luftwechsel beeinflusst worden zu sein, da kein Trend bei der IRHD Mikrohärte sichtbar ist. Einen stärkeren Einfluss scheint hier die Anströmgeschwindigkeit auszuüben (siehe folgender Abschnitt 5.3).
Generell gilt, dass bei Vergleichsuntersuchungen die Prüftemperatur sehr genau auf den Com-

[35] ROYO, J.: Effect of air change rate on rubber accelerated ageing tests in hot air. Part1. Preliminary study in: Polymer Testing, 3.Jg., 1982, S.113-119 und Part2. Ageing of different compounds, S.121-131
[36] ROYO, J.: Effect of air change rate on rubber accelerated ageing tests in hot air. Part2. Ageing of different compounds in: Polymer Testing, 3.Jg., 1982, S.126, table 8

pound abgestimmt werden muss. Ist sie zu hoch, überlagern Abbaueffekte die Untersuchung, ist sie zu niedrig, sind kaum Einflüsse sichtbar.

Alterungsbedingungen	Ausgangswerte	Heißluftalterung 168h bei 100°C				Heißluftalterung 168h bei 125°C		
Ofentyp		Wärmeschrank	Zellenofen			Zellenofen		
Luftwechselrate (LW)		1LW/8h	3LW/h	6,5LW/h	10LW/h	3 LW/h	6,5LW/h	10LW/h
Zugfestigkeit Median [N/mm]	18,5	19,8	17,9	18,7	19,4	14,7	14,2	14,1
Reißdehnung Median [%]	500	340	340	350	340	70	60	70
Härteänderung Median [IRHD]	69 (hier absoluter Ausgangswert)	+8	+4	+5	+6	+10	+9	+11

Tab. 3: Einfluss unterschiedlicher Luftwechselrate auf einen NBR-Compound (mit Plastikator FH der Farbenfabriken Bayer AG)[37]

In Tabelle 3 wird der Effekt einer übermäßigen Alterung ersichtlich. Der vorliegende Compound scheint nach 168h bei 125°C bereits extrem zerstört zu sein. Dies lässt sich besonders an der Änderung der Reißdehnung erkennen, die beinahe auf 10% des Ausgangswertes abgefallen ist. Auf Grund dieser fortgeschrittenen Alterung sind auch keine Einflüsse unterschiedlicher Luftwechselraten erkennbar.
Bei 100°C und 168h Einlagerungszeit ist nur bei der Zugfestigkeit ein leichter Trend zu erkennen, der aber nicht durch die an sich auf Alterung empfindlich reagierendere Reißdehnung bestätigt wird.
Abschließend lässt sich zusammenfassen, dass solche systematischen Untersuchungen über grundsätzliche Einflussfaktoren bei der Heißluftalterung sehr interessant und auch für den praktischen Anwender dieser Prüfmethode hilfreich sind. Sie zeigen, dass der variierte Parameter das Ergebnis in bestimmter Weise beeinflussen kann. Bedingt durch die Inhomogenitäten in Elastomeren, zufällige Streuungen bei der Durchführung von Härtemessungen und beim Zugversuch (siehe unsere diesbezüglichen Ausführungen auf unserer Webseite) ist es aber schwierig, die Ursachen für die gefundenen Unterschiede nur in den Alterungsbedingungen zu suchen. In diesem Zusammenhang soll aber darauf hingewiesen werden, dass diese Streuungen insgesamt nur dann minimiert werden können, wenn auch bei der Heißluftalterung alle relevanten Einflussgrößen definiert sind. Untersuchungen wie diese helfen auch scheinbar kleine Randbedingungen ernst zu nehmen und in Prüfvorschriften bzw. –spezifikationen zu definieren.

5.3 Einfluss der Anström- bzw. Luftgeschwindigkeit („air speed“)

Die ISO 188 beschreibt, dass hohe Luftgeschwindigkeiten die Temperaturhomogenität im Ofen verbessern. Bei einer langsamen Luftgeschwindigkeit sammeln sich ausgegaste Mischungsbestandteile und Abbauprodukte im Ofen an. Es kann auch noch eine Sauerstoffabnahme hinzukommen. Eine hohe Luftgeschwindigkeit dagegen erhöht die Abbaugeschwindigkeit durch verstärkte Oxidation und Abtransport flüchtiger Weichmacher und Antioxidantien. Die ISO schreibt inzwischen Luftgeschwindigkeiten vor und unterscheidet zwischen den Tpyen laminare und turbulente Strömung. [38]

[37] ROYO, J.: Effect of air change rate on rubber accelerated ageing tests in hot air. Part2. Ageing of different compounds in: Polymer Testing, 3.Jg., 1982, S.125, table 6
[38] vgl. International Standard ISO 188: ISO 188: Rubber, vulcanized or thermoplastic — Accelerated ageing and heat resistance tests, Fifth Edition: 2011-10-01, S.2, Unterabschnitte 4.1.1 und 4.1.3

SPETZ konnte aufzeigen, dass zur Zeit (1994) seiner Untersuchung übliche Wärmeschränke Variationen in den Luftgeschwindigkeiten von fast 0 bis 5 m/s aufweisen. Die Strömung ist turbulent und manchmal auch rotierend. Letztere kreisende Strömung ist in jedem Fall zu vermeiden, da es dadurch in der Mitte des Kreises zu einem Strömungsstillstand kommen kann, während die äußeren Bereiche mit zirkulierender Luft versorgt werden.[39] Die Luftbewegung wurde bei den von SPETZ untersuchten Öfen durch einen Lüfter hinter einem Leitblech auf der Rückseite oder an der Seite des Ofens erzeugt.
FENDEL und BILLE bauten ein Gestell mit Glasfasern. An Stelle der Ofentüre wurde eine Plexiglasscheibe mit Bohrungen aufgesetzt. Durch die Scheibe konnte die Bewegung der Glasfasern beobachtet werden und durch die Bohrungen konnte an verschiedenen Stellen ein Luftgeschwindigkeitssensor eingeführt werden.[40]
Bei der Untersuchung des Einflusses der Luftgeschwindigkeit durch Göran SPETZ[41] wurden zwei Spezialöfen entwickelt, einer mit einer Luftgeschwindigkeit von 0,3m/s, der andere mit einer von 3m/s. Außerdem wurden auch Untersuchungen in einem Zellenofen mit einer Luftgeschwindigkeit von etwa 0,001 m/s durchgeführt. Es wurden 1000h Heißluftalterungen (70°C für NR und SBR und 100°C für NBR und EPDM) durchgeführt.
Besonders bei den untersuchten Gewichts- und Härteänderungen konnten bei EPDM und NBR Trends festgestellt werden. Im Zugversuch gab es nur beim NBR sichtbare Unterschiede zwischen Probekörpern, die im Zellenofen und in den Wärmeschränken gealtert wurden. Ein Einfluss der unterschiedlichen Luftgeschwindigkeit in den Wärmeschränken (0,3 m/s und 3 m/s) konnte hier nicht ausgemacht werden.
Durch die Wärmealterung im Zellenofen mit praktisch einer gegen Null gehenden Luftgeschwindigkeit kommt es zu einer viel geringeren Alterung der Oberfläche der Probekörper als in Wärmeschränken mit viel höherer Luftgeschwindigkeit. Die Mikrohärte misst hauptsächlich Oberflächeneffekte. So ist es auch zu erklären, dass die Härteänderung sensibler auf die Luftgeschwindigkeit reagiert als die untersuchten Parameter im Zugversuch.[42]

Änderungen nach Heißluftalterung 1008h bei 100°C	**NBR** – Härteänderung [Shore micro]	**EPDM** – Härteänderung [Shore micro]	**NBR** – Masseänderung [%]	**EPDM** – Masseänderung [%]
Im Zellenofen (0,001m/s)	+10	+11	-3,8	-0,7
Im Wärmeschrank (0,3m/s)	+14	+10	-9,5	-1,4
Im Wärmeschrank (3m/s)	+14	+10	-9,9	-1,8

Tab. 4: Einfluss unterschiedlicher Luftgeschwindigkeiten auf die Härte und Masse eines NBR- und EPDM Elastomers[43]

Bei den anderen untersuchten Werkstoffen (NR, SBR) waren keine klaren Trends erkennbar. Man muss allerdings auch hinzufügen, dass solche Untersuchungen stark von den jeweiligen Mischungen abhängen. Deswegen wurden auch in dem Fachaufsatz die Rezepturen der einzelnen Mischungen beschrieben. Der noch näher interessierte Leser sei darauf verwiesen.

[39] vgl. SPETZ, Göran: Improving Precision of Rubber Test Methods: Part 2 – Ageing in: Polymer Testing, 13.Jg., 1994, S.247, Fig. 7
[40] vgl. BILLE, H. und FENDEL, H.: How to Do Hot Air Aging Tests Properly: A Survey of Influencing Parameters and Practical Guidance on Dealing with them in KGK Kautschuk Gummi Kunststoffe, 47.Jg., Nr.2, 1994, S.135
[41] SPETZ, Göran: Improving Precision of Rubber Test Methods: Part 2 – Ageing in: Polymer Testing, 13.Jg., 1994, S.255ff.
[42] vgl. SPETZ, Göran: Recent Developments in Heat Ageing Tests and Equipment in: Polymer Testing, 15.Jg., Heft 4, 1996, S.388
[43] Die Daten wurden entnommen von: SPETZ, Göran: Improving Precision of Rubber Test Methods: Part 2 – Ageing in: Polymer Testing, 13.Jg., 1994, Appendix 3, S.267

5.4 Einfluss der Probekörpergeometrie

Wie bereits oben beschrieben spielt das Oberflächen- Volumenverhältnis der Probekörper eine bedeutende Rolle. Es beeinflusst maßgeblich die Alterung. Bei einem günstigen Verhältnis (kleine Oberfläche bei großem Volumen) kommt es zu einer verzögerten Alterung, da verhältnismäßig wenig Sauerstoff in den Werkstoff eindringen kann und weniger Antioxidantien ausgasen können bzw. verbraucht werden.
Um reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten und wenn Ergebnisse von unterschiedlichen Probekörpern miteinander verglichen werden, ist es wichtig, dass die zu vergleichenden Probekörper ein ähnliches Oberflächen- Volumenverhältnis haben.
Aufgrund der Komplexität vieler Elastomerbauteile aus der technischen Praxis ist es verständlich, dass deren Alterungsergebnisse nur in äußerst seltenen Fällen mit denen an Normprobekörpern ermittelten verglichen werden können.
In der folgenden Tabelle wurde die Oberfläche aller in der ISO 37 und DIN 53504 vorkommenden Schulterstäbe ins Verhältnis zum Volumen gesetzt.
Da im Zugversuch der Schulterstab innerhalb der genormten Messlänge reißen soll, wurde nur dieser Bereich untersucht. Durch Einbeziehung der Schultern hätte es möglicherweise zu Verfälschungen kommen können, da ja die Alterung der Schulterbereiche nicht im Zugversuch untersucht wird.
Es wurde nun jeweils das Volumen im Bereich der Messlänge eines Schulterstabes berechnet. Ein Problem stellte sich mit den „Endkappenflächen“ dieses Volumenbereiches. Mit „Endkappenfläche“ ist die Querschnittsfläche des Prüfstabes am Anfang und Ende der Messlänge gemeint (= Stegbreite x Dicke des Prüfstabes x 2). Auf der vollen Endkappenfläche kann in Wirklichkeit keine direkte Diffusion des Prüfmediums Heißluft (insbes. Sauerstoff) stattfinden, da bei einem realen Schulterstab diese Flächen nicht freiliegen, sondern in den Schulterbereich übergehen. Hier musste eine Annahme getroffen werden und diese beiden Flächen wurden nur zu 30% in die Berechnungen einbezogen.

Schulterstabbezeichnung		Volumen der Messlänge [mm³]	Oberfläche mit 30% Endkappenfläche [mm²]	**Verhältnis: Oberfläche zu Volumen [1/mm]**
DIN 53504	**ISO 37**			
S1	Type 1	310	417,4	**1,35**
S1A	--------	250	356	**1,42**
-----	Type 1A	200	286	**1,43**
S2	Type 2	160	244,8	**1,53**
S3A	Type 3	80	124,8	**1,56**
S3	Type 4	20	61,2	**3,06**

Tab.5: Oberflächen zu Volumenverhältnis der genormten Schulterstäbe aus der DIN 53504 und ISO 37 im Bereich der Messlänge

Anhand Tab.3 wird ersichtlich, dass an S3- und Type4-Prüfstäben ermittelte Ergebnisse auf keinen Fall mit denen der restlichen Prüfstabgrößen verglichen werden sollten.

6. Übliche Genauigkeiten bei der Heißluftalterung

Bei der Ermittlung der Präzision der Heißluftalterung stellt sich das Problem, dass diese nur indirekt und verzerrt ermittelt werden kann.
Der Einfluss einer erfolgten Heißluftalterung auf ein Elastomer wird mit Hilfe von Prüfmethoden ermittelt (z.B. Härteprüfung und Zugversuch *(ausgewertet werden normalerweise: Reißfestigkeit, Reißdehnung, Spannungswert 100%)*), die selbst gewisse Ungenauigkeiten aufweisen.
Da es sich bei den Einflussfaktoren auf die Prüfergebnisse um sehr komplexe Vorgänge handelt, die auch stark vom jeweiligen Compound abhängen, kann man leider nicht die Schwankungsbreite der jeweiligen Prüfmethode von der Schwankungsbreite der Heißluftalterung abziehen.
Generell „ist bekannt, dass bei Gebrauchs- und Alterungsprüfungen die Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit sehr problematisch sind.“[44] Man kann sagen, dass die Schwankungsbreite bspw. der Zugfestigkeit nach Heißluftalterung um mehrere ganzzahlige Faktoren größer ist als die Schwankungsbreite der Zugfestigkeit an ungealterten Probekörpern.
Durch die Verwendung modernster Prüf- und Überwachungstechnik und durch die fachlich fundierte Schulung von Labormitarbeitern lässt sich jedoch inzwischen eine gute Reproduzierbarkeit der Prüfergebnisse erreichen.
Der interessierte Leser sei auf den Anhang B (Annex B) der ISO 188 (Ausgabe 2011-10-01) verwiesen. Darin werden zwei groß angelegte Vergleichsuntersuchungen in verschiedenen Laboren und an unterschiedlichen Werkstoffen beschrieben. Diese Ringversuche wurden 1996 und 2005 durchgeführt.
Eine sehr detaillierte Beschreibung des Ablaufes und der Auswertung eines Ringversuches zur Präzision der Heißluftalterung wurde 1992 in der Fachzeitschrift KGK – Kautschuk, Gummi, Kunststoffe veröffentlicht.[45]

O-RING
PRÜFLABOR
RICHTER

[44] CLAMROTH, R.; TOBISCH, K.; WÜNDRICH, K.; BARCZEWSKI, H.: Präzision von Ergebnissen der genormten Alterungsprüfung bei Elastomeren in: KGK, 45.Jg., Nr.11, 1992, S.968
[45] Ebd., S.968-981

Anhang

Aufgrund vieler unterschiedlicher Normen und Hersteller von Laboröfen kommt es in der Literatur zur Verwendung verschiedener ähnlicher Fachbegriffe. Wir konnten nicht an allen Stellen herausfinden, ob die Autoren bestimmte Begriffe synonym zu denen in den jeweiligen Normen verwendet haben. Wir möchten aber mit dieser Übersicht eine erste Orientierung für den interessierten Leser geben:

Oberbegriff	Deutsch	Englisch
Standard-Heißluftofen	• Wärmeschrank (DIN 53 508) • Standard Ofen • Geerofen (bis in die 1960er Jahre in Deutschland häufig verwendet) • Umluftofen • Kabinettofen • Heißluftofen • Alterungsofen • Ofen	• Air oven (ASTM D573) • Cabinet oven (ISO 188: Die ISO verwendet „air oven“ als Überbegriff für „cabinet oven“ und „cell-type oven“) • Geer oven (in der englischsprachigen Literatur heute noch in Verwendung)
Zellenofen	• Zellenofen (DIN 53508)	• Deterioration by heating in air (test tube enclosure) (ASTM D 865) • Metal block type ageing oven (ASTM D865 Unterbezeichnung für einen Zellenofen mit einem Metallblock als Wärmeträger) • Cell-type oven (ISO 188) • Cell ageing ovens (Literaturstelle von Göran SPETZ) • Multi-cell ageing oven (Literaturstelle von J. ROYO)
Heißluftalterung	• Künstliche Alterung (DIN 53508) • Alterung in Heißluft • Beschleunigte Alterungsprüfung • Alterungsprüfung (Wenn ohne Zusatz ist meist Heißluftalterung gemeint) • Alterung bei erhöhten Temperaturen • Oxidative Alterung	• Heat ageing • Accelerated Ageing (ISO 188) • Deterioration by air at an elavated temperature (ISO 188) • Deterioration in an Air Oven (ASTM D 573) • Oxidative and thermal aging (ASTM D573 im laufenden Normtext) • Oxidative Ageing • Ageing at elevated temperatures • Heat-resistance test (Literaturstelle von MITSUHASHI et al.)
Anströmge-schwindigkeit	• Strömungsgeschwindigkeit an den Probekörpern (DIN 53508)	• Air speed (ISO 188) • Air circulation speed (Literaturstelle von BILLE und FENDEL)
Luftwechsel (-rate)	• Lufterneuerung pro Stunde (DIN 53508)	• Ventilation of X changes per hour (ISO 188) • Air change rate (ISO 188) • Rate of ventilation (ASTM E145 “Ofennorm”) • Air exchange rate (Literaturstelle von Göran SPETZ)

RING PRÜFLABOR RICHTER

Zwangsläufige Durchlüftung	• Zwangsläufige Durchlüftung – Umluftbetrieb mit Frischluftzusatz (DIN 53508) • Forcierte Umluft (Ofenhersteller BINDER)	• Forced air circulation (ISO 188) • Forced ventilation (ASTM E145 “Ofennorm”)
Natürliche Durchlüftung	• Natürliche Durchlüftung (DIN 53508)	• Ventilation by gravity convection (ASTM E145 “Ofennorm”)

Tab.4: Gegenüberstellung verschiedener bedeutungsgleicher bzw. –verwandter Fachbegriffe auf Deutsch und Englisch in Bezug auf die Wärmealterung von Elastomeren

O RING
PRÜFLABOR
RICHTER