

Simulation zur Verarbeitung von reaktiven Non-Post-Cure-Epoxidharz-Systemen im Druckgelieren und konventionellen Vergiessen

zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktors der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)

der Fakultät für Maschinenbau
der Universität Paderborn

genehmigte
Dissertation

von
Dipl.-Ing. Josef Grindling
aus Klagenfurt

Tag des Kolloquiums: 30. Juni 2006
Referent: Prof. Dr.-Ing. Dr. h.c. Manfred H. Pahl
Korreferenten: Prof. Dr.-Ing. Andreas Limper
Prof. Dipl.-Ing. Udo Fuhrmann

Schriftenreihe der Verfahrenstechnik Universität Paderborn

Band 31

Josef Grindling

**Simulation zur Verarbeitung von reaktiven
Non-Post-Cure-Epoxidharz-Systemen im
Druckgelieren und konventionellen Vergießen**

D 466 (Diss. Universität Paderborn)

Shaker Verlag
Aachen 2006

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Zugl.: Paderborn, Univ., Diss., 2006

Copyright Shaker Verlag 2006

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN-10: 3-8322-5583-4

ISBN-13: 978-3-8322-5583-1

ISSN 1435-1137

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen

Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9

Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

Vorwort

Die vorliegende Dissertation entstand in den Jahren 2002 bis 2005 während meiner Tätigkeit bei der Firma Huntsman Advanced Materials (Switzerland) GmbH und am Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Umweltverfahrenstechnik der Universität Paderborn als externer Mitarbeiter.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Dr.-Ing. Dr. h.c. M.H. Pahl, der mir die Möglichkeit geboten hat an seinem Institut als externer Doktorand zu promovieren und unter dessen wissenschaftlicher Verantwortung mir das Forschungsthema übertragen wurde. Seine wertvollen Anregungen und Hinweise haben entscheidend zum Gelingen beigetragen.

Ebenso möchte ich an dieser Stelle den Mitgliedern der Prüfungskommission meinen Dank aussprechen, Herrn Prof. Dr.-Ing. A. Limper und Herrn Prof. Dipl.-Ing. U. Fuhrmann für die Übernahme der Korreferate und Herrn Prof. Dr.-Ing. R. Span und Herrn Prof. J. Warnecke für die Mitwirkung in der Prüfungskommission.

Im Hause Huntsman Advanced Materials bedanke ich mich sehr herzlich bei Herrn Dr. W. Hollstein, Herrn Dr. T. Kainmüller und Herrn Dipl.-Ing. C. Beisele für die wohlwollende Unterstützung der Arbeit.

Weiters möchte ich allen meinen geschätzten Kollegen von der Anwendungstechnik, den Kundenservice Labors und der Mess- und Prüfstelle, vor allem Herrn Dipl.-Ing. K. Wittker, Herrn M. Duerrenberger, Herrn J. Wild, Herrn D. Bär, Herrn A. Boehm, Herrn R. Plattner und Herrn G. Meister, danken für die freundliche Unterstützung bei der Durchführung der Experimente und die geführten spannenden Diskussionen. Ein besonderes Dankeschön gebührt meinem lieben Kollegen Herrn Juerg Heizler, der mir mit seinem reichhaltigen Erfahrungsschatz stets behilflich zur Seite stand.

Meinem Seilpartner Herrn A. Riegger, dessen sichere Seilhandhabung während mancher Mittagspause in dieser Zeit ein erholsames Entspannen selbst an kleinen Griffen in der Senkrechten ermöglichte, sei ebenfalls ein herzliches Dankeschön ausgesprochen.

Bei der Firma CFD Consultants in Rottenburg möchte ich mich bei Herrn Dipl.-Ing. F. Semler für die Vergabe einer akademischen Lizenz der verwendeten Software bedanken und die hervorragende fachliche Unterstützung in allen Simulationsfragen.

Ich bedanke mich auch bei Herrn Dipl.-Ing. S. Knappe und Herrn Dipl.-Phys. M. Grüner der Firma Netzsch Gerätebau GmbH in Selb für die Bereitstellung der Messeinrichtung zur Vervollständigung der dielektrischen Experimente. Speziell gilt mein Dank Herrn Dr. J. Opfermann für die stets sehr interessanten Diskussionen und fruchtbringenden Anregungen zum Thema Härtungskinetik.

Mein ganz besonderer Dank gilt schliesslich meinen Eltern, die mir meine Ausbildung ermöglicht und so die Voraussetzung für diese Arbeit geschaffen haben, meiner Frau Natalie für ihre verständnisvolle Unterstützung und den entscheidenden Rückhalt während arbeitsintensiver Tage der Experimente und des Schreibens und meinen beiden Kindern Rebeca-Andrea und José-Samuel für ihre Geduld.

Basel, im August 2006

Josef Grindling

Meinen Eltern,

Natalie,

Rebeca und Samuel.

Veröffentlichungen

J.Grindling; Einführung in die Simulation der Verarbeitung von Epoxidharzen, Technische Akademie Esslingen, 11. Mai-12. Mai 2004, Veranstaltung Nr. 30275/71.606: "Epoxidharze in der Elektrotechnik".

J.Grindling; Thermokinetische Simulationen zu Viskositätsverlauf und Aushärtung reaktiver Epoxidharze, 26. Oktober 2004, POLYMER-Anwenderseminar zur K2004 der Firma Netzsch Gerätebau GmbH, Selb, K2004 in Duesseldorf.

J.Grindling; Simulation des Vergießens von reaktiven Epoxidharzen mit Flow-3D, Simulation + VR Forum, Euromold 2004

J. Grindling; Simulation of Casting of Non-Post Cure Epoxy Resins, 5th European FLOW-3D User Meeting, 14. June 2005, Herrenberg.

Inhaltsverzeichnis

	Seite
Fomelzeichen	XI
Zusammenfassung	1
1 Einleitung und Zielsetzung	2
2 Epoxidharzsysteme und ihre Eigenschaften	5
2.1 Chemismus und Werkstoffformulierung	5
2.1.1 Polymerisationsreaktion	5
2.1.2 Härtung von Epoxidharzen.....	7
2.1.3 Erhöhung der Zähigkeit von Epoxidharzen.....	11
2.1.4 Füllstoffe	12
2.1.5 Haftvermittler	12
2.2 Verarbeitung	13
2.2.1 Aufbereitung der Reaktionsharzmasse	13
2.2.2 Konventionelles Vakuum-Giessverfahren	15
2.2.3 Automatisches Druckgelier-Verfahren (ADG)	16
2.2.4 Giessformen.....	18
2.3 Non-Post-Cure-Epoxidharz-Systeme.....	18
2.4 Reaktionskinetik	19
2.5 Chemo-Rheologie	25
2.6 Bewertung und Anforderung	31
3 Simulation der Formfüllung und Härtung von NPC-Epoxidharz-Systemen	33
3.1 Definition des Strömungsproblems	33
3.2 Bisherige Simulationslösungen.....	34
3.3 Strömungsmechanik mit dem Programm Flow-3D	36
3.4 Implementierung der rheokinetischen Gleichungen in Flow-3D	40
3.5 Modellierte Geometrien.....	42
3.5.1 Form mit zylindrischer Kavität	42
3.5.2 Form zur Herstellung eines Verbundisolators.....	46
3.5.3 Form zur Herstellung eines Schalterteils	49
3.6 Anfangs- und Randbedingungen	51
4 Ermittlung der Stoffdaten und deren Bewertung	52
4.1 Kalorimetrie zur Bestimmung der Härtungskinetik.....	52

4.1.1	Versuchsstand DSC.....	52
4.1.2	Messprinzip.....	53
4.1.3	Versuchsführungsarten.....	55
4.1.4	Herstellung der Proben.....	56
4.1.5	Parameter-Variation bei den DSC-Experimenten.....	57
4.1.6	Ergebnisse.....	59
4.2	Rheometrie zur Bestimmung der Viskositätsgleichung.....	73
4.2.1	Versuchsstand Schwingrheometer.....	73
4.2.2	Messprinzip.....	75
4.2.3	Versuchsführungsarten.....	77
4.2.4	Herstellung der Probe.....	79
4.2.5	Parameter-Variation bei den Rheometer-Experimenten.....	80
4.2.6	Ergebnisse.....	81
5	Giessteile-Fertigung zur Verifizierung der Simulation.....	89
5.1	Aufbau des Versuchsstandes.....	89
5.1.1	Temperaturmessung mit Thermoelementen.....	91
5.1.2	Dielektrische Analyse mit dem Dielektrometer DEA 230/10 Epsilon.....	92
5.2	Messprinzip der dielektrischen Analyse DEA.....	93
5.3	Versuchsplanung zur Giessteile-Fertigung.....	97
6	Simulationen.....	98
6.1	Vorhersage von Reaktions- und Viskositätsverläufen.....	98
6.2	Simulation der Giessteile-Fertigung.....	107
6.2.1	Parameter-Variation bei den Simulationen.....	107
6.2.2	Form mit zylindrischer Kavität.....	109
6.2.3	Füll- und Härtungsberechnungen an der Verbundisolator-Form.....	125
6.2.4	Einfluss der räumlichen Auflösung (Netzbildung / Gridding).....	137
6.2.5	Simulationen zur Herstellung eines Schalterteils.....	140
6.2.6	Berechnungszeiten (CPU Times).....	148
7	Vergleich der Ergebnisse aus Simulation und Messung.....	150
7.1	Temperaturverläufe in der zylindrischen Kavität.....	150
7.2	Härtungs- und Temperaturverläufe in der Verbundisolator-Form.....	155
8	Technische Folgerung.....	158
9	Literaturverzeichnis.....	161
10	Anhang.....	167