

Schlussbericht

zu dem IGF-Vorhaben

Erhöhung der Leistungsfähigkeit und Lebensdauer von Elastomerdichtungen zur Reduzierung von umweltgefährdenden Spindelleckagen in Armaturen bei Einsatztemperaturen bis 250 °C und Abdichtdrücken bis 450 bar

der Forschungsstelle(n)

Nr. 1, Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik IWM

Nr. 2, Deutsches Kunststoff-Institut (DKI)

Nr. 3, Fraunhofer-Institut für Betriebsfestigkeit und Systemzuverlässigkeit

Bereich Kunststoffe LBF

Das IGF-Vorhaben 17196N der Forschungsvereinigung Maschinenbau wurde über die



im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Energie

aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Freiburg,

12.02.15

Dr. Andreas Kailer

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'A. Kailer'.

Darmstadt,

5.7.2015

Dr. Jürgen Wieser

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'J. Wieser'.

Ort, Datum

Name und Unterschrift des/der Projektleiter(s)
an der/den Forschungsstelle(n)

Erhöhung der Leistungsfähigkeit und Lebensdauer von Elastomerdichtungen in Armaturen bei hohen Einsatztemperaturen und Abdichtdrücken

Martin Hörner, Andreas Kailer, Sven Meier, Fraunhofer IWM, Wöhlerstraße 11, 79108 Freiburg, martin.hoerner@iw.fraunhofer.de

Jürgen Wieser, Wilfried Kolodziej, Fraunhofer LBF, Schlossgartenstraße 6, 64289 Darmstadt

Kurzzusammenfassung:

Zur Beherrschung der Leckage und des Langzeit-Stick-Slip-Verhaltens von Spindelabdichtungen müssen sowohl die Eigenschaften der eingesetzten Werkstoffe bei Einsatztemperaturen bis 250 °C, als auch die in der Dichtung vorhandenen Oberflächenwechselwirkungen der Elastomere und der Spindeln betrachtet und optimiert werden.

Am Fraunhofer LBF wurden neue Compounds entwickelt und hergestellt. Diese zeigen gegenüber einem gängigen Referenzmaterial deutliche Vorteile. Weiterhin können durch gezielte Oberflächenstrukturierung Schmierstoffreservoirs erzeugt werden.

Im Bereich Tribologie des Fraunhofer-Instituts für Werkstoffmechanik IWM wurden die Werkstoffe hinsichtlich ihres Reibungs- und Verschleißverhaltens untersucht und bewertet. Hierfür werden sowohl Modellexperimente als auch anwendungsnahe Experimente in einem Demonstrator durchgeführt. Als ein besonderer Lösungsansatz wurden am Fraunhofer IWM DLC-Schichten mittels PECVD-Technik auf Elastomer bzw. Spindelmaterial abgeschieden. Die Beschichtung komplexer Geometrien aus nichtleitenden Materialien wie Dichtungen mittels PECVD-Verfahren stellt im Allgemeinen eine große Herausforderung dar. Die Laufdauer im Demonstratorversuch bei erhöhten Temperaturen oder Mangelschmierung betrug bei DLC-beschichteten O-Ringen mehr als das 10-fache von Referenzmaterialien.

Einige der getesteten Lösungsansätze, allen voran der Zusatz von Kohlefaser und der Einsatz von DLC, zeigen ein sehr vielversprechendes Reibungs- und Verschleißverhalten und sollen helfen, Stick-Slip-Effekte zu reduzieren.

Schlagwörter: Dichtung, Leckage, Stick-Slip, Elastomerdichtung, Elastomermischung, Compounds, DLC, a-C:H Schichten

Armaturen werden in Anlagen der Industrie und Gebäudetechnik, in Kraftwerken, in der Chemie- und der Lebensmittelindustrie, in der Petrochemie und in vielen anderen

Systemen eingesetzt. Störfälle verursachen Emission von Schadstoffen und dadurch Produktionsausfälle, Wartungskosten sowie Kosten zur Behebung von Folgeschäden. Aufgrund der Gleitbewegungen zwischen Spindel und Spindelabdichtungen spielen tribologische Effekte eine wichtige Rolle. Problematisch ist hierbei, dass nach längeren Stillstandszeiten die Adhäsion zwischen Spindel und Dichtung so groß wird, dass im Übergang von Haftreibung zu Gleitreibung hohe Losbrechkräfte entstehen, die zu einer Schädigung der Dichtung führen können. Zur Vermeidung dieser unerwünschten Stick-Slip-Effekte muss die Haftreibung wesentlich reduziert werden. Um zuverlässige Spindelabdichtungen mit hoher Lebensdauer zu realisieren, müssen somit vorwiegend die tribologischen Eigenschaften verbessert werden. Um dies zu erreichen, werden verschiedene Lösungsansätze verfolgt:

- Verbesserung der Elastormischung:
Im Bereich der Industriearmaturen werden für hohe chemische und thermische Belastungen sehr häufig Elastomere aus FKM eingesetzt. Diese Compounds können im Hinblick auf die Anwendung als Spindelabdichtungen durch Zusatz modifizierter Siloxane oder andere Füllstoffe wie Kohlenstofffasern optimiert werden.
- Beschichtung mit diamantähnlichen Kohlenstoffen (DLC)
Amorphe Kohlenwasserstoffschichten (a-C:H, Überbegriff DLC für Diamond like Carbon) sind heute in technischen Anwendungen weit verbreitet, in denen niedrige Reibwerte und eine hohe Verschleißfestigkeit gefordert werden. Inzwischen können auf viele Metalle und Keramiken, aber auch auf Kunststoffe haftfeste a-C:H Schichten abgeschieden werden. Am Fraunhofer IWM wurde eine Beschichtungstechnik entwickelt, mit der es möglich ist, Polymere mit DLC zu beschichten. Durch diese Beschichtungen können Reibung und Verschleiß an Elastomeroberflächen vermindert und insbesondere das Festsitzen von statischen der Dichtungen an der Spindel vermieden werden. In dieser Arbeit wurden verschiedene DLC-Schichten auf Elastomeren abgeschieden, die sich hinsichtlich Schichtdicke und Schichtzusammensetzung unterscheiden.

Die Herstellung der Probenkörper erfolgte in folgenden Arbeitsschritten:

- Herstellen der Elastormischung aus den Komponenten und Füllstoffen mit einem Innenmischer
- Auswalzen der Mischung mit einem gekühlten Walzwerk zu einem Walzfell
- Ausstanzen der Vorformlinge aus dem Walzfell mittels Ringwerkzeug und einer Stanze
- Vernetzen der Vorformlinge und Aufbringung der Strukturierung mit Hilfe einer Laborpresse und Presswerkzeug unter Temperatur und Druck
- Entformen des Presslings
- Beschichtung mit DLC

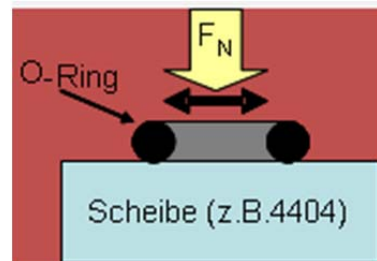
Experimente

Zur grundsätzlichen Charakterisierung wurden Vergleichstests im Schwingreibversuch durchgeführt (Abb. 1). Hierbei wurden Elastomerringe (Durchmesser 8 mm, Dicke 2 mm) auf Edelstahl (1.4404) gerieben. Als Referenz und Grundlage für Beschichtungen diente ein Fluorkautschuk FKM 75XP40 8*2 mm Dichtungsring.

Prüfbedingungen:

- Prüfkraft: 30 N
- Frequenz: 20 Hz
- Schwingweg: 3 mm
- Temperatur: Raumtemperatur
- Dauer: 3 Stunden

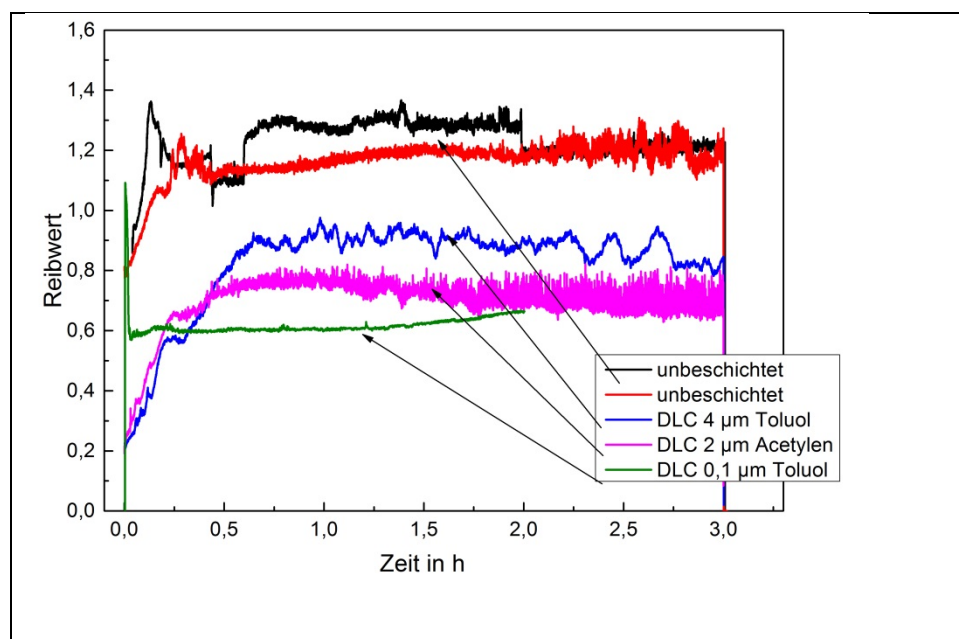
Abbildung 1:
SRV-Prüfung:
Links: Standardhalterung
Rechts: Schema des modifizierten Aufbaus Stirnseite Ring gegen Stahlscheibe



Ergebnisse und Diskussion

Ergebnisse der SRV-Versuche bei Raumtemperatur sind im folgenden Diagramm (Abb. 2) dargestellt. Dabei sind verschiedene DLC-Schichten im Vergleich zur unbeschichteten Referenzpaarung aufgetragen.

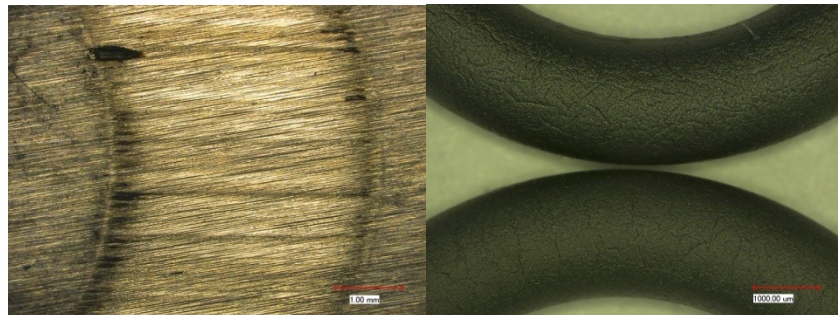
Abbildung 2:
Reibwertverlauf Referenz FKM Ringe (rot & schwarz) und drei verschiedene DLC Schichten im rev. Gleitverschleißtest gegen Stahl 1.4404



Die Reibwerte der unbeschichteten Versuche sind auf elastomertypisch hohem Niveau. Die mit 2 und 4 µm relativ dicken DLC Schichten (DLC A und B) senken den

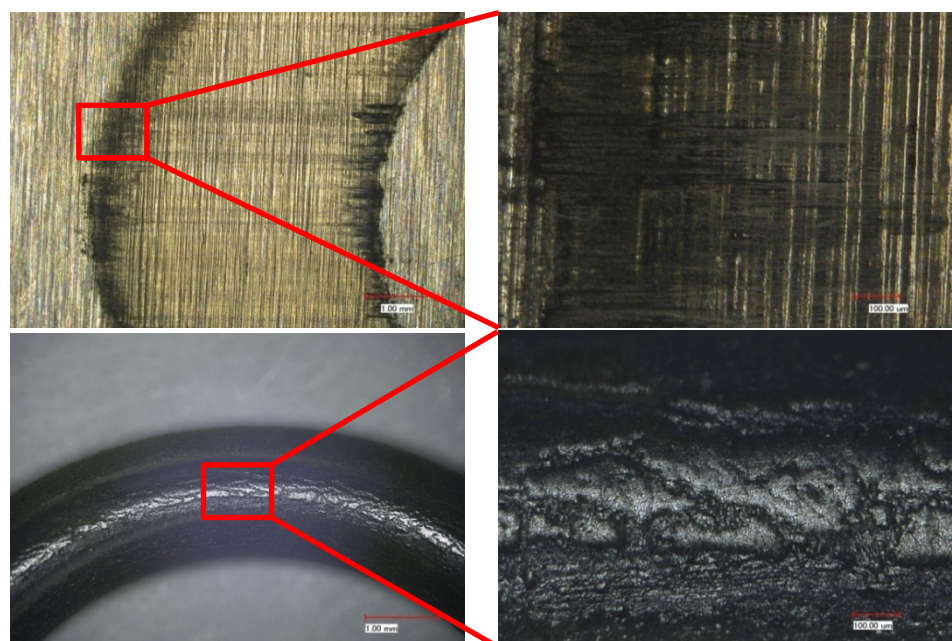
Reibwert deutlich und weisen einen ruhigeren Einlauf auf. Nach dem Versuch sieht man bei den Gegenkörpern aus Stahl einen leichten Verschleiß bzw. Einglättung (Abb. 3).

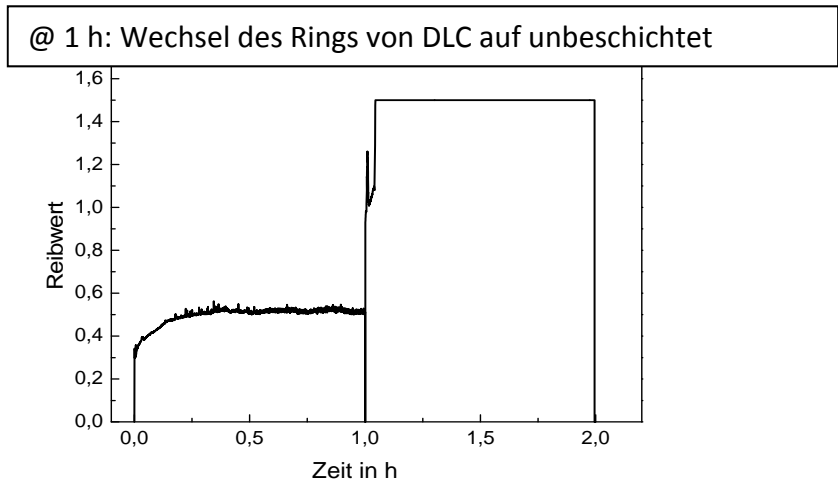
Abbildung 3:
Links: Bsp. für Einglät-
tung am Stahl durch
DLC (hellere Stelle)
Rechts: Durch Be-
schichtung raue Ober-
fläche (oben 4 μm
DLC) und weniger rau
unten (2 μm)



Die erheblich dünnere Schicht DLC C ($\sim 0,1 \mu\text{m}$) zeigt ein ähnlich gutes Reibverhalten wie die dickeren (Abbildung 2). Ob die durch den Beschichtungsprozess verursachte erhöhte Rauheit der Elastomeroberflächen Probleme in der Dichtwirkung ergeben, wird in anwendungsnahen Dichtheitsprüfungen geprüft werden. Mikroskopaufnahmen der Reibstellen zeigen beim Einsatz von DLC einen leichten Verschleiß des Stahls sowie Schicht- und Materialübertrag auf den Stahl. Um zu prüfen, ob das wesentlich verbesserte Reibverhalten der DLC-beschichteten Oberflächen auf eine Einglättung der Oberfläche oder einen Schichtübertrag zurückzuführen ist, also auf eine Konditionierung des Stahls, wurde in einem modifizierten Versuch geprüft: Es wurde nach der halben Versuchslaufzeit (1 h) der DLC-beschichtete O-Ring gegen einen neuen unbeschichteten Ring getauscht und eine weitere Stunde gegen dieselbe Stahlstelle gerieben. Das Reibverhalten war nach dem Wechsel des Rings schlagartig schlechter, wobei der Reibwert fast schlagartig auf Werte oberhalb der Messgrenze des Geräts (1,5) anstieg. Verbessertes Reibverhalten zeigen somit auch nach dem Einlauf nur die DLC-beschichteten Ringe.

Abbildung 4:
Mikroskopaufnahmen:
Schichtübertrag und
Stahlverschleiß am
Bsp. der 0,1 μm DLC-
C Schicht gegen
Stahl 4404.



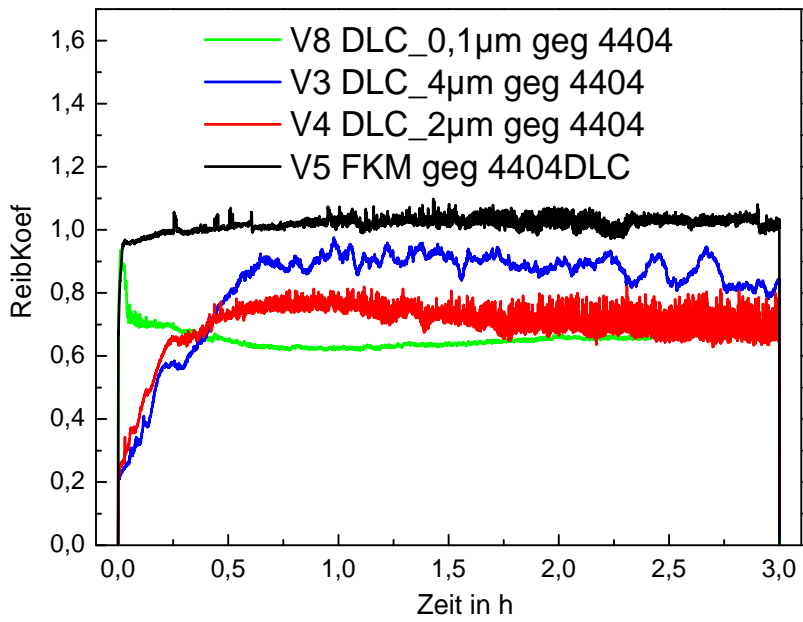


Beim Einsatz von DLC ist prinzipiell die Beschichtung beider Reibpartner möglich: die der Dichtung oder der Spindel. Im Test (Abbildung 5) zeigte sich jedoch die Elastomerbeschichtung für das Reibverhalten als deutlich vorteilhafter als die Beschichtung des Stahls.

Abbildung 5:
Schwarze Kurve:
unbeschichteter
Ring gegen DLC
auf Stahl

Alle Reibwerte mit
DLC wesentlich
niedriger als bei
unbeschichteten
Varianten

(30 N; 20 Hz; 3
mm Schwingwei-
te; RT; 3 h)



Tests verschiedener FKM-Compounds

Die vom Fraunhofer LBF entwickelten Compounds (Tabelle 1) wurden 2 Modelltests unterzogen: Kugel-3-Plattentest in der Tribozelle eines Rheometers (siehe unten) und, um höhere Verschleißraten und Kräfte zu erzeugen, im reversierenden Gleitverschleißtest.

Tabelle 1: Materialien: Kürzel und Beschreibung

Referenz	FKM 75XP40
CF 3,5%- 0,06 A-Si	3,5% Kohlenstofffasern gemahlen und ‚Aminofunctional siloxane‘
CF 3,5%-6 A-Si	3,5% Kohlenstofffasern 6mm und ‚Aminofunctional siloxane‘
CF 10%-6	10% Kohlenstofffasern 6mm
CF 10%-0,06	10% Kohlenstofffasern gemahlen
H-Si	Zusatz von ‚Hydroxyfunktional‘ siloxane
A-Si	Zusatz von ‚Aminofunctional siloxane‘

Die Reibwerte der Einzelversuche der unbeschichteten Elastomere erreichen nach unterschiedlichen Prüfzeiten die obere Messgrenze (hier Reibwert = 2), aber dennoch sind Tendenzen erkennbar, welche sich auch in anderen Versuchsanordnungen bestätigen.

Abbildung 6:

~0,2 mm Eindrucktiefe
(Verpressung) bei 10 N

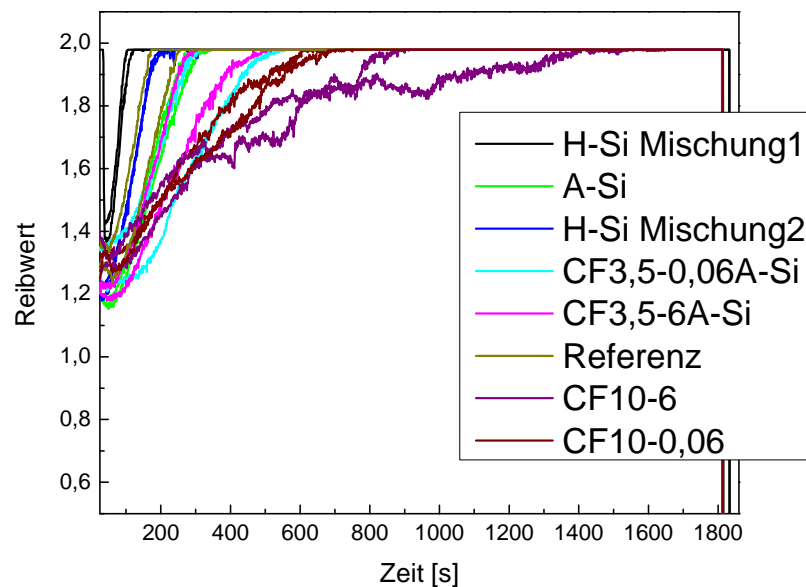
max. messbarer Reibwert: 2

Kohlenstofffaser bewährt

H-Si auf Referenzniveau

A-Si zwischendrin

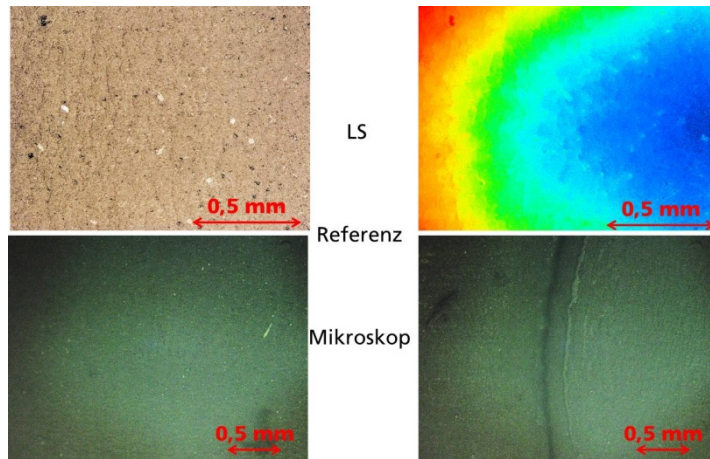
10 N; 20 Hz; 3 mm
Schwingweite; RT; 30
min



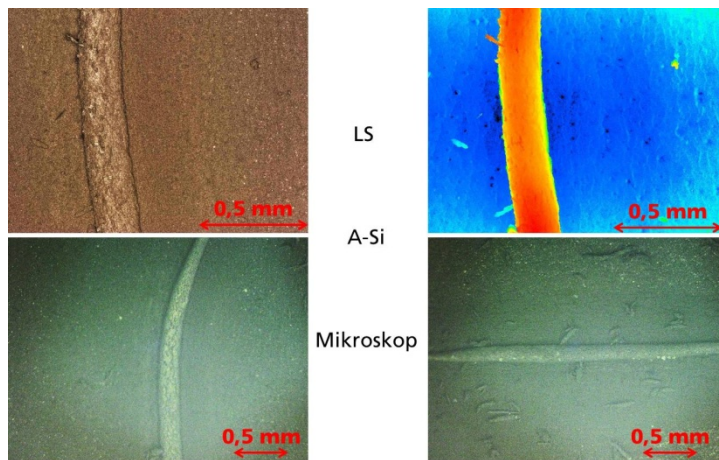
Die Compounds mit Kohlenstofffasern schneiden am besten ab; die H-Si bewegen sich auf Referenzniveau und die A-Si liegen dazwischen. Die Reproduzierbarkeit ist erstaunlich gut.

Abbildung 7:
Laserscanning- (LS)
und Lichtmikroskopie

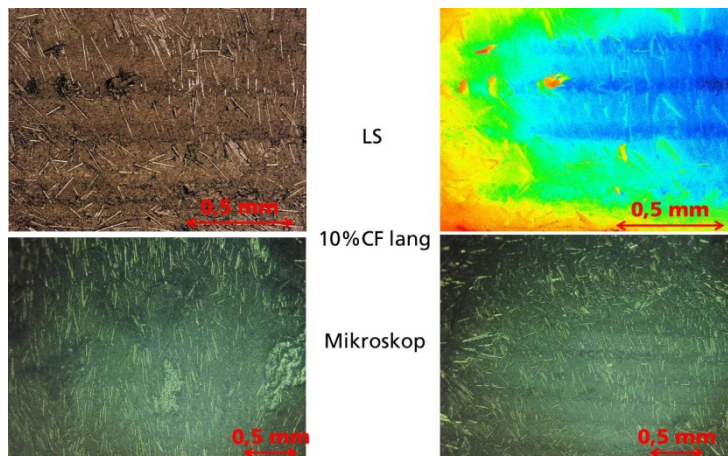
Oben: Referenz



Mitte: A-Si



Unten: 10% Kohlefa-
ser lang



Wie in den Bildern zu sehen ist, bilden sich vor allem bei der A-Si Probe Gummi-
,Würstchen'. Bei den Compounds mit Kohlefasern sind diese sehr schön zu erkennen.
In der Topografiedarstellung wird deutlich, dass diese Fasern etwas aus dem
Elastomer herausstehen, d.h. langsamer verschleifen. Dies ist eine Erklärung für
das etwas bessere Reibverhalten.

Versuche mit Tribo-Messzelle

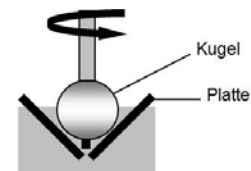
Abbildung 8: Tribo-
messzelle (Anton
Paar Physica MCR
501): Versuchsprin-
zip und Bilder der
Versuchsanordnung



Mit der Tribo-Messzelle ist es möglich, unter sehr definierten Bedingungen Tests durchzuführen und Reibmomente sehr exakt zu bestimmen. Abwechselnd kommen zwei Versuchsprogramme zum Einsatz (Abb. 9): Durchfahren der Geschwindigkeitsrampe und Haft-/Gleitreibungsübergänge zur Ermittlung des Losbrechmoments (Erhöhung des Drehmoments, bis sich die Stahlkugel in Rotation versetzt).

Getestet wurden alle vom LBF bereitgestellten Compounds und Referenzproben mit DLC-Schichten.

Abbildung 9:
Ablauf des
Versuchs-
programms



Ein Versuch besteht aus 6 Unterprogrammen A-H:

- **A Losbrechmoment:** Erhöhung des Moments → Betrachtung Drehzahl @ 25°C Abbruch bei 150 mNm oder 10 U/min
- **B** Konditionierung bei 215 U/min und 25°C: 2 min mit 10 N; Laststeigerung 5-15 N über 27 min; 10 N über 19 min
- **C Geschwindigkeitsrampe:** Erhöhung der Geschwindigkeit bis 1,5 m/s → Reibwert @ 25°C
- **D Losbrechmoment:** Erhöhung des Moments → Betrachtung Drehzahl @ 25°C Abbruch bei 150 mNm oder 10 U/min
- **E Geschwindigkeitsrampe:** Erhöhung der Geschwindigkeit bis 1,5 m/s → Reibwert @ **70°C**
- **F Losbrechmoment:** Erhöhung des Moments → Betrachtung Drehzahl @ **70°C** Abbruch bei 150 mNm oder 10 U/min

Jeweils 5 Wiederholungen pro Unterprogramm außer B.

Im nachfolgenden Diagramm (Abb. 10) sind die Ergebnisse der Messungen mit der Tribomesszelle zusammengefasst. Im Unterprogramm **A** (Losbrechmoment) zeigen sich immer die mit Abstand größten Streuungen der Einzelmessungen. Das Tribosystem zeigt also ein sehr starkes Einlaufverhalten. Nach der Konditionierung **B** werden diese Streuungen in Phase D und Phase F erheblich reduziert. Dabei zeichnet sich für die DLC-beschichteten Elastomere bereits eine erhebliche Verbesserung im Vergleich zum Referenzzustand ab. Zur späteren Auswertung werden nur die Daten nach der Konditionierung herangezogen.

Abbildung 10:

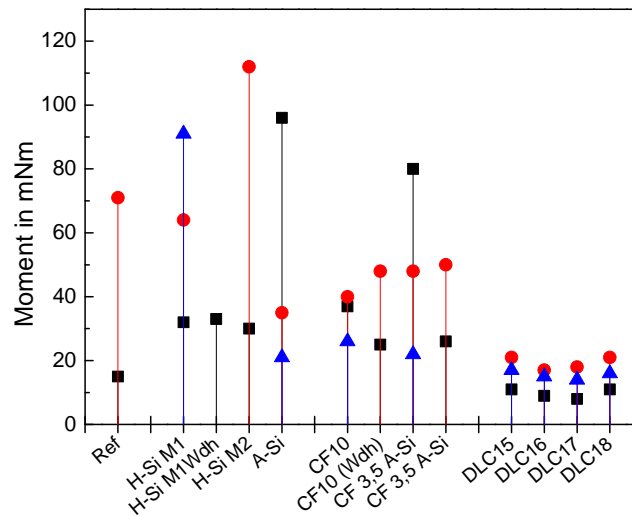
Zusammenfassung

Losbrechmoment

Schwarz: vor Konditionierung (Phase A)

Rot (rund): 25°C (D)

Blau (Dreieck): 70°C (F)



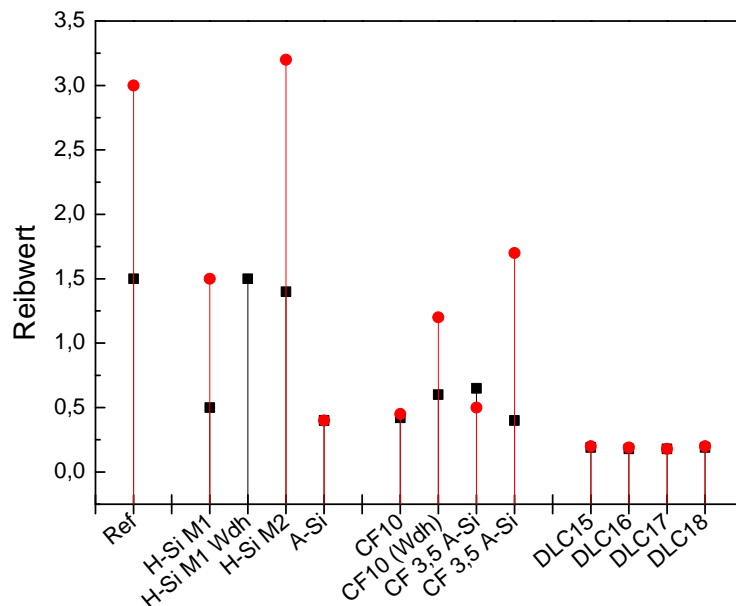
Die Datenpunkte geben an, bei welchem Drehmoment (mittleres Drehmoment der 5 Wiederholungen) sich die Stahlkugel in Bewegung setzt. Bei einigen Versuchen fehlt das blaue Dreieck: Hier wurde das Drehmomentlimit erreicht und der Versuch wurde abgebrochen. Die Werte der Referenzprobe und die der A-Si und H-Si Streuen sehr stark. Die Proben mit Kohlefasern zeigen ein besseres Verhalten. Die DLC Schichten wurden auf 4 verschiedene Substrate abgeschieden – die jedoch keinen Einfluss auf das gute Reiberhalten haben (Abbildung 11, DLC15-18).

Abbildung 11

Zusammenfassung der während der Geschwindigkeitsrampen gemessenen Reibwerte bei 0,2 m/s

Schwarz: RT

Rot (rund): 70°C



In Abbildung 11 sind die Ergebnisse der in den Geschwindigkeitsrampen gemessenen Reibwerte dargestellt: Zur übersichtlichen Zusammenfassung wurde als Messpunkt der Reibwert (mittlerer Reibwert aus 5 Wiederholungen) aus der Geschwindigkeitsrampe bei $0,2 \text{ ms}^{-1}$ gewählt. Das Verhalten entspricht dem des Losbrechmoments: H-Si und Referenz streuen um hohe Werte, Kohlefasern und A-Si zeigen ein

besseres Verhalten, DLC Schichten liegen reproduzierbar bei erheblich niedrigen Reibwerten.

Zusammenfassung

Die im noch laufenden Projekt erzielten Ergebnisse zeigen eine z.T. deutliche Verbesserung der Reibeigenschaften der getesteten Dichtungsmaterialien. Die Tests im reversierenden Gleitverschleiß und in der Tribomesszelle des Rheometers zeigen jeweils die gleichen Tendenzen. Im Gleitverschleiß konnte eine höhere Belastung erzeugt werden, in der Tribomesszelle Reibwerte und Losbrechmomente Geschwindigkeitsabhängig sehr exakt bestimmt werden. Besonders deutliche Vorteile sind bei den DLC beschichteten Ringe zu sehen, aber auch bei den Mischungen mit 10% langen Kohlestofffasern. Etwas weniger Vorteilhaft zeigten sich die A-Si und H-Si angereichertem Werkstoffe.

Die Einzeltests in der Tribomesszelle weisen zum Teil große Schwankungsbreiten auf. Vor allem die H-Si Compounds zeigen mäßige Reproduzierbarkeit bei tendenziell schlechtem Reibverhalten. Deutlich besser sind die mit Kohlefasern versetzten Compounds. Die DLC beschichteten Proben zeigen unabhängig vom Substrat und von der Temperatur kleine Schwankungen und ein sehr gutes Reibverhalten.

Ob die Dichtwirkung der modifizierten FKMs auch bei längerer Belastung ausreichend ist, ist Gegenstand der Forschung im Projekt und wird momentan in einem Demonstratorversuch untersucht.

Danksagung

Wir danken der AIF für die Förderung des Projekts (Förderkennzeichen: 17169N) und den Industriepartnern des VDMA-Arbeitskreises Spindelleckage für ihr Interesse und ihre Unterstützung.