SUCCESS THROUGH KNOWLEDGE

OPR ELASTOLABS
OUR KNOW-HOW. YOUR SUCCESS.

FACHAUFSATZ

Artikelserie „Prüfverfahren praxisgerecht anwenden“

Mechanische Kälteprüfungen –

Anwendungsnahe Prüfverfahren für den praktischen Elastomereinsatz

Erstveröffentlichung (Langversion): 04/2025

Abstract

Zur Bestimmung des Kälteverhaltens gibt es eine kaum zu überblickende Anzahl von verschiedenen Prüfmethoden. In Datenblättern für Elastomerwerkstoffe hat sich als Orientierung die Angabe einer Glasübergangstemperatur T_g durchgesetzt, welche mit Hilfe der DSC-Methode ermittelt wird. Dieser Wert ist aber für Dichtungsanwender wenig aussagekräftig. Hilfreicher für die Praxis sind Grenztemperaturen aus mechanischen Kälteprüfungen, wie dem TR-Test und der Bestimmung des Druckverformungsrestes bei tiefen Temperaturen. Für Gummiformteile wie Achsmanschetten oder Schläuche sind Biegeprüfungen in der Kälte eine geeignete Prüfmethode, um Kälterissen in der Anwendung vorzubeugen. Diese drei Prüfverfahren und deren Interpretation werden im Fachartikel erklärt.

Mechanical tests at low temperatures – Application oriented test methods for the practical use of elastomers
There are a number of different test methods for determining the low-temperature behavior that are difficult to keep track of. In data sheets for elastomer materials, the specification of a glass transition temperature T_g, which is determined using the DSC method, has become established as a guide. However, this value is not very meaningful for seal users. Limit temperatures from mechanical tests at low temperatures, such as the TR-test and the determination of the compression set at low temperatures, are more helpful in practice. For molded rubber parts such as axle boots or hoses, bending tests in the cold are a suitable test method to prevent cold cracks in the application. These three test methods and their interpretation are explained in this article.

1. Technisches Hintergrundwissen

Ein zentraler Punkt in Lastenheften für Elastomerdichtungen ist deren Kälteflexibilität, welche mitunter auch als Kältebeständigkeit bezeichnet wird. Warum ist diese so wichtig? Und was passiert eigentlich mit Dichtungen in der Kälte?

Das elastische Rückstellverhalten nach einer durch den Einbauraum vorgegebenen Verformung ist die Eigenschaft, welche Elastomere auszeichnet und welche für Dichtungsanwendungen entscheidend ist. Es beruht auf der Verschiebbarkeit bzw. Verformbarkeit der Makromoleküle des vernetzten Polymers und wird in der technischen Literatur auch als Entropieelastizität bezeichnet. Da aber Polymere bei tiefen Temperaturen „einfrieren“ bzw. den sogenannten Glaszustand annehmen, verliert jede Elastomerdichtung bei tiefen Temperaturen ihr Rückstellverhalten bzw. ihre Elastizität. Elastomere bestehen aus langen Polymerketten (Makromolekülen), welche ständig in Bewegung sind (Brownsche Bewegung). Mit sinkender Temperatur wird diese Bewegung reduziert, wodurch Elastomere verspröden. Diese Versprödung und der Verlust der Elastizität finden aber nicht schlagartig bei einer Grenztemperatur, der sogenannten Glasübergangstemperatur (T_g) statt, sondern eher schleichend, d.h. zu tiefen Temperaturen hin kontinuierlich abnehmend. Daher soll eine Tieftemperaturprüfung für Elastomerdichtungen eine belastbare Aussage darüber liefern, wieviel Elastizität bei tiefen Temperaturen noch vorhanden ist.

Dies ist besonders auch deshalb wichtig, weil es auf Grund des unterschiedlichen Mischungsaufbaus auch

Autoren:
Dipl.-Ing.
Bernhard Richter,
Geschäftsführer, OPR Group GmbH
E-Mail:
bernhard.richter@oprgroup.de

Dipl.-Ing. (FH)
Ulrich Blobner,
Consultant, OPR Group GmbH

innerhalb derselben Polymerfamilie (z.B. NBR oder FKM) große Unterschiede in der Tieftemperaturflexibilität geben kann. Wenn von einem vorgegebenen Werkstoff verlässliche Angaben vorliegen, kann der Anwender daraus realistische Dichtheitsgrenzen bei tiefen Temperaturen ableiten.
Deswegen ist es in einem Lastenheft essentiell, dass die Einsatzbedingungen der Dichtung (dynamisch/statisch UND mit/ohne Druck) genau definiert werden. So kann bspw. die untere Grenzeinsatztemperatur ein und desselben Dichtungswerkstoffes je nach Einsatzbedingung um bis zu 20 Kelvin variieren.

2. Die Verfahren in Kürze

Seit Beginn der Anwendung von Gummiwerkstoffen in der Technik wurde nach aussagekräftigen Prüfmethoden zur Kälteflexibilität geforscht.[1] Im Folgenden werden drei klassische und häufig eingesetzte Verfahren kurz vorgestellt: Biegeprüfungen, der Kälte-Druckverformungsrest (DVR) und der TR10-Test.
Biege- und Schlagprüfungen sind für Dichtungen in der Regel unbedeutend, da Dichtungen in der praktischen Anwendung nie so stark verformt oder punktuell schlagartig belastet werden wie bei diesen Prüfmethoden. Stattdessen sind sie für andere Gummiformteile, wie Schläuche oder Achsmanschetten von Bedeutung, die auch unter sehr kalten Bedingungen verformt werden und keine Kälterisse (**Abb. 1**) entwickeln dürfen.

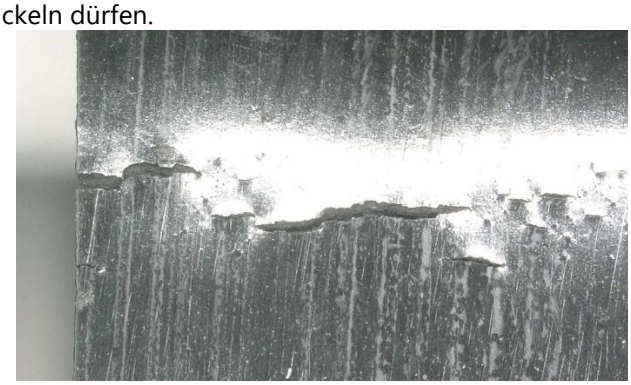


Abb. 1: Kälterisse nach Biegeprüfung an einer NBR-Prüfplatte, welche 24h bei -35°C gelagert wurde (NB: Der helle Bereich ist eine Spiegelung durch die Beleuchtung des Probekörpers) (Bild: OPR Elastolabs)

Beim Druckverformungsrest bei tiefen Temperaturen[2] (**Abb. 2**) wird ein genormter Probekörper um 25% bei Raumtemperatur verpresst und dann auf die gewünschte Temperatur abgekühlt. Nach einer bestimmten Konditionierungsdauer, wird die Verpressung schlagartig aufgehoben und die elastische Rückstellung nach 30 Minuten gemessen (Verfahren 1). Nach Verfahren 2 wird die Rückstellung kontinuierlich über 2h gemessen.

Abb. 2: Testrigs zur Prüfung des Kälte-DVR im ausgebauten Zustand. Die Probekörper werden ganz unten am Gerät zwischen Fußplatte und Stempel eingesetzt (Bild: OPR Elastolabs)

„Der bisher oft in den USA angewandte TR (temperature retraction)-Test (**Abb. 3**) findet auch in Europa immer mehr Anhänger, da er für den praktischen Dichtungsanwender hilfreiche Aussagen zum Kälteverhalten einer Elastomermischung gibt.
Beim TR-Test[3] wird ein Schulterstab von 50 oder 100 mm Länge auf einen bestimmten Prozentsatz[4] gedehnt, die Dehnung wird durch einen Klemm-

[1] Der Fachartikel von DUARTE et al. zeigt exemplarisch die Vielfalt von größtenteils genormten Kälteprüfmethoden auf. Derselbe NBR Werkstoff wurde mit 19 verschiedenen Methoden untersucht, die Messergebnisse zwischen -10°C und -40°C ermittelten.
DUARTE, J.; STREIT, G.; ACHENBACH, M.: Verformungsrückstellung von Elastomerwerk-stoffen in der Kälte in: GAK, Heft 10, 1999, 52. Jg., S. 755, Tab. 1

[2] Die Auswertung erfolgt analog zum DVR bei erhöhten Temperaturen: Dies wurde ausführlich im DICHT!-Artikel, Ausgabe 02/2022 beschrieben (Webseite zuletzt aufgerufen am 10.04.2025): https://www.isgatec.com/pdf/?file=%2Fmedia%2Fogeb1lah%2Fdicht-digital_-02_2022.pdf&page=48)

[3] Die Informationen zum TR-Test stammen aus folgender Quelle: SMITH, L.P.: The Language of Rubber, Butterworth-Heinemann, Oxford, 1993, S. 86ff.

[4] NB: Die Probekörper können bis zu einem Maximum von 350% gedehnt werden. Soll der Einfluss von Kristallisationseffekten gering gehalten werden, wird eine Dehnung von 50% empfohlen. Bei einer

mechanismus fixiert und in ein Kältebad (z.B. Ethanol oder Silikonöl) bei -70°C getaucht. Nach 10 Minuten Konditionierung in der Kälte wird der Klemmmechanismus geöffnet. Das Kältebad wird nun mit einer Geschwindigkeit von 1K/min erwärmt, wobei sich der gedehnt eingefrorene Probekörper frei zurückstellen (engl. „retract") kann. Alle zwei Minuten wird die Rückverformung erfasst, bis sie 70% erreicht hat.
Die Rückverformung berechnet sich nach folgender Formel:

$$Rückverformung\ [\%] = \frac{l_s - l_r}{l_s - l_0}$$

Legende:
l_s = Länge Probekörper, gedehnt (engl. „stretched")
l_r = Länge Probekörper bei beobachteter Temperatur
l_0 = Länge Probekörper, ungedehnt

Als Auswertung der Prüfergebnisse wird die prozentuale Rückverformung/Rückstellung über der Temperatur dargestellt. Oft werden nur die TR10 und TR70-Werte ermittelt, d.h. es wird die Temperatur angegeben, bei welcher die Rückverformung des Probekörpers um 10% bzw. 70% erfolgt ist."[5]

Einsatzbereich	Kosten des Prüfverfahrens
Werkstoffprüfung ☒	Bis 100€ ☐(Biegeprüfung)
Fertigteilprüfung ☒	100 bis 200 € ☐
Fertigungsqualität ☐	200 bis 500 € ☒ (TR10-Test, Kälte-DVR)
Wareneingangs-kontrolle ☐	500 bis 2.000 € ☐
Schadensanalyse ☒	>2.000 € ☐

„Allgemeine Tieftemperatureinsatzgrenzen in Datenblättern sind nicht belastbar. Mit einem TR10-Wert lässt sich hingegen eine realistische Einsatzgrenze für Dichtungen ableiten."
Bernhard Richter, Geschäftsführer

Abb. 3: TR-Prüfung: Die eingespannten Probekörper kurz vor dem Eintauchen in die Kühlflüssigkeit (Bild: Tobias Ehmer)

3. Wichtigste Prüfnormen

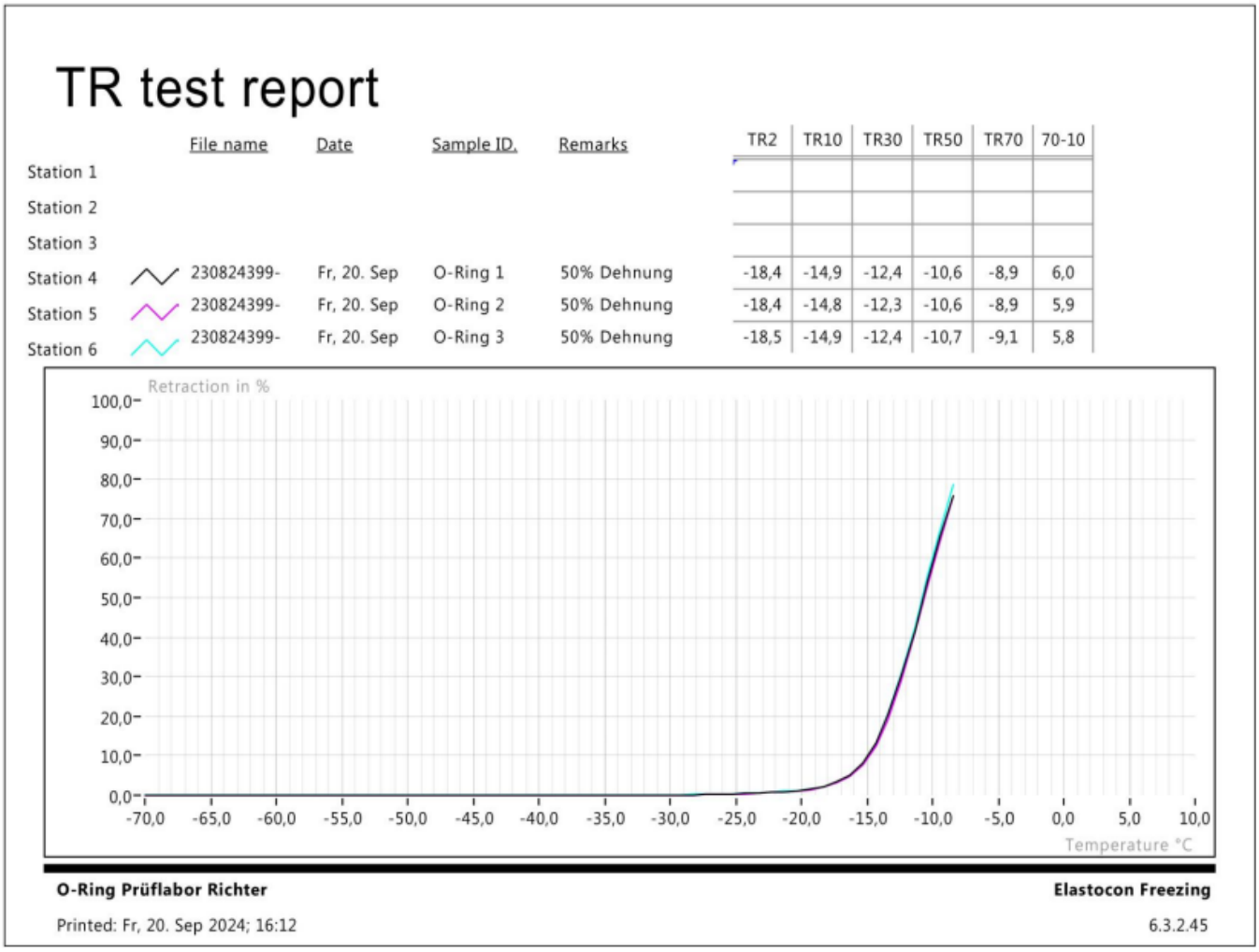
Für die Biege- und Schlagprüfungen kommen fast ausschließlich Spezifikationen von OEMs bzw. Dichtungsanwendenden zum Einsatz. Eine internationale Norm für diese Prüfung ist die ISO 812[6] oder die US-amerikanische ASTM D746[7] bzw. die ASTM D380[8] für Gummischläuche.
Der Kälte-DVR wird in Europa meist nach der ISO 815-2[9] durchgeführt, welcher auf der Standardnorm zum DVR, der ISO 815-1[10] aufbaut. Alternativ kann die ASTM D1229[11] herangezogen werden.
Der TR-Test wird in Europa meistens nach der ISO 2921[12] ausgeführt. Alternativ kann die ASTM D 1329[13] verwendet werden.

4. Interpretation der Messergebnisse bzw. Bewertung der Verfahren

Bei den oben genannten Prüfmethoden erhält man als Ergebnis eine Temperatur in °C.
Bei Biege- oder Schlagprüfungen tastet man sich nach ISO 812 in 2 Kelvin-Schritten aus einem Temperaturbereich, in welchem die Probekörper noch sicher

Dehnung von 250% kann man sowohl Kristallisationseffekte als auch das Kälteverhalten eines Werkstoffes untersuchen.
[5] RICHTER, Bernhard und BLOBNER, Ulrich: Dichtungsversagen bei tiefen Temperaturen – Es liegt nicht immer am Werkstoff!, Artikel aus der Serie „Fachwissen Schadensanalyse von Elastomerbauteilen", S. 20f. online als PDF verfügbar: https://o-ring-prueflabor.de/wp-content/uploads/2024/09/fachwissen_schaden_kaelteverhalten.pdf
[6] ISO 812:2017-07 Rubber, vulcanized or thermoplastic – Determination of low-temperature brittleness
[7] ASTM D 746:2024 Standard Test Method for Brittleness Temperature of Plastics and Elastomers by Impact
[8] ASTM D 380:1994 Standard Test Methods for Rubber Hose, reapproved 2020
[9] ISO 815-2:2019-11 Rubber, vulcanized ot thermoplastic – Determination of compression set – Part 2: At low temperatures
[10] ISO 815-1:2019-11 Rubber, vulcanized ot thermoplastic – Determination of compression set – Part 1: At ambient or elevated temperatures
[11] ASTM D 1229:2003 Standard Test Methods for Rubber Property-Compression Set at Low Temperatures, reapproved 2019
[12] ISO 2921:2019-10 Rubber, vulcanized – Determination of low-temperature characteristics – Temperature-retraction procedure (TR test)
[13] ASTM D 1329:2016 Standard Test Method for Evaluation Rubber Property-Retraction at Lower Temperatures (TR-Test), reapproved 2021

Schäden aufweisen, nach oben. Als Ergebnis wird die Temperatur angegeben, bei welcher die Probekörper zum ersten Mal nicht mehr brechen bzw. Risse aufweisen.
Die TR-Prüfung nach ISO 2921 bzw. nach ASTM D 1329 bietet für Dichtungsanwendungen zwei verschiedene Vorteile: Zum einen bildet die TR10-Prüfung das komplette Temperaturfenster von -70°C bis zu einer Rückstellung um 70% der ursprünglichen Verformung ab (**Abb. 4**), und zum anderen ist das gewünschte Ergebnis dieser Prüfung der TR10-Wert, also die Temperatur, bei der sich die verformte Probe nach dem Einfrieren und schrittweisen Erwärmen wieder um 10% der ursprünglichen Verformung zurückgestellt hat, eine konservative Tieftemperaturgrenze für Dichtungsanwendungen. Für statische Anwendungen bei niedrigen Drücken kann dieser Wert auch noch 15 Kelvin darunterliegen.



	File name	Date	Sample ID.	Remarks	TR2	TR10	TR30	TR50	TR70	70-10
Station 1										
Station 2										
Station 3										
Station 4	230824399-	Fr, 20. Sep	O-Ring 1	50% Dehnung	-18,4	-14,9	-12,4	-10,6	-8,9	6,0
Station 5	230824399-	Fr, 20. Sep	O-Ring 2	50% Dehnung	-18,4	-14,8	-12,3	-10,6	-8,9	5,9
Station 6	230824399-	Fr, 20. Sep	O-Ring 3	50% Dehnung	-18,5	-14,9	-12,4	-10,7	-9,1	5,8

Abb. 4: Auszug aus einem Ergebnisbericht: TR-Prüfung eines FKM Werkstoffes, zur Bewertung der Dichtheit in der Kälte wird der TR10-Wert verwendet (Bild: OPR Elastolabs)

5. Zukunft des Verfahrens

Biegeprüfungen werden auf lange Sicht für ihren kleinen begrenzten Bereich (Schläuche, Manschetten u.ä.) ihre Wichtigkeit behalten. Eine Vorhersage von Rissen mittels FEM ist bei Mehrkomponentensystemen wie einer Gummimischung äußerst komplex und der Aufwand für die Erstellung der Materialmodelle ist um ein Vielfaches höher als eine einfache praktische Biegeprüfung.

Die zunehmenden Anforderungen am Markt für verlässliche Temperatureinsatzgrenzen werden sicherlich den Bedarf an TR10-Prüfungen und Kälte-DVR-Prüfungen größer werden lassen. Mit FEA-Modellen, die auf rezepturspezifischen DMA-Multifrequenzanalysen basieren, lassen sich Versagensgrenzen von Dichtungen bei tiefen Temperaturen mit vertretbarem Aufwand realistisch simulieren. Daher wird davon

ausgegangen, dass zukünftig mit einem verstärkten Einsatz zu rechnen ist.

6. Praktische Hinweise für eine Auftragsvergabe

Für Biege- bzw. Schlagprüfungen werden die zu untersuchenden Fertigteile und die gewünschte Prüfvorschrift benötigt. Für den Kälte-DVR werden 6mm starke Prüfplatten verwendet, beim TR10-Test werden die Normprobekörper im Labor aus 2mm starken Prüfplatten herausgestanzt.
Da keine langen Einlagerungszeiten anfallen, erhält der Kunde die Prüfergebnisse meist innerhalb von 5-10 Arbeitstagen.

© by OPR Group GmbH www.oprgroup.de :
OPR Elastolabs www.o-ring-prueflabor.de /OPR Technical Services www.elastomer-institut.de / OPR Training www.elastomer-training.de