

Schlussbericht vom 09.03.2022

zu IGF-Vorhaben Nr. 20804 N

Thema

Entwicklung einer Methodik für das Design einer phasenoptimierten Mischungsherstellung im ineinandergreifenden Kautschukinnenmischer

Berichtszeitraum

12/2019-11/2021

Forschungsvereinigung

DKG

Forschungseinrichtung(en)

Institut für Kunststoffverarbeitung (IKV) in Industrie und Handwerk an der RWTH Aachen
e. V.(gemeinnützig)

Gefördert durch:



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Klimaschutz

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

Vorwort und Dank

Die nachfolgend beschriebenen und erläuterten Untersuchungen wurden im Rahmen des IGF-Vorhabens 20804 N der Forschungsvereinigung Kunststoffvereinigung über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung und -entwicklung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Der vorliegende Bericht ist der Schlussbericht des Forschungsvorhabens.

Ein wesentlicher Teil der Ergebnisse wurde von Melanie Kostka, M.Sc. erarbeitet und teilweise von Studierenden der RWTH Aachen in Form von studentischen Arbeiten niedergelegt. Eine Kurzfassung von jeder dieser Arbeiten befindet sich im Anhang. Diese Arbeiten sind nicht zur Veröffentlichung vorgesehen, können aber in der Bibliothek des Instituts für Kunststoffverarbeitung eingesehen werden. Eine Gesamtdarstellung des Themenkreises, zu dem dieses Forschungsvorhaben gehört, wird in einem technisch-wissenschaftlichen Bericht des Instituts für Kunststoffverarbeitung nach Abschluss der Arbeiten erfolgen.

Dem Deutschen Bundestag, dem BMWK und der AiF-Mitgliedsvereinigung "Kunststoffverarbeitung" gilt unser Dank. Darüber hinaus gilt unser Dank allen Firmen, die durch Bereitstellung von Kunststoffen, Maschinen und sonstigen Sachmitteln diese Arbeit unterstützt haben.

Danken möchten wir auch den Mitarbeitern der Fachbeiratsgruppe Kautschuktechnologie, die durch Rat und Tat die Untersuchungen unterstützt haben.

1	ZUSAMMENFASSUNG	1
2	EINLEITUNG	4
3	ZIELSETZUNG UND LÖSUNGSWEG	6
4	GRUNDLAGEN ZUR HERSTELLUNG VON KAUTSCHUKMISCHUNGEN IM INNENMISCHER	8
4.1	Mischungsherstellung im Innenmischer	8
4.2	Mischaufgaben während der Mischungsherstellung	8
4.3	Unterteilung des Mischprozesses in unterschiedliche Mischphasen	9
4.4	Herausforderungen bei der Mischungsherstellung im Innenmischer	9
4.5	Herausforderungen bei der Analyse des Mischprozesses im Innenmischer	10
5	HERSTELLUNG VON KAUTSCHUKMISCHUNGEN.....	12
5.1	Bestandteile der hergestellten Kautschukmischung	12
5.2	Verwendete Anlagentechnik	15
5.3	Durchführung der experimentellen Analysen.....	16
6	ANALYSE DER HERGESTELLTEN KAUTSCHUKMISCHUNGEN	19
6.1	Ermittlung der Mooney-Viskosität	19
6.2	Ermittlung des Druckverformungsrestes	20
6.3	Ermittlung der Härte	20
6.4	Untersuchung der Proben mittels Zugprüfungen	21
6.5	Ermittlung des Weiterreißwiderstandes	21
6.6	Analyse der Dispersion	21
7	AUSWERTUNG UND ANALYSE DER ERGEBNISSE	23
7.1	Unterteilung des Mischprozesses in Mischphasen	23
7.2	Ermittlung von Qualitätskriterien für die zu analysierenden Mischphasen	25
7.3	Analyse des Einflusses unterschiedlicher Prozessparameter auf die unterschiedlichen Mischphasen	27
7.3.1	Konventionelle Mischungsherstellung	28
7.3.2	„Upside Down“-Mischungsherstellung	36
7.3.3	Scale -Up	37
7.4	Einfluss der Prozessparameter während der Mischungsherstellung auf die Compoundqualität	38
7.4.1	Zugprüfung	39
7.4.2	Mooney-Viskosität	40
7.4.3	Dispersion	41
8	ABLEITUNG VON OPTIMIERUNGSSTRATEGIEN	44
8.1	Signifikanzanalyse für die Herstellung von Naturkautschukmischungen im Innenmischer	44
8.1.1	Untersuchung der Signifikanz der Prozessparameter auf die Mastikationsphase	45
8.1.2	Untersuchung der Signifikanz der Prozessparameter auf die Rußinkorporationsphase	46
8.2	Optimierung der Prozessparameter für die Herstellung von Naturkautschukmischungen	47
8.3	Heuristische Regeln zur Gestaltung optimaler Mischprozesse	49

9	ABGELEITETE EMPFEHLUNGEN ZUR OPTIMIERUNG DES MISCHPROZESSES	51
10	FAZIT UND AUSBLICK	52
11	PLAN ZUM ERGEBNISTRANSFER IN DIE WIRTSCHAFT	55
11.1	Geplante spezifische Transfermaßnahmen während der Projektlaufzeit	55
11.2	Geplante spezifische Transfermaßnahmen nach Abschluss des Vorhabens	57
12	EINSCHÄTZUNG DER REALISIERBARKEIT DES VORGESCHLAGENEN UND AKTUALISIERTEN TRANSFERKONZEPTS	61
13	WISSENSCHAFTLICH-TECHNISCHER UND WIRTSCHAFTLICHER NUTZEN DER ERZIELTEN ERGEBNISSE FÜR KMÜ.....	62
13.1	Wissenschaftlich-technischer Nutzen	62
13.2	Aussagen zur voraussichtlichen industriellen Nutzung der FuE-Ergebnisse nach Projektende..	63
14	ERGÄNZENDE HINWEISE ZUM FORSCHUNGSVORHABEN.....	64
14.1	Einsatz von Geräten und wissenschaftlich-technischem Personal	64
14.2	Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit.....	64
15	ABKÜRZUNGEN, FORMELZEICHEN, INDIZES.....	65
15.1	Abkürzungen	65
15.2	Formelzeichen.....	65
15.3	Indizes.....	65
16	LITERATUR.....	66
17	ANHANG.....	69
17.1	Liste der Veröffentlichungen.....	69
17.2	Liste der studentischen Arbeiten	69
17.3	Übersicht der Prozessparametervariation am Innenmischer.....	75
17.4	Verwendeter Programmcode	77
17.4.1.1	Multiple Lineare Regression Compoundqualitäten in R	77
17.4.1.2	Multiple Lineare Regression Fingerprint in R.....	78

1 ZUSAMMENFASSUNG

Kautschukmischungen bestehen aus unterschiedlichen Mischungsbestandteilen, die sich in die Gruppen Kautschuk, Füllstoffe, Weichmacher, Spezialchemikalien und Vernetzungssystem unterteilen lassen. Um die unterschiedlichen Bestandteile zu vermischen, können Innenmischer oder Walzwerke eingesetzt werden. Die Herstellung von Kautschukmischungen im Innenmischer erfolgt heutzutage aufgrund der hohen Reproduzierbarkeit des Mischprozesses und der im Vergleich zur Mischungsherstellung auf dem Walzwerk geringeren Staubbelastung nahezu ausschließlich im Innenmischer.

Aufgrund der Vielzahl an unterschiedlichen zur Verfügung stehenden Chemikalien, zahlreichen möglichen Prozessparametern (z. B. Rotortemperatur, Temperierung der Mischkammer und der Rotoren) sowie Randbedingungen während der Mischungsherstellung (z. B. Vermeidung des Anvernetzens von Kautschukmischungen oder des Überschreitens der Maximallast) müssen vor der Herstellung von Kautschukmischungen Mischvorschriften entwickelt werden. Diese enthalten Angaben zur Zugabereihenfolge der Mischungskomponenten und relevanten Prozessparametern. Die Entwicklung von Mischvorschriften erfolgt insbesondere in kmU empirisch und basiert größtenteils auf Fachwissen. Folglich ist die Entwicklung der Mischvorschrift häufig mit einem hohen Zeitaufwand und deswegen großen wirtschaftlichen Optimierungspotential verbunden.

Das Ziel des Forschungsvorhabens „phasenoptimiertes Mischen“ war es, eine Methodik zum Design optimaler Mischprozesse hinsichtlich Mischzeit und -qualität im Innenmischer zu entwickeln. Dazu wurde der Mischprozess untersucht, sodass relevante Mischphasen in Abhängigkeit der verwendeten Rezeptur detektiert werden konnten. Untersucht wurde der Mischprozess am Beispiel einer Naturkautschukmischung, einer Ethylen-Propylen-Dien-Mischung sowie einer Acryl-Nitril-Butadienmischung. Alle Rezepturen wurden konventionell verarbeitet. Folgende Mischphasen wurden als relevant detektiert und im weiteren Projektverlauf experimentell analysiert:

- Einzug ohne Stempel
- Einzug mit Stempel
- Mastikation (bei der Herstellung von Naturkautschukmischungen)
- Füllstoffinkorporation
- Füllstoffdispersion
- Zugabe und Einarbeitung des Vernetzungssystems

Zusätzlich wurde die Ethylen-Propylen-Dien-Mischungen „upside down“ verarbeitet. Dies bedeutet, dass die Füllstoffe zuerst in den Mischkammer eingegeben werden und anschließend nahtlos die Polymerzugabe erfolgt. Die sich ergebenden Mischphasen lauteten:

- Einzug ohne Stempel
- Füllstoffinkorporation
- Füllstoffdispersion
- Zugabe und Einarbeitung des Vernetzungssystems

Um Wirkzusammenhänge zwischen den Prozessparametern und der daraus resultierenden Prozessführung im Innenmischer sowie den Compound- und Endprodukteigenschaften zu ermitteln, wurden die Prozessparameter Rotordrehzahl (40 1/min, 80 1/min), Mischkammer- und Rotortemperatur (30 °C, 70 °C) jeweils in zwei Faktorstufen variiert. Darüber hinaus wurde die Auswirkung einer veränderten Mastikationsdauer für Naturkautschuk (30 s, 60 s, 90 s) analysiert. Es konnte gezeigt werden, dass alle untersuchten Prozessparameter einen Einfluss auf die Prozessführung im Innenmischer hatten. Als besonders bedeutend stellte sich die Mischphase „Füllstoffinkorporation“ heraus. Dies beeinflusste maßgeblich die Gesamtmischdauer. Weiterhin beeinflussten die Füllstoffinkorporation und -dispersion die Qualität der Endprodukte. Die Analyse der Herstellung einer Naturkautschukmischung, die den Standardruß N550 enthielt, zeigte beispielhaft, dass die Mischdauer für die Rußinkorporation bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C nach einer Mastikationsdauer von 30 s ca. 140 s betrug. Eine Erhöhung der Mischkammer- und Rotortemperatur auf je 70 °C bei sonst gleichbleibenden Prozessparametern resultierte darin, dass die Rußinkorporationsdauer auf 42 s abfiel. Ferner konnte gezeigt werden, dass auch die vorgeschaltete Mastikation einen entscheidenden Einfluss auf die Mischdauer, die zur vollständigen Inkorporation benötigt wurde, hatte. Wurde die Mastikationsdauer bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C und einer Rotordrehzahl von 40 1/min von 30 s auf 90 s angehoben, sank die Rußinkorporationsdauer auf 54 s. Neben dem Einfluss der Verarbeitungsparameter auf die Prozessführung im Innenmischer hatten diese auch eine Auswirkung auf die Rußdispersion. Es wurde festgestellt, dass sowohl die Anlagentemperierung als auch die Rotordrehzahl und Mastikationsdauer einen Einfluss auf die Rußdispersion hatten. Wurde beispielsweise die Rotordrehzahl bei einer Anlagentemperierung von je 70 °C von 40 1/min auf 80 1/min erhöht, konnte eine höhere Anzahl an Fehlstellen (undispersierte Mischungsbestandteile) detektiert werden. Die Anzahl an Fehlstellen im Größenbereich von 2-5 µm stieg von vier auf acht an. Zusätzlich konnten bei einer Rotordrehzahl von 80 1/min drei Fehlstellen in einem Größenbereich von 5 bis 10 µm detektiert werden.

Darüber hinaus konnten folgende essentielle Ergebnisse gemacht werden:

- Die räumliche Homogenität der Dispersion im Mischgut ist mindestens so wichtig wie deren mittlere Güte.
- Während der Mischungsherstellung kann eine kritische Schubspannung nicht überschritten werden. In Folge dessen bleibt das Rotordrehmoment auch bei einer Drehzahlsteigerung konstant.
- Es existiert ein Zielkonflikt zwischen einer schnellen Inkorporation (niedrige Viskosität) und einer guten Dispersion (hohe Viskosität und damit hohe Spannungen).
- Eine ausreichend gute Rußdispersion ($> 2 \mu\text{m}$) ist entscheidend für die Mischungsqualität. Die systematische Analyse der Mischkurven erlaubte keine Schlussfolgerung auf etwaige Totwassergebiete in der Mischkammer.

Das Scale-Up der experimentellen Analysen von einem Laborinnenmischer mit einem Mischkammervolumen von 1,5 l auf einen Innenmischer mit einem Mischkammervolumen von 5 l zeigte, dass eine Übertragung der phasenoptimierten Mischweise möglich war. Zudem wurde deutlich, dass der Einfluss der Prozessparameter auf die Proessführung im Innenmischer ähnlich war. Es konnte gezeigt werden, dass die Dauer der Rußinkorporation bei gleichbleibender Rezeptur, aber auf das veränderte Mischkammervolumen angepassten Füllgrad, noch immer maßgeblich von der Rotordrehzahl, der Anlagentemperierung, wie auch der Mastikationsdauer abhängig war. Wurde beispielsweise die Mastikationsdauer von 30 s auf 90 s angehoben, sank die Rußinkorporationsdauer um 90 s ab.

Basierend auf den Analyseergebnissen wurden lineare Regressionen durchgeführt, um Optimierungsmöglichkeiten für den Mischprozess zu identifizieren. Das Ziel war es, die benötigte Mischdauer und damit die Energieeffizienz des Mischprozesses zu senken. Nachfolgend wird eine Auswahl heuristischer Zusammenhänge dargestellt, die beispielsweise für eine Naturkautschuk-N550-Mischung abgeleitet werden konnten:

- Eine Verkürzung der Gesamtmischdauer kann bei niedrigen Anlagentemperaturen (Mischkammer- und Rotor je 30 °C) und einer niedrigen Rotordrehzahl (40 1/min) durch Verlängerung der Mastikationsdauer realisiert werden.
- Werden Mischungen bei niedrigen Anlagentemperaturen und hohen Rotordrehzahlen (80 1/min) hergestellt, sollte die Mastikationsdauer möglichst kurz gewählt werden, um die Gesamtmischdauer zu reduzieren.
- Beträgt die Mischkammer- und Rotortemperatur je 70 °C, sollte unabhängig von der gewählten Rotordrehzahl die Mastikationsdauer möglichst kurz gewählt werden, um die Gesamtmischdauer zu verkürzen.

Das Ziel des Forschungsvorhabens wurde erreicht.

2 EINLEITUNG

Die diskontinuierliche Mischungsherstellung im Innenmischer bildet die Grundlage für die Herstellung hochwertiger Gummiprodukte für Anwendungen in zahlreichen Bereichen (z. B. Automobilindustrie, Luft- und Raumfahrt, Maschinenbau). Kautschukmischungen bestehen aus verschiedenen Komponenten. Zu nennen sind das Polymer, Füllstoffe, Weichmacher, Verarbeitungshilfsmittel, Alterungsschutzmittel, Vernetzungsmittel sowie erforderliche Spezialchemikalien [Abt18]. Aufgrund der zahlreichen zur Verfügung stehenden Rohstoffe sind die Eigenschaften von Kautschukmischungen in einem weiten Bereich einstellbar. Die hohe Anzahl an unterschiedlichen Rohstoffen führt dazu, dass bis zu 10.000 verschiedene Mischungsrezepturen in der Kautschukindustrie eingesetzt werden. Die Rezepturen basieren auf mehr als 30 Kautschukarten [Dic14, LBG89]. Innerhalb jeder Kautschukart gibt es wiederum eine große Anzahl verschiedener Typen, die jeweils eigene Spezifikationen in Bezug auf Molekulargewicht und Molekulargewichtsverteilung aufweisen. Zusätzlich dazu existieren zahlreiche unterschiedliche Füllstoffe. Alleine im Bereich der Rußfüllstoffe wird zwischen 42 verschiedenen Standardtypen unterschieden [Dic14]. Die einzelnen Mischungsbestandteile unterscheiden sich in ihrer chemischen Zusammensetzung, dem Aggregatzustand, der Viskosität und der Partikelgröße [McK62].

Neben der Vielzahl an Mischungsbestandteilen weist auch der Mischprozess eine Vielzahl an Variationsmöglichkeiten (Anlagentemperierung, Rotordrehzahl, hohe Anzahl an diskreten Einstellungsoptionen, mögliche zeitliche Variation aufgrund des diskontinuierlichen Prozesses, zahlreiche Optionen des Timings der Zugabe der Bestandteile) auf. Dies macht den Mischungsprozess sehr komplex und wird zusätzlich durch Randbedingungen wie die maximal zulässige Temperatur der Mischung begrenzt. Ferner müssen die Prozessparameter während der Mischungsherstellung so eingestellt werden, dass die Maximalleistung des Innenmischers nicht überschritten wird, damit Schäden an der Anlagentechnik vermieden werden können und der Mischvorgang nicht zwangsläufig unterbrochen und verworfen werden muss.

Um den komplexen Prozess der Mischungsherstellung zu bewältigen, existieren Mischvorschriften. Diese basieren häufig auf Expertenwissen und müssen für unterschiedliche Rezepturen und verschiedene Anlagentypen individuell erstellt werden. Neben dem notwendigen Know-how in der Mischungsherstellung ist der Zeitaufwand für die empirische Prozessentwicklung hoch [Hab16].

Um den Mischprozess zukünftig systematischer zu entwickeln und zu optimieren, ist es notwendig, diesen zu analysieren und zu verstehen. Um den Mischprozess zu untersuchen, kann dieser in verschiedene Phasen unterteilt werden. Grundsätzlich kann zwischen der Produktion des Masterbatches und der finalen Mischung unterschieden werden [RS13]. Eine weitere

Unterteilung des Mischprozesses in verschiedene Mischphasen hängt von dem zu verarbeitenden Polymer ab. Wird z. B. Naturkautschuk verarbeitet, so können die Mischphasen Zuführung des Polymers, Mastikation, Zugabe des Weichmachers und der Füllstoffe, Einarbeitung aller eingegebenen Rezepturbestandteile und Mischungshomogenisierung identifiziert werden. Anschließend werden Vernetzungschemikalien zugegeben und im Compound verteilt.

Die Analyse des Mischprozesses befähigt Kautschukcompondeure und damit insbesondere kmU dazu, die bestehenden Mischprozesse zu optimieren. Dafür sind keine umfangreichen Modifikationen der bestehenden Anlagentechnik oder große Investitionen in neue Anlagentechnik erforderlich. Vielmehr sind große Einsparungen durch die systematische Entwicklung bzw. Optimierung der Mischprozesse möglich.

3 ZIELSETZUNG UND LÖSUNGSWEG

Das Ziel des Forschungsvorhabens war es, eine Methodik zum Design optimaler Mischprozesse hinsichtlich der Mischzeit und -qualität im Innenmischer zu erarbeiten. Damit die Mischzeit bestehender, nicht optimierter Mischprozesse bei gleichbleibender Compoundqualität reduziert werden kann und damit die Anlagenproduktivität steigt, sollte die Methodik auf einer phasenoptimierten Anpassung der Prozessparameter des industriell besonders häufig genutzten ineinandergreifenden Innenmischers basieren. Ferner sollte die Methodik so gestaltet sein, dass eine Optimierung der Mischprozesse weitestgehend unabhängig von den Mischungsbestandteilen und der Mischergröße möglich ist.

Hierbei ergaben sich verschiedene Fragestellungen. Zuerst musste untersucht werden, welche Mischphasen für den Mischprozess relevant sind und inwiefern es möglich ist, einzelne Mischphasen im Fingerprint zu detektieren und voneinander zu separieren. Ferner mussten Qualitätskriterien für den Mischprozess definiert werden. Diese dienten als Grundlage für die nachfolgende Optimierung. Anschließend waren experimentelle Untersuchungen erforderlich, um den Einfluss unterschiedlicher Prozessparameter auf die Mischphasen zu analysieren. Um die Mischversuche auszuwerten, wurden die während der Mischungsherstellung aufgezeichneten Messschriebe ausgewertet. Ferner wurden die Compoundqualitäten der hergestellten Kautschukmischungen ermittelt. Im Anschluss daran wurde der Einfluss der Mischphasenoptimierung auf die folgenden Mischphasen analysiert und die Vorgehensweise des phasenoptimierten Mischens auf weitere Rezepturen übertragen. Um die Systematik der phasenoptimierten Mischungsherstellung möglichst allgemeingültig aufzubauen, wurde diese im Anschluss auf eine andere Mischergröße übertragen, bevor eine Methodik zur phasenoptimierten Mischungsherstellung erarbeitet wurde.

In diesem Bericht werden die erzielten Ergebnisse des Forschungsvorhabens „Entwicklung einer Methodik für das Design einer phasenoptimierten Mischungsherstellung im ineinandergreifenden Kautschukinnenmischer“ erläutert. Zunächst wird in Kapitel 4 auf den Verfahrensablauf der Mischungsherstellung, Herausforderungen bei der Mischungsherstellung im Innenmischer sowie die Unterteilung des Mischprozesses in unterschiedliche Mischphasen eingegangen. Anschließend werden in Kapitel 5 die verwendeten Materialien und die verwendete Anlagentechnik erläutert. Bei den im Rahmen des Forschungsvorhabens verwendeten Polymeren handelte es sich um einen Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk (EPDM), einen Naturkautschuk (NR) sowie einen Acrylnitril-Butadien-Kautschuk (NBR). Zusätzlich zu den verschiedenen Polymeren wurden die Standardrußsorten N330 und N550 in unterschiedlichen Anteilen eingesetzt. In Kapitel 6 werden die Methoden zur Untersuchung der

Qualität der Kautschuke bzw. der daraus gefertigten Elastomer-Formteile beschrieben. In Kapitel 7 werden die Ergebnisse der Forschungstätigkeiten diskutiert.

4 GRUNDLAGEN ZUR HERSTELLUNG VON KAUTSCHUKMISCHUNGEN IM INNENMISCHER

Kautschukcompounds können kontinuierlich oder diskontinuierlich hergestellt werden. Während Kautschuke in Spezialmischextrudern kontinuierlich verarbeitet werden, werden der Innenmischer oder das Walzwerk für die diskontinuierliche Herstellung von Kautschukcompounds verwendet [RS13]. Aufgrund der u.a. geringeren Staubbelastung und des einfacheren Handlings werden heutzutage präferiert Innenmischer zur Kautschukmischungsherstellung verwendet.

4.1 Mischungsherstellung im Innenmischer

Ein Innenmischer kann in drei Bereiche unterteilt werden, die Beschickungseinheit, den Mischbereich sowie die Grundplatte [RS13, Lim12]. Wird die Beschickungsklappe geöffnet, kann Material über den Füllschacht in die Mischkammer eingegeben werden. Das sich im Beschickungsbereich befindende Material wird mittels eines druckbeaufschlagten Stempels in die Mischkammer gepresst [RS13]. Zudem verschließt der Stempel die Mischkammer, sodass das Material nicht mehr austreten kann und alle Mischungskomponenten am Mischprozess teilnehmen. Der Mischbereich besteht aus der Mischkammer, in der sich zwei Rotoren befinden. Es existieren sowohl tangierende als auch ineinandergreifende Rotoren. An der Unterseite der Mischkammer befindet sich die Auswurfklappe. Mittels dieser Klappe wird das fertig gemischte Compound in einen Auffangbehälter ausgeworfen.

Damit die Mischungsbestandteile möglichst homogen miteinander vermischt werden können, sind Umlagerungen des Mischguts innerhalb der Mischkammer notwendig [Lim12]. Aus diesem Grund ist ein freies Volumen unerlässlich, sodass Innenmischer ausschließlich teilgefüllt betrieben werden sollten [Lim12, Nak00]. Während des Mischprozesses wirken Scher- und Dehnkräfte auf das Mischgut, was zu Dissipation führt und somit eine Erhöhung der Mischguttemperatur zur Folge hat [Lip19, Ebe81]. Zur besseren Kontrolle der Mischguttemperatur sind sowohl Rotoren als auch die Mischkammerwände temperierbar [Ebe81].

4.2 Mischaufgaben während der Mischungsherstellung

Eine Herausforderung des Mischprozesses ist es, dass unterschiedliche Materialien in verschiedenen Zuständen (z. B. Ballen, Pulver, Granulat, flüssige Form) in die Mischkammer eingegeben werden und zu einem homogenen Compound verarbeitet werden müssen. Um dieser Anforderung gerecht zu werden, ist eine Kombination aus laminarem, dispersivem und distributivem Mischen erforderlich. Beim letzteren werden die einzelnen Partikel der

verschiedenen Mischbestandteile durch äußere Kräfte gegeneinander verschoben und so durchmischt. Dabei ändert sich die Größe der Partikel nicht [RS13]. Verursacht wird das laminare Mischen durch Dehn- und Scherströmungen in der Mischkammer. Treten in der Mischkammer hohe Schubspannungen und Dehnströmungen auf, kommt es durch dispersive Mischvorgänge zu einer Zerteilung von Partikeln [Lip19].

Zu Beginn des Mischprozesses muss eine Verteilung der Mischungskomponenten untereinander erfolgen (distributives Mischen). Nach der Zugabe von Füllstoffen (z. B. Ruß) muss dispersiv gemischt werden, um Agglomerate zu zerteilen und die Existenz undispergierter Partikel im Compound zu verhindern. Andernfalls könnten verbleibende Agglomerate zu Fehlstellen im Endprodukt führen.

4.3 Unterteilung des Mischprozesses in unterschiedliche Mischphasen

Der Mischprozess kann in verschiedene Mischphasen mit unterschiedlichen Mischaufgaben unterteilt werden (Abb. 4.1). Im ersten Mischschritt werden Masterbatche hergestellt. Nach der Zugabe des Polymers in die Mischkammer wird dieses mastiziert, sofern es sich nicht um ein synthetisches Polymer handelt. Ist die Mastikation abgeschlossen, werden Füllstoffe, Additive und Weichmacher zugegeben. Die Füllstoff- und Weichmacherinkorporation schließen sich an. Nach Abschluss der Masterbatchproduktion wird das Vernetzungssystem zugegeben. Die Inkorporation der zugegebenen Vernetzungsmittel schließt sich an [Lim12].

Während der Mischungsherstellung wird ein Messschrieb (Fingerprint) aufgezeichnet (Abb. 4.2). Diesem können alle wesentlichen eingestellten und resultierenden Prozessgrößen entnommen werden. Die Prozessgrößen, die vom Bediener eingestellt werden können, sind die Rotor- und Mischkammertemperatur, die Rotordrehzahl und die Mischdauer. Wichtige sich daraus ergebende Prozessgrößen sind der Stempelweg, der eingebrachte Strom, die eingebrachte Leistung und die spezifische Energie. Die Genauigkeit des Fingerprints ist abhängig von der Abtastrate. Um einen möglichst genauen Messschrieb zu erhalten, sollte die Abtastrate möglichst gering sein (z. B. 1 s).

4.4 Herausforderungen bei der Mischungsherstellung im Innenmischer

Die Mischungsherstellung zeichnet sich durch eine große Vielfalt an unterschiedlichen Mischungsrezepturen aus. Die Eigenschaften von Kautschukprodukten sind größtenteils anwendungsspezifisch einstellbar. Diese Variabilität basiert zum Teil darauf, dass mehr als 30 Kautschuksorten existieren [Dic14]. Wiederum sind von jeder Kautschuksorte eine Vielzahl unterschiedlicher Polymertypen mit eigenen Spezifikationen hinsichtlich Molekulargewicht und Molekulargewichtsverteilung erhältlich. Einer der wirtschaftlich wichtigsten synthetischen Polymere ist Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk. Alleine von dieser Kautschuksorte werden

Unterteilung des Mischprozesses in Mischphasen

1 Produktion eines Masterbatches

Polymer

Füllstoff, Aditive, Weichmacher

Mastikation des Polymers

Füllstoffinkorporation

Weichmacherinkorporation

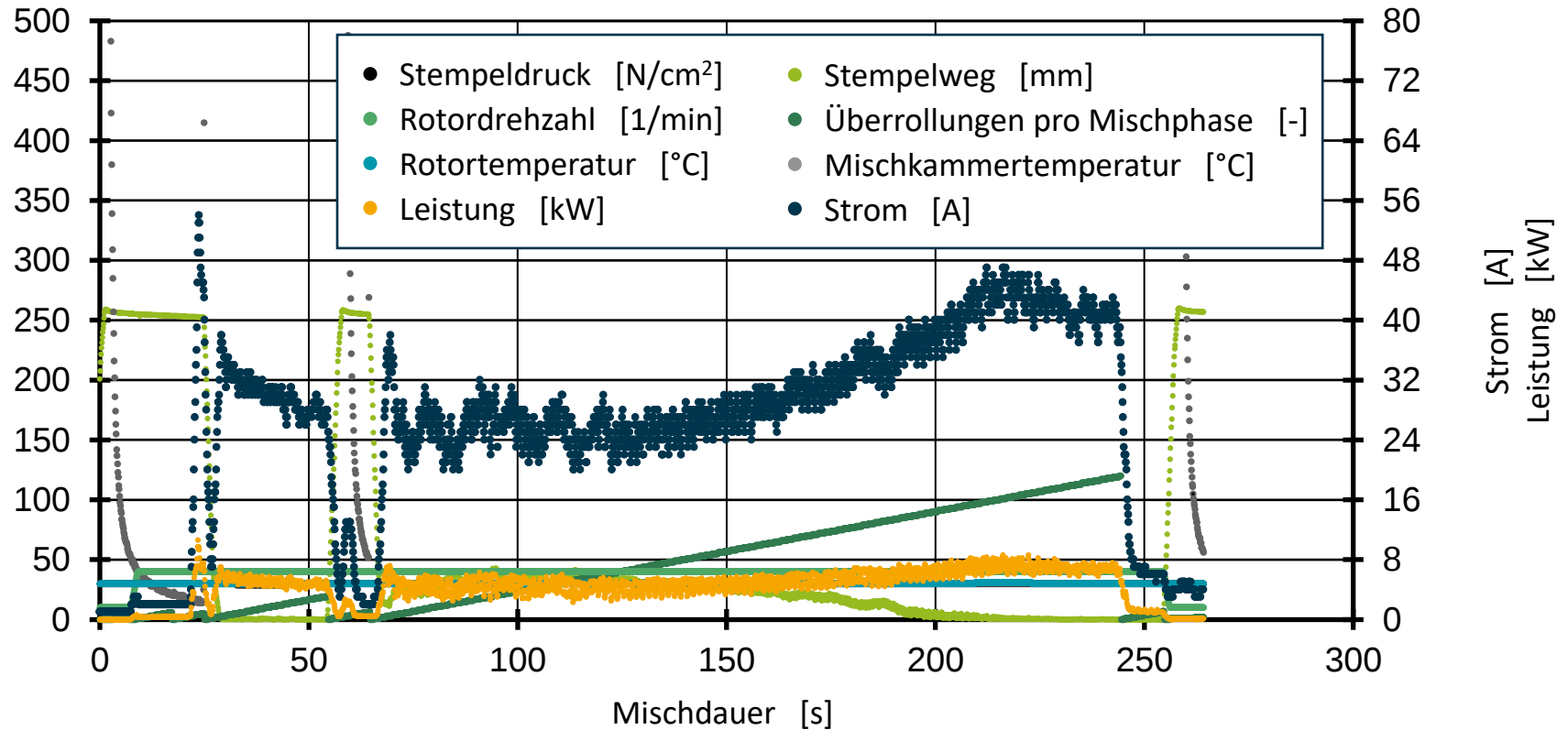
2 Produktion des fertigen Compounds

Masterbatch, Vernetzungssystem

Inkorporation der Vernetzungsmittel

[Lim12]

Fingerprint



circa 150 verschiedene Typen genutzt. Darüber hinaus werden zahlreiche unterschiedliche Füllstoffe und Additive verwendet. Vom wichtigsten Füllstoff Ruß sind 42 unterschiedliche Typen verfügbar [Dic14].

Neben der großen Rezepturvielfalt ist die Mischungsherstellung im Innenmischer nicht trivial. Insbesondere die Führung der Compoundtemperatur ist entscheidend für die Mischungsqualität. Ist die Compoundtemperatur vor der Rußzugabe zu hoch, können nur geringere Scher- und Dehnspannungen in die Mischung eingebracht werden und Rußagglomerate verbleiben in der Mischung. Während der Mischungsherstellung darf darüber hinaus eine maximale Compoundtemperatur nicht überschritten werden, da andernfalls die Mischung bereits in der Mischkammer vernetzen könnte. Ferner darf die maximale elektrische Last des Innenmischers nicht überstiegen werden, da es andernfalls zu Prozessabbrüchen und damit zu Produktionsverzögerungen kommt. Folglich sollte die Mischungstemperatur weder zu hoch, noch zu niedrig sein.

Zu jeder Rezeptur gehört eine spezifische Mischvorschrift, die in den Unternehmen weitestgehend empirisch entwickelt wird. Neben dem notwendigen Fachwissen zur Mischungsherstellung ist der zeitliche Aufwand für die empirische Prozessentwicklung hoch. Zudem ist die empirische Entwicklung einer Mischvorschrift oftmals nicht wirtschaftlich. Zum einen, weil die Entwicklung iterativ erfolgt und damit häufig langwierig ist: zum anderen, weil die finale Entwicklung der Mischvorschrift auf Produktionsanlagen erfolgen muss. Der Materialverbrauch hierfür ist sehr hoch, da häufig nur Innenmischer mit einem großen Mischkammervolumen zur Verfügung stehen. Darüber hinaus muss der Produktionsprozess unterbrochen werden. Über Jahre entstandene und gewachsene Mischvorschriften werden daher meist nicht mehr hinterfragt oder lediglich bezüglich Zusammensetzung, Mischzeit und der Compoundqualität weiter optimiert.

4.5 Herausforderungen bei der Analyse des Mischprozesses im Innenmischer

Der Mischprozess im Kautschukinnenmischer gleicht einer Black Box. Nach der Zugabe der Mischungsbestandteile in die Mischkammer wird diese verschlossen. Während des Mischprozesses ist es nicht möglich, die Mischvorgänge in der Mischkammer zu beobachten. Um den Mischprozess zu beschreiben, wurden bisher verschiedene experimentelle und simulative Ansätze verfolgt.

Die simulative Analyse des Mischprozesses hat den Vorteil, dass keine praktischen experimentellen Untersuchungen durchgeführt werden müssen. Diese sind häufig zeit- und materialintensiv. In der Vergangenheit ist es beispielsweise gelungen, die Strömungsvorgänge im zweidimensionalen Raum in Abhängigkeit der Rotordrehzahl und der Höhe der Rotorflügel zu simulieren. Hierzu wurde die Annahme getroffen, dass die Mischkammer vollständig gefüllt

ist [BC58]. Nachteilig ist, dass die simulative Beschreibung des Mischprozesses oftmals unter vereinfachenden Annahmen durchgeführt werden. Diese sind z. B. [BC58, FP85, KW89, MBR80, MR79, YK90]:

- Vollgefüllte Mischkammer
- Isotherme Prozessbedingungen
- Modellierung des Kautschuks als newtonsches Fluid
- Vereinfachte Rotorgeometrie
- Wandhaftung

Darüber hinaus gab und gibt es Bestrebungen, den Kautschukmischprozess experimentell zu untersuchen. Eine mögliche Herangehensweise ist es, eine durchsichtige Mischkammer zu nutzen. Beispielsweise beobachteten *Freakley und Wan Idris* so die Fließbewegungen von Silikonkautschuk [FW79]. Auch gab es Analysen des Kautschukmischprozesses unter Einsatz geringerer Rußanteile (1-5 phr). Gezeigt werden konnte, dass die Füllstofffeinarbeitung abhängig von der Rotorgeometrie ist und dass der Ruß sich nach dessen Zugabe zuerst an der Mischkammerwand ablagert. Erst im Anschluss daran wird dieser inkorporiert [MW87]. Darüber hinaus existieren zahlreichen weitere Arbeiten, die die experimentelle Analyse von Mischprozessen beschreiben [z. B. Cot85, KW 96, LBG89, Lim12, MS91].

Eine Übertragbarkeit der experimentellen Ergebnisse ist aufgrund verschiedener Herausforderungen eingeschränkt:

1. Verwendung von Ersatzmaterialien für das Compound [Lip19]
2. Keine uneingeschränkte, rezepturübergreifende Übertragbarkeit der Analyseergebnisse
3. Andere Haftungseigenschaften des Compounds an transparenten Mischkammern als an herkömmlichen Mischkammern [Lip19]

Um aussagekräftige Erkenntnisse zu erzielen, sollten für experimentelle Untersuchungen einfach aufgebaute Mischungen verwendet werden, die aber qualitativ und quantitativ industriell verwendeten Mischungen möglichst nahe sind. Nur so können allgemeine Zusammenhänge zwischen eingestellten Prozessparametern und dem resultierenden Mischprozess zu detektieren.

5 HERSTELLUNG VON KAUTSCHUKMISCHUNGEN

Hergestellt wurden Kautschukmischungen im Innenmischer mit drei unterschiedlichen Polymeren sowie zwei verschiedenen Rußsorten und Rußanteilen bei unterschiedlichen Prozessparametern.

5.1 Bestandteile der hergestellten Kautschukmischung

Um eine überaus hohe industrielle Relevanz der Rezepturen sicherzustellen, wurden gemeinsam mit dem Projektbegleitenden Ausschuss (PbA) drei Polymere ausgewählt: ein Naturkautschuk (NR), ein Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk (EPDM) sowie ein Acryl-Butadien-Kautschuk (NBR). Hierbei fanden besonders praxisnahe Rezepturen eine besondere Berücksichtigung. Die Rezepturen enthielten kein Verarbeitungshilfsmittel in Form von Öl, um den Prozess der Rußinkorporation und -dispersion isoliert betrachten zu können. Für jedes Polymer wurde eine individuelle Rezeptur entwickelt. Die Polymere NR und EPDM wurden mit zwei verschiedenen Rußsorten (N330, N550) verarbeitet, um den Einfluss des Rußes auf die Verarbeitung zu ermitteln. Alle Rezepturen basierten auf einem schwefelhaltigen Vernetzungssystem. Die Rußsorte N330 kam hierbei als hochaktiver Füllstoff zum Einsatz. Der Standardruß N550 zeichnet sich lediglich durch eine mittlere Aktivität aus.

Für die experimentelle Analyse des Naturkautschukprozesses wurde eine Naturkautschuktype mit einer kontrollierten Viskosität von 60 ME bei einer Prüftemperatur von 100 °C verwendet. Die vollständige Rezeptur kann Tabelle 5.1 entnommen werden.

Komponente	Handelsname		Hersteller	Anteil [phr]
Polymer	SMR CV 60		Resinex Germany GmbH, Zwingenberg	100,0
Standardruß	N330	N550	Cabot GmbH, Rheinfelden	50,0
Verarbeitungshilfsmittel	Stearinsäure C18		Emery Oleochemicals GmbH, Düsseldorf	2,0
Alterungsschutz	Vulkanox 4010 NA		Lanxess Deutschland GmbH, Köln	2,0
Vulkanisationsaktivator	Zinkoxid Aktiv			5,0
Vulkanisations- beschleuniger	Rhenogran MPTD-70			0,5
	Rhenogran CBS-80			1,0
Vernetzungsmittel	Rhenogran S-80			1,5

Tabelle 5.1: Verwendete NR-Rezeptur

Vorversuche ergaben, dass für die Analyse der EPDM-Mischungsherstellung eine ölverstreckte EPDM-Type genutzt werden sollte, um eine zuverlässige, vollständige und kontinuierliche Entleerung der Mischkammer sicherzustellen. Die verwendete Rezeptur zur Herstellung der EPDM-Mischungen kann Tabelle 5.2 entnommen werden.

Komponente	Handelsname	Hersteller	Anteil [phr]	
Polymer	Keltan 7752C	Arlanxeo Netherlands B.V., Geelen, Niederlande	100,0	
Standardruß	N550	Cabot GmbH, Rheinfelden	25,0	50,0
	N330		50,0	
Verarbeitungshilfsmittel	Stearinsäure C18	Emery Oleochemicals GmbH, Düsseldorf	2,0	
Vulkanisationsaktivator	Zinkoxid Aktiv	Lanxess Deutschland GmbH, Köln	4,0	
Vulkanisations- beschleuniger	Rhenogran ZBEC-70		1,5	
	Rhenogran TBBS-80		1,5	
Vernetzungsmittel	Mahlschwefel	Solvay GmbH, Hannover	0,5	

Tabelle 5.2: Verwendete EPDM-Rezeptur

Im Vorfeld wurden Untersuchungen mit einer NBR-Type mit einer hohen Viskosität durchgeführt. Diese ergaben, dass die Kautschuktype aufgrund regelmäßiger Überschreitung der Leistungsgrenze des Innenmischer nicht verarbeitet werden kann. Aufgrund dessen wurde im Rahmen des Forschungsvorhabens eine NBR-Type mit einer Mooney-Viskosität von 30 ME (ML 1+4/100 °C) verwendet [URL21]. Die verwendete Rezeptur kann Tabelle 5.3 entnommen werden.

Komponente	Handelsname	Hersteller	Anteil [phr]
Polymer	Krynac 3330	Arlanxeo Deutschland GmbH, Köln	100,0
Standardruß	N550	Cabot GmbH, Rheinfelden	50,0
Verarbeitungshilfsmittel	Stearinsäure C18	Emery Oleochemicals GmbH, Düsseldorf	2,0
Vulkanisationsaktivator	Zinkoxid Aktiv	Lanxess Deutschland GmbH, Köln	5,0
Vulkanisations- beschleuniger	Vulcacit CZ/C		1,5
Feuchtigkeitsabsorber/ Vernetzungsregler	Rhenofit F		10
Vernetzungsmittel	Mahlschwefel	Solvay GmbH, Hannover	2,0

Tabelle 5.3: Verwendete NBR-Rezeptur

5.2 Verwendete Anlagentechnik

Die Kautschukmischungen wurden in einem Innenmischer des Typs GK 1.5 E der Harburg-Freudenberger Maschinenbau GmbH, Freudenberg, Deutschland, mit einem Mischkammervolumen von 1,5 l hergestellt. Eingesetzt wurde die Rotorgeometrie PES 5. Der Fingerprint wurde mit einer Abtastrate von 0,1 s aufgenommen. Des Weiteren wurden Scale-Up-Versuche auf einem ineinandergreifenden Innenmischer mit einem Mischkammervolumen von 5 l (GK 5E) bei der Harburg-Freudenberg Maschinenbau GmbH, Freudenberg, durchgeführt.

Im Anschluss an den Mischprozess wurden die Kautschukmischungen auf einem Walzwerk des Typs MT 8" x 20" mit stufenlos einstellbarem Walzenspalt der Firma Rubicon Gummitechnik und Maschinenbau GmbH, Halle (Saale), zu einem Fell verarbeitet.

Zur Charakterisierung des Eigenschaftsspektrums wurden vernetzte Probekörper mit einer beheizten hydraulischen Presse des Typs KV 275 der Firma Rucks Maschinenbau GmbH, Glauchau, hergestellt. Gepresst wurden quadratische Probekörper mit Außenabmessungen von 84 x 84 x 2 mm³. Der Pressvorgang fand bei einer Temperatur von 170 °C, einem Pumpendruck von 220 bar und einer mischungsabhängigen Presszeit statt. Diese wurde mit Hilfe des Rubber Process Analyzers (RPA), Alpha Technologies GmbH, Schwabach, ermittelt. Die Zeit, die

benötigt wurde, um einen Vernetzungsgrad von 90 % zu erreichen, entsprach dabei der notwendigen Pressdauer.

5.3 Durchführung der experimentellen Analysen

Als relevante Parameter, die für den Mischprozess ausschlaggebend sind, wurden die Mischkammer (T_M)- und Rotortemperatur (T_R), die Rotordrehzahl, der Füllgrad sowie die Mastikationsdauer (für NR und NBR) identifiziert [z. B. LBG89, Lim12].

Für die Mischkammer- und Rotortemperatur wurden die beiden Temperaturen 30 °C und 70 °C als relevant ermittelt. Somit ergeben sich folgende vier mögliche Temperaturkombinationen: ($T_R=30\text{ °C}|T_M=30\text{ °C}$), ($T_R=30\text{ °C}|T_M=70\text{ °C}$), ($T_R=70\text{ °C}|T_M=30\text{ °C}$), ($T_R=70\text{ °C}|T_M=70\text{ °C}$). Für alle Temperaturkombinationen wurden Versuche bei den Drehzahlen 40 1/min und 80 1/min durchgeführt.

Die untersuchten Füllgrade unterschieden sich in Abhängigkeit der verwendeten Polymertypen, der Anlagentemperatur sowie der Drehzahl. Folgende Füllgrade wurden in Abhängigkeit der verwendeten Polymertypen verwendet (Tabelle 5.4).

Polymertyp	Füllgrad [%]					
NR	70		75		80	
NBR	70	75	80	85	88	
EPDM	60	65	70	75	80	85

Tabelle 5.4: Untersuchte Füllgrade

Ferner wurden die Polymere NR und NBR mastiziert. Eine Mastikation bei NR ist notwendig, um die Polymerketten abzubauen und so die Polymerviskosität zu reduzieren [RS13]. Synthetische Polymere, wozu auch das NBR gehört, werden in der Regel nicht mastiziert. Da es während der experimentellen Untersuchungen wegen des fehlenden Weichmachers in der Rezeptur jedoch immer wieder zu Prozessabbrüchen in Folge des zu hohen benötigten Strombedarfs des Innenmischers kam, wurde NBR für die Versuchsreihen ebenso mastiziert. Verwendet wurden die Mastikationsdauer 30 s, 60 s, 90 s.

Die Gesamtmischdauer war von den unterschiedlichen Prozessparametern Mischkammer- und Rotortemperatur, Rotordrehzahl, Mastikationsdauer und Füllgrad abhängig und konnte deswegen nicht pauschalisiert werden. Eine Übersicht über die Mischphasen mit den jeweiligen Abbruchkriterien kann Tabelle 5.5 entnommen werden.

Mischphase	Abbruchkriterium
Einzug ohne Stempel	Polymer befindet sich vollständig im Beschickungsschacht
Einzug mit Stempel	Stempel befindet sich in Endlage
Mastikation	Eingestellte Mastikationsdauer ist abgelaufen
Rußinkorporation	Stempel befindet sich nach Rußzugabe in Endlage
Rußdispersion	Mischdauer von 50 s nach abgeschlossener Rußinkorporation ist abgelaufen

Tabelle 5.5: Mischphasen und dazugehörige Abbruchkriterien

Nach Abschluss der Rußdispersion wurde das Vernetzungssystem zugegeben und für 60 s eingemischt.

Zusätzlich zu den verschiedenen Prozessparametern wurde die Mischsystematik variiert. Die Herstellung der NR-, NBR- und EPDM-Mischungen erfolgte konventionell. Dies bedeutet, dass zuerst das Polymer in die Mischkammer eingegeben wurde. Falls notwendig, wurde die Mastikation angeschlossen sobald der Stempel seine Endlage erreicht hatte. War diese abgeschlossen, wurde der Stempel wieder in Ausgangslage verfahren und der Ruß in die Mischkammer eingegeben. Nachdem der Stempel abermals seine Endlage erreicht hatte, wurde der Mischprozess für weitere 50 s fortgeführt, bevor die Zugabe des Vernetzungssystems erfolgte und dieses für eine Mischdauer von 60 s eingemischt wurde.

Ferner wurde für die EPDM-Mischungsherstellung der Mischprozess zusätzlich auch „upside down“ durchgeführt. Dabei wurde zunächst der Ruß zugegeben, bevor im Anschluss daran das Polymer in die Mischkammer eingegeben wurde. Erst im Anschluss daran wurde der Stempel in Endlage verfahren (Inkorporationsphase). War diese abgeschlossen, wurde das Vernetzungssystem zugegeben und für weitere 60 s eingemischt, bevor die Mischung ausgeworfen wurde. Vorteilhaft bei der „upside down“-Mischungsherstellung ist die Tatsache, dass meist Mischzeit eingespart werden kann, da ein separater Mischschritt „Rußzugabe“ entfällt.

Des Weiteren wurden für NR- und EPDM-Mischungen (upside down und konventionell) Scale-Up-Versuche durchgeführt. In einem ersten Schritt wurden dafür die identischen Prozessparameter verwendet, die auch bei der Durchführung der experimentellen Untersuchungen auf dem GK 1,5E Anwendung fanden. Anschließend wurden die Prozessparameter Füllgrad und Drehzahl in Anlehnung an bewährte Scale-Up Regeln angepasst (Tabelle 5.6).

Polymertype	NR		EPDM	
Füllgrad [%]	65		65	
Drehzahl [1/min]	32	64	32	64

Tabelle 5.6: Scale-Up Versuche - verwendeter Füllgrad und Drehzahl

Die weiteren Prozessparameter (Anlagentemperierung, NR-Mastikationsdauer, Mischdauer nach vollständiger Rußinkorporation) wurden nicht variiert.

6 ANALYSE DER HERGESTELLTEN KAUSCHUKMISCHUNGEN

Zum einen wurde zur Analyse des Mischprozesses der Messschrieb des Innenmischers (Fingerprint) ausgewertet. Zum anderen erfolgte die Analyse der Compound- und Endprodukteigenschaften. Dem Fingerprint konnten folgende Kenngrößen des Mischprozesses entnommen werden:

- Eingebrachter Strom
- Eingebrachte Leistung
- Eingebrachte spezifische Energie
- Mischguttemperatur
- Stempeldruck
- Stempelweg
- Mischdauer

Darüber hinaus konnten diese Kenngrößen dafür genutzt werden, das Leistungsintegral, die Schwankung der Leistungsamplitude sowie die Stempelabsenkdauer zu ermitteln. Die Analyse der genannten Größen befähigt Kautschukcompondeure dazu, relevante Kenntnisse über den Mischprozess zu erlangen.

Zur Ermittlung der Compound- und Endprodukteigenschaften stehen zahlreiche Verfahren zur Verfügung. Im Rahmen dieses Forschungsvorhabens erfolgte die Analyse der Mooney-Viskosität und die Ermittlung des Vernetzungsverhaltens an der unvernetzten Mischung. Nach Vernetzung der Proben in der Heizpresse und der Herstellung geeigneter Probekörper wurde der Druckverformungsrest, die Härte, die Bruchspannung und -dehnung, der Weiterreißwiderstand sowie die Rußdispersion im Dispertester sowie unter Zuhilfenahme eines topologischen Messgerätes ermittelt.

6.1 Ermittlung der Mooney-Viskosität

Mittels eines Mooney-Scherscheibeviskosimeters vom Typ Mooney MV 2000 der Firma Alpha Technologies, Schwabach, wurde die Mooney-Viskosität des Materials bestimmt. Hierbei handelt es sich um eine gerätespezifische Kenngröße, welche den Widerstand der Makromoleküle gegenüber Scherung definiert [Abt18, Mei97].

Hierzu wurden aus einer gewalzten, unvernetzten Materialprobe zwei runde Scheiben mit einer Materialdicke von maximal 4 mm ausgestanzt. Die Scheiben wurden mittig zwischen zwei Scherscheibenrotoren des Mooney-Viskosimeters eingespannt. Die Materialprobe wurde unter Einhaltung der vorgegebenen Vorwärmzeit aufgeheizt und anschließend bei Prüftemperatur mit einer konstanten Drehzahl von 2 1/min geschert. Die Vorwärmzeit betrug eine Minute. Die

Prüfdauer umfasste vier Minuten bei einer Prüftemperatur von 100 °C [NN18]. Während der Messung wurde das aufgewendete Drehmoment bei ansteigender Materialtemperatur in Mooney-Einheiten erfasst [KPT07, RS13].

6.2 Ermittlung des Druckverformungsrestes

Der Druckverformungsrest (DVR) beschreibt die bleibende Verformung eines Elastomers nach Aufheben einer statischen Druckbelastung. Wird ein Elastomer über einen langen Zeitraum statisch auf Druck belastet, setzen Kriech- und Relaxationsvorgänge ein, die auf viskoelastischen Materialeigenschaften beruhen [RS13].

Für die Ermittlung des DVR bei Raumtemperatur nach der Norm DIN ISO 815-1 wurde eine Druckverformungseinheit, bestehend aus Abstandshaltern, Druckplatten und einer Spannvorrichtung, verwendet [NN16a]. Der Durchmesser des Probenkörpers betrug 13 mm und die Höhe 6 mm. Pro Prüfpunkt wurden 3 Probekörper untersucht. Bei Standard-Labortemperatur (23 °C) wurden diese Probekörper zwischen den Druckplatten um 25 % ihrer ursprünglichen Höhe zusammengedrückt. Nach einer Prüfdauer von 24 Stunden wurden die Probekörper der Druckverformungseinheit entnommen. Die Probenhöhe wurde nach einer Erholungszeit von 30 min gemessen. Die Berechnung des Druckverformungsrestes erfolgte nach Gleichung 1.

$$DVR = \frac{\text{Ursprüngliche Höhe} - \text{Höhe nach Belastung und Erholung}}{\text{Ursprüngliche Höhe} - \text{Höhe des Distanzstückes}} \quad (\text{Gl. 1})$$

6.3 Ermittlung der Härte

Die Härte ist der mechanische Widerstand eines Körpers gegen das Eindringen eines härteren Körpers unter definierter Kraft [Nag04]. Die Eindringtiefe wird bei Elastomeren während der Krafteinwirkung gemessen. Beim Prüfverfahren nach Shore A besteht der Eindringkörper aus einem Kugelstumpf [RS13].

Die Durchführung der Härteprüfung ist in DIN ISO 48-4 festgelegt [NN21]. Die Prüfflächen für die Härteprüfung nach Shore A wiesen eine Probenhöhe von 6 mm auf [NN21]. Die Probekörper wurden aus drei Vulkanisatplatten mit einer Höhe von je 2 mm geschichtet. Die Härtemessung wurde an 3 verschiedenen Stellen durchgeführt. Diese lagen mindestens 5 mm voneinander und 13 mm von den Kanten des Probekörpers entfernt. Die Messdauer betrug 3 s [NN21]. Die Härtemessung erfolgte mit einem Härteprüfgerät des Typs HPE BS 61 II der Firma Bareiss, Oberdischingen, Deutschland.

6.4 Untersuchung der Proben mittels Zugprüfungen

Der Zugversuch dient der Ermittlung der Bruchspannung und -dehnung. Die Proben wurden mithilfe einer Zugprüfmaschine mit konstanter Geschwindigkeit bis zum Reißen gedehnt. Zur Ermittlung der Bruchspannung und -dehnung wurde eine rechnergesteuerte Zugprüfmaschine des Typs Z100 von der Firma ZwickRoell GmbH & Co. KG, Ulm, verwendet. Pro Versuchspunkt wurden fünf ausgestanzte Schulterstäbe des Typs S2 verwendet. Die Prüfung wurde nach DIN 53504 durchgeführt [NN17]. Zum Einspannen der Proben wurden pneumatische Spannbacken und zum Messen der auftretenden Kräfte eine 1 kN Kraftmessdose verwendet. Vor der Prüfung wurden die Dicke und Breite der Probekörper gemessen. Die Zugprüfung wurde mit einer Geschwindigkeit von 200 mm/min bei Raumtemperatur durchgeführt.

6.5 Ermittlung des Weiterreißwiderstandes

Der Weiterreißwiderstand ist definiert als der Quotient aus der Kraft, die ein angeschnittener bzw. winkelförmiger Probekörper dem Weiterreißen entgesetzt, und der Probendicke [RS13]. Einfluss auf den Weiterreißwiderstand haben u. a. Inhomogenitäten und Fehlstellen im Vulkanisat sowie die Vernetzungsdichte, da der Weiterreißwiderstand in Abhängigkeit von der Vernetzungsdichte ein Maximum durchläuft [RS13]. Aufgrund dessen bietet der Weiterreißwiderstand eine indirekte Indikation über die Rußdispersion.

Zur Prüfung des Weiterreißwiderstandes wurde ein angeschnittener Streifenprobekörper verwendet und in die Klemmen der Zugprüfmaschine eingespannt. Streifenprobekörper werden bevorzugt eingesetzt, da die erzielten Ergebnisse, unabhängig von der Schnitttiefe, gut mit den grundlegenden Reiß Eigenschaften des Materials korrelieren und die Wachstumsrate in direktem Bezug zur Trenngeschwindigkeit der Klemmen steht [NN16b]. Die Prüfungsbedingungen wurden nach DIN ISO 34-1 ausgewählt [NN16b]. Die Proben wurden mit einer Geschwindigkeit von 100 mm/min bis zum Reißen gedehnt.

6.6 Analyse der Dispersion

Die Rußdispersion innerhalb einer Kautschukmischung beeinflusst Materialeigenschaften, wie beispielsweise die Zugfestigkeit [Abt18]. Die direkte Messung der Dispersion erfolgte unter Zuhilfenahme des DisperTester3000 der Firma MonTech Werkstoffprüfmaschinen GmbH, Buchen. Das Messprinzip beruht auf der Auflichtmikroskopie. Das Gerät nimmt mittels des reflektierten Lichtverfahrens hochauflösende Bilder von der Probenoberfläche auf, vergleicht und ordnet diese vorhandenen Referenzaufnahmen zu. Die eingestellte Vergrößerungsstufe betrug 100 x, wodurch Partikel von 1 bis 58 µm detektiert werden konnten. Die

Dispersionsmessung erfolgte an quaderförmigen Probekörpern, die mit einer Schneidklinge präpariert wurden. Um optimale Ergebnisse bei dieser Versuchsdurchführung zu erzielen, wurde ein besonderes Augenmerk darauf gelegt, dass die zu untersuchende Probenflächen glatt waren und die Schnitte zur Probenpräparation senkrecht erfolgten. Die Messung des Dispersionsgrades erfolgte nach ISO 11345 [NN06].

Ferner wurden die Proben topographisch untersucht. Gemessen wird die Oberflächenrauigkeit mit dem Messgerät Waveline T8000 der Jenoptik AG, Jena, unter der Annahme, dass die Rußdispersion in einer Elastomerprobe direkt mit der Oberflächenrauigkeit verknüpft ist. Dazu fuhr eine Nadel über die Probekörper und detektierte auf diese Weise die Anzahl der Rußpartikel sowie deren Größe. Detektiert werden konnten Rußpartikel in folgenden Größenbereichen:

- 2 μm – 5 μm
- 5 μm – 10 μm
- 10 μm – 15 μm
- > 15 μm

Zur topographischen Analyse wurden die Proben in einen Probenhalter eingespannt. Anschließend fuhr die Nadel über die gesamte Probe und detektierte das Höhenprofil und die Anzahl an Partikeln. Dieses Messsignal wurde von einem Converter so umgewandelt, dass Rückschlüsse auf die vorhandenen Rußpartikel und deren -größe möglich sind.

7 AUSWERTUNG UND ANALYSE DER ERGEBNISSE

Die experimentellen Analysen dienten dazu, grundlegende Erkenntnisse über die Wirkzusammenhänge zwischen den eingestellten Prozessparametern und resultierenden Mischungskennwerten sowie den Compound- und Endprodukteigenschaften zu erarbeiten.

7.1 Unterteilung des Mischprozesses in Mischphasen

In Abhängigkeit der zu verarbeitenden Rezeptur wurden verschiedene Mischphasen definiert. Dazu wurden die Mischkurven unterschiedlicher Mischprozesse ausgewertet und charakteristische Mischphasen detektiert. Anhand des aufgezeichneten Stempelweges und der Informationen über den eingebrachten Strom beziehungsweise die eingebrachte Leistung konnten die unterschiedlichen Mischphasen im Fingerprint voneinander abgegrenzt werden [HKLF21a].

Konventioneller Mischprozess

Der Mischprozess zur Herstellung von NR- und NBR-Mischungen sowie die konventionelle Herstellung von EPDM-Mischungen konnte in sechs entscheidende Phasen unterteilt werden (Abb. 7.1).

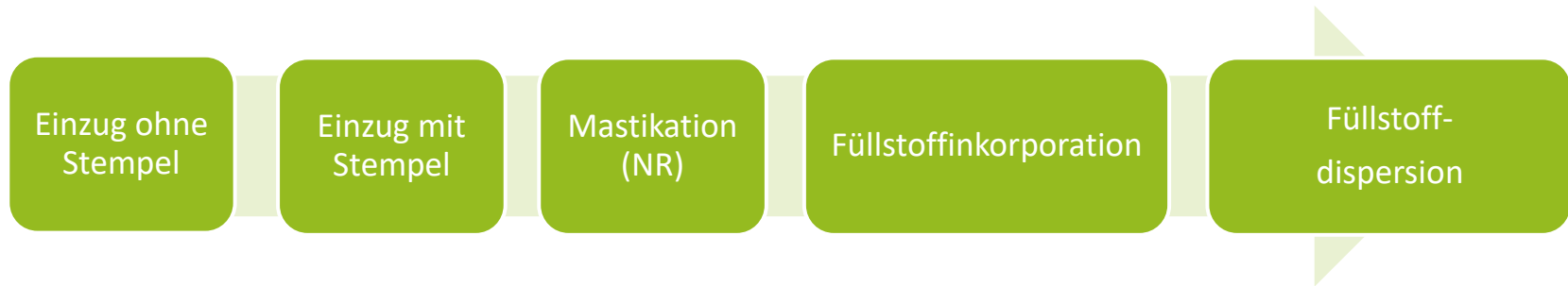
Die Unterteilung des Mischprozess in Phasen anhand des Fingerprints wird nachfolgend an einer Naturkautschukmischung, der 50 phr N550 zugegeben wurden, beschrieben. Der Füllgrad betrug 75 %. Für die Mischkammer- und Rotortemperatur wurden je 30 °C bei einer Rotordrehzahl von 40 1/min gewählt. Nachdem die Prozessparameter Mischkammer- und Rotortemperatur sowie die Rotordrehzahl eingestellt wurden, wurde das Polymer in die Mischkammer eingegeben. Zu diesem Zeitpunkt befand sich der Stempel in Ausgangslage (oben im Beschickungsschacht) (Abb. 7.2). Sobald das Polymer auf die Rotoren traf, konnten in Abhängigkeit der eingestellten Prozessparameter zwei unterschiedliche Effekte festgestellt werden:

- Das Polymer „tanzte“ auf den Rotoren und wurde nicht eingezogen. Dieser Effekt trat vornehmlich bei hohen Rotortemperaturen auf, da hierbei das Polymer an den Rotoren abglitt und folglich nicht in die Mischkammer eingezogen werden konnte.
- Das Polymer wurde nach Auftreffen auf die Rotoren in die Mischkammer eingezogen. Die Haftbedingungen des Polymers auf den Rotoren waren ausreichend hoch, um das Polymer einzuziehen. Zu erkennen war dies im Fingerprint daran, dass der eingebrachte Strom anstieg.

Befand sich das Polymer vollständig im Beschickungsschacht, wurde der Stempel nach unten verfahren. Der eingestellten Stempeldruck von 6 bar war in den Analysen ausreichend hoch,

Unterteilung des konventionellen Mischprozesses in Mischphasen

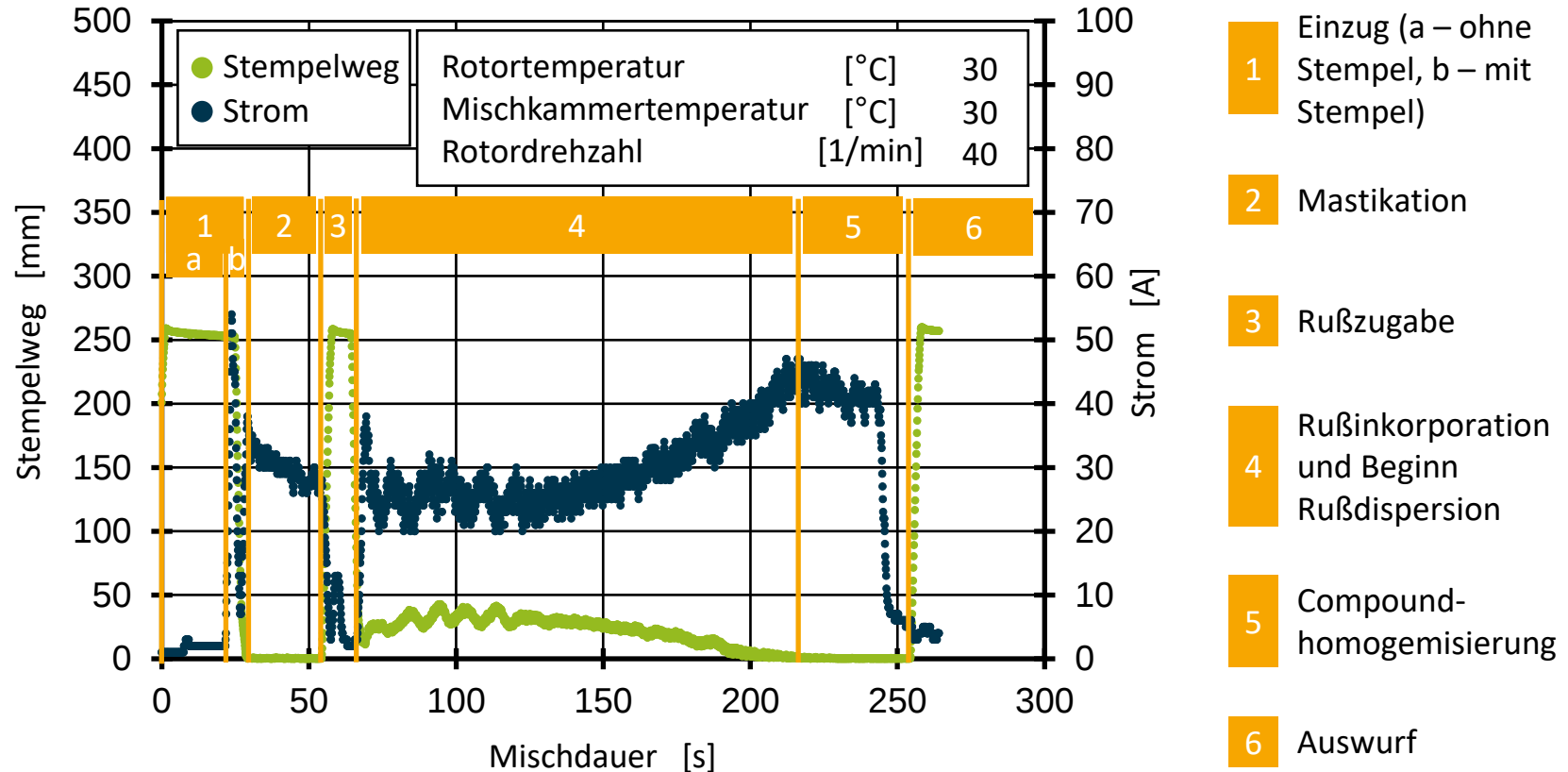
1 Produktion eines Masterbatches



2 Produktion des fertigen Compounds



Abgrenzung der Mischphasen voneinander im Fingerprint



um das Polymer innerhalb weniger Sekunden vollständig in die Mischkammer zu befördern. Im Anschluss an den Einzug begann unmittelbar die Mastikation. Während der Mastikation befand sich der Stempel in Endlage und verschloss so die Mischkammer. Nachdem der Strom am Ende des Einzugsphase und zu Beginn der Mastikation ein Maximum erreicht hatte, sank dieser mit voranschreitender Mastikationsdauer ab. Ziel der Mastikation bei NR war es, die Polymerkettenlänge zu reduzieren, die Polymertemperatur zu erhöhen und somit eine geeignete Polymerviskosität für die weitere Mischungsherstellung zu erhalten. Mit sinkender Polymerviskosität sank der benötigte Strombedarf ab. Synthetische Polymere, wie z. B. NBR und EPDM müssen in der Regel nicht mastiziert werden. Die durchgeführten experimentellen Untersuchungen mit NBR zeigten allerdings, dass auch hier eine „Mastikation“ sinnvoll war. Andernfalls kam es nach Zugabe des Rußes teilweise zu Prozessabbrüchen, da das Strommaximum des Innenmischers erreicht wurde. Eine „Mastikation“ von EPDM wurde lediglich in abgeschwächter Form durchgeführt und war mit einer Mischdauer von 10 s vergleichsweise kurz. Diese Mischphase dient vielmehr zur Verteilung und Zerteilung des Polymers in der Mischkammer.

Nach Beendigung der Mastikation wurde der Stempel wieder in Ausgangslage verfahren und Ruß über den Beschickungsschacht in die Mischkammer eingegeben. Nach vollständiger Zugabe des Rußes wurde der Stempel abermals mit dem Schließdruck von 6 bar beaufschlagt. Diese erreichte der Stempel - anders als nach der Zugabe des Polymers - nicht unmittelbar. Die Absenkdauer war wesentlich abhängig von der Polymerviskosität zum Zeitpunkt der Rußzugabe. In Folge dessen wirkten sich die Prozessparameter Mastikationsdauer, Mischkammer- und Rotortemperatur sowie Rotordrehzahl direkt auf die Stempelabsenkdauer und damit die Inkorporationsdauer aus. Ferner hatte ebenso die Rotordrehzahl einen direkten Einfluss auf die Rußinkorporationsdauer. Diese hatte einen direkten Einfluss auf die Bildung neuer Compoundoberflächen in der Mischkammer. Zudem führte eine hohe Rotordrehzahl dazu, dass die teilgefüllten Rotorflügel häufiger das Ende des Beschickungsschachtes erreichten und dort Ruß aufnehmen konnten, um diesen in die Mischkammer zu transportieren. Unmittelbar nach Rußzugabe stieg wegen des nun höheren Füllgrades die eingebrachte Leistung an. Der sich zu dem Zeitpunkt in der Mischkammer befindliche Ruß wirkte zunächst allerdings als Gleitmittel, der benötigte Strombedarf sank. Wurde der Ruß in die Polymermatrix inkorporiert, stieg die Compoundviskosität an. Zudem stieg der Füllgrad der Mischkammer an, solange noch Ruß vom Füllschacht in die Mischkammer transportiert wird. Folglich stieg ebenso der benötigte Strombedarf an.

Nach Abschluss der Rußinkorporation, welche dadurch gekennzeichnet ist, dass der Stempel seine Endlage erreichte, erfolgte die Compoundhomogenisierung. Die Rußdispersion, die teilweise bereits während der Rußinkorporation erfolgte, wurde fortgesetzt. Die Qualität der

Rußdispersion ist mitentscheidend für die Qualität der Endprodukteigenschaften. Während dieser Mischphase verschloss der Stempel die Mischkammer.

Nach der abgeschlossenen Compoundhomogenisierung war die Herstellung des Masterbatches beendet, das Compound konnte entweder ausgeworfen werden oder das Vernetzungssystem wurde sofort zugegeben und in das Compound eingearbeitet.

„Upside Down“-Mischprozess

Zusätzlich zu der konventionellen Mischungsherstellung wurde die EPDM-Mischungsherstellung ebenso „upside down“ durchgeführt. Dies bedeutet, dass der Ruß (bzw. alle nicht vernetztenden Füllstoffe) zuerst zugegeben wurden. Anschließend erfolgte die Polymerzugabe. Für die „upside down“-Mischherstellung ließen sich charakteristische Mischphasen definieren (Abb. 7.3). Die Produktion eines Masterbatches umfasste hierbei die Füllstoffzugabe, die Polymerzugabe sowie die sich anschließende Füllstoffinkorporation und -dispersion. Die Herstellung eines fertigen Compounds erforderte zusätzlich noch die Zugabe und Verteilung des Vernetzungssystems, bevor das Compound aus der Mischkammer ausgeworfen wurde. Die Einteilung des Mischprozesses in Mischphasen erfolgte analog zur konventionellen Mischungsherstellung ebenso im Fingerprint unter Zuhilfenahme des Stempelwegverlaufs und des eingebrachten Stromes (Abb. 7.4). Beispielhaft wurde nachfolgend die Mischungsherstellung einer EPDM-Mischung beschrieben, der 50 phr Ruß N550 bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C und einer Rotordrehzahl von 40 1/min zugegeben wurden. Der Füllgrad betrug 80 %.

Während der Füllstoff (hier: Ruß)- und Polymerzugabe befand sich der Stempel in der Ausgangsposition. Befanden sich die erforderlichen Mischungskomponenten im Beschickungsschacht, wurde der Stempel in Endlage verfahren, der Prozess der Rußinkorporation startete. Auch hier war die Dauer der Rußinkorporation abhängig von den Prozessparametern (Rotordrehzahl, Mischkammer- und Rotortemperatur). War der Ruß vollständig inkorporiert, erreichte der Stempel seine Endlage. Gleichzeitig wurde das Strommaximum erreicht. Die Rußdispersion begann bereits während der Rußinkorporation und setzte sich während der Compoundhomogenisierung weiter fort. War diese nach einer vorgegebenen Mischdauer abgeschlossen, wurde entweder das Vernetzungssystem zugegeben und das Masterbatch aus der Mischkammer ausgeworfen.

7.2 Ermittlung von Qualitätskriterien für die zu analysierenden Mischphasen

Nach der Festlegung der Mischphasen wurden Qualitätskriterien festgelegt, um die Mischphasen einheitlicher miteinander vergleichen zu können. Nach Zugabe des Polymers sollte dieses bereits von den Rotoren eingezogen werden (Tab. 7.1). Folglich wäre die

Unterteilung des „upside down“-Mischprozesses in Mischphasen

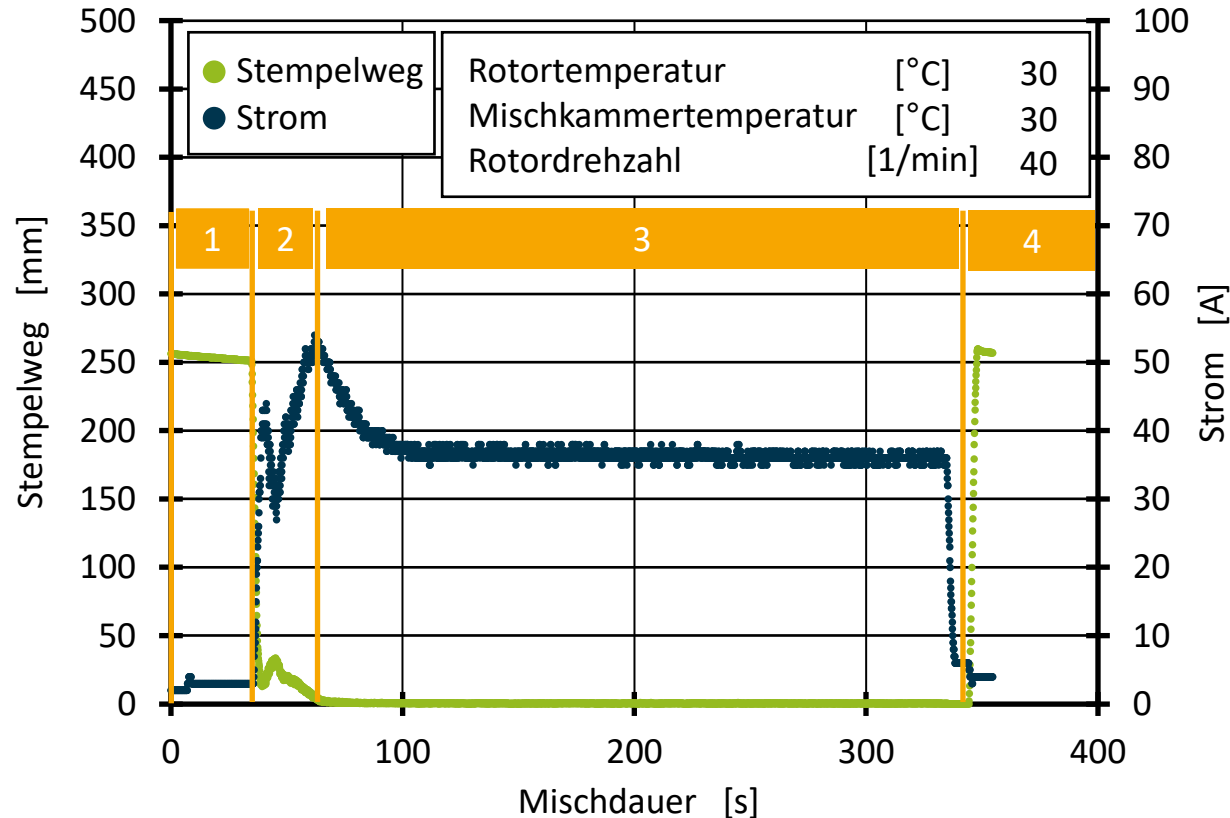
1 Produktion eines Masterbatches



2 Produktion des fertigen Compounds



Abgrenzung der Mischphasen im Fingerprint



- 1 Füllstoff- und Polymerzugabe
- 2 Rußinkorporation und Beginn Rußdispersion
- 3 Compound-homogenisierung
- 4 Auswurf

Einzugsphase mit Stempel kürzer und Mischdauer könnte eingespart werden. Während der Einzugsphase mit Stempel sollte das Polymer hinreichend gut in der Mischkammer verteilt werden.

Mischphase	Qualitätskriterien
Einzugsphase ohne Stempel	- Polymereinzug nach Zugabe
Einzugsphase mit Stempel	- Kurze Einzugsdauer - Hinreichend gute Verteilung des Polymers in der Mischkammer
Mastikationsphase	- Ausreichender Abbau der Polymerviskosität - Homogene Mastikationsqualität (Temperatur, Viskosität) - Geringer Energieeintrag
Rußinkorporation	- Vollständige Einarbeitung des Rußes - Geringer Energieeintrag
Rußdispersion	- Hinreichend gute Distribution und Dispersion - Homogene Compound- und Endprodukteigenschaften - Auf die zur Dispersion nötige Energie beschränkter Energieeintrag

Tabelle 7.1: Qualitätskriterien der zu untersuchenden Mischphasen

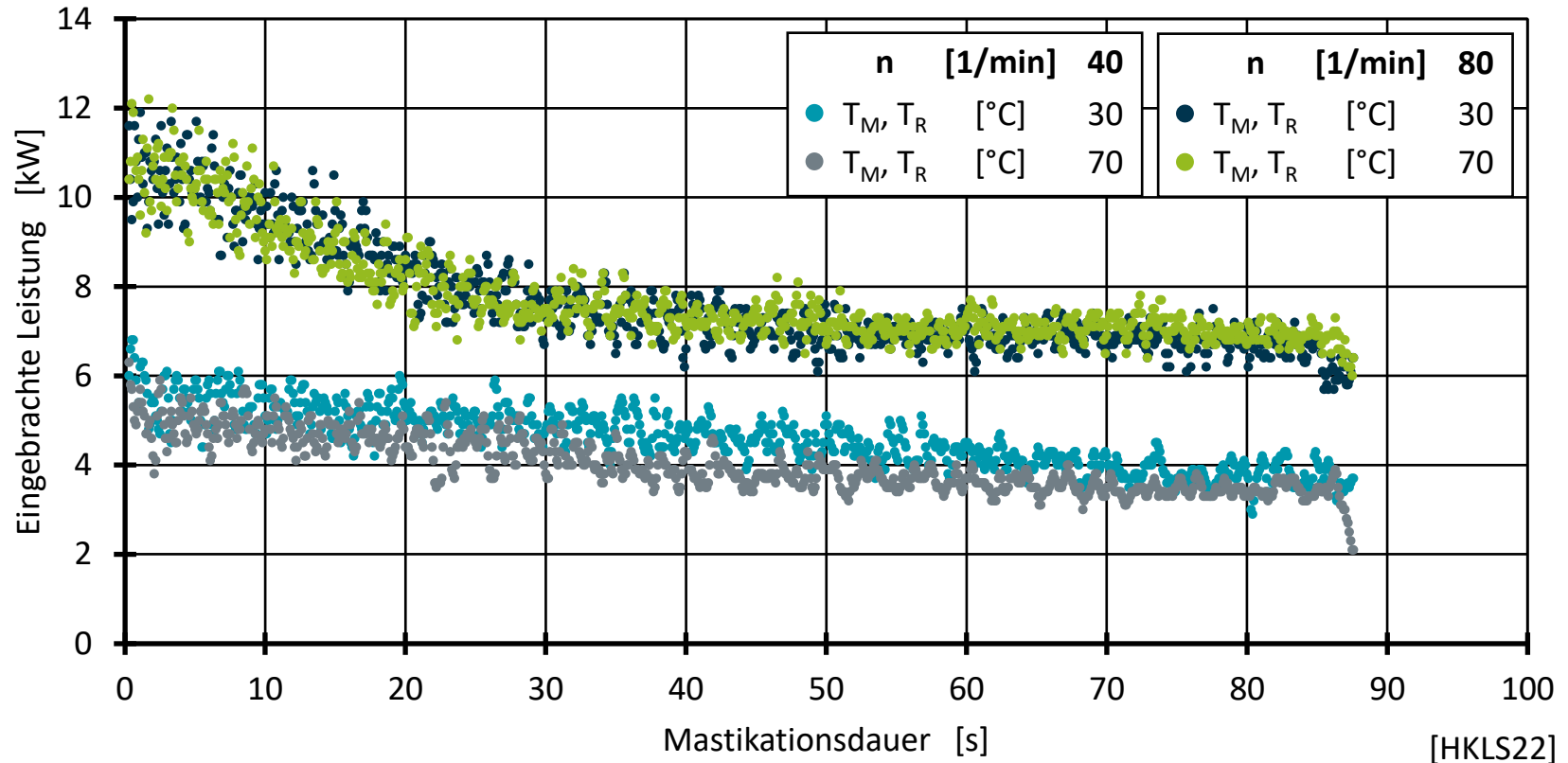
Aufgrund der hohen Molmasse ist Naturkautschuk schwierig zu verarbeiten. Folglich muss die Polymerviskosität vor der Zugabe weiterer Rezepturbestandteile durch den Abbau der Polymerketten reduziert werden [RS13]. Des Weiteren erfolgt so eine Vergleichmäßigung der Polymerkettenlänge. Aus Gründen der Energieeffizienz sollte der Energieeintrag in das Polymer und damit in den Mischprozess möglichst gering gewählt werden. Wie viel Energie in den Mischprozess eingegeben wurde, war von der Mischkammer- und Rotortemperatur, der Rotordrehzahl sowie der Mischdauer (hier: Mastikationsdauer) abhängig. Kann die Mischdauer reduziert werden, wird zudem die Anlagenauslastung und damit der Personalaufwand reduziert. Der Prozess der Mastikation ist erfolgreich, wenn eine homogene Polymertemperatur und -viskosität erzielt wurden. Während der sich anschließenden Rußinkorporation muss der Ruß vollständig in die Polymermatrix eingearbeitet werden, sodass kein loser Ruß mehr in der Mischkammer vorliegt. Auch hier ist ein geringer Energieeintrag von Bedeutung. Die Rußdispersion ist entscheidend für die Compound- und Endprodukteigenschaften. Um

homogene Produkteigenschaften zu erzielen, muss der Ruß hinreichend gut in der Polymermatrix distribuiert und dispergiert werden.

7.3 Analyse des Einflusses unterschiedlicher Prozessparameter auf die unterschiedlichen Mischphasen

Die Prozessparameter Mischkammer- und Rotortemperatur, Rotordrehzahl, Füllgrad sowie Mastikationsdauer (bei NR) hatten Einfluss auf die Einzugs- sowie die Rußinkorporationsdauer. Ferner beeinflussten die genannten Prozessparameter neben der Mischdauer den Energieeintrag in die Mischung und damit die Wirtschaftlichkeit des Mischprozesses. Nachfolgend werden die Auswirkungen der untersuchten Prozessparameter auf die Mischdauer sowie den Energieeintrag näher beleuchtet, indem die Versuchspunkte, die mit einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C sowie je 70 °C durchgeführt wurden, analysiert werden. Die eingebrachte Energie ließ sich aus der eingebrachten Leistung und der Mischphasendauer ermitteln. Da die eingebrachte Leistung für praktische Betrachtungen des Mischprozesses oftmals relevanter ist, wurde der Verlauf der Leistungskurve beispielhaft für die Mischphase Mastikation analysiert, um sicherzustellen, dass die Analyse der eingebrachten Leistung keinen Erkenntnisverlust im Vergleich zur Untersuchung der eingebrachten Energie mit sich brachte. Dazu wurde diese in Abhängigkeit der Mastikationsdauer, der Rotordrehzahl sowie der Anlagentemperatur aufgetragen. Zu erkennen war, dass sich die Kurven der eingebrachten Leistung unabhängig von der Mischkammer- und Rotortemperatur bei identischer Rotordrehzahl überlagerten (Abb. 7.5). Des Weiteren wurde der Einfluss der Rotordrehzahl auf die eingebrachte Leistung deutlich. Wurde die Drehzahl von 40 1/min auf 80 1/min verdoppelt, ging dies zu Beginn der Mastikation ebenso mit einer Verdopplung der eingebrachten Leistung einher. Mit steigender Misch- bzw. Mastikationsdauer sank die eingebrachte Leistung mit verschiedenen negativen Steigungen in Abhängigkeit der Rotordrehzahl ab. Betrug die Rotordrehzahl 80 1/min, sank die eingebrachte Leistung von ca. 12 kW auf etwa 7,5 kW nach einer Mastikationsdauer von 50 s ab. Eine weitere Fortführung des Mischprozesses resultierte nicht in einer weiteren Abnahme der eingebrachten Leistung, diese blieb konstant. Im Gegensatz dazu wurde deutlich, dass die eingebrachte Leistung bei einer Rotordrehzahl von 40 1/min mit steigender Mastikationsdauer konstant absank. Ursächlich dafür war, dass bei einer höheren Rotordrehzahl die höhere Anzahl an Überrollungen dazu führte, dass das Temperaturgleichgewicht schneller erreicht werden konnte und die Polymerkettenlänge rascher auf den Endwert reduziert wurde. Da die Kurven der eingebrachten Leistung ähnlich waren, kann anstatt der eingebrachten Energie die eingebrachte (mittlere) Leistung verwendet werden, um die unterschiedlichen Mischphasen zu beschreiben und den Einfluss der Prozessparameter auf die Mischungsherstellung zu analysieren [HKLS22].

Eingebrachte Leistung in Abhängigkeit der analysierten Prozessparameter



[HKLS22]

7.3.1 Konventionelle Mischungsherstellung

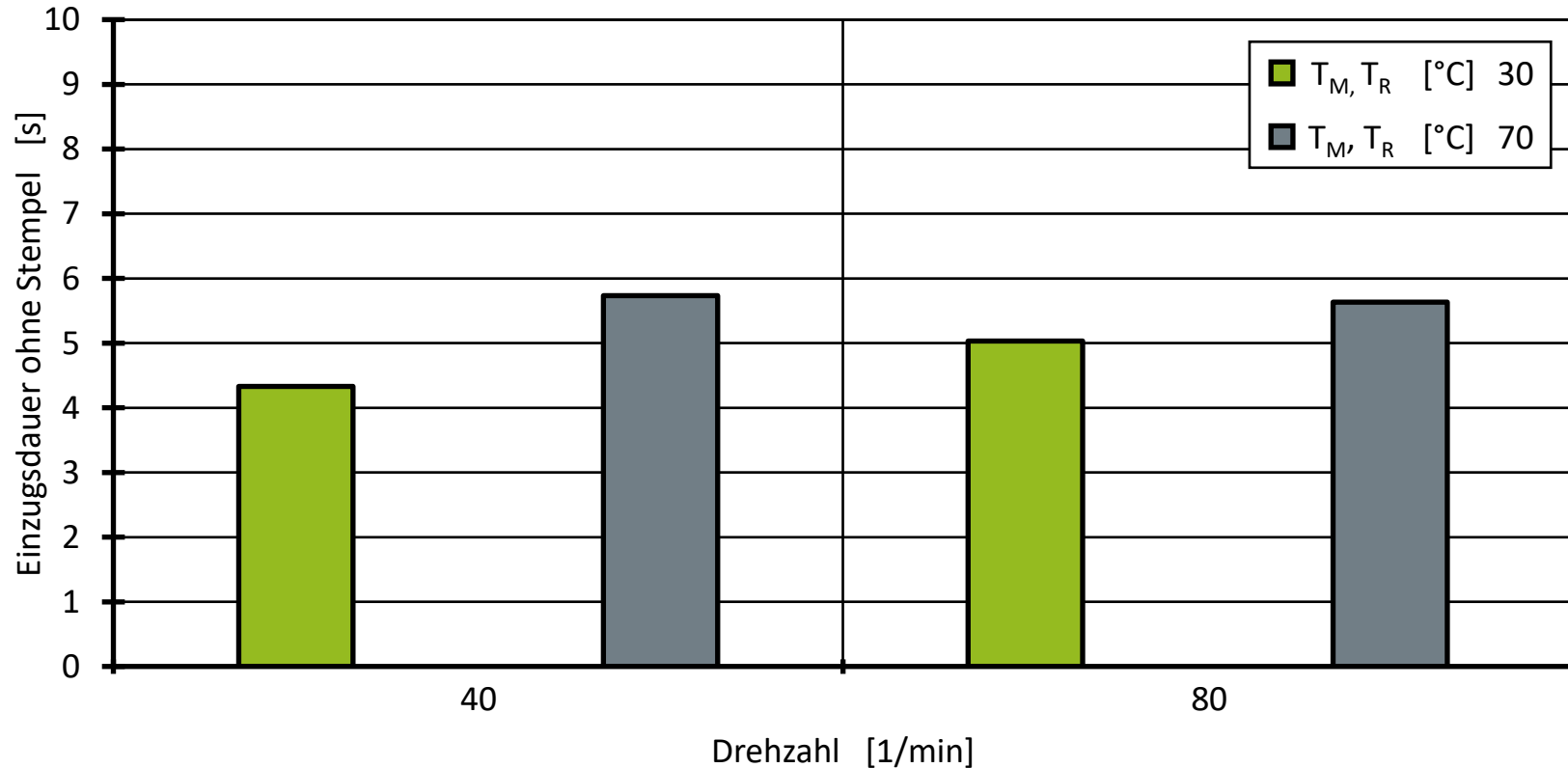
Einzug ohne Stempel

Diskutiert werden die Einzugsdauer ohne Stempel sowie die mittlere eingebrachte Leistung am Beispiel einer Naturkautschukmischung mit einem Füllgrad von 75 %. Die Einzugsdauer ohne Stempel beschreibt hierbei den Zeitraum, bis sich die vorgegebene Materialmenge im Beschickungsschacht befindet. Die mittlere eingebrachte Leistung entspricht hierbei dem Integral der eingebrachten Leistung während der Einzugsphase ohne Stempel dividiert durch die Einzugsdauer ohne Stempel. Festgestellt werden kann, dass die Einzugsdauer ohne Stempel sowohl eine Abhängigkeit von der Rotortemperatur als auch von der Rotordrehzahl aufweist (Abb. 7.6). Zusammenfassend lassen sich zur Einzugsphase ohne Stempel folgende Kernaussage festhalten:

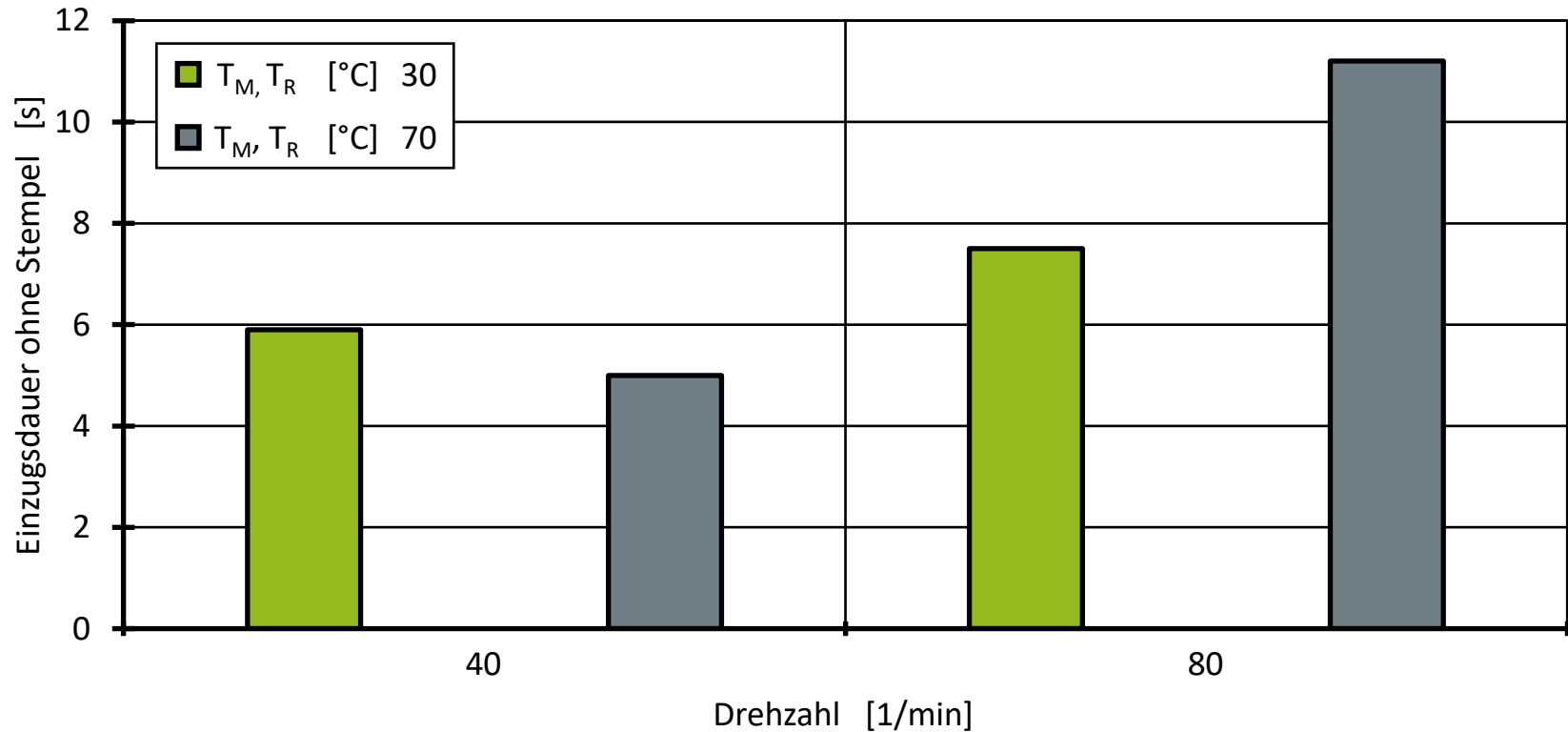
1. Die Rotoren transportieren das Polymer durch eine Schleppströmung in die Mischkammer. Die Polymermenge, die ohne Einsatz des Stempels in die Mischkammer eingebracht wird, ist hauptsächlich abhängig von der Rotortemperatur und -geschwindigkeit [HKLB19, HKLF21a].
2. Wird die Rotortemperatur deutlich erhöht, verringert sich der Schleppstrom des Polymers in die Mischkammer. Der Grund dafür ist, dass das Polymer vom Rotor abrutscht und folglich auf ihm tanzt [HKB19, HKLB19].

Wurde im Vergleich zu NR der Einzug ohne Stempel von EPDM (Füllgrad: 80 %) betrachtet, wurde deutlich, dass auch hier die Rotortemperatur als auch die Rotordrehzahl einen Einfluss auf die Einzugsdauer ohne Stempel als auch die eingebrachte mittlere Leistung hatten (Abb. 7.7). Besonders deutlich wurde, dass die Einzugsdauer ohne Stempel bei einer Rotordrehzahl von 80 1/min und einer Rotortemperatur von 70 °C vergleichsweise hoch war. Die Analyse der mittleren eingebrachten Leistung zeigte zudem, dass das Polymer bei einer Rotortemperatur von 70 °C kaum bzw. sehr viel schlechter in die Mischkammer eingezogen wurde. Das Material tanzte auf den Rotoren und die Haftung zwischen dem Polymer und dem Rotor war nicht mehr ausreichend hoch, um das Polymer in die Mischkammer zu transportieren. Begründet lag dieser Zusammenhang zum einen in der hohen Rotortemperatur. Zum anderen war die Oberflächenbeschaffenheit des Polymers entscheidend. Während die Oberfläche des verwendeten Naturkautschuks klebrig war, war dies bei der Oberfläche der verwendeten EPDM-Type nicht der Fall. Das nicht klebrige Polymer sprang von den Rotoren zurück. Dieser Effekt verstärkte sich bei Erhöhung der Drehzahl, da durch die schnellere Rotorbewegung mehr kinetische Energie eingebracht wurde.

Analyse der Einzugsdauer ohne Stempel für NR



Analyse der Einzugsdauer ohne Stempel für EPDM



Einzug mit Stempel

Die Einzugsdauer mit Stempel war für NR unabhängig von der Rotortemperatur sowie der Rotordrehzahl (Abb. 7.8). Der verwendete Stempeldruck von 6 bar war ausreichend hoch, um das Polymer während der Stempelabsenkdauer größtenteils in die Mischkammer zu transportieren [HKLF21b]. Nachdem das Polymer sich in der Mischkammer befand, wurde dieses unabhängig von der Anlagentemperierung zerteilt und verteilt.

Die Analyse des Einzugs mit Stempel von EPDM machte deutlich, dass auch hier der gewählte Stempeldruck von 6 bar ausreichend hoch war, um das Polymer vollständig in die Mischkammer zu transportieren (Abb. 7.9). Betrug die Rotortemperatur 70 °C, war die benötigte Einzugsdauer marginal höher. Begründet lag dies darin, dass bei einer Rotortemperatur von 70 °C während der Mischphase „Einzug ohne Stempel“ weniger Polymer in die Mischkammer transportiert wurde. Die mittlere eingebrachte Leistung war erwartungsgemäß abhängig von der Rotordrehzahl. Wurde die Rotordrehzahl verdoppelt, stieg ebenso die mittlere eingebrachte Leistung an. Eine höhere Nenntemperatur der Temperierung resultierte in einer im Vergleich zu einer kalten Anlage geringeren mittleren eingebrachten Leistung.

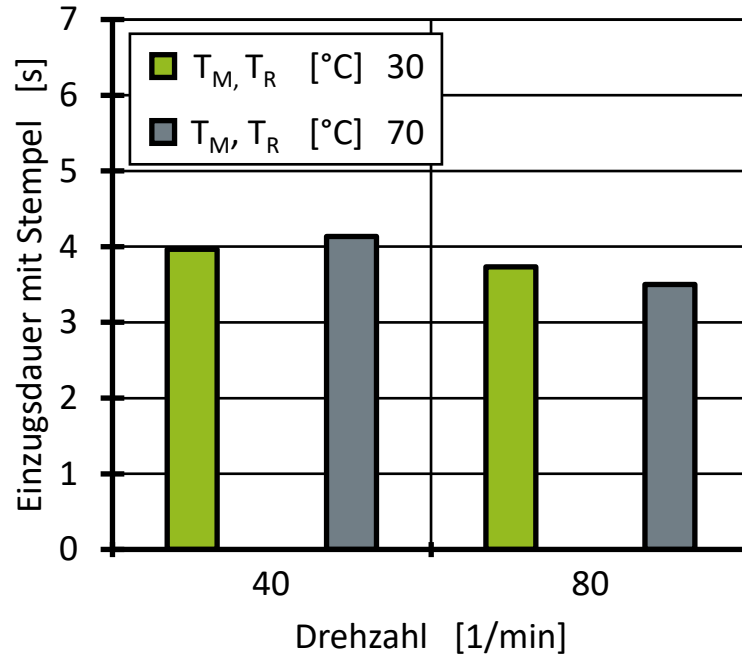
Mastikation

Um die Mastikationsphase experimentell zu untersuchen, wurde zum einen die eingebrachte Leistung als auch die Polymertemperatur in Abhängigkeit der Mastikationsdauer herangezogen. Zu erkennen war, dass der Leistungsbedarf in der Mastikationsphase mit steigender Mastikationsdauer von 30 s auf 90 s abnahm, da die Polymerviskosität durch den Temperaturanstieg der Charge sank (Abb. 7.10). Zudem wurde deutlich, dass selbst bei sehr großen Variationen der thermischen Einstellungen des Mixers (heißer oder kalter Rotor / Mischkammer) der Leistungsbedarf nicht signifikant abwich [HKLF21b].

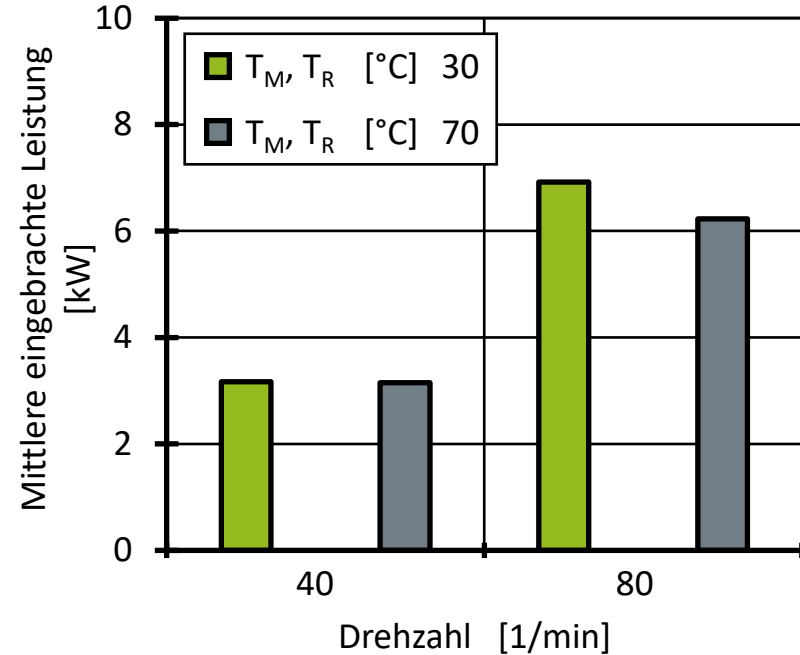
Auch konnte festgestellt werden, dass die Rotordrehzahl und damit einhergehend das Motordrehmoment einen Einfluss auf die eingebrachte Leistung hatten. Das Drehmoment des Innenmischers ist dabei den eingebrachten Scher- und Dehnspannungen direkt proportional (Summe der Spannungen = Drehmoment in Momentbilanz um den Rotor). Die Schubspannung kann mit dem Potenzansatz durch Schergeschwindigkeit hoch Fließexponent beschreiben lassen (Potenzgesetz nach Ostwald und de Waele). Daraus lässt sich schlussfolgern, dass sich das Motordrehmoment mit doppelter Drehzahl um den Faktor $2 \cdot 2^n$ degressiv erhöhen müsste. Daraus ergibt sich unter der Annahme eines Fließexponenten von 0,5 ein Wert von 2,89 (erwartete Leistung in Abb. 7.11). Wurde die Drehzahl von 40 1/min auf 80 1/min erhöht, verdoppelte sich die eingebrachte Leistung allerdings. Folglich müsste das Drehmoment und damit die Schub- und Dehnspannungen konstant geblieben sein. Eine mögliche Erklärung ist,

Analyse des Einzugs mit Stempel für NR

Einzugsdauer

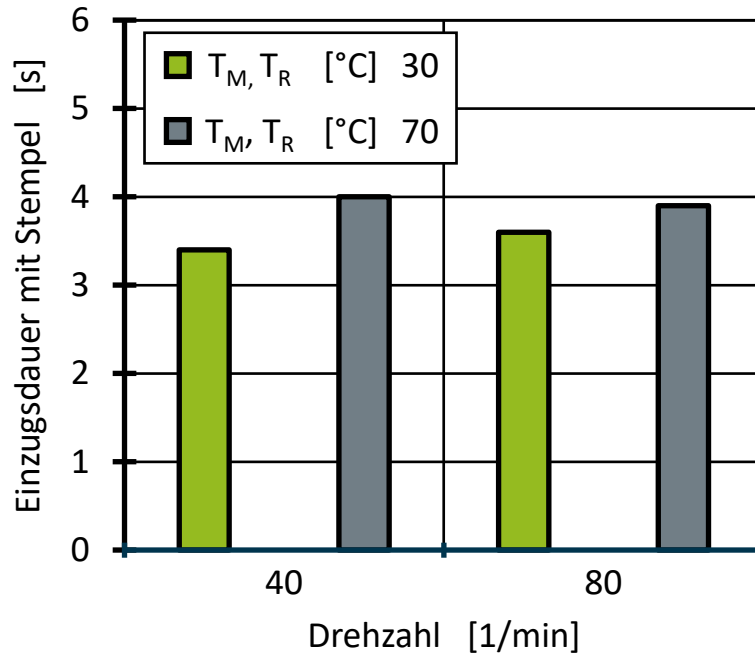


Leistungseintrag

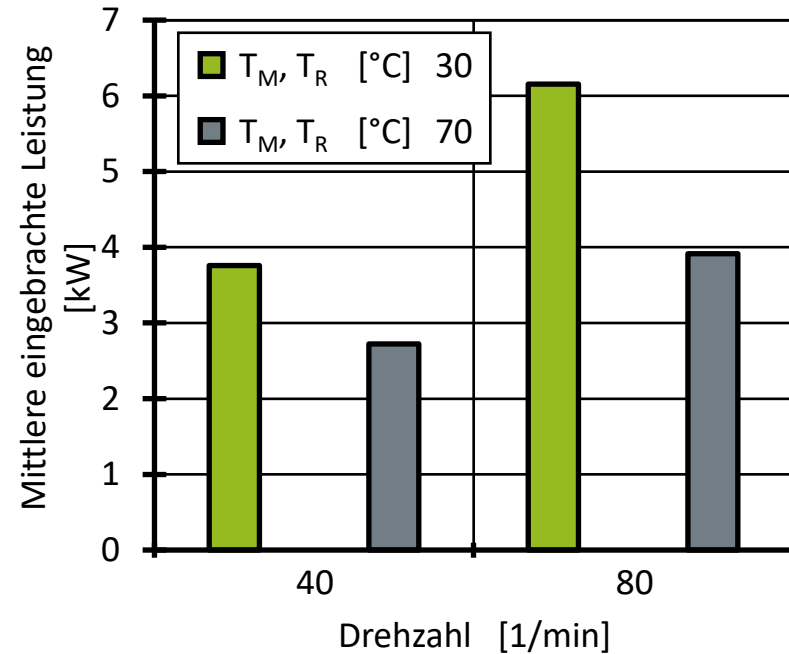


Analyse des Einzugs mit Stempel für EPDM

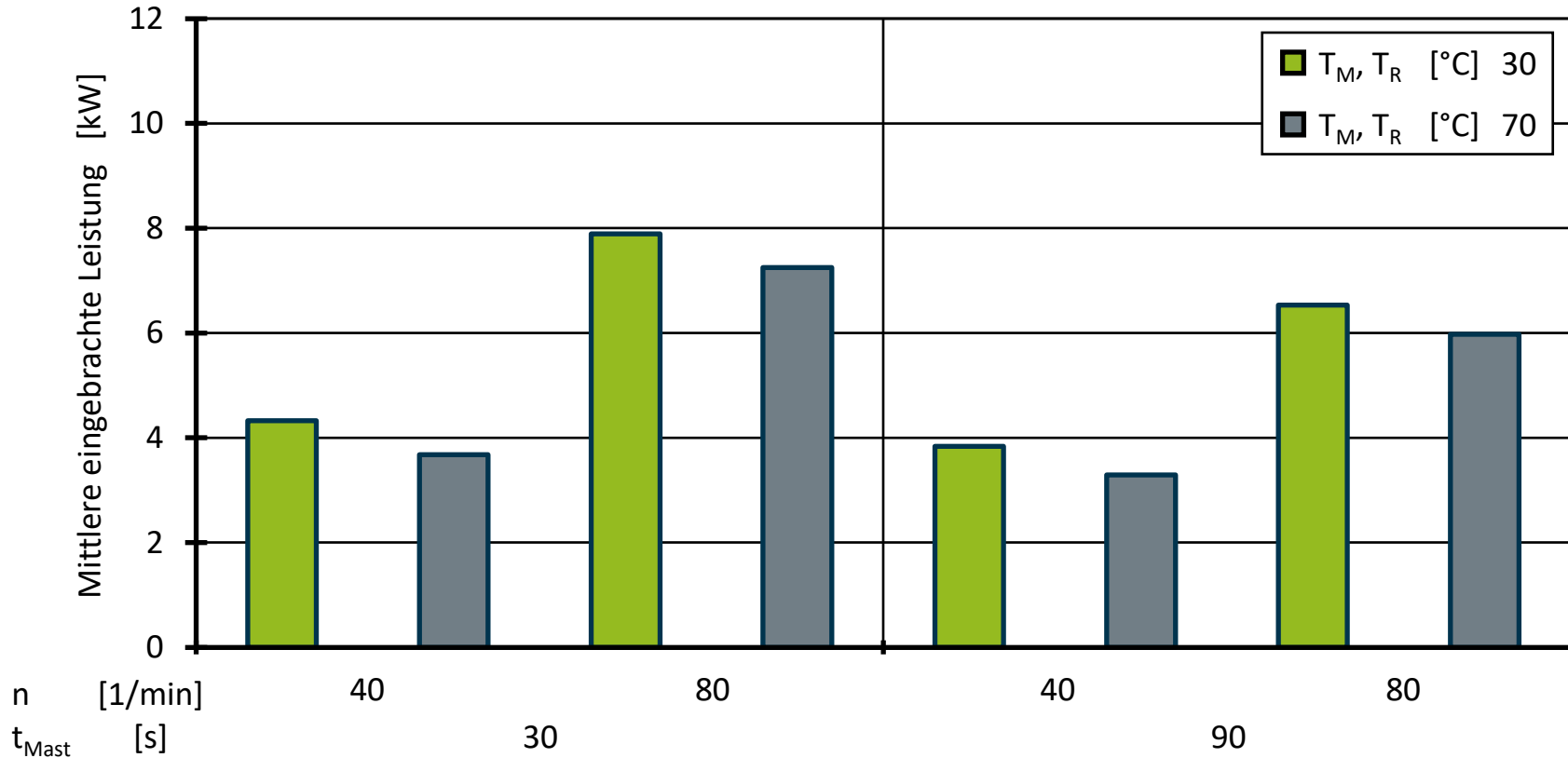
Einzugsdauer



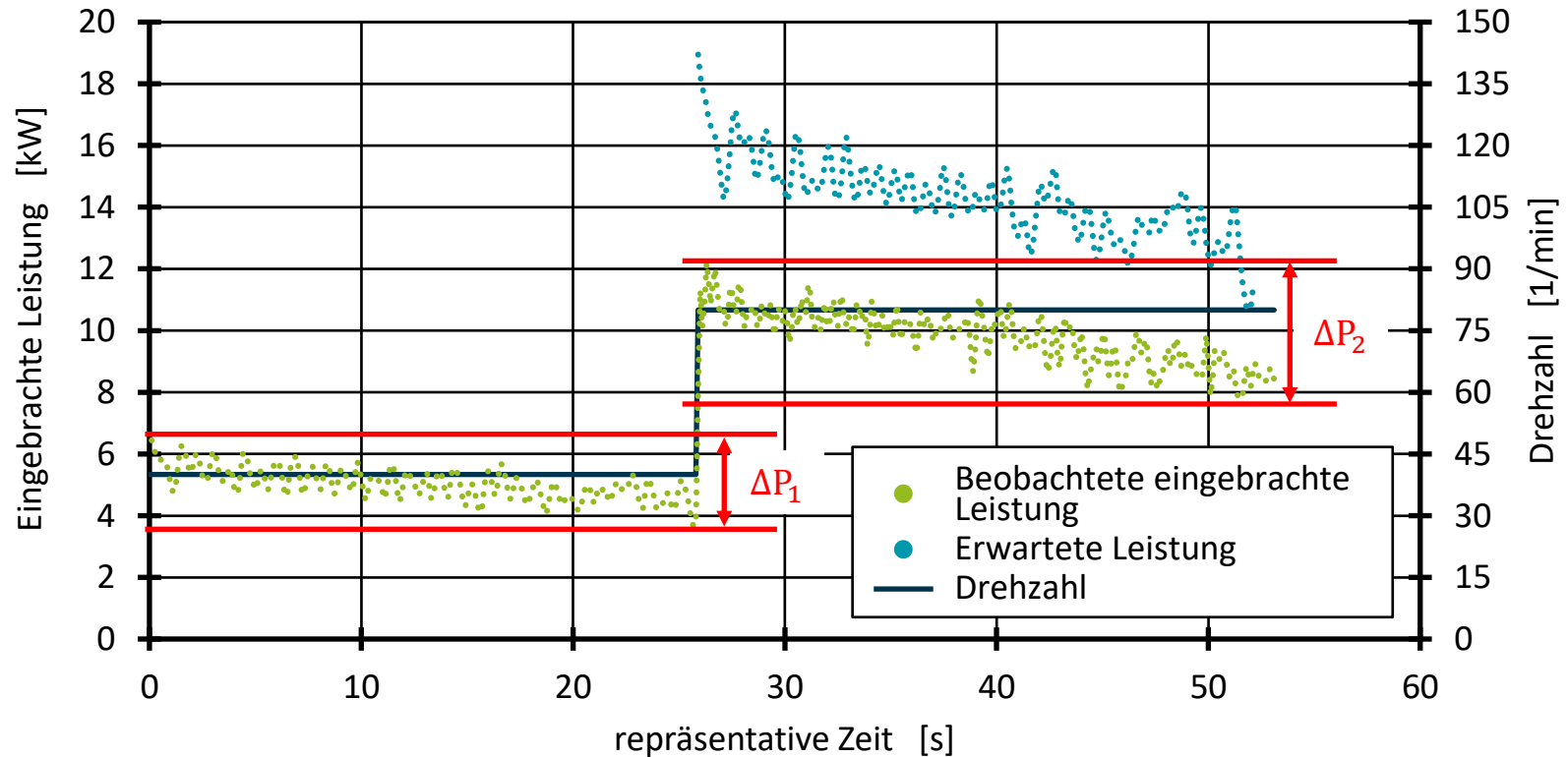
Leistungseintrag



Analyse der Mastikation anhand der eingebrachten Leistung



Eingebrachte und erwartete Leistung während der Mastikation in Abhängigkeit der Drehzahl



dass die Mischung nicht zu 100 % an der Mischkammerwand oder den Rotoren haftete, sondern dass zu Wandgleiteffekten kam. Das Motordrehmoment blieb aufgrund dessen konstant und die Leistung stieg linear mit der Drehzahl an. Darüber hinaus wurde deutlich, dass in Abhängigkeit der Rotordrehzahl unterschiedliche Leistungsdifferenzen (ΔP_1 und ΔP_2) vorlagen. Dabei galt, dass die Leistungsdifferenz über die Versuchsdauer bei einer Drehzahl von 80 1/min größer war als bei einer Rotordrehzahl von 40 1/min. Folglich kann davon ausgegangen werden, dass die Polymertemperatur durch Dissipation bei einer höheren Rotordrehzahl stärker anstieg und dass der Polymerkettenabbau stärker voranschritt. [HKLS22]

Die Polymertemperatur stieg während des Mischvorgangs an, bis sie einen Gleichgewichtszustand erreicht hatte (Abb. 7.12) [HKLF21a]. Die Differenz zwischen dem Energieeintrag (über den Hauptantrieb) und dem Wärmestrom zu den Rotoren und der Mischkammer war zu Beginn des Mischvorgangs sehr hoch. Mit zunehmender Mastikationsdauer sank der Energieeintrag infolge der sinkenden Polymerviskosität aufgrund der steigenden Polymertemperatur und des voranschreitenden Kettenabbaus ab. Bei Erreichen eines Temperaturgleichgewichtes entspricht die über den Antrieb eingebrachte Energie der über die Mischkammer und die Rotoren abgeführten Energie. Wurde eine Mischkammer- und Rotortemperatur von je 70 °C gewählt, betrug die Polymertemperatur nach einer Mastikationsdauer von 90 s 94 °C. Betrug die Mischkammer- und Rotortemperatur hingegen je 30 °C, belief sich die Polymertemperatur nach einer Mastikationsdauer von 90 s auf 63 °C. Somit war die Gleichgewichtstemperatur stark abhängig von der gewählten Anlagentemperierung. Ferner zeigt sich, dass der Einfluss der Temperierung der Mischkammer auf die Polymertemperatur höher war als der Einfluss der Rotoren. Begründet lag dies in der größeren wärmeübertragenden Oberfläche der Mischkammer [HKLF21b].

In experimentellen Untersuchungen mit EPDM wurde dieses nicht mastiziert, da es sich um ein synthetisches Polymer mit im Lieferzustand günstigem Verarbeitungsverhalten handelt.

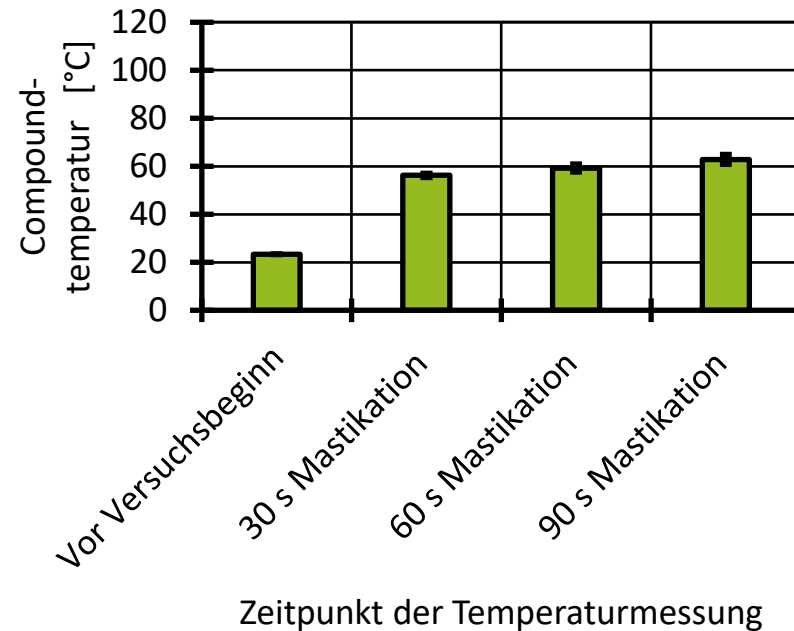
Rußinkorporation

Nachfolgend wird die Dauer der Rußinkorporation sowohl einer NR-N550-Mischung bei einem Füllgrad von 75 % sowie einer EPDM-N330-Mischung bei einem Füllgrad von 80 % näher beleuchtet. Dargestellt wird der Einfluss der Polymer- sowie Rußtype auf die Inkorporation bei jeweils optimalen Füllgraden für die jeweiligen Materialkombinationen. Die Mischdauer bis zur vollständigen Inkorporation entsprach dabei der Dauer zwischen der Rußzugabe und dem Erreichen der Stempelendposition. Die Analyse der Inkorporation erfolgte für die Naturkautschukmischung in Abhängigkeit der Drehzahl, der Anlagentemperierung sowie der Mastikationsdauer. Im Vergleich dazu erfolgte die Analyse der Rußinkorporationsdauer bei NR in Abhängigkeit der Anlagentemperierung und der Rotordrehzahl.

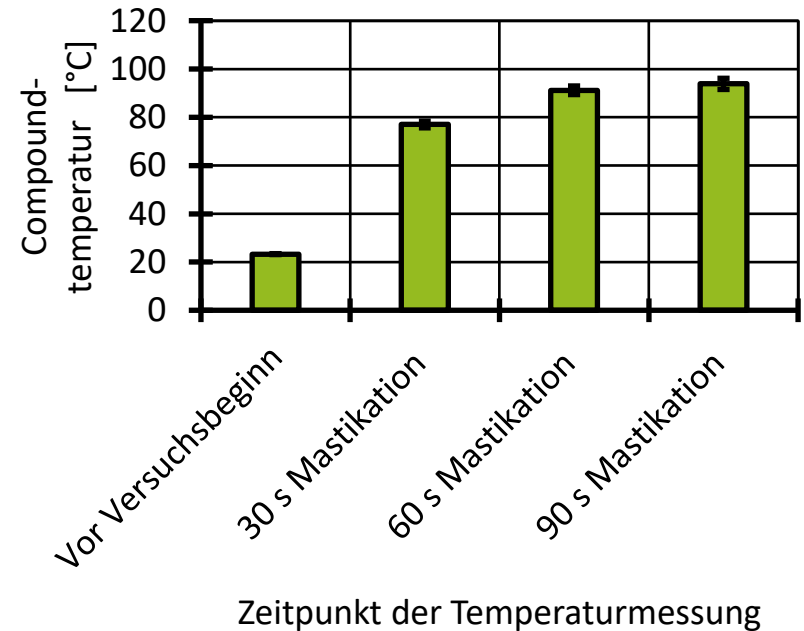
Analyse der Compoundtemperaturen während der Mastikation

$n = 40 \text{ 1/min}$

$T_R = 30 \text{ °C}, T_M = 30 \text{ °C}$



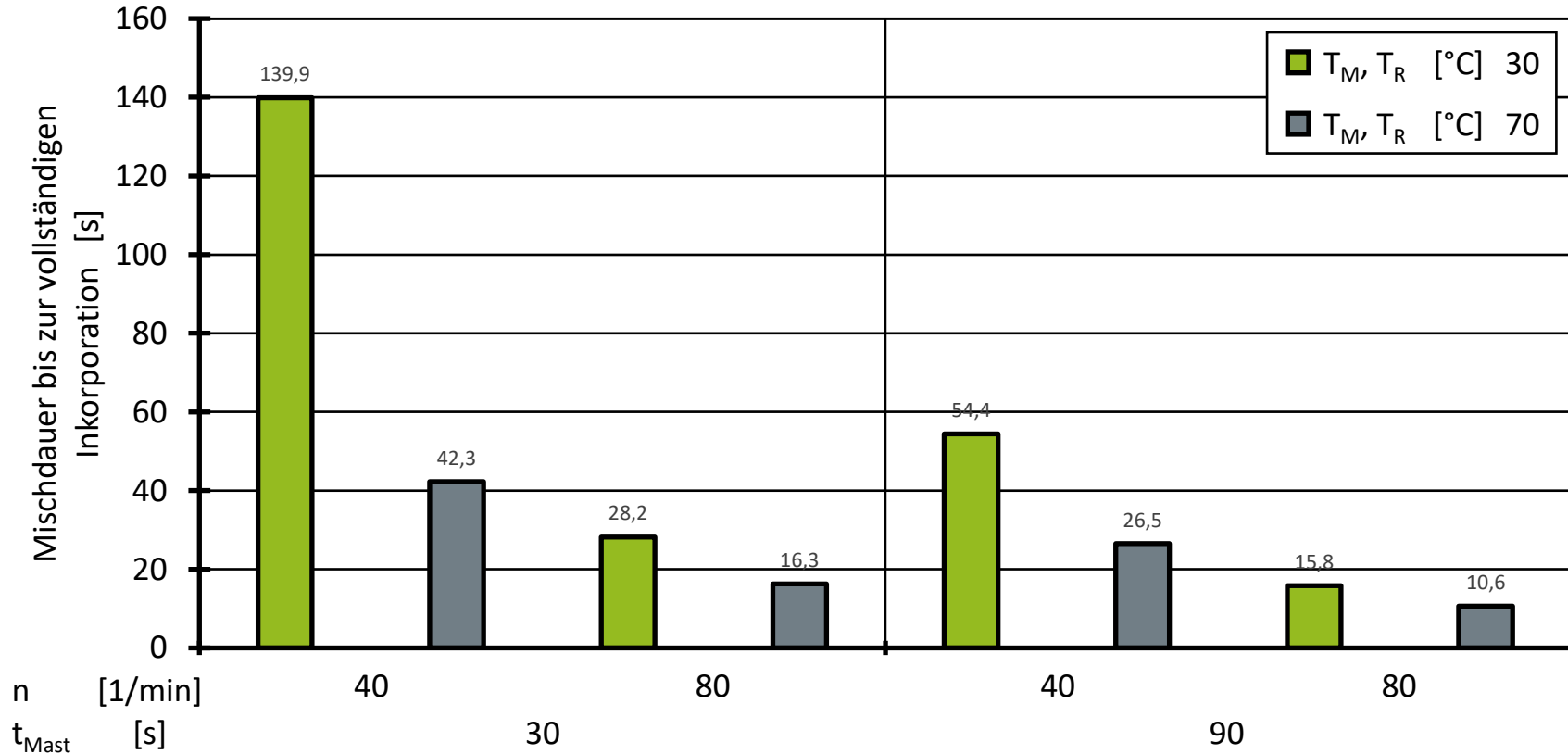
$T_R = 70 \text{ °C}, T_M = 70 \text{ °C}$



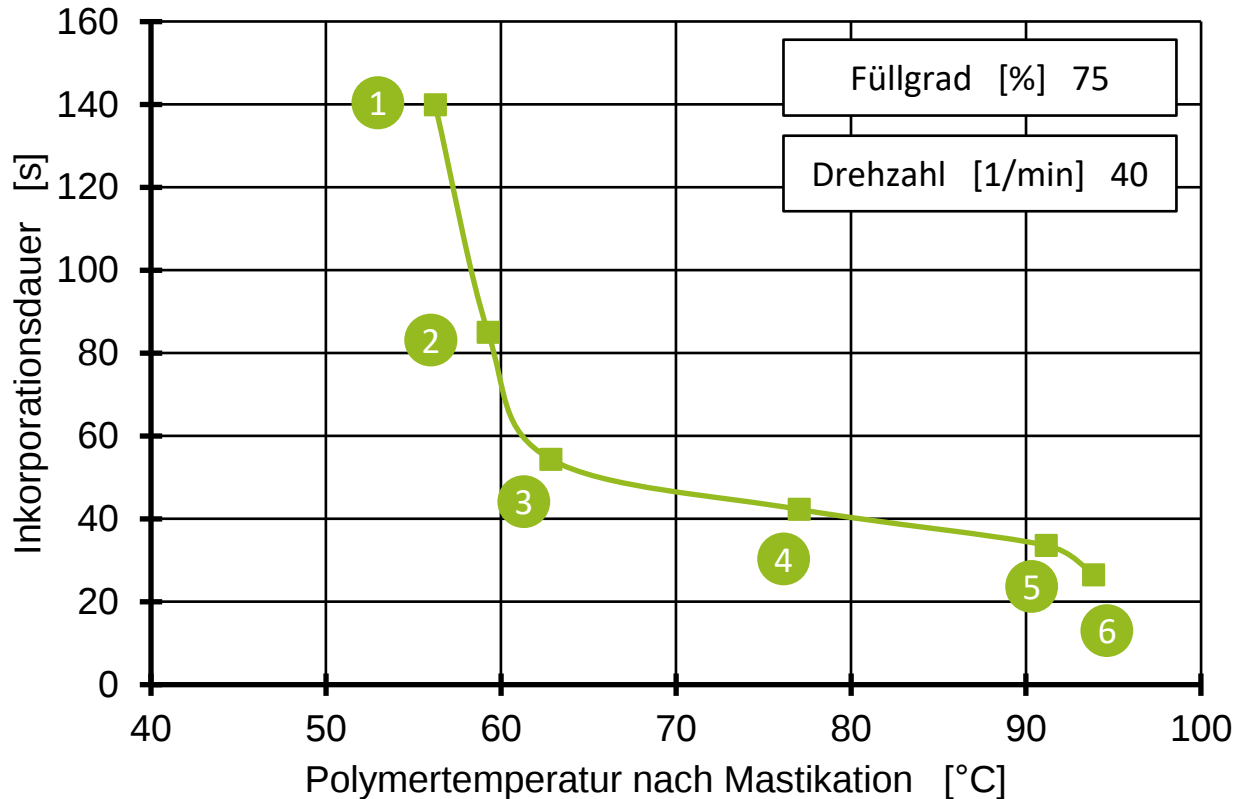
Erfolgte die Mischungsherstellung mit einer Rotordrehzahl von 40 1/min, einer Mastikationsdauer von 30 s und einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C, belief sich die Rußinkorporationsdauer in NR auf 140 s (Abb. 7.13). Wurde bei ansonsten gleichbleibenden Prozessparametern die Drehzahl auf 80 1/min erhöht, sank die Inkorporationsdauer um 80 % auf 28 s ab. Wurde bei einer Rotordrehzahl von 40 1/min die Anlagentemperierung auf je 70 °C erhöht, sank die Rußinkorporationsdauer auf 42 s ab. Eine Erhöhung der Mastikationsdauer von 30 s auf 90 s bei einer Rotordrehzahl von 40 1/min und einer Anlagentemperierung von je 30 °C ging mit einer Reduktion der Rußinkorporationsdauer um 61 % von 140 s auf 54 s einher. Somit ließ sich schlussfolgern, dass die Rußinkorporationsdauer mit steigender Mastikationsdauer, Drehzahl sowie Mischkammer- und Rotortemperatur absank. Begründet liegt dieser Zusammenhang in der mit steigender Mastikationsdauer, Rotordrehzahl und Anlagentemperierung ebenso steigenden Polymertemperatur, die einen entscheidenden Einfluss auf die Dauer der Rußinkorporation hatte. Die Abhängigkeit der Prozessparameter Rotordrehzahl, Anlagentemperierung sowie Mastikationsdauer ließ sich darauf zurückführen, dass alle genannten Prozessparameter die Polymertemperatur beeinflussten. Mit steigender Rotordrehzahl, Anlagentemperierung als auch Mastikationsdauer stieg diese ebenso an. Darüber hinaus konnte gezeigt werden, dass die Inkorporationsdauer mit steigender Polymertemperatur sank (Abb. 7.14). Betrug die Polymertemperatur vor Rußzugabe 56 °C, belief sich die Rußinkorporationsdauer bei einer Rotordrehzahl von 40 1/min und einem Füllgrad von 75 % auf 140 s. Wurde die Polymertemperatur bei ansonsten gleichbleibenden Prozessparameter auf 63 °C erhöht, sank die benötigte Inkorporationsdauer auf 54 s. Eine weitere Erhöhung der Polymertemperatur auf 94 °C hatte zur Folge, dass die Inkorporationsdauer auf 27 s abfiel. Ferner sank die Polymerviskosität mit steigender Polymertemperatur und dem voranschreitenden Polymerkettenabbau ab, sodass neue, noch nicht mit Ruß bedeckte Oberflächen einfacher gebildet werden konnten. Allerdings konnte bei einer höheren Compound-(Polymer-Ruß-Mischung)-Temperatur weniger Energie in die Mischung eingebracht werden. Wird in der Phase der Rußdispersion zu wenig Scherung und Dehnung in die Mischung eingebracht, können Rußagglomerate in der Mischung verbleiben, die die mechanischen Eigenschaften der technischen Elastomererzeugnisse negativ beeinflussen.

Neben der Analyse der Rußinkorporationsdauer erfolgte zusätzlich eine Analyse der mittleren eingebrachten Leistung. Wurde eine Mischkammer- und Rotortemperatur von je 70 °C gewählt, war die mittlere eingebrachte Leistung in der Regel niedriger als bei einer Anlagentemperierung von je 30 °C (Abb. 7.15). Begründet werden konnte dies mit der höheren Compoundtemperatur und damit niedrigeren Compoundviskosität bei höherer Anlagentemperierung. Die Verringerung der mittleren eingebrachten Leistung schwankte in Abhängigkeit der

Analyse der Rußinkorporation anhand der Mischdauer für NR



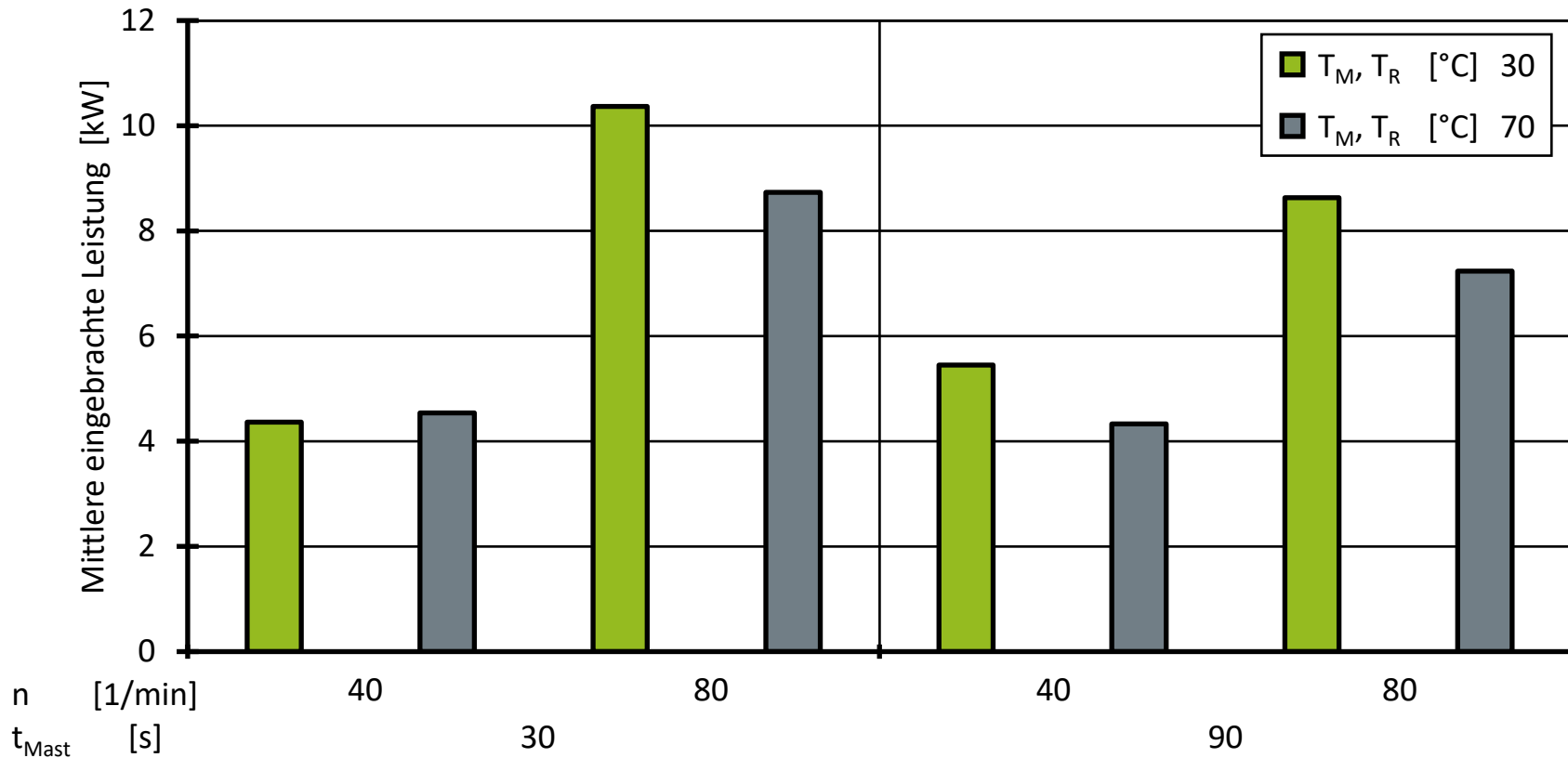
Einfluss der Compoundtemperatur nach Mastikation auf die Inkorporationsdauer von Ruß für NR



- 1 $T_M, T_R = 30\text{ °C}, t_{\text{Mast}} = 30\text{ s}$
- 2 $T_M, T_R = 30\text{ °C}, t_{\text{Mast}} = 60\text{ s}$
- 3 $T_M, T_R = 30\text{ °C}, t_{\text{Mast}} = 90\text{ s}$
- 4 $T_M, T_R = 70\text{ °C}, t_{\text{Mast}} = 30\text{ s}$
- 5 $T_M, T_R = 70\text{ °C}, t_{\text{Mast}} = 60\text{ s}$
- 6 $T_M, T_R = 70\text{ °C}, t_{\text{Mast}} = 90\text{ s}$

[HKLS22]

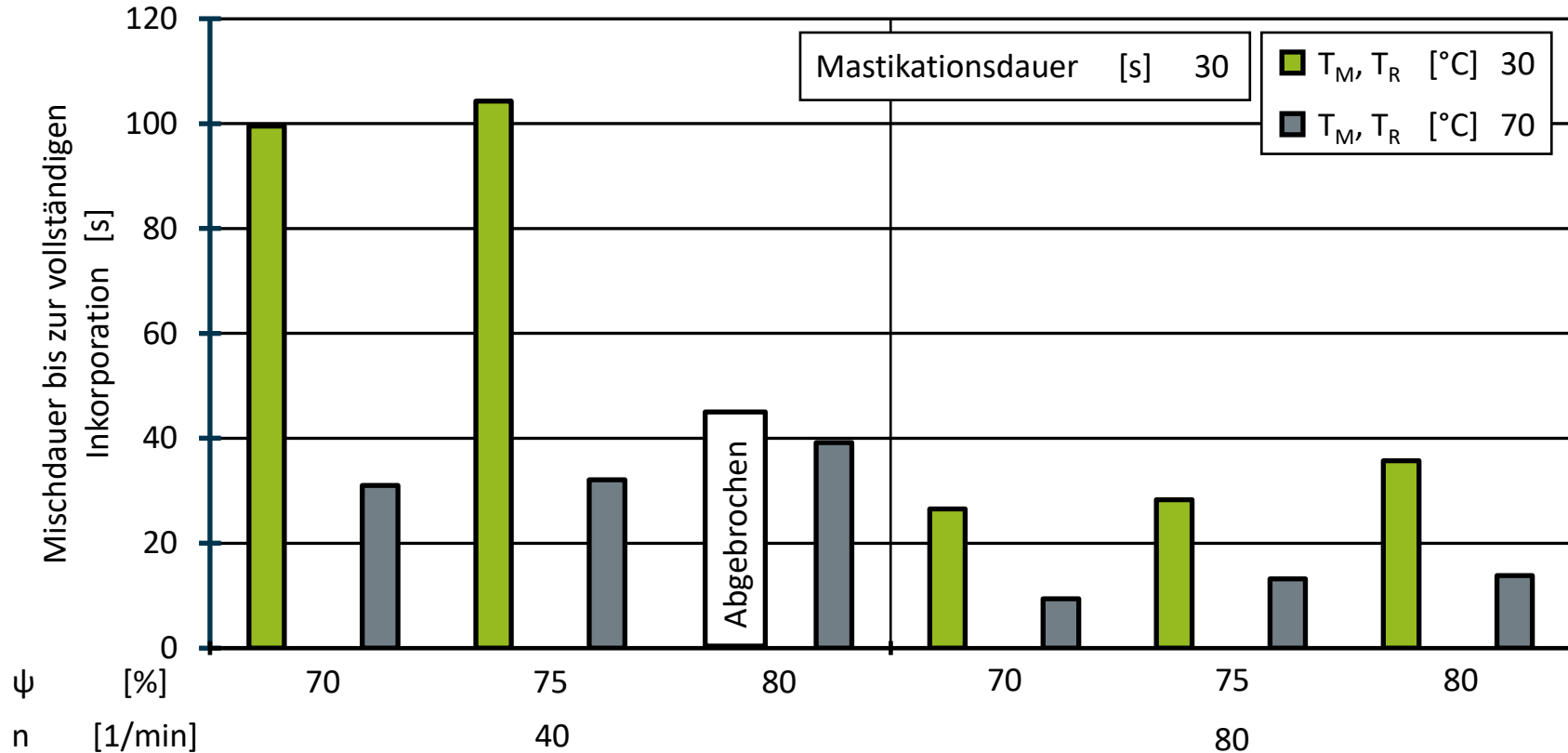
Analyse der Rußinkorporation anhand der eingebrachten Leistung für NR



Prozessparameter zwischen 15,7 % bei einer Drehzahl von 80 1/min und einer Mastikationsdauer von 30 s bis hin zu 20,7 % (Drehzahl: 40 1/min, Mastikationsdauer: 90 s). Bis auf eine Ausnahme (Drehzahl: 40 1/min, Mastikationsdauer: 90 s) sank in Folge der Verlängerung der Mastikationsdauer von 30 s auf 90 s die mittlere eingebrachte Leistung. Eine Verdopplung der Rotordrehzahl war mit einer Erhöhung der mittleren eingebrachten Leistung einhergegangen. Wurde die Drehzahl bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C und einer Mastikationsdauer von 90 s verdoppelt, stieg die mittlere eingebrachte Leistung um 59 % an.

Neben der Variation der Prozessparameter Mischkammer- und Rotortemperatur sowie der Rotordrehzahl und für Naturkautschuk auch der Mastikationsdauer wurde der Füllgrad ebenso variiert. Die Analysen zeigten, dass der Füllgrad insbesondere Auswirkungen auf die Mischphase „Rußinkorporation“ hatte. Aufgrund der, im Vergleich zur Rußtype N550, verhältnismäßig hohen spezifischen Oberfläche des hochaktiven Standardrußes N330 wird die Bildung von Rußnetzwerken begünstigt. Infolge dessen kann davon ausgegangen werden, dass die Inkorporation der Standardrußtype N330 im Allgemeinen problembehafteter ist als die der Standardrußtype N550 wird davon ausgegangen, dass die Variation des Füllgrades bei der Mischungsherstellung der NR-N330-Mischung eine erheblichere Auswirkung auf die Rußinkorporation aufweist. Zu erkennen war, dass der Füllgrad einen Einfluss auf die Mischdauer hatte, die zur vollständigen Rußinkorporation benötigt wird. Ebenso wurde deutlich, dass dieser Zusammenhang temperaturabhängig ist (Abb. 7.16). Wurde die Mischdauer bis zur vollständigen Inkorporation bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C und einer Rotordrehzahl von 40 1/min ermittelt, stieg diese bei einer Erhöhung des Füllgrades um 5 % von 70 % auf 75 % um ebenfalls 5 % an. Die Steigerung des Füllgrades beeinflusste die Mischdauer im Wesentlichen nicht negativ. Wurde der Füllgrad nochmals um 5 % auf 80 % angehoben, konnte der Versuchspunkt nicht durchgeführt werden. Die Ursache war, dass die Compoundviskosität infolge der Rußinkorporation derart anstieg, dass die Maximallast des Innenmischers überschritten wurde und es aufgrund dessen zu einer Notabschaltung kam. Wurden die experimentellen Untersuchungen bei sonst gleichbleibenden Prozessparametern bei einer Rotordrehzahl von 80 1/min durchgeführt, war es hingegen möglich, auch Untersuchungen bei einem Füllgrad von 80 % durchzuführen. Zu erkennen war hierbei, dass eine Erhöhung des Füllgrades von 70 % auf 75 % dazu führte, dass die notwendige Mischdauer um ca. 7 % anstieg. Eine weitere Erhöhung des Füllgrads auf 80 % führte zu einer nochmaligen Steigerung der benötigten Mischdauer um 26 %. Die Durchführbarkeit der experimentellen Analysen liegt in der Compoundtemperatur und damit der Compoundviskosität begründet. Zu entnehmen sind die mit einem Stabthermoelement

Analyse der Rußinkorporation anhand der Mischdauer in Abhängigkeit des Füllgrades für NR



gemessenen Auswurftemperaturen nach erfolgter Rußinkorporation und -dispersion
Tabelle 7.2.

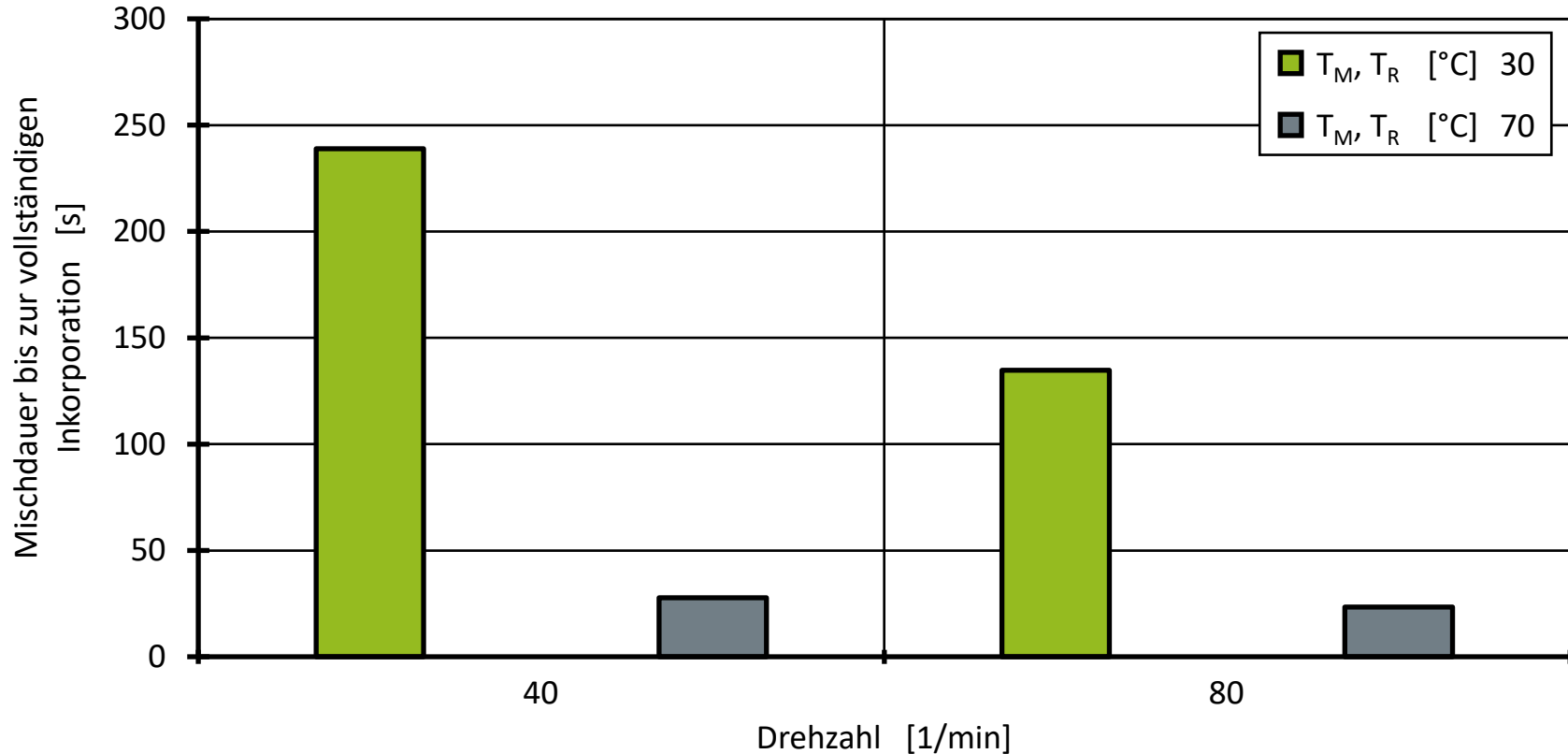
Mischkammer- temperatur [°C]	Rotortemperatur [°C]	Füllgrad [%]	Rotordrehzahl [1/min]	Auswurf- temperatur [°C]
30	30	70	40	91
			80	127
30	30	75	40	98
			80	137
30	30	80	40	Nicht ermittelbar aufgrund von Prozessabbruch
			80	140

Tabelle 7.2: Compound-Auswurftemperatur nach Rußinkorporation in Abhängigkeit der Anlagentemperatur, des Füllgrades und der Rotordrehzahl

Auch die experimentellen Untersuchungen, die bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 70 °C durchgeführt wurden, zeigten eine Abhängigkeit der benötigten Mischdauer von dem gewählten Füllgrad. Deutlich wurde, dass es möglich war die Mischungen bei Füllgraden von 75 %, 75 % und 80 % herzustellen. Kritisch hinterfragt werden muss allerdings die Auswurftemperatur. Die belief sich bei einem Füllgrad von 80 % bei einer Rotordrehzahl von 40 1/min auf 139 °C und einer Rotordrehzahl von 80 1/min auf 172 °C. Beide nach der Rußdispersion ermittelten Auswurftemperaturen sind nicht praktikabel.

Wurde bei der Herstellung der EPDM-N330-Mischung die Rotordrehzahl verdoppelt, sank die Mischdauer bis zur vollständigen Inkorporation bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von 30 °C von 239 s (Drehzahl: 40 1/min) auf 135 s (Drehzahl: 80 1/min) ab (Abb. 7.17). Dies entsprach einer Reduktion von 43,5 %. Wie auch bei der Inkorporation von Ruß in die Naturkautschukmatrix bedingt eine höhere Rotordrehzahl eine niedrigere Compoundviskosität in Folge der höheren Compoundtemperatur. Ebenso galt auch hier der Zusammenhang, dass die teilgefüllten Rotorflügel doppelt so häufig das Ende des Beschickungsschachtes erreichten und dementsprechend mehr Ruß in die Mischkammer transportiert werden konnte. Wurde die Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C auf 70 °C erhöht, konnte eine deutliche Abnahme der Rußinkorporationsdauer von 239 s auf 28 s beobachtet werden. Nach einer Mischdauer von 300 s nach Rußzugabe wurden die Compoundtemperaturen am Ende des Mischprozesses ermittelt (Tabelle 7.3).

Analyse der Rußinkorporation anhand der Mischdauer für EPDM



Mischkammer- temperatur [°C]	Rotortemperatur [°C]	Rußinkorporations- dauer [s]	Compound- temperatur [°C]
30	30	239	101
70	70	28	134

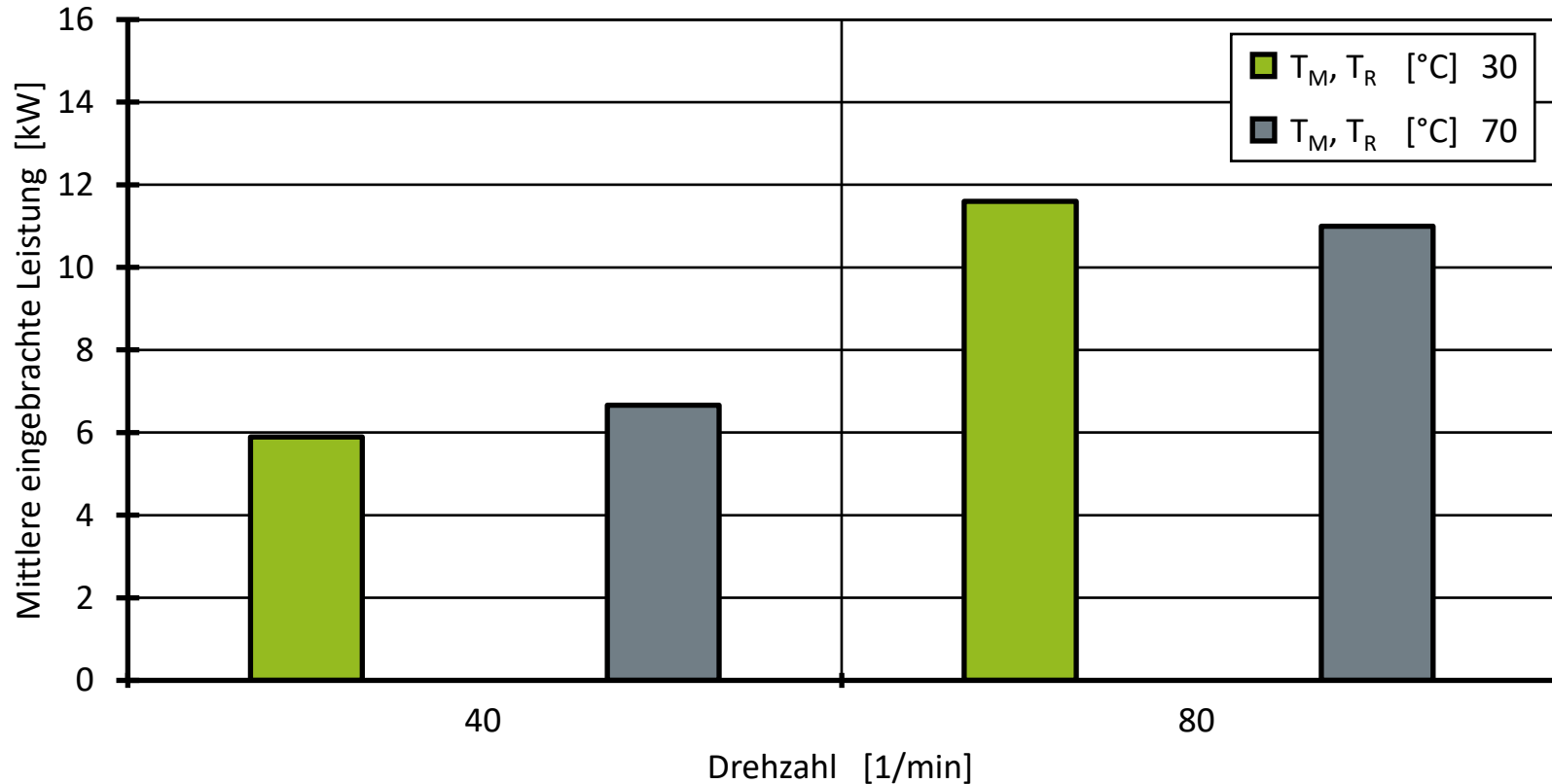
Tabelle 7.3: Compound-Auswurftemperatur nach Rußinkorporation in Abhängigkeit der Anlagentemperatur bei einer Rotordrehzahl von 40 1/min

Zusammenfassend konnte festgestellt werden, dass eine Erhöhung der Compoundtemperatur von 101 °C auf 134 °C zu einer Reduktion der Rußinkorporationsdauer um 88,4 % führte. Ebenso wie der der Herstellung von NR-Mischungen muss allerdings angemerkt werden, dass bei hohen Compoundtemperaturen geringere Scher- und Dehnspannungen in die Mischung eingebracht werden konnten. Eine mögliche Folge war, dass Rußagglomerate im Compound verblieben, die die mechanischen Eigenschaften der Endprodukte negativ beeinflussten. Ferner wurde ebenso die mittlere eingebrachte Leistung während der Rußinkorporation ausgewertet und analysiert (Abb. 7.18). Folgende Erkenntnisse konnten zusammengefasst werden:

- Wurde eine niedrige Anlagentemperatur für die Mischungsherstellung gewählt, war die eingebrachte Leistung bei einer Rotordrehzahl von 80 1/min geringer. Bei einer Rotordrehzahl von 40 1/min konnte dieser Zusammenhang nicht beobachtet werden.
- Deutlich wurde ebenso der Einfluss der Compoundtemperatur auf die Rußinkorporationszeit. Eine hohe Compoundtemperatur begünstigte eine niedrigere Rußinkorporationsdauer. Ein Zielkonflikt in der sich anschließenden Rußdispersionsphase resultierte, da aufgrund dessen geringer Scher- und Dehnspannungen in das Compound eingebracht werden konnten. Die Folge waren undispergierte Fehlstellen in der Mischung (s. Kap. 7.4.3). Die Compoundtemperatur sollte mittels der Prozessparameter so eingestellt werden, dass diese so warm wie nötig ist, um eine schnelle Rußinkorporation zu gewährleisten, aber so kalt wie möglich ist, um eine ausreichend hohe Rußdispersionsqualität zu gewährleisten.

Auch die systematische Untersuchung der EPDM-Mischungsherstellung erfolgte unter Variation des Füllgrades. Da sich die Auswirkungen der Variation des Füllgrades für die durchgeführten EPDM-Versuche qualitativ ähnlich zu den Ergebnissen, die im Rahmen der Naturkautschukmischungsherstellungen gemacht wurden, verhält, werden diese für EPDM nicht weiter ausgeführt. Dargestellt sind die Zusammenhänge zudem in der Veröffentlichung „Influence of process parameters on mixing time and properties of rubber compounds“, die im Rahmen des 31. Internationalen Kunststofftechnischen Kolloquium erscheint [HKS+22].

Analyse der Rußinkorporation anhand der eingebrachten Leistung für EPDM



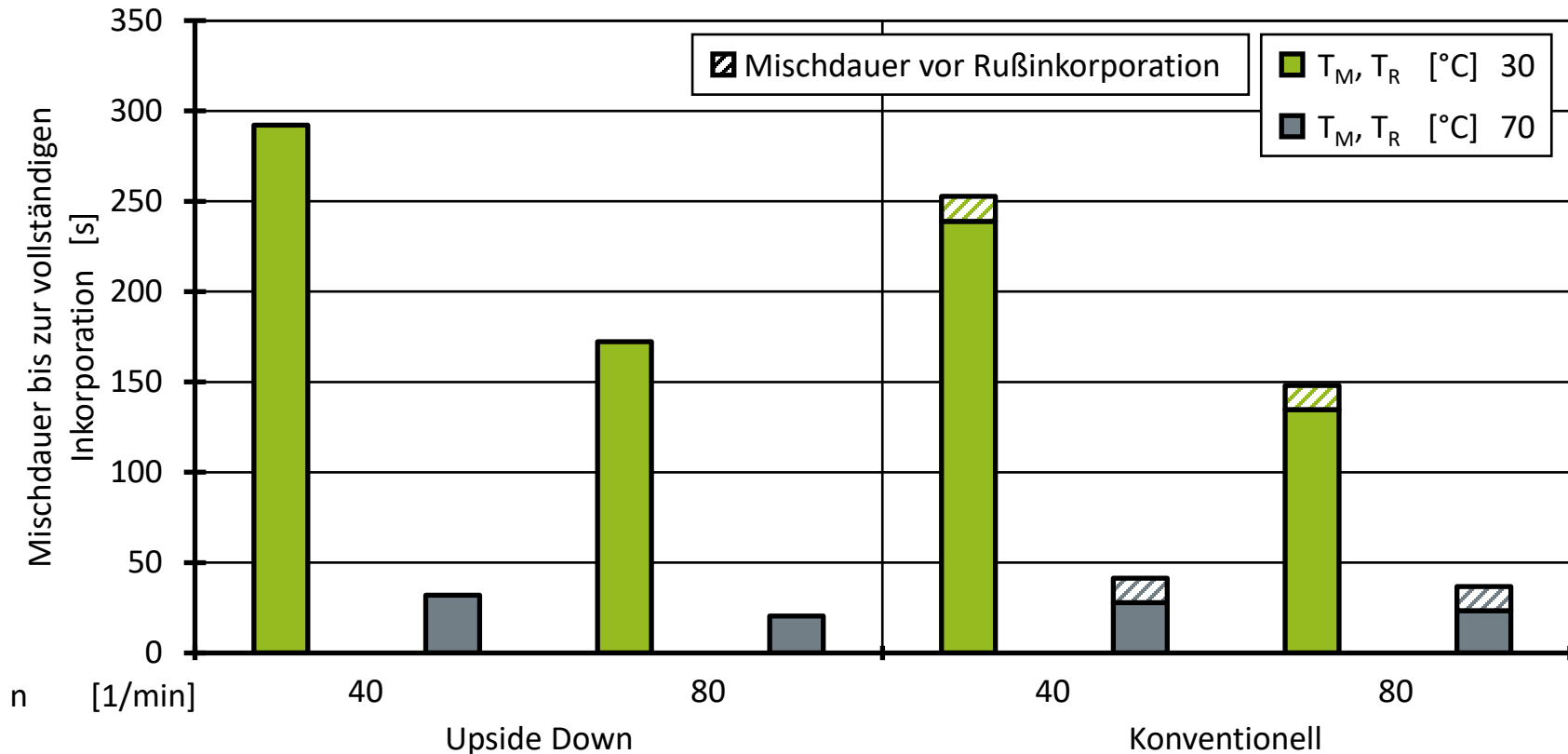
Die systematische experimentelle Untersuchung erfolgte ebenso mit NBR. Die experimentellen Analysen mit unterschiedlichen Prozessparametern zeigten, dass das Prozessfenster im Vergleich zu der Verarbeitung von NR und EPDM kleiner ist. Folglich kam es in Konsequenz einer Prozessparametervariation zu wiederholten Prozessabbrüchen und damit zu einer schlechteren Datenlage verbunden mit einer höheren Fehlerquote. Aufgrund dessen wird die systematische Untersuchung der NBR-Mischungsherstellung nachfolgend nicht weiter thematisiert.

7.3.2 „Upside Down“-Mischungsherstellung

Bei der „upside down“-Mischungsherstellung von EPDM war die Rußinkorporation die entscheidende Mischphase. Um die unterschiedlichen Verfahren zur Mischungsherstellung zu bewerten, wurde die Mischdauer bis zur vollständigen Inkorporation in Abhängigkeit der Anlagentemperierung und der Rotordrehzahl analysiert. Unabhängig von dem verwendeten Mischverfahren wurde deutlich, dass die Mischdauer bis zur vollständigen Inkorporation bei einer Drehzahl von 80 1/min und einer Anlagentemperierung von je 70 °C deutlich niedriger ist als bei einer Rotordrehzahl von 40 1/min und einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C (Abb. 7.19). Zusätzlich zu der Mischdauer, die für die vollständige Rußinkorporation notwendig war, wurde bei der konventionellen Mischungsherstellung die Mischdauer der vorgelagerten Mischphasen betrachtet.

Wurden die EPDM-Mischungen „upside down“ bei einer Rotordrehzahl von 40 1/min und einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C hergestellt, betrug die Mischdauer bis zur Rußinkorporation 292 s. Hierbei musste allerdings beachtet werden, dass der Stempel eine Stempelhöhe von 6 mm im Beschickungsschacht nicht unterschritt. Streng genommen erreichte der Stempel demzufolge seine Endlage nicht und die Rußinkorporation konnte laut Definition nicht abgeschlossen werden. Die konventionelle Mischungsherstellung bei den identischen Prozessparametern resultierte in einer Inkorporationsdauer von 253 s. Folglich war die konventionelle Mischungsherstellung bei einer niedrigen Anlagentemperierung und Rotordrehzahl zu bevorzugen. Ursächlich dafür war, dass sich das Polymer während der 14 s, die sich das Polymer in der Mischkammer befand, bevor der Ruß hinzugegeben wurde, zerteilt und verteilt wurde. Außerdem erhöhte sich zu Beginn des Mischprozesses die Polymertemperatur deutlich. Der Ruß wurde also bei einer höheren Polymertemperatur als Umgebungstemperatur in das Polymer inkorporiert. Wurde die Anlagentemperierung bei gleichbleibender Drehzahl auf 70 °C erhöht, betrug die Inkorporationsdauer „upside down“ 32 s. Diese erhöhte sich bei der konventionellen Mischungsherstellung auf 41 s. Begründet lag dies in der Dauer der vorgeschalteten Mischphasen (13,5 s). Schlussfolgert werden konnte, dass die Polymertemperatur bei der „upside down“-Mischungsherstellung bereits ausreichend genug

Vergleich der konventionellen und der „upside down“ Mischungsherstellung für EPDM



anstieg. Die Inkorporation des Rußes in der Polymermatrix war unabhängig von der gewählten Mischtechnik hinreichend schnell („upside down“: 32 s, konventionell: 28 s). Ein ähnlicher Zusammenhang konnte beobachtet werden, wenn die Drehzahl von 40 1/min auf 80 1/min erhöht wurde. Wurde der Mischprozess „upside down“ durchgeführt, betrug die Rußinkorporationsdauer 292 s bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C. Die Verdopplung der Drehzahl auf 80 1/min resultierte in einer Verkürzung der Inkorporationsdauer um 120 s. Begründet werden konnte dies zum einen damit, dass mit höherer Drehzahl die Compoundtemperatur schneller anstieg und absolut auch einen höheren Wert annahm. Folglich konnte der Ruß schneller in das Polymer inkorporiert werden. Darüber hinaus erreichten die teilgefüllten Rotorflügel, mit denen der Ruß in die Mischkammer transportiert wurde, das Ende des Beschickungsschachtes schneller und der Ruß konnte bei höherer Drehzahl zügiger in die Mischkammer transportiert werden [HKLF21b]. Die Untersuchungen zeigten deutlich, dass die Temperierung des Innenmischers einen signifikanten Einfluss auf die Mischdauer bis zur vollständigen Inkorporation hatte. Es lässt sich schlussfolgern, dass die Wahl einer hohen Rotor- und Mischkammertemperatur bei der „upside down“-Mischungsherstellung vorteilhaft ist.

7.3.3 Scale -Up

Die Scale-Up-Versuche wurden zum einen mit NR- als auch mit EPDM-Mischungen durchgeführt. Nachfolgend wird die Herstellung von Naturkautschukmischungen, denen 50 phr Ruß N550 zugegeben wurde, ausgewertet und analysiert. Zu Beginn des Scale-Ups von einem ineinandergreifenden Innenmischer mit einem Mischkammervolumen von 1,5 l (GK 1,5 E) auf einen ineinandergreifenden Innenmischer mit einem Mischkammervolumen von 5 l (GK 5 E) wurden die identischen Prozessparameter verwendet, um einen direkten Vergleich zu haben. Folglich wurde die erste Mischung bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 70 °C, einem Füllgrad von 75 % sowie einer Rotordrehzahl von 40 1/min durchgeführt. Basierend auf der Auswertung und Analyse des Fingerprints wurde anschließend der Füllgrad wie auch die Rotordrehzahl auf die veränderte Anlagenkonfiguration angepasst. Die Voruntersuchungen zeigten, dass der optimale Füllgrad zur Herstellung der NR-N550-Mischungen 65 % betrug und die Rotordrehzahl um 20 % reduziert werden musste. So konnte gewährleistet werden, dass die Temperaturgradienten der Compoundtemperaturen im Laborinnenmischer als auch im Innenmischer ähnlich waren und die Mischung demzufolge eine vergleichbare thermische Belastung erfuhr. Die üblicherweise verwendete Rotordrehzahl von 40 1/min wurde auf 32 1/min herabgesetzt. Betrug die Drehzahl bei den Untersuchungen im GK 1,5 E 80 1/min, so wurde diese auf 64 1/min im GK 5 E herabgesetzt. Die Temperierung der Mischkammer und der Rotoren wurde beibehalten.

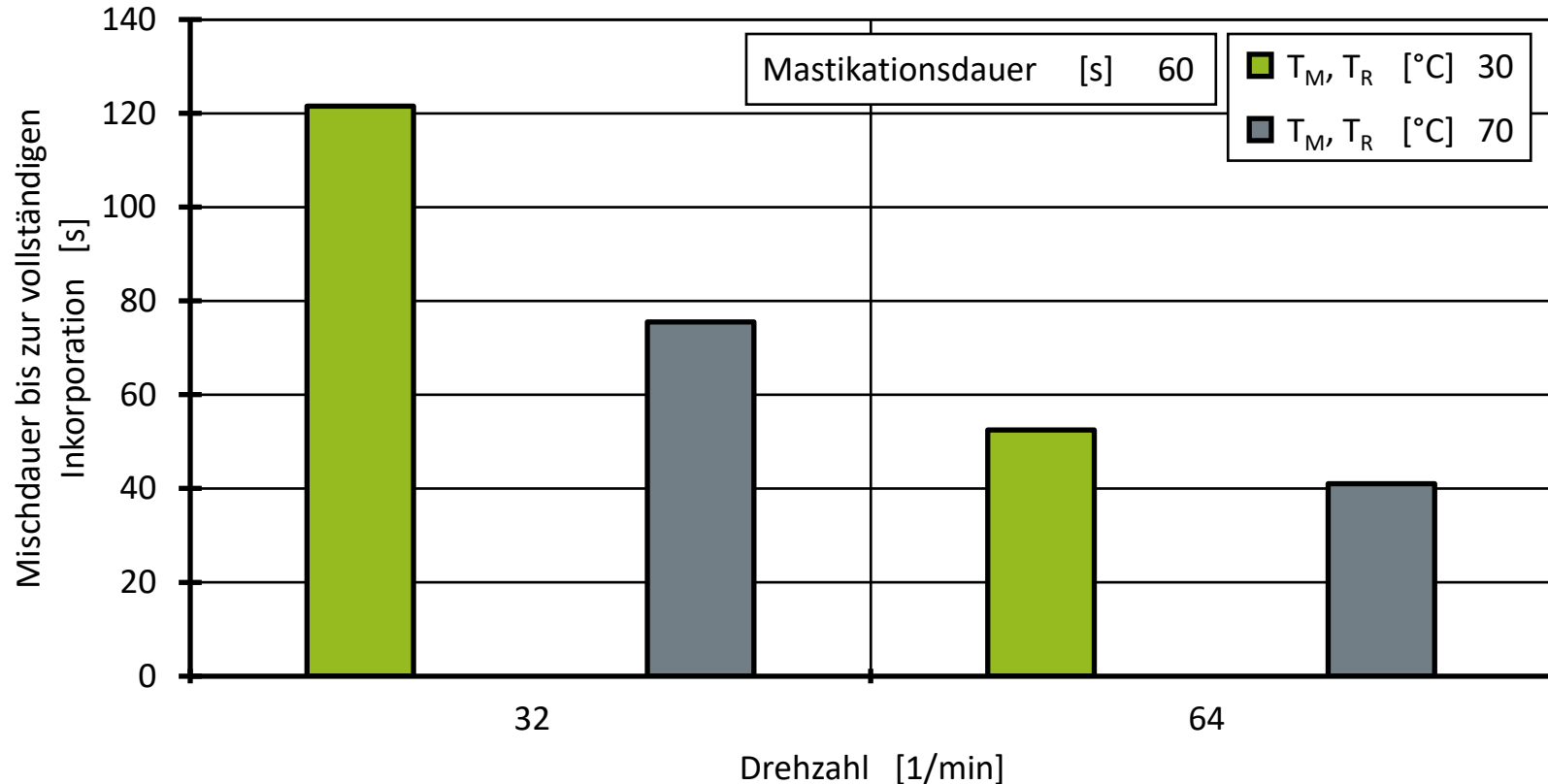
Da die Ergebnisse der experimentellen Analysen im Labormaßstab gezeigt haben, dass die Mischphase der Rußinkorporation besonders ausschlaggebend für die Mischdauer und damit auch die Energieeffizienz des Mischprozesses sind, wurden die Scale-Up-Versuche im Besonderen im Hinblick auf die Inkorporationsdauer und den Einfluss der Drehzahl sowie der Anlagentemperierung auf die Inkorporationsdauer ausgerichtet. Die Analysen zeigten, dass die Inkorporationsdauer mit steigender Rotordrehzahl wie auch Anlagentemperierung deutlich absinken. Wurden experimentelle Analysen bei einer Rotordrehzahl von 32 1/min und einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C durchgeführt, betrug die Inkorporationsdauer 121,5 s (Abb. 7.20). Eine Verdopplung der Drehzahl resultierte in einer Abnahme der Inkorporationsdauer um 59 %. Diese betrug 52,5 s. Wurde bei einer Rotordrehzahl von 32 1/min hingegen die Anlagentemperierung von je 30 °C auf 70 °C angehoben, sank die Inkorporationsdauer von 121,5 s auf 75,5 s. Es kann schlussfolgert werden, dass sich die Erkenntnisse, die im Labormaßstab gewonnen wurden, im Scale-Up übertragen lassen und damit eine breite Gültigkeit aufweisen.

Ferner erfolgte eine experimentelle Analyse zur Ermittlung des Einflusses der Mastikationsdauer (30 s, 90 s) auf die Inkorporationsdauer bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C. Deutlich zu erkennen war, dass die benötigte Inkorporationsdauer bei einer Mastikationsdauer von 90 s mit 82 s einen 90 s niedrigeren Wert aufweist (Abb. 7.21). Diese Beobachtung lässt die Schlussfolgerung zu, dass die Gesamtmischdauer in Folge der Erhöhung der Mastikationsdauer reduziert werden konnte. Ähnliche Zusammenhänge konnten ebenso im Labormaßstab detektiert werden. Auch hier sank die Inkorporationsdauer in Folge der Erhöhung der Mastikationsdauer ab, allerdings nicht derart deutlich (s. Abb. 7.15).

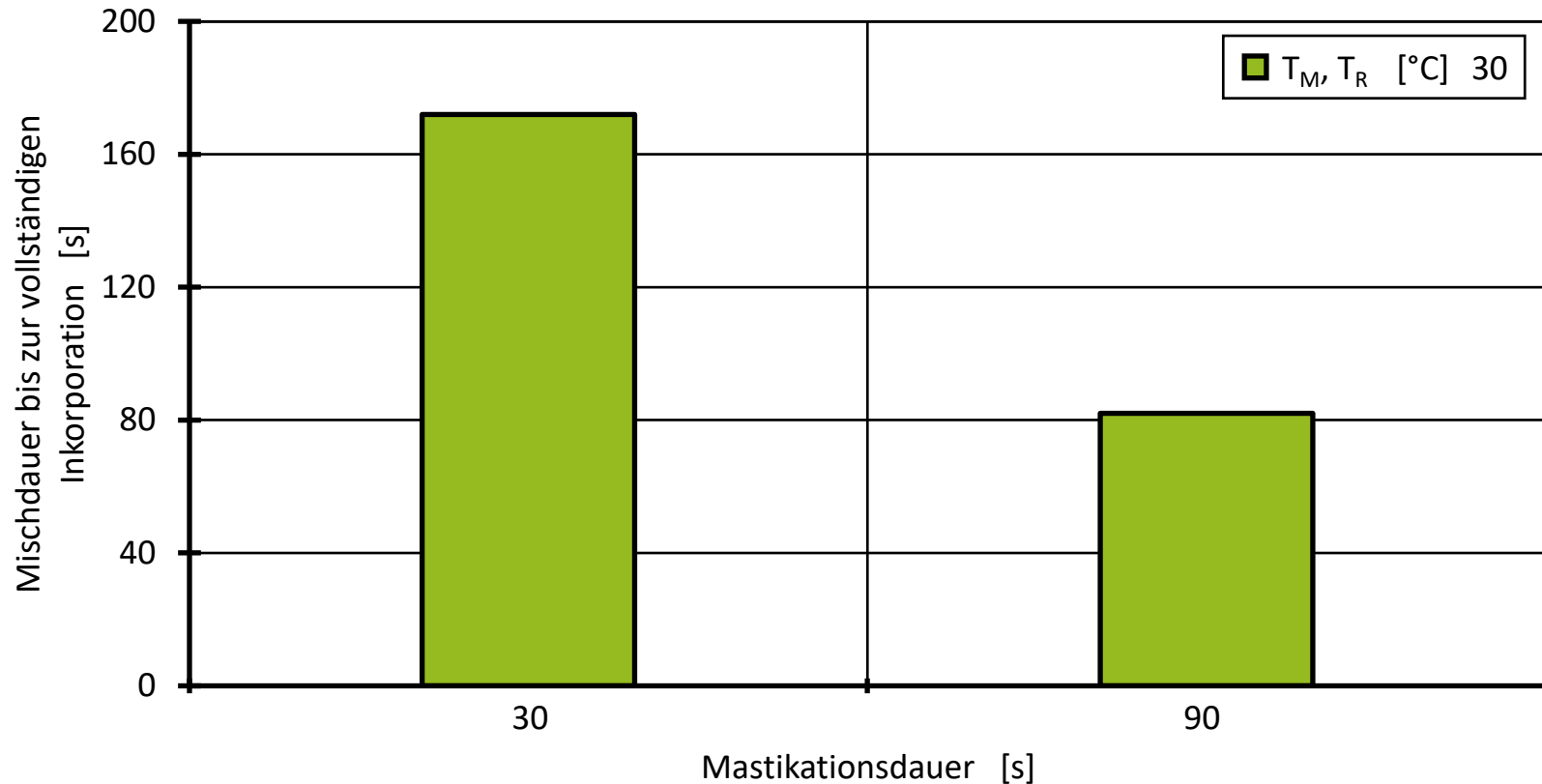
7.4 Einfluss der Prozessparameter während der Mischungsherstellung auf die Compoundqualität

Die Analyse des Druckverformungsrestes, der Härte, der Bruchspannung und -dehnung sowie des Weiterreißwiderstandes zeigte, dass die Variation der Prozessparameter Mischkammer- und Rotortemperatur, der Rotordrehzahl sowie der Mastikationsdauer bei NR keinen signifikanten Einfluss auf diese integralen Compouneigenschaften hatte. Nachfolgend sollen daher beispielhaft die Ergebnisse der Zugprüfung vorgestellt werden. Ferner konnten diese Einflüsse der Mischungsherstellung bei der Ermittlung der Mooney-Viskosität und der Rußdispersion detektiert werden. Ermittelt wurden die Mischungs- und Endprodukteigenschaften an NR-Mischungen, denen 50 phr Ruß N550 zugegeben wurde sowie EPDM-Mischungen, die einen N330-Rußanteil von ebenfalls 50 phr enthielten.

Analyse der Rußinkorporationsdauer in Abhängigkeit der Prozessparameter während der Mischungsherstellung



Analyse der Rußinkorporationsdauer in Abhängigkeit der Mastikationsdauer



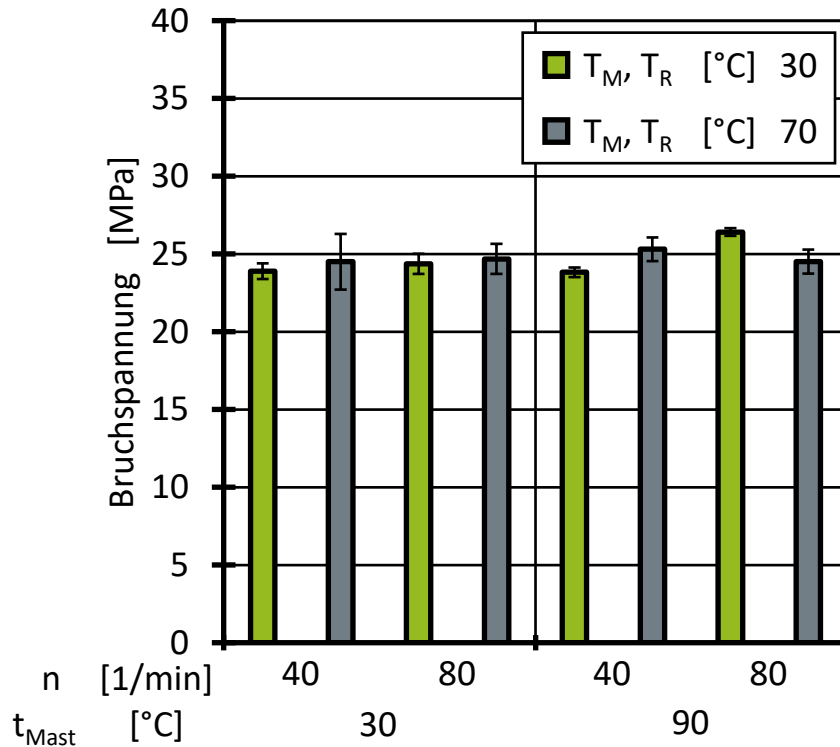
7.4.1 Zugprüfung

Die Bruchspannung der untersuchten Naturkautschukproben betrug ca. 25 MPa (s. Abb. 7.22). In Abhängigkeit der untersuchten Prozessparameter waren im Mittel leichte Schwankungen zu beobachten. Die Einbeziehung der Standardabweichung in die Analyse verdeutlichte allerdings, dass diese Schwankungen im Bereich der Standardabweichungen lagen, sodass kein Rückschluss auf Wirkzusammenhänge zwischen den Prozessparameter während der Mischungsherstellung und der resultierenden Bruchdehnung möglich war. Gleiches galt für die Bruchdehnung der untersuchten Proben. Auch hier wurden marginale Schwankungen im Mittel sichtbar, die, ebenso wie schon bei der Bruchspannung festgestellt werden konnte, im Bereich der Standardabweichung lagen. Vermutlich hatten die untersuchten Prozessparameter zwar einen Einfluss auf den Mischprozess (z. B. Inkorporationsdauer), die Mischwirkung des Innenmischers und damit die Compoundqualität wurden allerdings nicht beeinflusst.

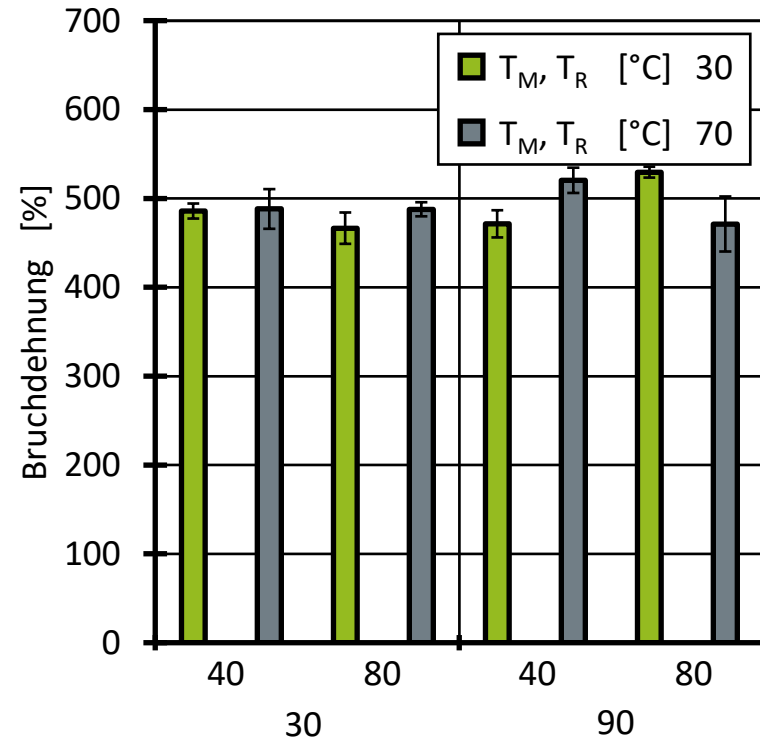
Die Analyse der Bruchspannung und -dehnung an EPDM-Proben verdeutlichte hingegen, dass sowohl die Mischkammer- und Rotortemperierung als auch die Rotordrehzahl einen Einfluss auf die Messgrößen hatten (Abb. 7.23). Zu erkennen war, dass die Bruchspannung und -dehnung infolge einer Rotor- und Mischkammertemperatur von je 70 °C unabhängig von der Rotordrehzahl absank. Die mittlere Bruchspannung sank um ca. 23 % ab. Die Reduktion der Bruchdehnung betrug bei einer Drehzahl von 40 1/min 27 % und bei einer Drehzahl von 80 1/min 25 Prozentpunkte. Sowohl die Analyse der eingebrachten Leistung während des Gesamtmischprozesses als auch die Betrachtung der Mischungsauswurftemperaturen liefert keinen Erklärungsansatz für die ermittelten Bruchspannungen und -dehnungen. Die eingebrachte Leistung zeigte eine deutliche Abhängigkeit von der Rotordrehzahl, aber keine wesentliche von der Temperierung der Rotoren und der Mischkammer auf. Haft- und Gleitvorgänge des Mischgutes an den Rotoren oder der Mischkammer können aufgrund dessen weitestgehend ausgeschlossen werden. Ferner liefert auch die Betrachtung der Auswurftemperaturen keinen Hinweis darauf, dass die Mischungen, die bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 70 °C hergestellt wurden, eine niedrigere Bruchspannung und -dehnung aufweisen, als diejenigen, die bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C hergestellt wurden. So belief sich die Auswurftemperatur der Mischung, die bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 70 °C und einer Rotordrehzahl von 40 1/min hergestellt wurde, auf 87 °C, wohingegen die der Mischung, die bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C und einer Rotordrehzahl von 80 1/min hergestellt wurde, 106 °C betrug. Somit kann auch nicht schlussfolgert werden, dass niedrigere Compoundviskositäten zu dazu führten, dass geringere Scher- und Dehnkräfte in die Mischung eingebracht wurden und aufgrund dessen Rußagglomerate im Compound verblieben.

Bruchspannung der NR-Compounds in Abhängigkeit variierteter Prozessparameter während der Mischungsherstellung

Bruchspannung

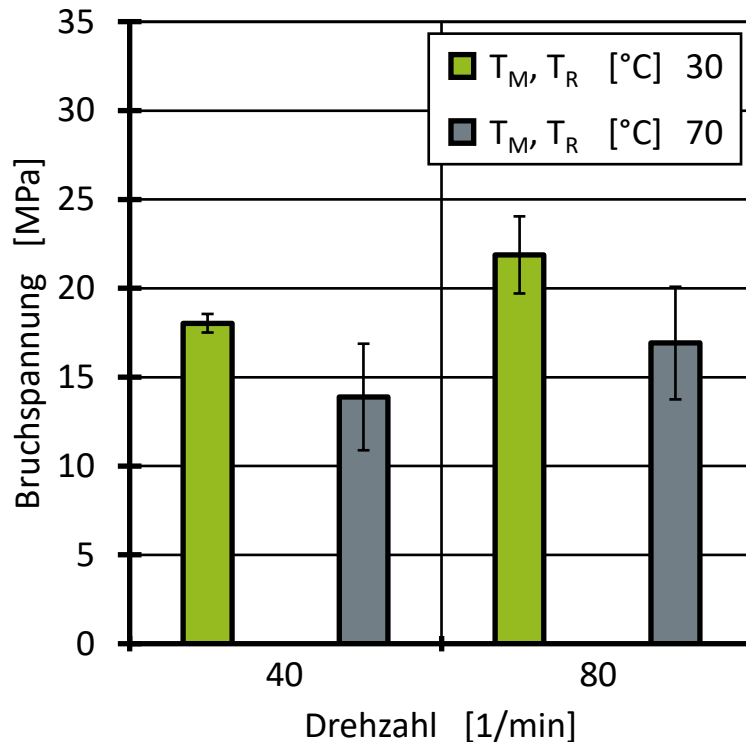


Bruchdehnung

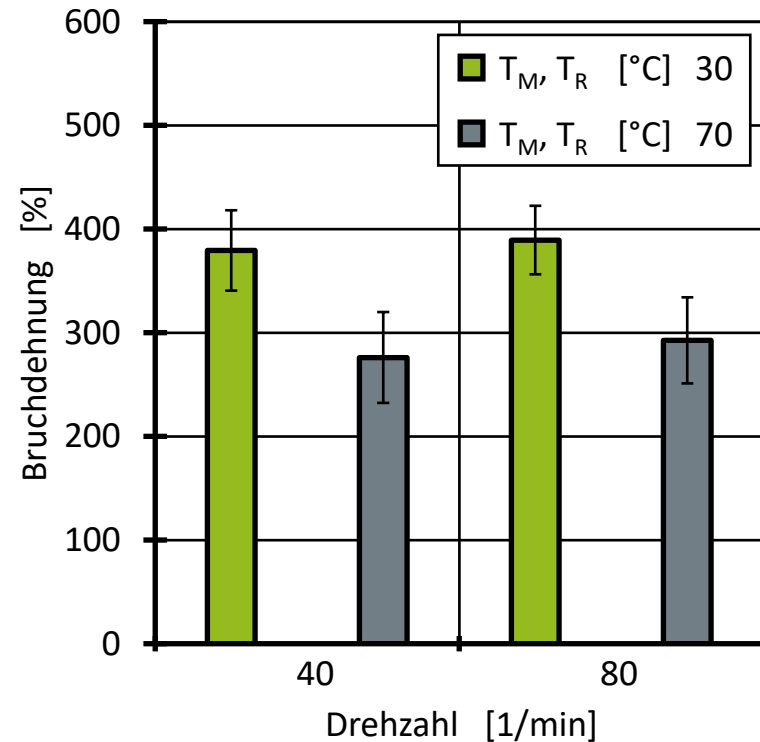


Bruchspannung der EPDM-Compounds in Abhängigkeit variierteter Prozessparameter während der Mischungsherstellung

Bruchspannung



Bruchdehnung



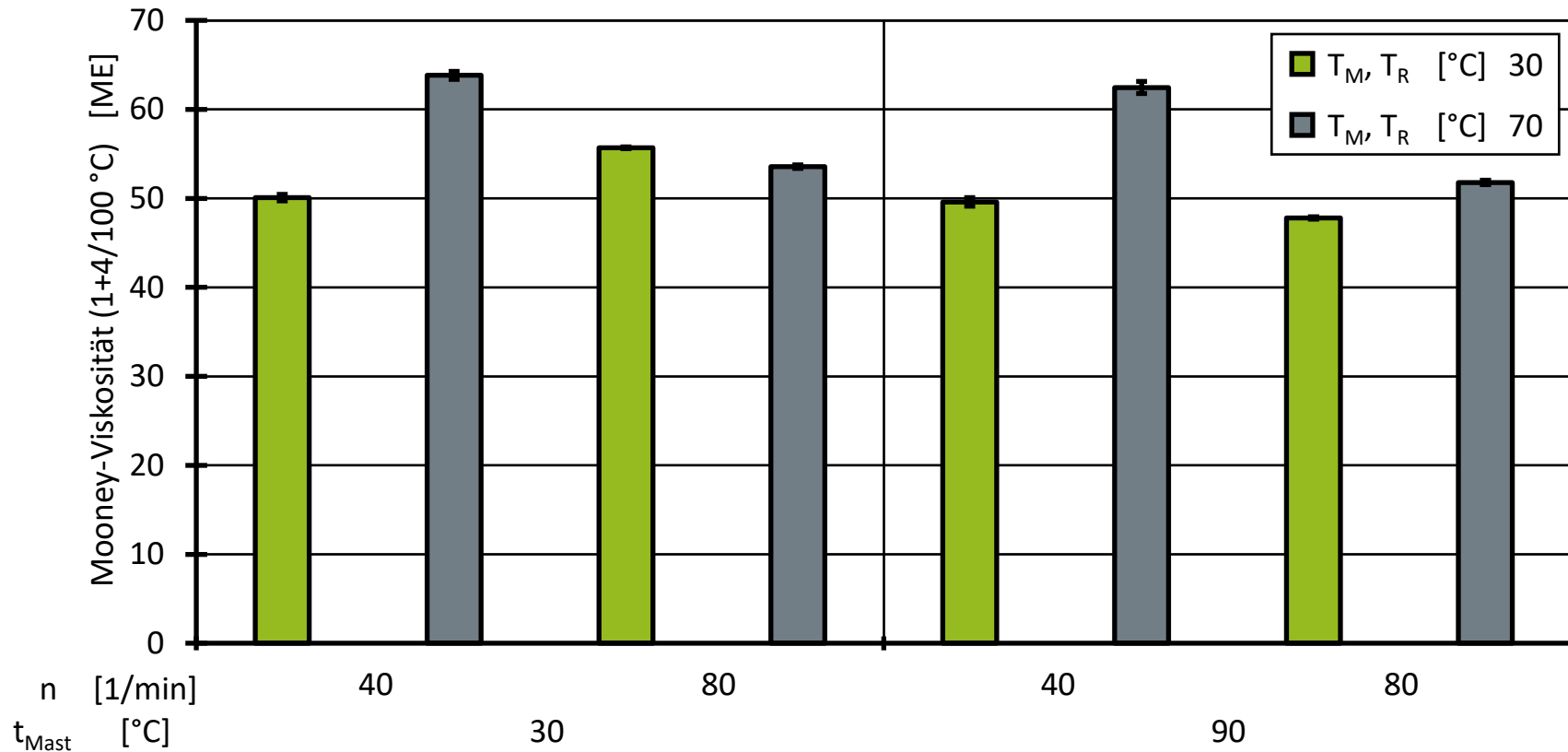
7.4.2 Mooney-Viskosität

Der Einfluss der variierten Prozessparameter auf die Mischungsqualität wurde unter Zuhilfenahme der Mooney-Viskosität analysiert. Die Mooney-Viskosität dient Verarbeitern vornehmlich der Qualitätskontrolle [Ryz01]. Nach der Mischungsherstellung kann der Verarbeiter anhand der Mooney-Messung feststellen, ob eine Mischung die erforderlichen Qualitätsansprüche erfüllt. Folgende Zusammenhänge konnten bei der Analyse der Mooney-Viskosität von NR festgestellt werden (Abb. 7.24):

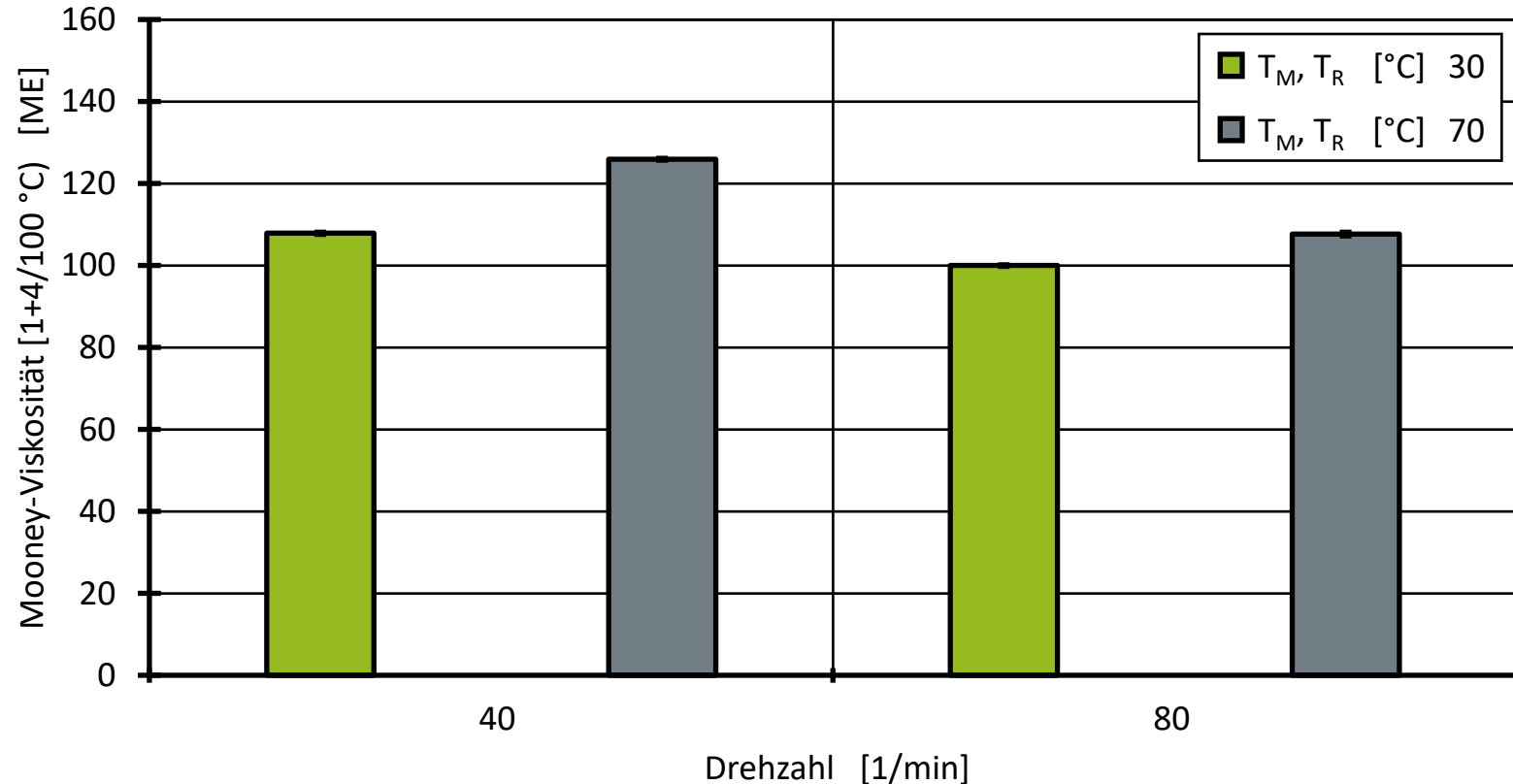
- Es konnte keine Abhängigkeit der Mooney-Viskosität von der Mastikationsdauer detektiert werden.
- Wurde eine Mischkammer- und Rotortemperatur von je 70 °C gewählt, war die Mooney-Viskosität der hergestellten Mischungen höher als derjenigen, die bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C gemischt wurden.
- Betrug die Mischkammer- und Rotortemperatur je 70 °C, konnte in Folge der Verdopplung der Drehzahl eine Reduktion der Mooney-Viskosität detektiert werden. Wurde die Drehzahl bei einer Temperierung von je 30 °C variiert, konnte dieser Zusammenhang nicht beobachtet werden.

Die Erkenntnisse, die im Rahmen der Analyse der Mooney-Viskosität der hergestellten NR-Mischungen gewonnen werden konnten, lassen sich größtenteils auch auf die ermittelte Mooney-Viskosität der EPDM-Mischungen übertragen. Auch hier wurde deutlich, dass die Mooney-Viskosität von Mischungen, die bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C hergestellt wurden, niedriger waren als von solchen, die bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 70 °C hergestellt wurden (Abb. 7.25). So betrug die Mooney-Viskosität der EPDM-Proben bei einer Drehzahl von 40 1/min bei einer gewählten Temperatur von je 30 °C für den Rotor und die Mischkammer 108 ME. Mischungen, die hingegen bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C hergestellt wurden, wiesen eine Mooney-Viskosität von 126 MU auf. Eine Verdopplung der Rotordrehzahl führte unabhängig von der Anlagentemperierung zu einer Reduktion der Mooney-Viskosität. Betrug die Mooney-Viskosität bei einer Rotordrehzahl von 40 1/min und einer Anlagentemperierung von je 70 °C 126 MU, so sank diese für die Mischung, die bei einer Rotordrehzahl von 80 1/min hergestellt wurde auf 108 MU. Darüber hinaus galt für alle untersuchten Proben (NR und EPDM), dass die Mooney-Viskosität eine hohe Mischungsgleichmäßigkeit widerspiegelte, da kaum Abweichungen vom Mittelwert zu erkennen waren.

Mooney-Viskosität der NR-Compounds in Abhängigkeit variiertter Prozessparameter während der Mischungsherstellung



Mooney-Viskosität der EPDM-Compounds in Abhängigkeit variierter Prozessparameter während der Mischungsherstellung



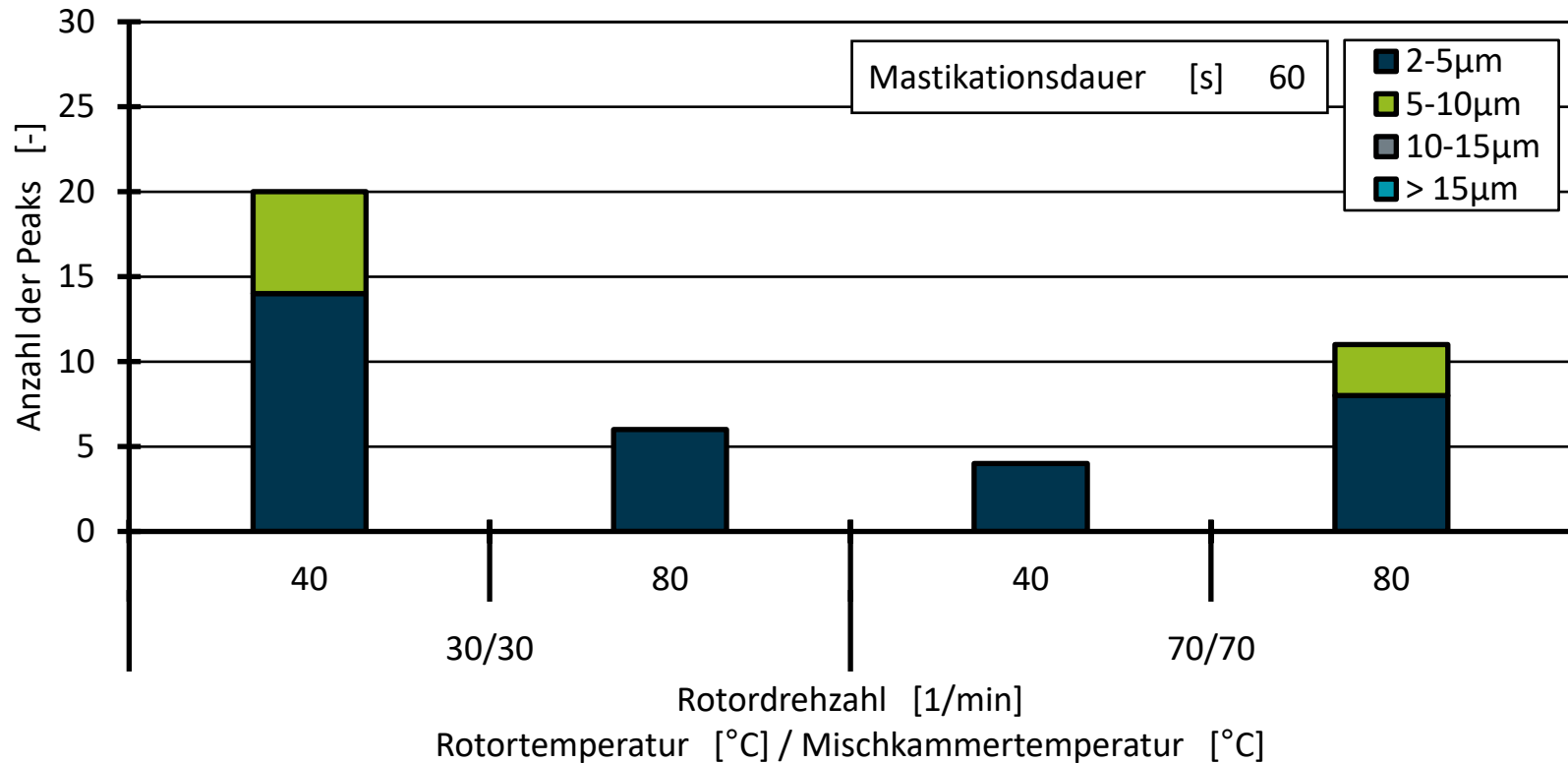
7.4.3 Dispersion

Die topologische Untersuchung der NR- und EPDM-Proben verdeutlichte, dass die Prozessparameter Rotordrehzahl, Mischkammer- und Rotortemperatur einen Einfluss auf die Rußdispersion hatten. Im Vergleich zu der Rußdispersion in EPDM-Proben war diese in NR-Proben deutlich besser, da im Vergleich relativ wenige Peaks detektiert werden konnten.

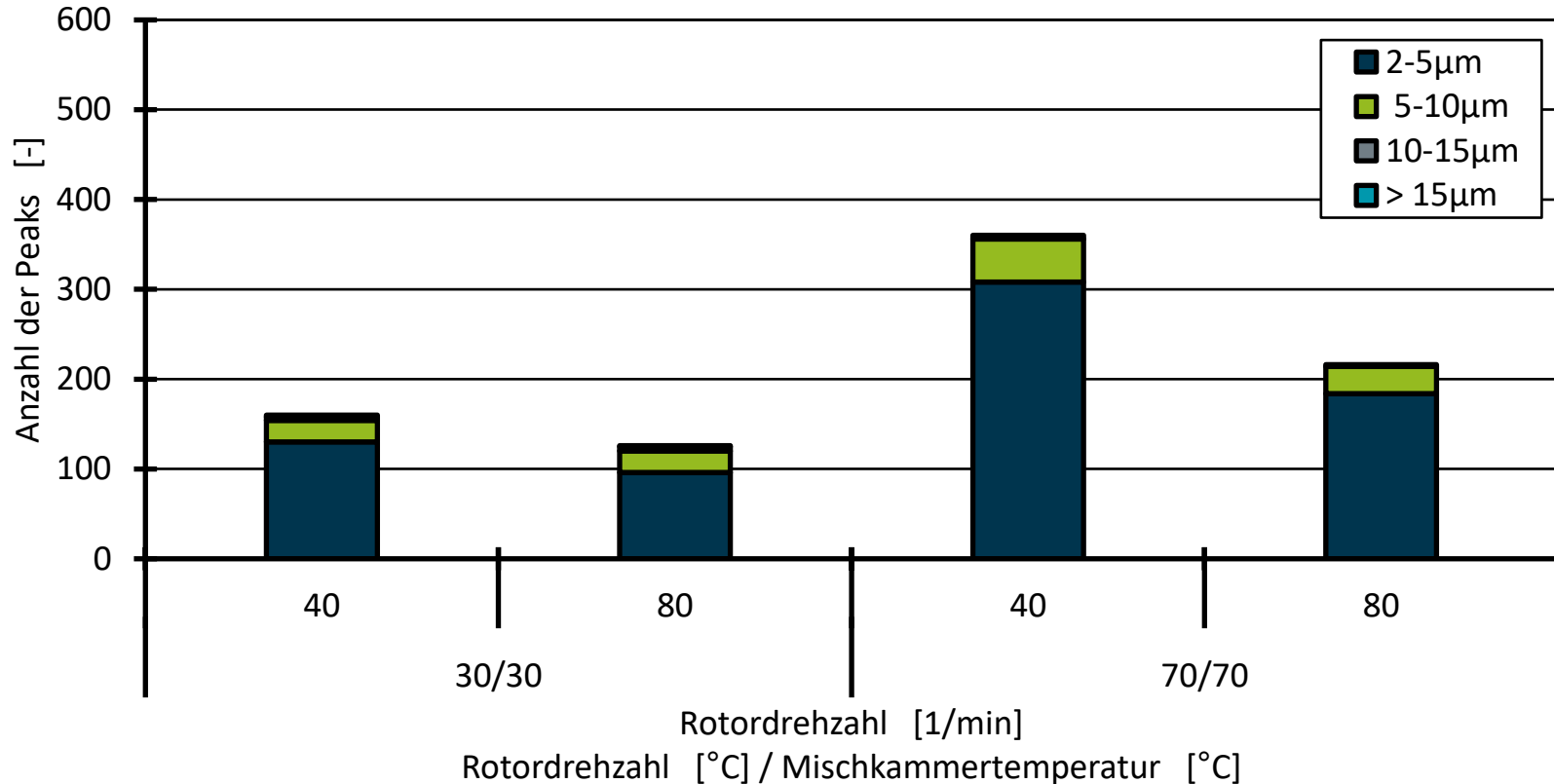
Die untersuchten NR-Proben wiesen Peaks in einem Größenbereich von 2 bis 10 μm auf. Fehlstellen oberhalb von 10 μm konnten nicht detektiert werden. Auffällig war, dass die Probe, die bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C und einer Drehzahl von 40 1/min gemischt wurde, die höchste Anzahl an Fehlstellen aufwies (Abb. 7.26). Detektiert wurden 14 Fehlstellen in einem Größenbereich von 2-5 μm sowie 6 Fehlstellen in einem Größenbereich von 5 bis 10 μm . Wurde die Rotordrehzahl bei gleichbleibender Anlagentemperierung auf 80 1/min erhöht, konnte die Anzahl an Fehlstellen in einem Größenbereich von 2-5 μm auf 6 Fehlstellen reduziert werden. Die bei einer Temperierung der Mischkammer und der Rotoren von je 30 °C ausgesprochen lang andauernde Inkorporationsdauer von 140 s begünstigte die Bildung von kompaktiertem Ruß (Rußnestern) in Totwassergebieten. Die Rußnestern konnten im weiteren Verlauf des Mischprozesses nicht aufgebrochen werden und verblieben in der Mischung. In Folge einer Anhebung der Anlagentemperierung auf je 70 °C konnten bei einer Rotordrehzahl von 40 1/min keine negativen Auswirkungen auf die Qualität der Rußdispersion beobachtet werden. Detektiert wurden 4 Fehlstellen in einem Größenbereich von 2-5 μm . Die Verdopplung der Rotordrehzahl beeinträchtigte die Dispersionsqualität. So stieg die Anzahl der Peaks in einem Größenbereich von 2 bis 5 μm auf 8 an. Zusätzlich konnten 3 Fehlstellen in einem Größenbereich von 5 bis 10 μm detektiert werden. Die höhere Drehzahl führte dazu, dass die Compoundtemperatur um 27 % anstieg. Aufgrund der erhöhten Compoundtemperatur und der damit gesunkenen Compoundviskosität sanken die in das Compound eingebrachten Scher- und Dehnkräfte. Rußfehlstellen verblieben im Compound.

Die Fehlstellen, die die untersuchten EPDM-Proben aufwiesen, überschritten die absolute Anzahl an Peaks, im Vergleich zu NR, um ein Vielfaches (Abb. 7.27). Die meisten Fehlstellen konnten auch hier in einem Größenbereich von 2-5 μm detektiert werden. Ferner wurden Peaks in einem Größenbereich von 5 bis oberhalb von 15 μm festgestellt. Folgende Beobachtungen konnten gemacht werden: Die Anzahl an detektierten Peaks war abhängig von der Anlagentemperierung. Proben, die bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C hergestellt wurden, wiesen eine bessere Dispersionsqualität auf als Proben, die bei einer Anlagentemperierung von je 70 °C hergestellt wurden. Ebenso wie bei der Herstellung von NR-Proben stieg die Compoundtemperatur infolge einer deutlichen Erhöhung der Mischkammer-

Dispersion von NR-Compounds in Abhängigkeit variierteter Prozessparameter während der Mischungsherstellung



Dispersion von EPDM-Compounds in Abhängigkeit variierteter Prozessparameter während der Mischungsherstellung



und Rotortemperatur. Die verringerte Compoundviskosität führte dazu, dass die in der Mischkammer wirkenden Scher- und Dehnspannungen, die in die Mischung übertragen werden konnten, geringer waren. Folglich betrug die Anzahl an Peaks in einem Größenbereich von 2 bis 5 μm bei einer Drehzahl von 40 1/min und einer Anlagentemperatur von je 30 °C 130. Eine Erhöhung der Anlagentemperatur auf je 70 °C bei gleichbleibender Rotordrehzahl resultierte in 308 detektierte Peaks in einem Größenbereich zwischen 2 und 5 μm . Bei beiden untersuchte Anlagentemperaturen sank die Anzahl an detektierten Peaks in Folge der Verdopplung der Rotordrehzahl. Dieser Effekt war bei einer Anlagentemperatur von je 30 °C ausgeprägter als bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 70 °C. Die Erhöhung der Rotordrehzahl ging mit einer Erhöhung der Anzahl an Überrollungen einher.

Ferner wurde die Anwendung theoretischer Beschreibungen und Modelle der Rußdispersion auf den tatsächlichen Rußdispersionsvorgang im Innenmischer angewandt. *Collin et al.* teilen den Mechanismus der Rußdispersion in den Bruch der Rußagglomerate und die danach folgende Erosion auf. Der Bruch der Rußagglomerate erfolgt zu Beginn der Dispersionsphase oberhalb einer kritischen Scherspannung und endet mit Erreichung einer kritischen Rußgröße. Anschließend kommt es während der Erosion zu einer allmählichen Ablösung der Aggregate. Die Erosion kann mathematisch beschrieben (Gl. 2) [CBP13, Peu18].

$$R_0^3 - R_t^3 = C * (\tau - \tau_C^{Erosion}) * \dot{\gamma} * t \quad (\text{Gl. 2})$$

In der Gleichung beschreibt R_0 die Anfangsgröße eines Rußaggregats. R_t steht für die Rußaggregatgröße zu einem Zeitpunkt t während des Erosionsvorganges. Die Konstante C beschreibt die Effizienz der Erosion. Diese wird bestimmt, indem die Erosionskinetik bei verschiedenen Scherspannungen für jede Rußsorte gemessen wird. Die Effizienz der Erosion entspricht der Steigung der Kurve zwischen Erosionsrate und Spannung. τ steht für die aufgebrachte Schubspannung und $\tau_C^{Erosion}$ für die kritische Schubspannung für Erosion [CBP13].

Die Differenz zwischen der Anfangs-Rußgröße und der Rußgröße zu einem Zeitpunkt t entspricht dem Grad der Dispersion (D) (Gleichung 3):

$$D = R_0^3 - R_t^3 \quad (\text{Gl. 3})$$

Der Dispersionsprozess ist somit beendet, wenn der Dispersionsgrad keine zeitliche Änderung mehr aufweist, es muss folglich gelten (Gl. 4):

$$\frac{\partial D}{\partial t} = 0 \quad (\text{Gl. 4})$$

Die Verbindung der Gleichungen 2 und 3 ergibt für die zeitliche Änderung der Dispersion (Gl. 5):

$$\frac{\partial D}{\partial t} = 0 = C * (\tau - \tau_c^{Erosion}) * \dot{\gamma} = C * (\tau * \dot{\gamma} - \tau_c^{Erosion} * \dot{\gamma}) = C * (A - B) \quad (\text{Gl. 5})$$

Wird Gleichung 5 mit dem gescherten Volumen multipliziert, wird deutlich, dass $V * \tau * \dot{\gamma}$ die Leistung bei dissipativen Scherströmungen beschreibt. Somit konnte schlussfolgert werden, dass die in den Mischprozess eingebrachte Leistung die für den Erosionsprozess nötige Leistung überschreiten muss. Eine Verlängerung des Mischprozesses führt demzufolge nicht zu einer Verbesserung der Mischgüte per se.

8 ABLEITUNG VON OPTIMIERUNGSSTRATEGIEN

Da mittels einer Regressionsanalyse ein mathematischer Zusammenhang zwischen den betrachteten Eingangs- und Ausgangsgrößen erstellt werden kann, wurde diese als mathematisches Mittel zur Optimierung des Mischprozesses gewählt [Ryz01]. Aufgrund der Tatsache, dass die Mischungsherstellung im Innenmischer von verschiedenen Einflussfaktoren abhängig ist, wurde die multiple lineare Regression verwendet.

Die Eingangsgrößen der multiplen linearen Regression waren die Mastikationsdauer, die Mischkammer- und Rotortemperatur, die Rotordrehzahl sowie der Füllgrad. Für jedes Polymer wurde eine lineare Regression durchgeführt. Die verwendete Rußart ist in die Regression eingegangen, indem die oil absorption number (OAN-Zahl) des Rußes verwendet wurde. Untersucht wurde der Einfluss der genannten Parameter auf die relevanten Kenngrößen des Fingerprints. Um die Prozessparameter miteinander vergleichen zu können, wurden diese z-skaliert [Rey21]. Die Durchführung der multiplen linearen Regression erfolgte mit Hilfe der Statistik-Software R (R Foundation for Statistical Computing, Boston, Vereinigten Staaten von Amerika) als multiple lineare Regression in Abhängigkeit der Prozessparameter. Anschließend wurde die Eignung der Regressionen beurteilt und die Gleichungen mit dem Python (Python Software Foundation, Delaware, Vereinigte Staaten von Amerika)-basierten Befehl „Linprog“ optimiert. Hierbei wurden drei Optimierungsziele verfolgt, eine Minimierung der Mischdauer, eine Minimierung des eingebrachten Stroms und eine Maximierung der Qualität unter verschiedenen Nebenbedingungen.

Die Durchführung der Optimierungen wird nachfolgend am Beispiel der Herstellung von NR-Mischungen mit dem konventionellen Mischprozess dargestellt. Im Besonderen wurden hierbei die Mischphasen Mastikation und Füllstoffinkorporation betrachtet, da diese Mischphasen für die Mischdauer sowie die Mischungsqualität entscheidend sind. Die statistische Signifikanz der Regression wurde in Signifikanzanalysen nachgewiesen. Darauf aufbauend erfolgte die mathematische Optimierung.

8.1 Signifikanzanalyse für die Herstellung von Naturkautschukmischungen im Innenmischer

Im Besonderen wird nachfolgend die Optimierung der NR-Mischungsherstellung thematisiert. Der Hintergrund ist, dass die Herstellung von Naturkautschukmischungen aufgrund der zusätzlichen Mastikationsphase im Vergleich zur Herstellung von EPDM-Mischungen eine höhere Anzahl an Prozessvariablen aufweist, die im Besonderen den Prozess der Rußinkorporation stark beeinflussen.

Infolge zufälliger Einflüsse können Versuchsergebnisse streuen. Erst wenn ein Effekt größer ist als seine Zufallsstreuung, ist dieser signifikant und hat dementsprechend einen Einfluss auf den Mischprozess. Signifikante Effekte auf den Mischprozess sollten so deutlich sein, dass diese ohne Zuhilfenahme formaler Signifikanzanalysen durch Sichtanalyse der Prozessdaten deutlich werden [Kle11].

8.1.1 Untersuchung der Signifikanz der Prozessparameter auf die Mastikationsphase

Einfluss der Mastikationsdauer auf die Mastikationsphase

Mit steigender Mastikationsdauer stieg die Polymertemperaturdifferenz (Temperaturänderung zwischen Polymerstarttemperatur und -endtemperatur der Mastikationsphase) an, bis eine Gleichgewichtstemperatur erreicht wurde. Ferner stieg mit längerer Mastikationsdauer das Leistungsintegral an. Die Schwankung der Leistungskurve sank mit längerer Mastikationsdauer ab. Es konnte somit schlussfolgert werden, dass die Inhomogenitäten im Kautschuk mit steigender Mastikationsdauer absinken.

Einfluss der Mischkammer- und Rotortemperatur auf die Mastikationsphase

Die mathematische Analyse zeigte, dass die Mischkammertemperatur lediglich einen geringen Einfluss auf die Änderung der Kautschuktemperatur während der Mastikation hatte. Zum einen, weil der aufgrund des guten Verhältnisses von Volumen und Oberfläche des verwendeten Laborinnenmischer davon ausgegangen werden musste, dass die Temperierung der Mischkammer einen wesentlichen Einfluss auf die Kautschuktemperatur hatte. Zum anderen, weil die analoge Auswertung der Versuchsdaten diesen Zusammenhang nicht widerspiegelte. Das ermittelte Strommaximum sank infolge einer Steigerung der Mischkammer- und Rotortemperatur ab. Die gesamte eingebrachte Leistung, dargestellt mittels des Leistungsintegrals, sank mit steigender Rotortemperatur leicht ab. Mit steigender Mischkammertemperatur sank ebenfalls die Leistungsschwankung ab.

Einfluss der Rotordrehzahl auf die Mastikationsphase

Die Verdopplung der Rotordrehzahl hatte einen vergleichsweise großen Einfluss auf die Änderung der Compoundtemperatur. Außerdem sank das Strommaximum ab und wurde rascher erreicht. Zwischen der eingebrachten Leistung und der Drehzahl existiert ein physikalischer Zusammenhang. Dieser gibt an, dass die Leistung proportional zur Rotordrehzahl ansteigt. Die mathematische Analyse ergab, dass mit Verdopplung der Rotordrehzahl die eingebrachte Leistung anstieg. Allerdings entsprach der Anstieg keiner Verdopplung.

Einfluss des Füllgrades auf die Mastikationsphase

Eine Steigerung des Füllgrades resultierte in einer Steigerung der Compoundtemperaturdifferenz zwischen Anfang- und Endpunkt. Ebenso stiegen das Strommaximum und die Zeit bis zum Erreichen des Strommaximums mit steigendem Füllgrad an. Hingegen sank die Leistungsschwankung infolge höherer Füllgrades ab.

8.1.2 Untersuchung der Signifikanz der Prozessparameter auf die Rußinkorporationsphase

Einfluss der Mastikationsdauer auf die Rußinkorporationsphase

Den deutlichsten Einfluss hatte die Mastikationsdauer auf die Zeit bis zum Erreichen der Strom- und Leistungsmaxima. Laut Literatur [Lim12] geht das Erreichen der Strom- und Leistungsmaxima mit der Beendigung der Inkorporationsphase einher. Es konnte festgestellt werden, dass die Dauer der Mastikationsphase einen signifikanten Einfluss auf die nachfolgende Rußinkorporation hatte. Ebenso zeigte die mathematische Analyse einen signifikanten Einfluss der Mastikationsdauer auf die Leistungsschwankung sowie das Leistungsintegral.

Einfluss der Mischkammer- und Rotortemperatur auf die Rußinkorporationsphase

Die mathematische Analyse der Versuchsdaten ergab, dass die Temperierung der Mischkammer sowie der Rotoren einen Einfluss auf die Änderung der Compoundtemperatur während der Mischungsherstellung hatten. Eine Erhöhung der Mischkammertemperatur wies einen negativen Einfluss auf die Mischdauer, die bis zum Erreichen der Strom- und Leistungsmaxima benötigt wurde, auf. Demzufolge konnte die Rußinkorporation bei Erhöhung der Mischkammertemperatur rascher erfolgen. Mit Erhöhung der Mischkammertemperatur sank einerseits aufgrund der niedrigeren Compoundviskosität als auch der Verkürzung der Mischphasen die insgesamt eingebrachte Leistung ab. Hingegen sank in Folge der Erhöhung der Rotortemperatur das eingebrachte Leistungsintegral nur marginal. Ähnlich verhielt sich der Einfluss auf die Leistungsschwankung. Hier war der Einfluss der Mischkammertemperatur ca. fünfmal so groß wie der der Rotortemperatur.

Einfluss der Rotordrehzahl auf die Rußinkorporationsphase

Die eingestellte Rotordrehzahl hatte einen signifikanten Einfluss auf das Leistungsmaximum während der Rußinkorporation. Mit hoch gewählter Rotordrehzahl fiel das Leistungsintegral ab, da die Rußinkorporation bei einer Rotordrehzahl von 80 1/min rascher erfolgen konnte als bei einer Rotordrehzahl von 40 1/min. Ebenso wurde das Strom- bzw. Leistungsmaximum in Folge einer Drehzahlerhöhung und der damit verbundenen Rußinkorporation schneller erreicht.

Einfluss des Füllgrades auf die Rußinkorporationsphase

Die Analyse des Einflusses des Füllgrades auf die Rußinkorporation sollte kritisch hinterfragt werden, da die Untersuchungen keinen linearisierten Zusammenhang gezeigt hatten. Um diesen Zusammenhang zu beschreiben, eignete sich die multiple lineare Regression nicht.

Einfluss der Rußsorte auf die Rußinkorporationsphase

Die Höhe des erreichten Strommaximums war primär von der verwendeten Rußsorte abhängig. Auch die Abhängigkeiten des Leistungsmaximums und des Leistungsintegrals waren positiv korreliert. Im Allgemeinen konnte festgestellt werden, dass die Inkorporation des Standardrußes N550 mit einer kürzeren Inkorporationsdauer einherging.

8.2 Optimierung der Prozessparameter für die Herstellung von Naturkautschukmischungen

Im Anschluss an die Analyse der Wirkzusammenhänge zwischen den Prozessparametern und entscheidenden Kenngrößen im Fingerprint durch multiple lineare Regression, wurden die ermittelten Regressionsterme verwendet, um ein lineares Optimierungssystem zu erstellen. Dabei optimieren lineare Optimierungssysteme eine Zielfunktion unter Einhaltung von vorgegebenen Nebenbedingungen. Im Falle der Mischprozessoptimierung sollte eine minimale Mischdauer bei minimalem Energieverbrauch und maximaler Compoundqualität erreicht werden. Die benötigten Nebenbedingungen wurden als Ungleichungen formuliert, um eine größere zulässige Menge zu erhalten. Die Nebenbedingungen lauteten:

- Eine maximale Compoundtemperatur von 120 °C sollte nicht überschritten werden.
- Die Compoundqualität (z. B. Bruchdehnung) muss oberhalb des Mittelwertes der entsprechenden Messgrößen liegen.

Optimierung im Hinblick auf eine maximale Qualität

Der Qualitätszielgrößenterm sollte unter Einhaltung der maximal zulässigen Compoundtemperatur maximiert werden. Hierfür wurden die Compoundeigenschaften addiert, die mit steigenden absoluten Werten qualitativ hochwertiger wurden und jene mit sinkender Qualität subtrahiert. Die in Python hinterlegte „Linprog“-Funktion minimiert Zielfunktionen.

Basierend auf der oben beschriebenen mathematischen Analyse sollte die Mastikationsdauer im optimierten Mischprozess 30 s betragen, die Mischkammer- und Rotortemperatur sollten auf je 70 °C bei einer Rotordrehzahl von 40 1/min eingestellt werden. Zudem konnte ermittelt werden, dass sich der Einsatz des Rußes N330 vorteilhaft auf die Mischungseigenschaften auswirken würde. Auch die Analysen der Mischungen zeigten, dass für eine Mischkammer- und Rotortemperatur von je 70 °C bei einer Rotordrehzahl von 40 1/min und einer

Mastikationsdauer optimale Mischungseigenschaften erzielt werden konnte (z. B. in Bezug auf die Rußdispersion). Der Einsatz der empfohlenen Rußtype sollte kritisch hinterfragt werden, da Standardruß der Type N550 oftmals besser in der Kautschukmischung dispergiert werden kann, wohingegen Halbzeuge, die die Rußtype N330 enthalten, teilweise günstigere Compouneigenschaften aufweisen können (z. B. Abriebwiderstand) [RS13].

Optimierung im Hinblick auf die Minimierung der Strommaxima

Die experimentelle Analyse zeigte, dass das Strommaximum in Abhängigkeit der eingestellten Prozessparameter zu Prozessabbrüchen während der Mischungsherstellung führen konnte. Aufgrund dessen wurde eine Minimierung im Hinblick auf das Strommaxima durchgeführt.

Ermittelt wurde, dass bei einer Mastikationsdauer von 30 s, einer Mischkammertemperatur von 55 °C und einer Rotortemperatur von 30 °C sowie einer Rotordrehzahl von 79 1/min bei einem Füllgrad von 70 % das Strommaximum minimiert werden konnte. Die vorgeschlagenen Einstellparameter sind plausibel. Einzig sollte überprüft werden, ob ein Füllgrad von 70 % wirtschaftlich sinnvoll ist. Aufgrund des vergleichsweise niedrigeren Füllgrades reduziert sich die Ausstoßmenge des Innenmischers.

Optimierung im Hinblick auf die Minimierung der Mischdauer

Um Anlagenkapazitäten zu erhöhen und die Kosten für die Mischungsherstellung pro Kilogramm fertiger Kautschukmischung zu reduzieren, wurde eine Optimierung im Hinblick auf die Mischdauer durchgeführt. Die Optimierung ergab, dass eine minimale Mischdauer vorliegt, wenn die Mastikationsdauer sich auf 30 s beläuft, die Mischkammer auf 62 °C temperiert wird und eine Rotortemperatur von 30 °C bei einer Rotordrehzahl von 76 1/min und einem Füllgrad von 80 % gewählt wird. Der berechnete optimale Betriebspunkt entspricht den Beobachtungen, die im Rahmen der experimentellen Analysen gemacht wurden. Diese zeigten, dass bei Wahl einer Drehzahl von 80 1/min und einer hohen Mischkammertemperatur eine längere Mastikationsdauer als 30 s zu keiner wesentlichen Verkürzung der Inkorporationsdauer führte und aufgrund dessen die Gesamtmischdauer zunahm.

Zudem zeigten die Scale-Up-Versuche, dass die im Labormaßstab ermittelten Prozessparameter mittels bekannter Scale-Up-Regeln auf andere Innenmischergrößen übertragen werden können. Folglich ist die Optimierung anlagenunabhängig.

Eine rezepturunabhängige Optimierung ist aufgrund der zahlreichen unterschiedlichen chemischen Eigenschaften der Rohstoffe (z. B. Polarität, Molekulargewicht etc.) nicht allgemeingültig realisierbar. Beispielhaft soll hierzu das unterschiedliche Verhalten von Kautschukmischungen, die Ruß als Verstärkungstoff enthalten, im Vergleich zu solchen, denen Kieselsäuren zugegeben wurde, angeführt werden. Beide Verstärkungstoffe haben einen Einfluss auf die rheologischen Mischungseigenschaften. Der Einsatz von Kieselsäuren

niedriger Oberflächen führt zu Mischungsviskositäten, die mit denen rußgefüllter Mischungen vergleichbar sind. Finden allerdings Kieselsäuren mit höheren spezifischen Oberflächen Verwendung, resultieren aufgrund der hohen Tendenz von Kieselsäuren zur Bildung eines Füllstoff-Füllstoff-Netzwerkes höhere Mischungsviskositäten als beim Einsatz vergleichbarer Ruße. Folglich sind Mischungen, denen aktive Kieselsäuren zugegeben werden bei gleichem Füllstoffgehalt schwieriger zu verarbeiten als rußgefüllte Mischungen [RS13]. Eine Verallgemeinerung der Optimierung über alle Rezepturen wäre aufgrund dessen nicht zielführend. Allerdings kann die phasenoptimierte Mischungsherstellung auf andere Rezepturen adaptiert werden. Dazu ist es notwendig, dass die mischungsherstellenden kmU Vorversuche durchführen. Eine strukturierte Auswertung der Fingerprints auf Basis der in diesem Forschungsvorhaben definierten Vorgehensweise zur Analyse der Fingerprints erlaubt eine Übertragung der phasenoptimierten Mischungsherstellung auf weitere Rezepturen.

Die systematisch durchgeführten Optimierungen können der wissenschaftlichen Arbeit von Herrn Vennen entnommen werden.

8.3 Heuristische Regeln zur Gestaltung optimaler Mischprozesse

Um einen optimierten Mischprozess realisieren zu können, ist es notwendig, dass durch die Optimierung bestimmter Prozessparameter nicht nur eine Mischphase optimiert wird und daraus eine „Verschlechterung“ der vorhergehenden oder folgenden Phasen resultiert. Auch sollte in Betracht gezogen werden, dass die Prozessparameter teilweise während des Mischprozesses angepasst werden können, zu nennen sind beispielsweise die Rotordrehzahl, wie auch die Mischdauer. Erstere kann meist in der Steuerung der Innenmischer für verschiedene Mischphasen stufenlos angepasst werden. Eine Anpassung der Drehzahl während des Mischprozesses ist praktikabel. Zusammenfassend zeigen die experimentellen Untersuchungen, dass höhere Rotordrehzahlen für die Mischphasen Einzug mit Stempel, Mastikation und Rußinkorporation vorteilhafter sind, da so die notwendige Mischdauer reduziert werden kann. Hierbei darf allerdings die Randbedingung einer maximal zulässigen Compoundtemperatur nicht außer Acht gelassen werden. In der sich anschließenden Rußdispersionsphase sollte die Rotordrehzahl reduziert werden, da hier eine niedrige Rotordrehzahl zu einer höheren Dispersionsqualität führt. Bezüglich der Mischdauer könnten kmU zukünftig Weiterschaltkriterien definieren, anstatt wie sonst meist üblich, den Mischprozess temperaturabhängig zu steuern. Die temperaturabhängige Prozessführung meint, dass die Weiterschaltung in eine Mischphase erfolgt, sobald eine im Vorfeld definierte Compoundtemperatur erreicht wurde. Die systematischen, experimentellen Analysen, die im Rahmen des Forschungsvorhabens durchgeführt wurden, lassen die Formulierung von Weiterschaltkriterien zu (Tab. 8.1).

Mischphase	Weiterschaltkriterium
Einzug ohne Stempel	Polymer befindet sich vollständig im Beschickungsschacht
Einzug mit Stempel	Erreichen der Stempelendlage
Mastikation	Erreichen einer definierten Zielviskosität
Rußinkorporation	Erreichen der Stempelendlage
Rußdispersion	Erreichen einer ausreichend hohen Dispersionsqualität

Tabelle 8.1: Ermittelte Weiterschaltkriterien

Um die Weiterschaltkriterien für die Beendigung der Mastikationsphase und der Rußdispersion zu ermitteln, sind einige wenige Vorversuche notwendig. Für die Bestimmung der optimierten Mastikationsdauer sollte nach Festlegung der Mischkammer- und Rotortemperatur sowie der Rotordrehzahl ein Vorversuch bei einer möglichst langen Mastikationsdauer durchgeführt werden. Mittels der Auswertung des Fingerprints kann bestimmt werden, ab wann keine Änderung der eingebrachten Leistung mit fortschreitender Mischdauer vorliegt. Eine Verlängerung der Mastikationsdauer über diesen Zeitpunkt hinaus führt zu keiner weiteren Reduktion der Compoundtemperatur und damit -viskosität. Um die ideale Mischdauer für eine im Vorfeld definierte Dispersionsqualität zu ermitteln, sollte nach Bestimmung der idealen Mastikationsdauer ein weiterer Vorversuch unternommen werden. Auch hier kann unter Zuhilfenahme der Auswertung des Fingerprints eine idealisierte Mischdauer bestimmt werden. Hierbei ist abermals die eingebrachte Leistung ein wichtiger Indikator. Betrachtet werden sollte zum einen die Abhängigkeit der eingebrachten Leistung von der Mischdauer sowie die Schwankung der Leistungsamplitude. Je geringer letztere ist, desto homogener ist die Compoundqualität. Werden Vorversuche im Labormaßstab durchgeführt, kann das Compound zudem nach Erreichen der BIT beispielsweise in einem Abstand von 10 s Mischdauer aus dem Innenmischer entnommen werden. Die Entnahme einer Probe von wenigen Gramm befähigt dazu, die Dispersion der Probe zu ermitteln (z. B. mittels des Disperstesters). Im Folgenden kann das Compound nochmals in die Mischkammer eingegeben werden und für weitere 10 s vermischt werden, bevor die Vorgehensweise wiederholt wird.

Andere Prozessparameter wie beispielsweise die Mischkammer- und Rotortemperatur können während der Mischungsherstellung online ebenso angepasst werden. Diese Anpassung ist aufgrund der Trägheit des Temperatursystems allerdings weder sinnvoll noch praktikabel.

9 ABGELEITETE EMPFEHLUNGEN ZUR OPTIMIERUNG DES MISCHPROZESSES

Auf Basis der vielfältigen Analyseergebnisse können für die unterschiedlichen Mischphasen grundsätzliche Zusammenhänge und Empfehlungen formuliert werden. Während der Mischphase **Einzug ohne Stempel** haben sowohl die Rotordrehzahl als auch die Rotortemperatur einen Einfluss auf den Einzug des Polymers. Einerseits resultiert aus der Wahl einer höheren Rotordrehzahl, dass das Polymer bei guter Haftung dessen an der Rotoroberfläche rascher in die Mischkammer transportiert werden kann. Andererseits gilt es zu beachten, dass eine höhere Rotordrehzahl in stärkeren Dehndeformationen resultiert und dementsprechend der Widerstand zum Einzug des Polymers ansteigt. Die Rotortemperatur sollte so gewählt werden, dass das Polymer ausreichend gut auf der Rotoroberfläche haften kann, sodass dieses auch ohne den Einsatz eines Stempels in die Mischkammer eingezogen werden kann. Die experimentellen Untersuchungen haben ergeben, dass die Rotortemperatur möglichst gering gewählt werden sollte.

Die sich anschließende Mischphase **Einzug mit Stempel** ist aufgrund des Stempелеinsatzes und der damit verbundenen direkten Förderung der Rezepturbestandteile in die Mischkammer für kleinere Innenmischer nicht abhängig von den Prozessparametern Mischkammer- und Rotortemperatur sowie der Rotordrehzahl. Die Prozessparameter während dieser Mischphase sollten so gewählt werden, dass diese sich bereits für die sich anschließende Mastikation eignen.

Das Ziel der **Mastikation** ist es, die Polymerviskosität zu reduzieren. In Folge dessen sollte eine Mindestpolymertemperatur überschritten werden. Andernfalls kann der Ruß in der sich anschließend Rußinkorporation nicht in die Polymermatrix eingearbeitet werden. Als Empfehlung kann hierbei festgestellt werden, dass die Polymerviskosität ausreichend abgebaut ist, wenn die sich anschließende Rußinkorporation nach einer Mischdauer von ca. 30 s abgeschlossen ist.

Die Analyse der **Rußinkorporation** ergab, dass die Polymertemperatur und damit die Polymerviskosität zu Beginn des Inkorporationsprozesses entscheidend für die Dauer dieser Mischphase ist. Idealerweise sollte die Polymertemperatur vor der Rußzugabe einen Wert von 90 °C nicht überschreiten. Des Weiteren wurde deutlich, dass zwischen der Mischphasendauer für die Rußinkorporation und der Qualität der **Rußdispersion** ein Zielkonflikt vorherrscht. So führt beispielsweise eine höhere Rotordrehzahl zu einer kürzeren Rußinkorporation, aber auch einer höheren Compoundtemperatur. Diese wiederum resultiert in einer qualitativ niedrigeren Rußdispersion. Eine Möglichkeit diesen Wirkzusammenhängen entgegenzuwirken, besteht darin die Drehzahl in den unterschiedlichen Mischphasen zu variieren. So könnte diese während der Rußinkorporation kurzzeitig erhöht werden, um anschließend während der Rußdispersion abgesenkt zu werden.

10 FAZIT UND AUSBLICK

In diesem Forschungsvorhaben wurde der Mischprozess systematisch untersucht. Dazu wurden Rezepturen auf EPDM-, NR- sowie NBR-Basis eingesetzt. Zudem wurden die Prozessparameter Mischkammer- und Rotortemperatur sowie die Rotordrehzahl variiert. Variiert wurden die Mischkammer- und Rotortemperatur so, dass vier verschiedene Temperatureinstellungen (30 °C/30 °C, 30 °C/70 °C, 70 °C/30 °C, 70 °C/70 °C) bei zwei unterschiedlichen Rotordrehzahlen (40 1/min, 80 1/min) untersucht wurden. Ferner wurde der Einfluss der Mastikationsdauer (30 s, 60 s, 90 s) auf die Prozessführung im Innenmischer und die resultierenden Compouneigenschaften analysiert. Das Ziel war es, eine Methodik zum Design optimaler Mischprozesse hinsichtlich der Mischzeit und -qualität im Innenmischer zu entwickeln, um die Entwicklungszeit von neuen Mischprozessen zu verkürzen. Die systematische Analyse des Mischprozesses zeigte, dass der Fingerprint dazu genutzt werden kann, verschiedene Mischphasen zu definieren und unter Zuhilfenahme des Fingerprints voneinander abzugrenzen. Für die konventionelle Mischungsherstellung konnten bei Verwendung einer Rezeptur ohne Weichmacher folgende relevante Mischphasen detektiert werden: Einzug ohne Stempel, Einzug mit Stempel, Mastikation (bei der Herstellung von Naturkautschukmischungen), Füllstoffinkorporation, Füllstoffdispersion, Zugabe und Einarbeitung des Vernetzungssystems. Erfolgte die Mischungsherstellung wie für EPDM üblich „upside down“, die Zugabe des Rußes und die Zugabe des Polymers erfolgten also zu Beginn des Mischprozesses, sind folgende Mischphasen relevant:

- Einzug ohne Stempel
- Füllstoffinkorporation
- Füllstoffdispersion
- Zugabe und Einarbeitung des Vernetzungssystems

Ferner erfolgte eine Bewertung der Relevanz der unterschiedlichen Mischphasen. Maßgeblich beeinflusst wurde die Mischdauer von der Dauer, die für die Füllstoffinkorporation benötigt wurde, und der im konventionellen Mischprozess vorangehenden Mastikationsphase. So konnte beispielsweise festgestellt werden, dass die Dauer der Rußinkorporation einer NR-N550-Mischung 140 s beträgt, wenn die Mischungsherstellung bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C bei einer Rotordrehzahl von 40 1/min erfolgt. Der Ruß wurde nach einer Mastikationsdauer von 30 s zugegeben. Wurde die Mastikationsdauer auf 90 s erhöht, sank die Gesamtmischdauer ab, da die zur Inkorporation benötigte Mischdauer auf 54 s absank. Deutlich wird dadurch vor allem, dass sich die Mischphasen gegenseitig beeinflussen und aufgrund dessen für die Entwicklung von Optimierungsstrategien sowohl die unterschiedlichen Mischphasen als auch der Gesamtmischprozess betrachtet werden müssen.

Basierend auf den experimentellen Analysen konnten unter anderem folgende Kernaussagen getroffen werden. Eine Verkürzung der Gesamtmischdauer konnte bei geringen Anlagentemperaturen und einer niedrigen Rotordrehzahl durch Verlängerung der Mastikationsdauer realisiert werden, da die Inkorporationsdauer stärker absank als die verlängerte Mastikationsdauer die Gesamtmischdauer erhöht. Werden Kautschukmischungen hingegen bei niedrigen Anlagentemperaturen und hohen Rotordrehzahlen hergestellt, sollte die Mastikationsdauer möglichst kurz gewählt werden. So konnte die Gesamtmischdauer reduziert werden. Bei einer hohen Anlagentemperatur sollte die Mastikationsdauer, unabhängig von der gewählten Rotordrehzahl, möglichst kurz gewählt werden, um die Gesamtmischdauer zu verkürzen. Im Wesentlichen kann verallgemeinert werden, dass die Mischprozesse bei einer höheren Anlagentemperatur weniger sensitiv auf die Rotordrehzahl reagierten als bei einer kalten Mischkammer- und Rotortemperatur.

Die ermittelten Zusammenhänge können in kautschukverarbeitenden kmU direkt eingesetzt werden, um Mischvorschriften zu optimieren. Dazu sind keine kostenintensiven Investitionen in neue Anlagentechnik notwendig. Der zeitliche Aufwand für die Entwicklung von Mischvorschriften kann gesenkt werden. Über die Jahre gewachsene Mischvorschriften können basierend auf den Ergebnissen des Forschungsvorhabens hinterfragt und optimiert werden. Insbesondere für kmU sind optimierte Mischprozesse ein essentieller Befähiger zur Sicherstellung der Wettbewerbsfähigkeit. Beispielsweise konnte die Mischdauer, die zur Rußinkorporation in Naturkautschuk benötigt wurde, durch eine Verdopplung der Rotordrehzahl von 40 1/min auf 80 1/min nach einer Mastikationsdauer von 30 s bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur um 80 % gesenkt werden. Damit einhergehend war eine Reduktion des benötigten Energiebedarfes um 52 %.

Zukünftig sollten die untersuchten Rezepturen erweitert werden. Beispielsweise ist davon auszugehen, dass der Einsatz eines Weichmachers sowohl den Prozess der Füllstoffinkorporation und -dispersion sowie auch deren Mischphasendauern wesentlich beeinflussen würde. Ferner sollten weitere Polymere und Prozessparameter in die Analyse mit einbezogen werden, um eine holistischere Analyse des Mischprozesses zu gewährleisten.

Darüber hinaus wäre es denkbar, die bereits entwickelten Optimierungsstrategien zu nutzen, um eine künstliche Intelligenz zu entwickeln, die die optimale Dauer von Mischphasen basierend auf der eingesetzten Rezeptur und den gewählten Prozessparameter online während des Mischprozesses ermitteln kann. Eine Verknüpfung mit der Steuerung würde hierbei sicherstellen, dass die optimale Mischdauer von der Anlagensteuerung vorgegeben wird und nicht mehr auf dem Erfahrungswissen Einzelner basieren würde. Diese Erweiterung der Steuerung mit ansonsten bestehender Anlagentechnik würde die Konkurrenzfähigkeit von kmU zusätzlich stärken und die Produktionskosten pro Kilogramm Kautschukmischung zu senken.

Des Weiteren könnten kmU ihr bereits vorhandenes Prozesswissen nutzen, um die künstliche Intelligenz stetig zu optimieren oder auf weitere Rezepturen anzupassen.

11 PLAN ZUM ERGEBNISTRANSFER IN DIE WIRTSCHAFT

Zur Sicherstellung des Transfers der Forschungsergebnisse wurden verschiedene Maßnahmen während der Laufzeit des Projektes durchgeführt und weitere Maßnahmen sind nach dessen Abschluss geplant. Diese werden im Folgenden tabellarisch dargestellt.

11.1 Geplante spezifische Transfermaßnahmen während der Projektlaufzeit

Projektbegleitender Ausschuss	30.01.2020 / 11.03.2021 / 29.11.2021
Um eine breite Umsetzung der Projektergebnisse zu erzielen, spiegelte der projektbegleitende Ausschuss den potentiellen Nutzerkreis wider. An den projektbegleitenden Ausschüssen war die gesamte Prozesskette zur Herstellung und Verarbeitung von Kautschukmischungen vertreten: Innenmischerhersteller, Rohstoffhersteller sowie Verarbeiter. Der Dialog mit den Mitgliedern des projektbegleitenden Ausschusses auch außerhalb der stattgefundenen Treffen hat entscheidend zum Fortgang und Erfolg des Projektes beigetragen. Darüber hinaus haben Mitglieder das Projekt durch Bereitstellung von Materialien und der Diskussion der Ergebnisse unterstützt, ein optimales Projektergebnis zu erzielen. <i>Während der Projektlaufzeit haben drei Sitzungen des projektbegleitenden Ausschusses stattgefunden (30.01.2020 - Teilnehmer: 21 / 11.03.2021 - Teilnehmer: 19 / 29.11.2021 - Teilnehmer: 14).</i>	
Fachbeiratsgruppe	06.11.2019, 8.12.2020, 10.11.2021
In den drei stattfindenden Fachbeiratsgruppen wurde den Mitgliedern der Fördervereinigung des Instituts für Kunststoffverarbeitung in Industrie und Handwerk an der RWTH Aachen e. V. das Forschungsprojekt in der Fachbeiratsgruppe „Kautschuktechnologie“ vorgestellt. Somit wurde der potenzielle Nutzerkreis des Vorhabens direkt angesprochen. Des Weiteren konnten über die intensive Diskussion in diesem Forum neue Aspekte im Forschungsprojekt berücksichtigt und somit die industrielle Relevanz des Forschungsvorhabens weiter akzentuiert werden. <i>Das Projekt wurde den Mitgliedern der Fachbeiratsgruppe Kautschuktechnologie am 06.11.2019, 08.12.2020 und 10.11.2021 vorgestellt.</i>	
Dialog mit Fachpersonal der Wirtschaft	08.-11.09.2020, 28.06.-01.07.2021, 30.11.2021
Die Ergebnisse des Forschungsprojekts wurden kontinuierlich mit Firmen der Kautschukindustrie diskutiert. Dies erfolgt durch Besuche vor Ort (bspw. Scale-Up-Versuche), virtuelle Meetings oder durch Fachgespräche im Rahmen der Fachbeiratsgruppen und nationalen sowie internationalen Messen und Tagungen. Dabei wurden Unternehmen, die	

zum potenziellen Nutzerkreis dieses Forschungsvorhabens gehören, gezielt angesprochen. Neue Ergebnisse sowie die weitere Ausrichtung bzw. Forschungsschwerpunkte wurden in enger Absprache diskutiert. *Durch den Austausch mit verschiedenen Unternehmen aus der Kautschukbranche bei dem im September stattgefundenen 30. Internationalen Kolloquium Kunststofftechnik (08.-11.09.2020) des IKV konnten viele Fragen und Anregungen ausgiebig diskutiert werden. Ebenso konnte das Forschungsvorhaben gezielt im Rahmen des vom 28. Juni bis zum 01. Juli 2021 stattfindenden Elastomer-Symposiums ausgerichtet von der Deutschen Kautschukgesellschaft e.V. diskutiert werden.*

Akademische Lehre / Personaltransfer

Während der Laufzeit

An der Bearbeitung der Aufgabenstellung waren studentische Hilfskräfte beteiligt. Zusätzlich wurden Projekt-, Bachelor- und Masterarbeiten zu dem Themenkomplex angeboten. Das erarbeitete Wissen können die Studenten später in die betriebliche Praxis übernehmen. Die erarbeiteten Erkenntnisse fließen zusätzlich in die Lehrveranstaltung des Instituts ein und werden auch auf diesem Wege Bestandteil der wissenschaftlichen Ausbildung junger Ingenieure. So können die Erkenntnisse dieses Forschungsprojektes in die Vorlesung „Kautschuktechnologie“ einfließen.

Projektarbeit

Willkomm, K.; Yesilyurt, D.: *Analyse des Einflusses der Prozessparameter auf die Rußdispersion in Ethylen-Propylen-Dien-Kautschukmischungen und Optimierung des Prozesses mittels Reverse Engineering*. Institut für Kunststoffverarbeitung, RWTH Aachen, unveröffentlichte Projektarbeit, 2021 – Betreuer: M. Kostka

Bachelorarbeit

Herz, A.: *Analyse des Mischprozesses einer industrienahen Naturkautschukrezeptur*. Institut für Kunststoffverarbeitung, RWTH Aachen, unveröffentlichte Bachelorarbeit, 2020 – Betreuer: M. Kostka

Vennen, M.: *Optimierung des Mischprozesses zur Herstellung von Ethylen-Propylen-Dien-Kautschukmischungen im Innenmischer*. Institut für Kunststoffverarbeitung, RWTH Aachen, unveröffentlichte Bachelorarbeit, 2021 – Betreuer: M. Kostka

Masterarbeit

Plazibat, L.: *Analyse des Mischprozesses industrienaher Naturkautschukrezepturen und Optimierung*. Institut für Kunststoffverarbeitung, RWTH Aachen, unveröffentlichte Masterarbeit, 2021 – Betreuer: M. Kostka

Vorträge und Posterpräsentation	28.06.2021-01.07.2021
Direkte Ansprache des nationalen und internationalen Fachpublikums zum Thema Kautschukaufbereitung und Kautschuktechnologie durch Vorträge und Posterpräsentationen auf Seminaren und Fachtagungen sowie nationalen und internationalen Konferenzen. <i>Die im Forschungsvorhaben generierten Erkenntnisse wurden im Rahmen des Elastomer Symposiums der Deutschen Kautschukgesellschaft e.V. (28.06.2021-01.07.2021) einem breiten internationalen Fachpublikum vorgestellt.</i>	
Hinweise in der Fachpresse	Während der Laufzeit
Direkte Ansprache des Fachpublikums durch Bekanntmachungen durch die IKV-eigene Öffentlichkeitsabteilung: IKV-Presseverteiler für Pressemitteilungen und Fachartikel in über 40 Zeitschriften im Bereich Kunststofftechnik, Kautschuktechnik und Maschinenbau.	
Workshop	Während der Laufzeit
Die Erkenntnisse über das Erkennen unterschiedlicher Mischphasen werden auf spezifische Mischvorschriften von Unternehmen angewandt. Basierend darauf werden Optimierungsstrategien für den Mischprozess entwickelt. <i>Im Rahmen eines Workshops konnten geeignete Optimierungsstrategien bereits für ein Unternehmen identifiziert werden.</i>	
Wissenschaftliche Publikation	Februar 2021, 28.06.-01.07.2021
Die wichtigsten Erkenntnisse des Forschungsvorhabens wurden grundlagen- und anwendungsorientierten Leserkreisen präsentiert. Aufgrund dessen sind Veröffentlichungen in nationalen und internationalen Fachzeitschriften wie z. B. „Kautschuk Gummi Kunststoffe“, „Kunststoffe“, „Plastverarbeiter“ oder GAK–Gummi Fasern Kunststoffe“ erschienen. <i>Eine Veröffentlichung mit dem Titel „Systematische Untersuchung und Analyse des Mischprozesses: Auswirkungen unterschiedlicher Prozessparameter auf die Mischungsherstellung einer Naturkautschukmischung und deren Eigenschaften“ ist Anfang des Jahres in der GAK erschienen (74 (2021) 1-2, S. 30-36). Des Weiteren wurden die Ergebnisse auf dem diesjährig stattfindenden DGK Elastomer Symposium vom 28. Juni bis zum 01. Juli. 2021 einem breiten internationalen Publikum vorgestellt.</i>	

11.2 Geplante spezifische Transfermaßnahmen nach Abschluss des Vorhabens

Forschungsbericht	Nach Abschluss des Projektes
Erstellung eines detaillierten und ausführlichen Forschungsberichts, der interessierten	

Unternehmen, insbesondere kmU zu Verfügung gestellt wird. <i>Die Erstellung des Berichtes ist erfolgt. Dieser Forschungsbericht steht interessierten Unternehmen zur Verfügung wodurch die erzielten Ergebnisse für die Öffentlichkeit zugänglich sind.</i>	
Wissenschaftliche Publikation	Nach Abschluss des Projektes
Die wichtigsten Erkenntnisse des Forschungsvorhabens werden grundlagen- und anwendungsorientierten Leserkreisen präsentiert. Aufgrund dessen sind Veröffentlichungen in nationalen und internationalen Fachzeitschriften wie z. B. „Kautschuk Gummi Kunststoffe“, „Kunststoffe“, „Plastverarbeiter“ oder GAK–Gummi Fasern Kunststoffe“ geplant. <i>Eine Veröffentlichung mit dem Titel „Auswirkungen unterschiedlicher Prozessparameter während der Mischungsherstellung auf die Mastikation und Rußinkorporation am Beispiel der Herstellung einer Naturkautschukmischung“ wurde eingereicht. Die wissenschaftliche Abhandlung wird in der Zeitschrift GAK- Gummi Fasern Kunststoffe erscheinen. Ebenso wurde eine Veröffentlichung mit dem Titel „Influence of process parameters on mixing time and properties of rubber compounds“ eingereicht und akzeptiert. Diese wird Anfang September 2022 im Umdruck zum 31. Internationalen Kunststofftechnischen Kolloquium erscheinen.</i>	
Dialog mit Fachpersonal der Wirtschaft	Nach Abschluss des Projektes
Die Ergebnisse des Forschungsprojekts werden kontinuierlich mit Firmen der Kautschuk-industrie diskutiert. Dies erfolgt durch Besuche vor Ort (sofern möglich), virtuelle Meetings oder durch Fachgespräche im Rahmen der Fachbeiratsgruppen und nationalen sowie internationalen Messen und Tagungen. Dabei werden Unternehmen, die zum potenziellen Nutzerkreis dieses Forschungsvorhabens gehören, gezielt angesprochen. Neue Ergebnisse sowie die weitere Ausrichtung bzw. Forschungsschwerpunkte werden in enger Absprache diskutiert. <i>Der Dialog mit Fachpersonal der Wirtschaft wird im Rahmen der Deutschen Kautschuk-Tagung, die vom 27.06.-30.06.2022 in Nürnberg stattfinden wird, weiter forciert. Das 2nd International Symposium on Plastics Technology (05.09.2022) sowie das 31. Internationale Kolloquium Kunststofftechnik in Aachen (07.-08.09.2022) laden ebenso zu einem Dialog mit Fachpersonal aus der Wirtschaft ein. Eine weitere Opportunität für einen Dialog mit dem Fachpersonal stellt das 14th Fall Rubber Colloquium dar, welches zwischen dem 8. und 10. November 2022 in Hannover stattfinden wird.</i>	
Akademische Lehre / Personaltransfer	Nach Abschluss des Projektes
An der Bearbeitung der Aufgabenstellung waren studentische Hilfskräfte beteiligt. Zusätzlich wurden Projekt-, Bachelor- und Masterarbeiten zu dem Themenkomplex angeboten. Das erarbeitete Wissen können die Studenten später in die betriebliche Praxis	

übernehmen. Die erarbeiteten Erkenntnisse fließen zusätzlich in die Lehrveranstaltung des Instituts ein und werden auch auf diesem Wege Bestandteil der wissenschaftlichen Ausbildung junger Ingenieure. So können die Erkenntnisse dieses Forschungsprojektes in die Vorlesung „Kautschuktechnologie“ einfließen.	
Vorträge und Posterpräsentation	Nach Abschluss des Projektes
Direkte Ansprache des nationalen und internationalen Fachpublikums zum Thema Kautschukaufbereitung und Kautschuktechnologie durch Vorträge und Posterpräsentationen auf Seminaren und Fachtagungen sowie nationalen und internationalen Konferenzen. <i>Mögliche Vorträge und Posterpräsentationen können in folgendem Rahmen stattfinden:</i>	
• Deutsche Kautschuk-Tagung, 27.06.-30.06.2022 in Nürnberg • 31. Internationale Kolloquium Kunststofftechnik, 07.-08.09.2022 in Aachen • 14th Fall Rubber Colloquium, 08.-10. 11.2022 in Hannover	
Hinweise in der Fachpresse	Nach Abschluss des Projektes
Direkte Ansprache des Fachpublikums durch Bekanntmachungen durch die IKV-eigene Öffentlichkeitsabteilung: IKV-Presseverteiler für Pressemitteilungen und Fachartikel in über 40 Zeitschriften im Bereich Kunststofftechnik, Kautschuktechnik und Maschinenbau.	
Beratung von Unternehmen	Nach Abschluss des Projektes
Das Ziel ist es, einen Wissenstransfer von der Forschungsstelle in die Wirtschaft zu realisieren. Im Besonderen sollen interessierte kmU Hilfestellungen bei projektnahen Problemstellungen erhalten. So soll insbesondere kmU die Möglichkeit gegeben werden Kostenersparnisse zu erzielen, um deren Wettbewerbsfähigkeit zu erhöhen.	
Anschlussprojekte	Nach Abschluss des Projektes
Nach Projektabschluss werden mit mindestens drei Unternehmen Absprachen zu einem möglichen ZIM-Kooperationsprojekt geführt. Ziel der Gespräche ist es zu prüfen, ob mit einem Unternehmen ein ZIM-Projekt durchgeführt werden kann. Zudem wird ein fortführenden IGF-Forschungsantrag mit dem Titel „Entwicklung einer Methodik für das Design einer optimierten Mischungsherstellung im Hinblick auf die Weichmacherzugabe im ineinandergreifenden Kautschukinnenmischer“ verfasst und eingereicht.	
Dissertation	Nach Abschluss des Projektes
Im Rahmen des Promotionsstudiums an der Fakultät für Maschinenwesen der RWTH Aachen University werden wissenschaftliche Mitarbeiter zur Promotion qualifiziert.	
Multiplikatoren	Nach Abschluss des Projektes
Um einen nachhaltigen Wissenstransfer von der Forschungsstelle in die Wirtschaft zu	

gewährleisten, werden die erarbeiteten Erkenntnisse auf weitere Rezepturen, Materialien und Anlagentechnik (z. B. andere Rotorgeometrie, anderes Mischkammervolumen) angewandt. Diese Erkenntnisse werden anschließend dazu genutzt, Unternehmen der kautschukverarbeitenden Industrie zu beraten.

12 EINSCHÄTZUNG DER REALISIERBARKEIT DES VORGESCHLAGENEN UND AKTUALISIERTEN TRANSFERKONZEPTS

Im Rahmen der drei Sitzungen des projektbegleitenden Ausschusses, der Präsentation der Ergebnisse auf den IKV-Fachbeiratsgruppensitzungen und darüber hinaus dem direkten Dialog mit Fachpersonal der Wirtschaft war es möglich, den Projektfortschritt und die Projektergebnisse mit Vertretern interessierter Industrieunternehmen zu kommunizieren und zu diskutieren. Durch einen Vortrag, wissenschaftliche Publikationen in Form von Veröffentlichungen sowie dem Forschungsbericht konnte ein breites Fachpublikum angesprochen werden. Ferner wurden die gewonnenen Erkenntnisse in die Ausbildung angehender Ingenieure integriert, um ihnen Einblicke in neue Technologien und Verfahren zu geben. Im Rahmen von studentischen Arbeiten konnten Studenten sich mit der Thematik vertraut machen und theoretische Kenntnisse aus dem Studium in der Praxis anwenden. Des Weiteren wurde das in diesem Projekt neu generierte Wissen mit Hilfe von Lehrveranstaltungen an Studierende weitergegeben.

Das Transferkonzept ist breitgefächert. Folglich konnte mithilfe dessen das Ziel erreicht werden, die im Rahmen des Forschungsvorhabens erarbeiteten Ergebnisse einem breiten industriellen Nutzerkreis vorzustellen und als Grundlage für weitere Entwicklungsarbeiten zur Verfügung zu stellen. Zukünftig werden die Ergebnisse dieses Forschungsvorhabens die Grundlage für bilaterale Industrieprojekte oder Beratungen zur Optimierung der Materialeffizienz bzw. der mechanischen Eigenschaften darstellen. Ferner werden basierend auf den gewonnenen Erkenntnissen weitere Forschungsaktivitäten initiiert. Das Ziel ist es, den Mischprozess zukünftig ganzheitlich beschreiben zu können.

13 WISSENSCHAFTLICH-TECHNISCHER UND WIRTSCHAFTLICHER NUTZEN DER ERZIELTEN ERGEBNISSE FÜR KMU

13.1 Wissenschaftlich-technischer Nutzen

Die im Rahmen des Forschungsvorhabens erworbenen systematischen Zusammenhänge zwischen den einzustellenden Prozessparametern (z. B. Rotordrehzahl, Mischkammer- und Rotortemperatur) den resultierenden Prozesskenngrößen (z. B. eingebrachter Strom, eingebrachte Leistung, spezifische Energie) sowie den resultierenden Compouneigenschaften (bspw. Bruchdehnung und -spannung, Druckverformungsrest, Härte etc.) bedeuten einen maßgeblichen Erkenntnisgewinn. Daraus ergibt sich die Möglichkeit, Mischvorschriften zu entwickeln, die einen energieeffizienten sowie optimierten Mischprozess ermöglichen. Ferner dienen die gewonnen Erkenntnisse der Entwicklung von Mischvorschriften ohne Expertenwissen.

Im Rahmen des Forschungsvorhabens ist es darüber hinaus gelungen, relevante Zielkonflikte bei der Mischungsherstellung zu analysieren und Lösungsstrategien dafür zu entwickeln. Kernzielkonflikte sind beispielsweise der Konflikt zwischen den Mischdauern der verschiedenen Mischphasen, insbesondere zu nennen sind hierbei die Mastikations- und Rußinkorporationsdauer. Des Weiteren existiert ein Konflikt der Anlagentemperierung, der Rotordrehzahl und der resultierenden Rußdispersion. Beispielhaft kann der Naturkautschukmischprozess betrachtet werden. Die Mischphasen Mastikation, Rußinkorporation und Rußdispersion sind hierbei entscheidend für die Länge des Gesamtmischprozesses und die resultierenden Compouneigenschaften. Darüber hinaus beeinflussen sich die Mischdauern gegenseitig. Werden Mischungen bei einer niedrigen Rotor- und Mischkammertemperatur und einer niedrigen Drehzahl hergestellt, ist es sinnvoll die Mastikationsdauer zu verlängern, da anschließend Einsparungen bezüglich der Inkorporationsdauer möglich sind. Wird im Gegensatz dazu eine überaus hohe Anlagentemperierung und Drehzahl gewählt, sollte die Mastikationsdauer möglichst kurz gewählt werden. Eine Verlängerung der Mastikationsdauer bewirkt keine Verkürzung der Inkorporationsdauer. Der Mischprozess wird unnötigerweise verlängert.

Anhand der erzielten Forschungsergebnisse ist es kmU möglich, selbstständig Mischvorschriften zu entwickeln und den Mischprozess zu optimieren und gezielt weiterzuentwickeln sowie auf Kundenbedürfnisse anzupassen. In Folge dessen ist es kmU möglich, ihre Produktionseffizienz ohne Investitionskosten zu erhöhen, da keine Anlagenmodifikationen notwendig sind. Des Weiteren dienen die im Rahmen des Forschungsvorhabens erzielten Erkenntnisse kmU dazu, ihre Position als Technologievorreiter in der Gummiindustrie sowie den Hightech-Standort Deutschland weiterhin zu sichern.

13.2 Aussagen zur voraussichtlichen industriellen Nutzung der FuE-Ergebnisse nach Projektende

Damit interessierte Unternehmen die erzielten Erkenntnisse in ihren eigenen Entwicklungsprozessen nutzen können, werden die erzielten Erkenntnisse nach Abschluss des Forschungsvorhabens anhand des Abschlussberichts, Veröffentlichungen und Vorträgen publiziert. Ferner besteht darüber hinaus die Möglichkeit in ergänzenden bilateralen Projekten, z.B. im ZIM-Programm, mit der Forschungsstelle eine konkrete Umsetzung zu erarbeiten. Die Kosten zur Umsetzung sind gering, da keine neue teure und komplizierte Anlagentechnik beschafft werden muss. Darüber hinaus können Mischprozesse energieeffizienter (ca. -52 % bei der Rußinkorporation in Naturkautschuk bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von je 30 °C, einer Mastikationsdauer von 30 s in Folge der Verdopplung der Rotordrehzahl) und wirtschaftlicher ausgelegt werden, da die Auslegung dieser nicht mehr größtenteils auf Erfahrungswissen basiert. Ferner können die Mischprozesse so ausgelegt werden, dass sich Anlagenkapazitäten erhöhen. Beispielsweise konnte bei der Herstellung von Naturkautschukmischungen durch Verdopplung der Rotordrehzahl von 40 1/min auf 80 1/min die Mischdauer zur Rußinkorporation bei einer Mischkammer- und Rotortemperatur von 30 °C und einer Mastikationsdauer von 30 s um ca. 80 % reduziert werden.

In Folge dessen könnte beispielsweise die Produktivität der Innenmischer gesteigert werden oder Personalkosten könnten gesenkt werden. In Folge der resultierenden Einsparpotentiale ist es kmU möglich, neue Märkte zu erschließen, ohne dabei hohe Investitionskosten und damit hohe unternehmerische Risiken in Kauf zu nehmen. Außerdem gelingt es kmU so, ihre Technologievorreiterrolle weiterhin zu sichern.

14 ERGÄNZENDE HINWEISE ZUM FORSCHUNGSVORHABEN

14.1 Einsatz von Geräten und wissenschaftlich-technischem Personal

Im Vorhaben wurden keine Leistungen Dritter in Anspruch genommen und keine Geräte beschafft. Alle für die Herstellung und Untersuchung der elektrisch leitfähigen Elastomere notwendigen Geräte waren am IKV vorhanden.

Zur Durchführung des Forschungsprojekts wurden 21,75 Personenmonate wissenschaftliches Personal über die gesamte Laufzeit eingesetzt. Mit der Bearbeitung des Forschungsvorhabens waren ein wissenschaftlicher Mitarbeiter sowie studentische Hilfskräfte über der Projektlaufzeit beschäftigt und wurden dem Arbeitsaufwand entsprechend eingesetzt. Der wissenschaftliche Mitarbeiter war erforderlich, um die wissenschaftliche Fragestellung zu erarbeiten, die Problemstellungen in Abstimmung mit Vertretern aus Wirtschaft und Industrie zu diskutieren und Studierende zu betreuen, die im Rahmen des Projekts wissenschaftliche Arbeiten durchführten. Darüber hinaus hat ein Angestellter mit staatlichem Abschluss die Forschungsarbeiten bei der Installation und Bedienung der Anlagentechnik unterstützt. So musste ein erfahrener Labormitarbeiter mit staatlichem Abschluss die experimentellen Analysen zur Untersuchung des Mischprozesses leiten. Darüber hinaus war der Angestellte mit staatlichem Abschluss zum Aufbau und der Einrichtung der Anlagentechnik bei den Versuchen notwendig.

14.2 Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Wie aus den Kapiteln 6-9 hervorgeht, sind im Rahmen des Forschungsprojekts umfangreiche Untersuchungen durchgeführt worden. Die Vielzahl der durchgeführten Untersuchungen zeigen, dass die geleistete Arbeit und der Einsatz der Ressourcen angemessen und notwendig waren. Notwendige Anpassungen in den Arbeitspaketen haben nicht zu einer Reduktion des Arbeitsumfangs geführt, sondern es wurden einzelne Maßnahmen durch geeignetere Maßnahmen ersetzt, weshalb der Umfang der Forschungsarbeiten sich nicht verändert hat. Die Ergebnisse und die erarbeiteten Erkenntnisse zeigen, dass es künftig möglich sein wird, Kautschukmischungen mit reduziertem Energiebedarf herzustellen. Des Weiteren ist es nun möglich strukturierte Mischvorschriften für die Herstellung von Kautschukmischungen vorherzusagen und Mischvorschriften zu optimieren. Demzufolge müssen zukünftig keine kostenintensiven Vorversuche durchgeführt werden, um Mischvorschriften zu entwickeln.

Insgesamt kann die Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit bestätigt werden.

15 ABKÜRZUNGEN, FORMELZEICHEN, INDIZES

15.1 Abkürzungen

Abkürzung	Bedeutung
BIT	Black Incorporation Time
EPDM	Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk
NBR	Acrylnitril-Butadien-Kautschuk
NR	Naturkautschuk
OAN-Zahl	Oil absorption number
RPA	Rubber Process Analyzer

15.2 Formelzeichen

Formelzeichen	Einheit	Bedeutung
C	[-]	Effizienz der Erosion
D	[-]	Dispersionsgrad
ΔP	[kW]	Änderung der Leistung
R	[μm]	Radius des Rußaggregats
t	[s]	Zeit
T	[°C]	Temperatur
τ	[N/m ²]	Schubspannung
$\dot{\gamma}$	[1/s]	Schergeschwindigkeit

15.3 Indizes

Index	Bedeutung
c	kritisch
M	Mischkammer
R	Rotor
t	Größe zum Zeitpunkt t
0	Anfangsgröße

16 LITERATUR

- [ABT18] ABTS, G.: *Einführung in die Kautschuktechnologie*. München: Carl Hanser Verlag, 2018
- [BC58] BOLEN, W.R.; COLWELL, N.E.: Intensive Mixing. *Fourteenth Annual National Technical Conference*. Detroit, USA, 1958
- [CBP13] COLLIN, V.; BOUDIMBOU, I.; PEUVREL-DISDIER, E.: New insights in dispersion mechanism of carbon black in a polymer matrix under shear by rheo-optics. *Journal of Applied Polymer Science* 127 (2013) 3, S. 2121-2131
- [COT85] COTTON, C.R.: Mixing of Carbon Black with Rubber – III. Analysis of the Mixing Torque Curve. *Kautschuk Gummi Kunststoffe* 38 (1985) 8, S. 705-709
- [DIC14] DICK, J. S.: *How to improve Rubber Compounds*. München: Carl Hanser Verlag, 2014
- [EBE81] EBELL, P. C.: *Internal Mixing of Rubber: The Influence of Process Variables on Mixed Material Properties*. Loughborough University, Dissertation, 1981
- [FP85] FREAKLEY, P.K.; PATEL, S.R.: Internal Mixing: A Practical Investigation of the Flow and Temperature Profiles during a Mixing Cycle. *Rubber Chemistry and Technology* 58 (1985) 4, S. 751-773
- [FW79] FREAKLEY, P.K.; WAN IDRIS, W.Y.: Visualization of Flow during the Processing of Rubber in an Internal Mixer. *Rubber Chemistry and Technology* 52 (1979) 1, S. 134-145
- [HAB16] HABERSTROH, E.: *Neuartige Methode zur Optimierung des Mischprozesses im Kautschuk-Innenmischer*. Deutsches Institut für Kautschuktechnologie e.V., Abschlussbericht zum IGF-Forschungsvorhaben 18244N, 2016
- [HKB19] HOPMANN, CH.; KOSTKA, M.; BAKIR, C.: Compounding – Influence of process parameters on the processing and resulting properties. *IKV-Conference "Rubber meets Science"*. Aachen, Germany, 2019
- [HKL19] HOPMANN, CH.; KOSTKA, M.; LIPSKI, A.; BAKIR, C.: Systematische Untersuchung des Einzugsverhaltens und der Mastikation im Innenmischer zur Ermittlung einer Abhängigkeit zwischen Prozessparametern und resultierenden Kautschukeigenschaften. *Gummi Fasern Kunststoffe* 72 (2019) 6, S. 206-211
- [HKLF21a] HOPMANN, CH.; KOSTKA, M.; LIMPER, A.; FACKLAM, M.: Systematische Untersuchung und Analyse des Mischprozesses: Auswirkungen unterschiedlicher Prozessparameter auf die Mischungsherstellung einer Naturkautschukmischung und deren Eigenschaften. *Gummi Fasern Kunststoffe* 74 (2021) 1-2, S. 30-36
- [HKLF21b] HOPMANN, C.; KOSTKA, M.; LIMPER, A.; FACKLAM, M.: A new approach to rubber mixing based on the optimization of individual mixing phases. *Umdruck zur Tagung „DKG Elastomer Symposium“*. Online Konferenz, 2021
- [HKLS22] HOPMANN, CH.; KOSTKA, M.; LIMPER, A.; SCHÖN, M.: Auswirkungen unterschiedlicher Prozessparameter während der Mischungsherstellung auf die Mastikation und Rußinkorporation am Beispiel der Herstellung einer Naturkautschukmischung. *Gummi Fasern Kunststoffe* 75 (2022) 1-2, S. 37-44

- [HKS+22] HOPMANN, CH.; KOSTKA, M.; SCHÖN, M.; LIMPER, A.; FACKLAM, M.: Influence of process parameters on mixing time and properties of rubber compounds. *Umdruck zum 31. Internationalen Kunststofftechnischen Kolloquium* (eingereicht)
- [KAH15] KAHRAMAN, H.: *Experimentelle Untersuchungen und Beschreibung des deformationsinduzierten anisotropen Werkstoffverhaltens von verstärkten Elastomeren*. RWTH Aachen, Dissertation, 2015
- [KLE11] KLEPPMANN, W.: *Versuchsplanung – Produkte und Prozesse optimieren*. München, Wien: Carl Hanser Verlag, 2011
- [KPT07] KÖSTER, L.; PERZ, H.; TSIWIKIS, G.: *Praxis der Kautschukextrusion*. München: Carl Hanser Verlag, 2007
- [KW89] KIM, J.K.; WHITE, J.L.; MIN, K.; SZYDLOWSKI, W.: Simulation of Flow and Mixing in an Internal Mixer. *International Polymer Processing* 4 (1989) 1, S. 9-15
- [KW96] KIM, P.S.; WHITE, J.L.: Comparison of black incorporation and development of dispersion in intermeshing and separated counter-rotating rotor internal mixers. *Kautschuk Gummi, Kunststoffe* 49 (1996) 1, S. 10-17
- [LBG89] LIMPER, A.; BARTH, P.; GRAJEWSKI, F.: *Technologie der Kautschukverarbeitung*. München, Wien: Carl Hanser Verlag, 1989
- [LIM12] LIMPER, A.: *Mixing of Rubber Componds*. München: Carl Hanser Verlag, 2012
- [LIP19] LIPSKI, A.-M.: *Fließvorgänge zwischen den Rotoren von tangierenden Kautschukmischern*. RWTH Aachen, Dissertation, 2019 - ISBN: 978-3-95886-294-4
- [MCK62] MCKELVEY, J.: *Polymer Processing*. New York: John Wiley and Sons, 1962
- [MEI97] MEIERTOBERENS, U.: *Charakterisierung von Kautschukmischungen im Innenmischer mit statistischen Prozeßmodellen*. RWTH Aachen, Dissertation, 1997
- [MBR80] MEISSNER, K.; BERGMANN, J.; REHER, E.O.: Über den Mischprozess im Innenmischer unter Beachtung viskoplastischer Werkstoffeigenschaften. *Plaste und Kautschuk* 27 (1980) 3, S. 147-152
- [MR79] MEISSNER, K.; REHRER, E.D.: Zur Modellierung des Mischprozesses hochviskoser Medien im Innenmischer. *Plaste und Kautschuk* 26 (1979) 5, S. 272-275
- [MS91] MIN, K.; SUH, K.G.: Experiments and modeling of flow of elastomers in an internal mixer with intermeshing rotors. *Polymer Engineering and Science* 31 (1991) 11, S. 779-788
- [NAG04] NAGDI, K.: *Gummiwerkstoffe – Ein Ratgeber für Anwender*. Ratingen: Dr. Gupta Verlag, 2004
- [NAK00] NAKAJIMA, N.: *The Science and Prattice of Rubber Mixing*. Shawbury: Smithers Rapra Technology, 2000
- [NN06] N.N.: *ISO 11345: Kautschuk – Bestimmung der Rußverteilung - Schnellvergleichsverfahren*. Berlin: Beuth Verlag, 2016
- [NN16a] N.N.: *DIN ISO 815-1: Elastomere oder thermoplastische Elastomere – Bestimmung der Eindringhärte – Teil 1: Druckverformungsrest*. Berlin: Beuth Verlag, 2016

- [NN16b] N.N.: *DIN ISO 34-1: Elastomere oder thermoplastische Elastomere – Bestimmung des Weiterreißwiderstandes – Teil 1: Steifen-, winkel- oder bogenförmige Probekörper*. Berlin: Beuth Verlag, 2016
- [NN17] N.N.: *DIN 53504: Prüfung von Kautschuk und Elastomeren - Bestimmung von Reißfestigkeit, Zugfestigkeit, Reißdehnung und Spannungswerten im Zugversuch* . Berlin: Beuth Verlag, 2017
- [NN18] N.N.: *DIN ISO 289-1: Unvulkanisierter Kautschuk – Bestimmungen unter Verwendung eines Scherscheiben-Viskosimeters – Teil 1: Bestimmung der Mooney-Viskosität* . Berlin: Beuth Verlag, 2018
- [NN21] N.N.: *DIN ISO 48-4: Elastomere oder thermoplastische Elastomere – Bestimmung der Härte – Teil 4: Eindringhärte durch Durometer-Verfahren (Shore-Härte)*. Berlin: Beuth Verlag, 2021
- [PAY62] PAYNE, A. R.: The Dynamic Properties of Carbon Black-Loaded Natural Rubber Vulcanizates. Part I. *Journal of Applied Polymer Science* 6 (1962) 119, S. 57-63
- [PEU18] PEUVREL-DISDIER, E.: Dispersion mechanism of fillers in an elastomer matrix. *111th Anniversary Meeting of DKG West Regional Group*. Bad Neuenahr, 2018
- [REY21] REY, G.D.: Einführung in die Statistik – Zentrale Tendenz, Streuung und Verteilung. Technische Universität Chemnitz, 2021
- [RS13] Röthemeyer, F.; Sommer, F.: *Kautschuktechnologie*. München: Hanser Verlag, 2013
- [RYZ01] RYZKO. P.: Prozessüberwachung und -optimierung in der Elastomerverarbeitung auf der Basis statistischer Versuchsmethodik und mathematischer Prozessmodelle. RWTH Aachen, Dissertation, 2001
- [SEB16] SEBASTIAN, S.: *Untersuchung von unterschiedlichen Methoden zur Messung der Rußdispersion*. Institut für Kunststoffverarbeitung, RWTH Aachen, Masterarbeit, 2016 – Betreuer: A. Lipski
- [URL21] N.N.: Nitrile Butadien Rubber. URL: <https://www.arlanxeo.com/en/products/finder?q=%3Aname-asc%3AbrandCategory%3Akrynac>, 10.01.2022
- [YK90] YAGII, K.; KAWANISHI, K.: Flow Analysis in an Internal Mixer. *International Polymer Processing* 5 (1990) 3, S. 164-172

17 ANHANG

17.1 Liste der Veröffentlichungen

Zeitschriftenbeiträge

Hopmann, Ch.; Kostka, M.; Limper, A.; Facklam, M.: Systematische Untersuchung und Analyse des Mischprozesses: Auswirkungen unterschiedlicher Prozess-parameter auf die Mischungsherstellung einer Naturkautschukmischung und deren Eigenschaften. Gummi Fasern Kunststoffe 74 (2021) 1-2, S. 30-36

Hopmann, Ch.; Kostka, M.; Limper, A.; Schön, M.: Auswirkungen unterschiedlicher Prozessparameter während der Mischungsherstellung auf die Mastikation und Rußinkorporation am Beispiel der Herstellung einer Naturkautschukmischung. Gummi Fasern Kunststoffe (eingereicht)

Internationale Konferenzen

Hopmann, C.; Kostka, M.; Limper, A.; Facklam, M.: Analysis of the effects of various process parameters on the rubber compound production in the internal mixer. Umdruck zur Tagung DKG Elastomer Symposium. Online Konferenz, 2021

Hopmann, Ch.; Kostka, M.; Schön, M.; Limper, A.; Facklam, M.: Influence of process parameters on mixing time and properties of rubber compounds. Umdruck zum 31. Internationalen Kunststofftechnischen Kolloquium (eingereicht)

17.2 Liste der studentischen Arbeiten

Herz, A.: *Analyse des Mischprozesses einer industrienahen Naturkautschukrezeptur*. Institut für Kunststoffverarbeitung, RWTH Aachen, unveröffentlichte Bachelorarbeit, 2020 – Betreuer: M. Kostka

Zusammenfassung:

Die diskontinuierliche Mischungsherstellung im Innenmischer stellt einen essentiellen Schritt in der Fertigung von Elastomererzeugnissen dar. Herausfordernd ist eine geeignete Rezeptur, sowie passende Herstellungsbedingungen auszuwählen, um die gewünschten Produkteigenschaften zu erhalten. Die Komplexität der Mischungsherstellung erfordert den Einsatz von Mischvorschriften. Zum gegenwärtigen Zeitpunkt basieren Mischvorschriften auf individuellen Fachkenntnissen und empirisch entwickelten Zusammenhängen. Eine gezielte Methode zur Optimierung des Mischprozesses existiert nicht. Die in den Unternehmen empirisch gewachsenen Mischvorschriften werden von erfahrenen Mitarbeitern kontinuierlich weiterentwickelt.

Um den Prozess hinsichtlich der Mischzeit zu optimieren, existieren Forschungsverfahren zur Optimierung des Mischprozesses. In einem aktuellen Forschungsvorhaben wird der Mischprozess in die Phasen Einzug, Mastikation, Rußinkorporation und -dispersion, sowie das Fertigmischen unterteilt und einzeln untersucht. Die Produktqualität darf in Folge der Optimierung nicht gemindert werden.

Eine industrienähe Naturkautschukmischung wird in Variation der Prozessparameter Rotordrehzahl, Mischkammer- und Rotortemperatur, sowie Mastikations- und Füllstofffeinarbeitungsdauer hergestellt. Anschließend wird die Compoundauswurftemperatur ermittelt. Zudem erfolgen Untersuchungen zur Bestimmung der notwendigen Vernetzungszeit, dem Payne-Effekt, der Mooney-Viskosität und der Rußdispersion. Ferner wird der Druckverformungsrest, die Shore-A-Härte, sowie die Bruchspannung und die Bruchdehnung ermittelt. Unter Zuhilfenahme des Fingerprints wird eine ganzheitliche Prozessbetrachtung durchgeführt, wobei Zusammenhänge zwischen den Prozessparametern und den Materialeigenschaften festgestellt werden. Darauf sollen mögliche Optimierungsansätze definiert werden.

Die Ergebnisse lassen darauf schließen, dass die Eigenschaften der Mischung, wie beispielsweise die Bruchspannung und -dehnung, überwiegend von den Rezepturbestandteilen und -anteilen abhängen. Basierend darauf werden Diagramme erstellt, die dem Anwender die Möglichkeit bieten, eine gewünschte Materialeigenschaft auszuwählen und die dafür notwendigen Einstellungen der Prozessparameter abzulesen.

Willkomm, K.; Yesilyurt, D.: Analyse des Einflusses der Prozessparameter auf die Rußdispersion in Ethylen-Propylen-Dien-Kautschukmischungen und Optimierung des Prozesses mittels Reverse Engineering. Institut für Kunststoffverarbeitung, RWTH Aachen, unveröffentlichte Projektarbeit, 2021 – Betreuer: M. Kostka

Zusammenfassung:

Der diskontinuierliche Mischungsprozess stellt einen wesentlichen Schritt zur Herstellung von Elastomerprodukten dar. Die Mischvorschrift beinhaltet dabei alle notwendigen Prozessparameter zur Herstellung der Kautschukcompounds. Gegenwärtig existieren eine Vielzahl von Rezepturen und Mischvorschriften, welche auf der individuellen Expertise der Facharbeiter beruhen. Der Einfluss der Prozessparameter (Drehzahl, Temperatur, Rußanteil) auf die Materialeigenschaften und die Dispersionsqualität der Kautschukcompounds ist zum gegenwärtigen Zeitpunkt nicht vollumfänglich bekannt.

Ziel dieser Arbeit ist es, die Wirkzusammenhänge zwischen den Prozessparametern und den resultierenden Compouneigenschaften zu ermitteln. Besonderes Augenmerk soll hierbei auf

die Rußdispersion gelegt werden. Untersucht wird der Einfluss der Prozessparameter (Drehzahl, Temperatur, Rußanteil) auf die Materialeigenschaften und die Rußdispersion der produzierten Compounds.

Es werden industriennahe EPDM-Ruß-Mischungen hergestellt, die sich hinsichtlich der verwendeten Prozessparameter Rotordrehzahl, Mischkammer- und Rotortemperatur und des Rußanteils unterscheiden. Im Anschluss werden die Compounds bezüglich ihrer Auswurftemperatur, der notwendigen Vernetzungszeit (t_{90} -Zeit), dem Payne-Effekt sowie der Mooney-Viskosität untersucht. Ferner erfolgt die Untersuchung der Rußdispersion unter Zuhilfenahme des Dispertesters und der Mikroskopie. Zusätzlich werden die Endprodukteigenschaften der EPDM-Mischungen durch Ermittlung des Druckverformungsrestes, der Shore-A-Härte, der elektrischen Leitfähigkeit sowie der Zugspannung und Bruchdehnung vollständig bestimmt. Zum gesamtheitlichen Prozessverständnis werden die Fingerprints herangezogen, um Zusammenhänge zwischen den Materialeigenschaften des Endproduktes und der Prozessparameterkonfiguration herzustellen.

Die ermittelten Zusammenhänge der Materialeigenschaften und der verwendeten Prozessparameter werden miteinander verknüpft, um mögliche Empfehlungen für Optimierungsstrategien mittels Reverse Engineering zu formulieren. Die Ergebnisse zeigen eine ausgeprägte Abhängigkeit der Produkteigenschaften vom Rußanteil, insbesondere für die Bruchspannung.

Plazibat, L.: *Analyse des Mischprozesses industrienahe Naturkautschukrezepturen und Optimierung*. Institut für Kunststoffverarbeitung, RWTH Aachen, unveröffentlichte Masterarbeit, 2021 – Betreuer: M. Kostka

Zusammenfassung:

Kautschuk ist ein hoch viskoses Polymer, welches erst durch die Zugabe eines Vernetzungspartners und einer Vernetzung seine Zieleigenschaften erreicht. Die Zieleigenschaften können in Abhängigkeit der Materialauswahl, Füll- und Verarbeitungshilfsstoffen, sowie der Verarbeitungsparameter in weiten Bereichen eingestellt werden. Die Hauptaufgabe des Mischprozesses ist es, die unterschiedlichen Mischbestandteile zu einem möglichst homogenen Einphasensystem zu vermischen. Dieser Vorgang kann mit Hilfe eines ineinandergreifenden Innenmischers erfolgen, ist jedoch ein multifaktorieller, komplexer Prozess, der in zwei Phasen unterteilt werden kann. Zunächst werden bei der Masterbatch Mischung alle Mischbestandteile außer dem Vernetzer vermischt. Anschließend wird bei der Final Batch Mischung der Vernetzungspartner zugegeben und homogen verteilt. Die Aufteilung hat das Ziel ein vorzeitiges Vernetzen, welches durch die im Mischprozess

entstandene Wärme hervorgerufen wird, zu verhindern. Eine zeit- und energieeffiziente Optimierung des Mischprozesses kann in der Industrie wettbewerbsentscheidend sein. Diese soll durchgeführt werden, ohne die resultierende Compoundqualität zu verringern. Ganzheitliche Optimierungsansätze scheitern daran, dass sich die optimalen Mischbedingungen im Laufe des Mischprozesses nicht nur unterscheiden, sondern teilweise auch widersprechen.

Folglich versucht dieses Forschungsvorhaben den Masterbatch Mischprozess industrienaher Naturkautschukmischungen anhand des Fingerprints in charakteristische Phasen zu unterteilen und getrennt voneinander zu optimieren. Der Fingerprint ist ein Messschrieb, der gemessene Prozessgrößen wie beispielsweise den Stempelweg, den Stromverbrauch und die Leistung in Abhängigkeit der Mischzeit aufzeichnet. Der Mischprozess eines Masterbatches wird in die charakteristischen Phasen des Einzugs ohne und mit Stempel, die Mastikation und, nach Rußzugabe, in die Rußinkorporation, sowie die Compoundhomogenisierung unterteilt.

Anschließend werden die Prozessparameter der Mastikationszeit, der Mischkammertemperatur und Rotortemperatur, der Drehzahl und des Füllgrads sowie der oil absorption number des Rußes variiert und die Einflüsse auf die Fingerprintprozessgrößen und die Compoundqualität, durch Aufstellungen von multiplen linearen Regressionen (MLR), dargestellt. Diese MLR werden mit Hilfe der Programmiersprache R abgebildet und im Kontext der Gauß-Markow-Annahmen überprüft. Außerdem wurden die Regressionen ebenfalls mit randomisierten Versuchsparametern auf ihre Prognosegenauigkeit analysiert. Abschließend werden ausgewählte Gleichungen zu einem linearen Optimierungsproblem umgewandelt und in Hinblick auf die Zielgrößen Zeit- und Energieeffizienz, unter Einhaltung der Nebenbedingung, einer maximalen Compoundtemperatur und einer Mindestqualitätshöhe, optimiert.

Die phasenweise Optimierung des Fingerprints wies nur vereinzelt widersprüchliches Verhalten in Abhängigkeit der Prozessparameter auf. Den widersprüchlichsten Einfluss hat die Mischkammertemperaturerhöhung im Kontext der Strommaxima, der Leistungsmaxima und des Leistungsintegrals. Die widersprüchlichste Fingerprintkenngröße ist das Leistungsintegral. Hier führen Veränderungen der Mischkammertemperatur, der Mastikationsdauer und der Drehzahl zu unterschiedlichen widersprüchlichen Effekten.

Die gesamte Mischdauer addiert sich aus den einzelnen Phasenlängen. Hier sind keine Einflusswidersprüche nachzuweisen. Bei steigenden Drehzahlen und Kühltemperaturen nehmen die zeitabhängigen Kenngrößen ab und nehmen bei steigenden Füllgraden zu. Bei der Optimierung steht die Minimierung der Rußinkorporationszeit, der sogenannten Black incorporation time, im Fokus, da diese ein wichtiger Faktor für die Mischdauer ist. Der Stromverbrauch ist nur im geringen Maße als MLR abbildbar, jedoch wichen die Prognosewerte nur geringfügig (unter 10%) von den gemessenen Strommaxima ab. Diese

können durch Rotortemperatur- und Drehzahlseinkung reduziert werden. Veränderungen der Drehzahl führen zu gegensätzlichen Entwicklungen der Mischdauer und des Stromverbrauchs. Die Qualität des Compound ist maßgebend rezeptabhängig, da zwischen der OAN und den Compouneigenschaften die höchsten signifikante Zusammenhänge gefunden werden konnten. Insgesamt ist hier die MLR nur im geringen Maße in der Lage, im Kontext der Gauß-Markow-Annahmen, als Schätzfunktion zu dienen. Nichtsdestotrotz lag bei der praktischen Untersuchung der Prognosegenauigkeit die Abweichung zwischen prognostizierten und gemessenen Werten bei fünf der sieben untersuchten Qualitätsgrößen unter 6%. Eine weitere wichtige Größe ist die Compoundtemperatur. Ein besonderer Fokus liegt auf der Masterbatchtemperatur, die am Ende des Mischprozesses mit einem Stabthermometer außerhalb des Innenmischers gemessen wird. Die Masterbatchtemperaturen können sehr gut durch die MLR abgebildet werden, da der adjustierte R^2 -Wert über 90% liegt. Auch die Abweichungen zwischen Prognose und Messung waren mit Werten unter 10% überzeugend. Die Nebenbedingung der maximalen Masterbatchtemperatur wurden von allen Optimierungsergebnissen erfüllt. Dieser Zusammenhang ist vor allem für die Verarbeiter von temperaturempfindlichen Kautschuken und Zusatzstoffen interessant. Hiermit kann die Masterbatchtemperatur auf Einhalten der Verarbeitungsgrenze, schon vor der eigentlichen Mischungsherstellung überprüft werden. Auch als Qualitätssicherungsansatz kann die Masterbatchtemperatur dienen.

Vennen, M.: *Optimierung des Mischprozesses zur Herstellung von Ethylen-Propylen-Dien-Kautschukmischungen im Innenmischer*. Institut für Kunststoffverarbeitung, RWTH Aachen, unveröffentlichte Bachelorarbeit, 2021 – Betreuer: M. Kostka

Zusammenfassung:

Die diskontinuierliche Mischungsherstellung im Innenmischer beeinflusst die Eigenschaften der fertigen Elastomerprodukte wesentlich. Für die benötigten Endprodukteigenschaften muss sowohl die geeignete Zusammensetzung der Mischungszutaten als auch die optimale Prozessführung ermittelt werden. Aktuell geschieht dies durch die Kombination von Praxiserfahrungen, empirisch entwickelten Mischvorschriften und graduellen Verbesserungen im Produktionsprozess. Eine allgemeine Methodik zur Optimierung des Mischprozesses existiert bisher nicht.

Für die Optimierung des Mischprozesses wird in dieser Arbeit insbesondere die Inkorporationsphase hinsichtlich des Energie- und Zeitaufwandes betrachtet. Dabei werden bereits durchgeführte Versuche mit einer industrienahen Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk

Mischung analysiert und modelliert, um die Einflüsse veränderter Mischungsparameter zu bewerten. Hierbei soll die Produktqualität und insbesondere die Rußdispersion durch die Optimierung nicht verringert werden.

Die Kautschukmischungen werden hinsichtlich der Rußmenge und -art sowie dem Füllgrad variiert. Für den Mischprozess werden unterschiedliche Einstellungen von Rotordrehzahl, Mischdauer sowie Mischkammer- und Rotortemperatur verwendet. Darauf folgt eine Untersuchung der Qualitätseigenschaften Dispersion, Druckverformungsrest, Mooney-Viskosität, Härte, Bruchspannung und -dehnung, Weiterreißwiderstand sowie das Verhalten des Füllstoffnetzwerks. Mit den Ergebnissen von Analyse und Modellierung werden die für einen optimierten Mischprozess benötigten Parameter sowie deren Gewichtung aufgezeigt. Durch das Einbeziehen der Qualitätsmessungen wird sichergestellt, dass bei den verbesserten Mischprozessen aufgrund veränderter Prozessparameter keine Qualitätsprobleme entstehen.

Einzelne Parameteränderungen können einen erheblichen Einfluss auf die Mischdauer nehmen. Die Ergebnisse zeigen für die vorliegenden Mischungen, dass hohe Temperaturen und Drehzahlen teilweise eine deutliche Verringerung der Inkorporationsdauer ermöglichen, wobei die Compoundqualität vergleichbar bleibt. Die Regressionsanalyse verdeutlicht anschaulich die Einflüsse der verschiedenen Parameter. Mittels der erstellten Modelle kann die Inkorporationsdauer und darauf basierend die gesamte Mischungsdauer mit Abweichungen im Bereich weniger Sekunden prognostiziert werden.

17.3 Übersicht der Prozessparametervariation am Innenmischer

Versuchsnummer	Materialkombination	Mastikationsdauer [s]	Rotor-temperatur [°C]	Mischkammer-temperatur [°C]	Füllgrad [%]	Drehzahl [1/min]
1	NR+N550	30	30	30	75	40
2		30	30	30	75	80
3		60	30	30	75	40
4		60	30	30	75	80
5		90	30	30	75	40
6		90	30	30	75	80
7		30	70	30	75	40
8		30	70	30	75	80
9		60	70	30	75	40
10		60	70	30	75	80
11		90	70	30	75	40
12		90	70	30	75	80
13		30	30	70	75	40
14		30	30	70	75	80
15		60	30	70	75	40
16		60	30	70	75	80
17		90	30	70	75	40
18		90	30	70	75	80
19		30	70	70	75	40
20		30	70	70	75	80
21		60	70	70	75	40
22		60	70	70	75	80

23		90	70	70	75	40
24		90	70	70	75	80
25	NR+N330	30	30	30	70	40
26		30	30	30	70	80
27		30	30	30	75	40
28		30	30	30	75	80
29		30	30	30	80	40
30		30	30	30	80	80
31		30	70	30	70	40
32		30	70	30	70	80
33		30	70	30	75	40
34		30	70	30	75	80
35		30	70	30	80	40
36		30	70	30	80	80
37		30	30	70	70	40
38		30	30	70	70	80
39		30	30	70	75	40
40		30	30	70	75	80
41		30	30	70	80	40
42		30	30	70	80	80
43		30	70	70	70	40
44		30	70	70	70	80
45		30	70	70	75	40
46		30	70	70	75	80
47		30	70	70	80	40
48		30	70	70	80	80

Tabelle 17.1: Verwendete Datenbasis zur Erstellung der linearen Regression

17.4 Verwendeter Programmcode

17.4.1.1 Multiple Lineare Regression Compoundqualitäten in R

```
# Multiple Lineare Regression Qualitäten
# Allgemeiner Aufbau :
# Name des models #frei wählbar <- #wird zugeordnet lm #multiple lineare
# Regression Befehl (Zeilgrösse ~ #Zuordnungszeichen zu Verstehen als "in
# Abhängigkeit von:" Einflussgrösse 1 + #zusatzoperator Einflussgrösse 2 +
# ....)
# summary(Name des models) #Ruckgabeoperator Befiehlt programm Berechnung
# und Ausgabe
# "Compeig" ist der Name der eingelesen Exceldatei "$" ist ein
# Festlebensbefehl Zeilenüberschrift in Exceldokuments

summary(model)

modelbruchdenung<- lm(Compeig$`Bruchdehnung:`~Compeig$`Mastikationszeit:` +
Compeig$`Mischkammertemperatur:` + Compeig$`Rotortemperatur:` +
Compeig$`Drehzahl:` + Compeig$`OAN- Zahl:`)
summary(modelbruchdenung)

modelTvV<- lm(Compeig$`Temperatur vor
Vernetzung:`~Compeig$`Mastikationszeit:` + Compeig$`Mischkammertemperatur:`
+ Compeig$`Rotortemperatur:` + Compeig$`Drehzahl:` + Compeig$`OAN- Zahl:`)
summary(modelTvV)

modelTnV<- lm(Compeig$`Temperatur nach
Vernetzung`~Compeig$`Mastikationszeit:` + Compeig$`Mischkammertemperatur:`
+ Compeig$`Rotortemperatur:` + Compeig$`Drehzahl:` + Compeig$`OAN- Zahl:`)
summary(modelTnV)

modelShoreH<- lm(Compeig$`Shore Härte:`~Compeig$`Mastikationszeit:` +
Compeig$`Mischkammertemperatur:` + Compeig$`Rotortemperatur:` +
Compeig$`Drehzahl:` + Compeig$`OAN- Zahl:`)
summary(modelShoreH)

modelDVR<- lm(Compeig$DVR~Compeig$`Mastikationszeit:` +
Compeig$`Mischkammertemperatur:` + Compeig$`Rotortemperatur:` +
Compeig$`Drehzahl:` + Compeig$`OAN- Zahl:`)
summary(modelDVR)

modelDisper<- lm(Compeig$`Dispersion
(Dispertester)`~Compeig$`Mastikationszeit:` +
Compeig$`Mischkammertemperatur:` + Compeig$`Rotortemperatur:` +
Compeig$`Drehzahl:` + Compeig$`OAN- Zahl:`)
summary(modelDisper)

modelWeiter<- lm(Compeig$Weiterreiss~Compeig$`Mastikationszeit:` +
Compeig$`Mischkammertemperatur:` + Compeig$`Rotortemperatur:` +
Compeig$`Drehzahl:` + Compeig$`OAN- Zahl:`)
summary(modelWeiter)

`ZMooney:`<- scale(Compeig$`Mooney:`)

ztMast <- scale(Compeig$`Mastikationszeit:`)
summary(modelZBruchdehnung)
```

```

modelZMooney<- lm(Compeig$`ZMooney:`~Compeig$`ZMastikationszeit:` +
Compeig$`ZMischkammertemperatur:` + Compeig$`ZRotortemperatur:` +
Compeig$`ZDrehzahl:` + Compeig$`ZOAN- Zahl:`)
summary(modelZMooney)

modelZShoreH<- lm(Compeig$`ZShore Härte:`~Compeig$`ZMastikationszeit:` +
Compeig$`ZMischkammertemperatur:` + Compeig$`ZRotortemperatur:` +
Compeig$`ZDrehzahl:` + Compeig$`ZOAN- Zahl:`)
summary(modelZShoreH)

modelZTvV<- lm(Compeig$`ZTemperatur vor
Vernetzung:`~Compeig$`ZMastikationszeit:` +
Compeig$`ZMischkammertemperatur:` + Compeig$`ZRotortemperatur:` +
Compeig$`ZDrehzahl:` + Compeig$`ZOAN- Zahl:`)
summary(modelZTvV)

modelZTnV<- lm(Compeig$`ZTemperatur nach
Vernetzung`~Compeig$`ZMastikationszeit:` +
Compeig$`ZMischkammertemperatur:` + Compeig$`ZRotortemperatur:` +
Compeig$`ZDrehzahl:` + Compeig$`ZOAN- Zahl:`)
summary(modelZTnV)

modelZDispersion<- lm(Compeig$`ZDispersion
(Dispertester)`~Compeig$`ZMastikationszeit:` +
Compeig$`ZMischkammertemperatur:` + Compeig$`ZRotortemperatur:` +
Compeig$`ZDrehzahl:` + Compeig$`ZOAN- Zahl:`)
summary(modelZDispersion)

summary(modelZWeiterreiss)

modelDispersion<- lm(Compeig$`Dispersion
(Dispertester)`~Compeig$`Mastikationszeit:` +
Compeig$`Mischkammertemperatur:` + Compeig$`Rotortemperatur:` +
Compeig$`Drehzahl:` + Compeig$`OAN- Zahl:`)
summary(modelDispersion)

```

17.4.1.2 Multiple Linear Regression Fingerprint in R

```

modeltEinzugoSt<- lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints$`tEinzug o.
St.`~R_Zusammenfassung_Fingerprints$tMast +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$TR + R_Zusammenfassung_Fingerprints$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$n +R_Zusammenfassung_Fingerprints$Füllgrad+
R_Zusammenfassung_Fingerprints$`OAN-Zahl` )
summary(modeltEinzugoSt)

modeltEinzugmSt<- lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints$`tEinzug
m.St.`~R_Zusammenfassung_Fingerprints$tMast +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$TR + R_Zusammenfassung_Fingerprints$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$n +R_Zusammenfassung_Fingerprints$Füllgrad+
R_Zusammenfassung_Fingerprints$`OAN-Zahl` )
summary(modeltEinzugmSt)

modeltEinzugLeistungsschw<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints$`Einzug_Leistungsschwankung
o.St.`~R_Zusammenfassung_Fingerprints$tMast +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$TR + R_Zusammenfassung_Fingerprints$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$n +R_Zusammenfassung_Fingerprints$Füllgrad+
R_Zusammenfassung_Fingerprints$`OAN-Zahl` )
summary(modeltEinzugLeistungsschw)

```

```

modeltEinzugLeistungsschwmmSt<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints$`Einzug_Leistungsschwankung m.
St.`~R_Zusammenfassung_Fingerprints$tMast +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$TR + R_Zusammenfassung_Fingerprints$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$n +R_Zusammenfassung_Fingerprints$Füllgrad+
R_Zusammenfassung_Fingerprints$`OAN-Zahl` )
summary(modeltEinzugLeistungsschwmmSt)

modeltEinzugLeistungsintegralmSt<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints$`Einzug_Leistungsintegral
m.St.`~R_Zusammenfassung_Fingerprints$tMast +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$TR + R_Zusammenfassung_Fingerprints$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$n +R_Zusammenfassung_Fingerprints$Füllgrad+
R_Zusammenfassung_Fingerprints$`OAN-Zahl` )
summary(modeltEinzugLeistungsintegralmSt)

modeltEinzugLeistungsintegraloSt<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints$`Einzug_Leistungsintegral
o.St.`~R_Zusammenfassung_Fingerprints$tMast +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$TR + R_Zusammenfassung_Fingerprints$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$n +R_Zusammenfassung_Fingerprints$Füllgrad+
R_Zusammenfassung_Fingerprints$`OAN-Zahl` )
summary(modeltEinzugLeistungsintegraloSt)

modeltEinzugtbsStrommaxmSt<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints$`tbisStrommax
m.St.`~R_Zusammenfassung_Fingerprints$tMast +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$TR + R_Zusammenfassung_Fingerprints$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$n +R_Zusammenfassung_Fingerprints$Füllgrad+
R_Zusammenfassung_Fingerprints$`OAN-Zahl` )
summary(modeltEinzugtbsStrommaxmSt)

modeltEinzugtbsStrommaxoSt<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints$`tbisStrommax
o.St.`~R_Zusammenfassung_Fingerprints$tMast +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$TR + R_Zusammenfassung_Fingerprints$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$n +R_Zusammenfassung_Fingerprints$Füllgrad+
R_Zusammenfassung_Fingerprints$`OAN-Zahl` )
summary(modeltEinzugtbsStrommaxoSt)

modeltEinzugStrommaxmSt<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints$`Einzug_Strommax
m.St.`~R_Zusammenfassung_Fingerprints$tMast +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$TR + R_Zusammenfassung_Fingerprints$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$n +R_Zusammenfassung_Fingerprints$Füllgrad+
R_Zusammenfassung_Fingerprints$`OAN-Zahl` )
summary(modeltEinzugStrommaxmSt)

modeltEinzugStrommaxoSt<- lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints$`tbisStrommax
o.St.`~R_Zusammenfassung_Fingerprints$tMast +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$TR + R_Zusammenfassung_Fingerprints$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$n +R_Zusammenfassung_Fingerprints$Füllgrad+
R_Zusammenfassung_Fingerprints$`OAN-Zahl` )
summary(modeltEinzugStrommaxoSt)

_Fingerprints$`tEinzug o. St.`~R_Zusammenfassung_Fingerprints$TR +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$n +R_Zusammenfassung_Fingerprints$Füllgrad)
summary(modeltEinzugoSt1)

modeltEinzugmSt1<- lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints$`tEinzug
m.St.`~R_Zusammenfassung_Fingerprints$TR + R_Zusammenfassung_Fingerprints$n
+R_Zusammenfassung_Fingerprints$Füllgrad)

```

```

summary(modeltEinzugmSt1)

modeltEinzugLeistungsschw1<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints$`Einzug_Leistungsschwankung
o.St.`~R_Zusammenfassung_Fingerprints$TR + R_Zusammenfassung_Fingerprints$N
+R_Zusammenfassung_Fingerprints$Füllgrad )
summary(modeltEinzugLeistungsschw1)

modeltEinzugLeistungsschwMSt1<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints$`Einzug_Leistungsschwankung m.
St.`~R_Zusammenfassung_Fingerprints$TR + R_Zusammenfassung_Fingerprints$N
+R_Zusammenfassung_Fingerprints$Füllgrad)
summary(modeltEinzugLeistungsschwMSt1)

stargazer(modeltEinzugLeistungsschwMSt1, modeltEinzugLeistungsschw1,
modeltEinzugmSt1, modeltEinzugoSt1, titel= "Regressionsergebnisse Einzug",
decimal.mark = ",", out = "Reg_Einzug1.html")

modeltEinzugLeistungsintegralmSt1<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints$`Einzug_Leistungsintegral
m.St.`~R_Zusammenfassung_Fingerprints$TR + R_Zusammenfassung_Fingerprints$N
+R_Zusammenfassung_Fingerprints$Füllgrad)
summary(modeltEinzugLeistungsintegralmSt1)

modeltEinzugLeistungsintegraloSt1<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints$`Einzug_Leistungsintegral
o.St.`~R_Zusammenfassung_Fingerprints$TR +R_Zusammenfassung_Fingerprints$N
+R_Zusammenfassung_Fingerprints$Füllgrad)
summary(modeltEinzugLeistungsintegraloSt1)

modeltEinzugtbsStrommaxmSt1<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints$`tbisStrommax
m.St.`~R_Zusammenfassung_Fingerprints$TR + R_Zusammenfassung_Fingerprints$N
+R_Zusammenfassung_Fingerprints$Füllgrad)
summary(modeltEinzugtbsStrommaxmSt1)

modeltEinzugtbsStrommaxoSt1<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints$`tbisStrommax
o.St.`~R_Zusammenfassung_Fingerprints$TR +
R_Zusammenfassung_Fingerprints$N +R_Zusammenfassung_Fingerprints$Füllgrad)
summary(modeltEinzugtbsStrommaxoSt1)

modeltEinzugStrommaxmSt1<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints$`Einzug_Strommax
m.St.`~R_Zusammenfassung_Fingerprints$TR + R_Zusammenfassung_Fingerprints$N
+R_Zusammenfassung_Fingerprints$Füllgrad)
summary(modeltEinzugStrommaxmSt1)

modeltEinzugStrommaxoSt1<- lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints$`tbisStrommax
o.St.`~R_Zusammenfassung_Fingerprints$TR + R_Zusammenfassung_Fingerprints$N
+R_Zusammenfassung_Fingerprints$Füllgrad)
summary(modeltEinzugStrommaxoSt1)

stargazer(modeltEinzugLeistungsintegralmSt1,
modeltEinzugLeistungsintegraloSt1, modeltEinzugtbsStrommaxoSt1,
modeltEinzugtbsStrommaxmSt1, modeltEinzugStrommaxmSt1,
modeltEinzugStrommaxoSt1, titel= "Regressionsergebnisse Einzug",
decimal.mark = ",", out = "Reg_Einzug2.html")

modelMastTdiff<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Mast_Tempdiff~R_Zusammenfassu
ng_Fingerprints_Mastikation$Mast+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TR+

```

```

R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$ $\eta$  +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$`OAN-Zahl`)
summary(modelMastTdiff)
modelMastpdiff<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Mast_Druckdiff~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$ $t$ Mast+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$ $\eta$  +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$`OAN-Zahl`)
summary(modelMastpdiff)

modelMasttbisMax<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Mast_tbisMax~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$ $t$ Mast+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$ $\eta$  +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$`OAN-Zahl`)
summary(modelMasttbisMax)

modelMastStromMax<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Mast_Strommax~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$ $t$ Mast+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$ $\eta$  +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$`OAN-Zahl`)
summary(modelMastStromMax)

modelMastLeistungsMax<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Mast_Leistungsmax~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$ $t$ Mast+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$ $\eta$  +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$`OAN-Zahl`)
summary(modelMastLeistungsMax)

modelMastLeistungsschw<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Mast_Leistungsschwankung~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$ $t$ Mast+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$ $\eta$  +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$`OAN-Zahl`)
summary(modelMastLeistungsschw)

modelMastLeistungsintegral<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Mast_Leistungsintegral~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$ $t$ Mast+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$ $\eta$  +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$`OAN-Zahl`)

```

```
summary(modelMastLeistungsintegral)
```

```
stargazer(modeltEinzugLeistungsintegralmSt1,
modeltEinzugLeistungsintegraloSt1, modeltEinzugtbsStrommaxoSt1,
modeltEinzugtbsStrommaxmSt1, modeltEinzugStrommaxmSt1,
modeltEinzugStrommaxoSt1, titel= "Regressionsergebnisse Einzug",
decimal.mark = ",", out = "Reg_Einzug2.html")
```

Mastikation

```
modelMastTdiff1<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Mast_Tempdiff~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$tMast+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$N +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Füllgrad )
summary(modelMastTdiff1)
```

```
modelMasttbisMax1<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Mast_tbisMax~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$tMast+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$N +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Füllgrad)
summary(modelMasttbisMax1)
```

```
modelMastStromMax1<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Mast_Strommax~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$tMast+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$N +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Füllgrad)
summary(modelMastStromMax1)
```

```
modelMastLeistungsMax1<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Mast_Leistungsmax~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$tMast+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$N +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Füllgrad)
summary(modelMastLeistungsMax1)
```

```
modelMastLeistungsschw1<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Mast_Leistungsschwankung~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$tMast+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$N +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Füllgrad)
summary(modelMastLeistungsschw1)
```

```
modelMastLeistungsintegral1<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Mast_Leistungsintegral~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$tMast+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$TM +
```

```

R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$`n` +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Mastikation$Füllgrad)
summary(modelMastLeistungsintegrall)

stargazer(modelMastTdiff1, modelMastLeistungsintegrall,
modelMastLeistungsMax1, modelMastLeistungsschw1, modelMastStromMax1,
modelMasttbisMax1, titel= "Regressionsergebnisse Mastikation", decimal.mark
= ",", out = "Reg_Mastikation1.html")
#Russ

modelRuss_BIT<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$BIT~R_Zusammenfassung_Fingerprints_R
uss$`tMast`+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`TR`+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`TM` +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`n` +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRuss_BIT)

modelRuss_BITtmast<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`BIT`+tMast`~R_Zusammenfassung_Finger
prints_Russ$`tMast`+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`TR`+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`TM` +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`n` +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRuss_BITtmast)

modelRussink_TDiff<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Russink_Tdiff~R_Zusammenfassung_Fing
erprints_Russ$`tMast`+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`TR`+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`TM` +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`n` +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRuss_TDiff)

modelRussink_pDiff<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Russink_pdiff~R_Zusammenfassung_Fing
erprints_Russ$`tMast`+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`TR`+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`TM` +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`n` +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRuss_pDiff)

modelRussink_tbisStrommax<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Russink_tbisStrommax...11~R_Zusammen
fassung_Fingerprints_Russ$`tMast`+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`TR`+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`TM` +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`n` +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussink_tbisStrommax)

modelRussink_tbisLeistungsmax<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Russink_tbisLeistungsmax...12~R_Zusa
mmenfassung_Fingerprints_Russ$`tMast`+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`TR`+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`TM` +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`n` +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)

```

```
summary(modelRussink_tbisLeistungsmax)
```

```
modelRussink_StromMax<-
```

```
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Russink_Strommax~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$tMast+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$N +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussink_StromMax)
```

```
modelRussink_LeistungsMax<-
```

```
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Russink_Leistungsmax~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$tMast+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$N +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussink_LeistungsMax)
```

```
modelRussink_Leistungsschw<-
```

```
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Russink_Leistungsschw~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$tMast+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$N +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussink_Leistungsschw)
```

```
modelRussink_Leistungsintegral<-
```

```
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Russink_Leistungsintegral~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$tMast+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$N +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussink_Leistungsintegral)
```

```
modelRussdis_tbisStrommax<-
```

```
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Russdis_tbisStromMax~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$tMast+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$N +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussdis_tbisStrommax)
```

```
modelRussdis_Tdiff<-
```

```
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Russdis_Tdiff~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$tMast+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$N +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussdis_Tdiff)
```

```
modelRussdis_pdiff<-
```

```
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Russdis_pdiff~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$tMast+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$N +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
```

```

summary(modelRussdis_pdiff)

modelRussdis_tbisStrommaxi<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Russink_tbisStrommax...21~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$tMast+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$n +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussdis_tbisStrommaxi)

modelRussdis_tbisLeistungsmax<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Russink_tbisLeistungsmax...21~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$tMast+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$n +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussdis_tbisLeistungsmax)

modelRussdis_StromMax<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Russdis_Strommax~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$tMast+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$n +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussdis_StromMax)

modelRussdis_Leistungsmax<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Russdis_Leistungsmax~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$tMast+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$n +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussdis_Leistungsmax)

modelRussdis_Leistungsschw<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Russink_Leistungsschw~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$tMast+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$n +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussdis_Leistungsschw)

modelRussdis_Leistungsintegral<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Russdis_Leistungsintegral~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$tMast+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$n +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussdis_Leistungsintegral)

modelRussZV_tbisStrommax<- lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`RussZV_tbisStrommax`~R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$tMast+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$n +

```

```

R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussZV_tbisStrommax)

modelRussZV_Tdiff<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$RussZV_Tdiff~R_Zusammenfassung_Finge
rprints_Russ$tMast+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$n +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussZV_Tdiff)

modelRussZV_pdiff<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$RussZV_pdiff~R_Zusammenfassung_Finge
rprints_Russ$tMast+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$n +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussZV_pdiff)

modelRussZV_tbisStrommaxi<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Russink_tbisStrommax...29~R_Zusammen
fassung_Fingerprints_Russ$tMast+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$n +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussZV_tbisStrommaxi)

modelRussZV_tbisLeistungsmax<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Russink_tbisLeistungsmax...30~R_Zusa
mmenfassung_Fingerprints_Russ$tMast+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$n +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussZV_tbisLeistungsmax)

modelRussZV_Stromax<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$RussZV_Stromax~R_Zusammenfassung_Fi
ngerprints_Russ$tMast+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$n +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussZV_Stromax)

modelRussZV_Leistungsmax<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Russdis_Leistungsmax~R_Zusammenfassu
ng_Fingerprints_Russ$tMast+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$n +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussZV_Leistungsmax)

modelRussZV_Leistungsschw<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$RussZV_Leistungsschw~R_Zusammenfassu
ng_Fingerprints_Russ$tMast+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$TM +

```

```

R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$n +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussZV_Leistungsschw)

modelRussZV_Leistungsintegral<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$RussZV_Leistungsintegral~R_Zusammenf
assung_Fingerprints_Russ$tMast+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zTR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zTM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$n +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)
summary(modelRussZV_Leistungsintegral)

#Z_Skaliert

R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$ztMast <-
scale(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$tMast)
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zTR <-
scale(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zTR)
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zTM <-
scale(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zTM)
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zn <-
scale(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$n)
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zFüllgrad <-
scale(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$Füllgrad)
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zOAN <-
scale(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`OAN-Zahl`)

R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zBIT <-
scale(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zBIT)
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zBITtMast <-
scale(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$`zBIT+tMast`)

modelRuss_zBIT<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zBIT~R_Zusammenfassung_Fingerprints_
Russ$ztMast+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zTR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zTM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zn +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zFüllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zOAN)
summary(modelRuss_zBIT)

modelRuss_zBITtmast<-
lm(R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zBITtmast~R_Zusammenfassung_Fingerpr
ints_Russ$ztMast+ R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zTR+
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zTM +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zn +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zFüllgrad +
R_Zusammenfassung_Fingerprints_Russ$zOAN)
summary(modelRuss_zBITtmast)

```

17.5 Python Code

```

#Beispiel

from scipy.optimize import linprog

c = [-5, -4]
A = [[ 1, 0],

```

```

        [0.25, 1],
        [ 3, 2]]
b = [6, 6, 22]
# Achtung die A < gleich b

res = linprog(c, A_ub=A, b_ub=b, bounds= (0, None))
print("Resultate gesamt:\n", res)
print("optimaler Wert:", -res.fun)
print("optimaler Punkt:", res.x)

#Optimierung BIT
from scipy.optimize import linprog

c = [-0.332, -0.624, -0.295, -0.976, 0.097, -0.005]
A = [[ 0.15, 0.287, 0.322, 0.515, 0.304, 0 ],
      [-0.002, -0.002, 0.01, 0.01, 0.005, 0],
      [-0.48, 0.112, -0.104, -0.4, 1.318, 0],
      [-0.011, -0.038, -0.107, 0.109, 0.544, 0],
      [0.016, 0.004, 0.006, 0.036, -0.075, 0],
      [-0.06, 0.001, 0.013, 0.044, 0.052, 0],
      [-0.039, -0.067, 0.016, -0.052, -0.73, 0],
      [-0.011, -0.014, 0.001, 0.052, 0.28, 0]]

b = [103.105, 1.4034, 86.7137, 59.059, -4.9562, 8.945, 73.52, 32.6804]

resultatBIT = linprog(c, A_ub=A, b_ub=b, bounds= [(30, 90), (30, 70), (30, 70), (40, 80), (101, 121), (70, 80)])
print("Resultate gesamt:\n", resultatBIT)
print("optimaler Wert:", -resultatBIT.fun)
print("optimaler Punkt:", resultatBIT.x)

#Optimierung BIT 2
from scipy.optimize import linprog
c = [-0.332, -0.624, -0.295, -0.976, 0.097, -0.005]
A = [[ 0.15, 0.287, 0.322, 0.515, 0.304, 0 ]]

b = [103.105]

resultatBIT2 = linprog(c, A_ub=A, b_ub=b, bounds= [(30, 90), (30, 70), (30, 70), (40, 80), (101, 121), (70, 80)])
print("Resultate gesamt:\n", resultatBIT2)
print("optimaler Wert:", -resultatBIT2.fun)
print("optimaler Punkt:", resultatBIT2.x)

#Optimierung BIT + tMast
from scipy.optimize import linprog

c = [0.668, -0.624, -0.295, -0.976, 0.097, -0.005]
A = [[ 0.15, 0.287, 0.322, 0.515, 0.304, 0 ],
      [-0.002, -0.002, 0.01, 0.01, 0.005, 0],
      [-0.48, 0.112, -0.104, -0.4, 1.318, 0],
      [-0.011, -0.038, -0.107, 0.109, 0.544, 0],
      [0.016, 0.004, 0.006, 0.036, -0.075, 0],
      [-0.06, 0.001, 0.013, 0.044, 0.052, 0],
      [-0.039, -0.067, 0.016, -0.052, -0.73, 0],
      [-0.011, -0.014, 0.001, 0.052, 0.28, 0]]

b = [103.105, 1.4034, 86.7137, 59.059, -4.9562, 8.945, 73.52, 32.6804]

resultatBITtMast = linprog(c, A_ub=A, b_ub=b, bounds= [(30, 90), (30, 70), (30, 70), (40, 80), (101, 121), (70, 80)])
print("Resultate gesamt:\n", resultatBITtMast)
print("optimaler Wert:", -resultatBITtMast.fun)

```

```

print("optimaler Punkt:", resultatBITtMast.x)

from scipy.optimize import linprog

#MinStempelabsinkzeit
c = [0.523, 1.063, 0.264, 1.497, 0.0241, -1.804]
A = [[ 0.15, 0.287, 0.322, 0.515, 0.304, 0],
      [-0.002, -0.002, 0.01, 0.01, 0.005, 0],
      [-0.48, 0.112, -0.104, -0.4, 1.318, 0],
      [-0.011, -0.038, -0.107, 0.109, 0.544, 0],
      [0.016, 0.004, 0.006, 0.036, -0.075, 0],
      [-0.06, 0.001, 0.013, 0.044, 0.052, 0],
      [-0.039, -0.067, 0.016, -0.052, -0.73, 0],
      [-0.011, -0.014, 0.001, 0.052, 0.28, 0]]

b = [103.105, 1.4034, 86.7137, 59.059, -4.9562, 8.945, 73.719, 32.6804]

resultatStempel = linprog(c, A_ub=A, b_ub=b, bounds= [(30, 90), (30, 70),
(30, 70), (40, 80), (101, 121), (70,80)])
print("Resultate gesamt:\n", resultatStempel)
print("optimaler Wert:", -resultatStempel.fun)
print("optimaler Punkt:", resultatStempel.x)

#Optimiere Strom
c = [0.069, 0.033, 0.012, 0.373, -0.496, 4.039]
A = [[ 0.15, 0.287, 0.322, 0.515, 0.304, 0 ],
      [-0.002, -0.002, 0.01, 0.01, 0.005, 0],
      [-0.48, 0.112, -0.104, -0.4, 1.318, 0],
      [-0.011, -0.038, -0.107, 0.109, 0.544, 0],
      [0.016, 0.004, 0.006, 0.036, -0.075, 0],
      [-0.06, 0.001, 0.013, 0.044, 0.052, 0],
      [-0.039, -0.067, 0.016, -0.052, -0.73, 0],
      [-0.011, -0.014, 0.001, 0.052, 0.28, 0]]

b = [103.105, 1.4034, 86.7137, 59.059, -4.9562, 8.945, 73.52, 32.6804]

print("Resultate gesamt:\n", resultatStrom)
print("optimaler Wert:", -resultatStrom.fun)
print("optimaler Punkt:", resultatStrom.x)

#Optimiere StromRuss
c = [-0.051, 0.163, 0.067, -0.213, -0.039, 3.116]
A = [[ 0.15, 0.287, 0.322, 0.515, 0.304, 0 ],
      [-0.002, -0.002, 0.01, 0.01, 0.005, 0],
      [-0.48, 0.112, -0.104, -0.4, 1.318, 0],
      [-0.011, -0.038, -0.107, 0.109, 0.544, 0],
      [0.016, 0.004, 0.006, 0.036, -0.075, 0],
      [-0.06, 0.001, 0.013, 0.044, 0.052, 0],
      [-0.039, -0.067, 0.016, -0.052, -0.73, 0],
      [-0.011, -0.014, 0.001, 0.052, 0.28, 0]]

b = [103.105, 1.4034, 86.7137, 59.059, -4.9562, 8.945, 73.52, 32.6804]

print("Resultate gesamt:\n", resultatStrom2)
print("optimaler Wert:", -resultatStrom2.fun)
print("optimaler Punkt:", resultatStrom2.x)

#Optimiere Strom nur TC
c = [-0.051, 0.163, 0.067, -0.213, -0.039, 3.116]
A = [[ 0.15, 0.287, 0.322, 0.515, 0.304, 0 ]]

b = [103.105]

```

```

resultatStromTC = linprog(c, A_ub=A, b_ub=b, bounds= [(30, 90), (30, 70),
(30, 70), (40, 80), (101, 121), (70,80)])
print("Resultate gesamt:\n", resultatStromTC)
print("optimaler Wert:", -resultatStromTC.fun)
print("optimaler Punkt:", resultatStromTC.x)

#Optimierung BIT 2
from scipy.optimize import linprog

c = [0.286, 0.1, 0.232, 0.767, 0.85]
A = [[ 0.15, 0.287, 0.322, 0.515, 0.304 ],
      [-0.002, -0.002, 0.01, 0.01, 0.005],
      [-0.48, 0.112, -0.104, -0.4, 1.318],
      [-0.011, -0.038, -0.107, 0.109, 0.544],
      [0.016, 0.004, 0.006, 0.036, -0.075],
      [-0.06, 0.001, 0.013, 0.044, 0.052],
      [0.039, 0.067, -0.016, 0.052, 0.73],
      [0.011, 0.014, 0.001, 0.052, 0.28]]

b = [103.105, -1.105, 40.306, -59.363, -11.022, -11.167, -83.969, -32.362]

resultatBIT2 = linprog(c, A_ub=A, b_ub=b, bounds= [(30, 90), (30, 70), (30,
70), (40, 80), (101, 121)])
print("Resultate gesamt:\n", resultatBIT2)
print("optimaler Wert:", -resultatBIT2.fun)
print("optimaler Punkt:", resultatBIT2.x)

from scipy.optimize import linprog
#BIT und Strom
c = [-0.263, -0.591, -0.283, -0.603, 0.084, 4.034]
A = [[ 0.15, 0.287, 0.322, 0.515, 0.304, 0 ],
      [-0.002, -0.002, 0.01, 0.01, 0.005, 0],
      [-0.48, 0.112, -0.104, -0.4, 1.318, 0],
      [-0.011, -0.038, -0.107, 0.109, 0.544, 0],
      [0.016, 0.004, 0.006, 0.036, -0.075, 0],
      [-0.06, 0.001, 0.013, 0.044, 0.052, 0],
      [-0.039, -0.067, 0.016, -0.052, -0.73, 0],
      [-0.011, -0.014, 0.001, 0.052, 0.28, 0]]

b = [103.105, 1.4034, 86.7137, 59.059, -4.9562, 8.945, 73.52, 32.6804]

resultatBitundStrom = linprog(c, A_ub=A, b_ub=b, bounds= [(30, 90), (30,
70), (30, 70), (40, 80), (101, 121), (70,80)])
print("Resultate gesamt:\n", resultatBitundStrom)
print("optimaler Wert:", -resultatBitundStrom.fun)
print("optimaler Punkt:", resultatBitundStrom.x)

c = [-0.078, 0.013, -0.044, -0.451, 2.981, 0.547]
A = [[ 0.15, 0.287, 0.322, 0.515, 0.304, 0 ],
      [-0.002, -0.002, 0.01, 0.01, 0.005, 0],
      [-0.48, 0.112, -0.104, -0.4, 1.318, 0],
      [-0.011, -0.038, -0.107, 0.109, 0.544, 0],
      [0.016, 0.004, 0.006, 0.036, -0.075, 0],
      [-0.06, 0.001, 0.013, 0.044, 0.052, 0],
      [-0.039, -0.067, 0.016, -0.052, -0.73, 0],
      [-0.011, -0.014, 0.001, 0.052, 0.28, 0]]

b = [103.105, 1.4034, 86.7137, 59.059, -4.9562, 8.945, 73.52, 32.6804]

resultatStrom = linprog(c, A_ub=A, b_ub=b, bounds= [(30, 90), (30, 70),
(30, 70), (40, 80), (101, 121), (70,80)])
print("Resultate gesamt:\n", resultatStrom)
print("optimaler Wert:", -resultatStrom.fun)

```

```

print("optimaler Punkt:", resultatStrom.x)

#Qualiwerte
c = [0.165, -0.2544, -0.051, 0.566, 0.016, 0]
A = [[ 0.15, 0.287, 0.322, 0.515, 0.304, 0 ],
      [-0.002, -0.002, 0.01, 0.01, 0.005, 0],
      [-0.48, 0.112, -0.104, -0.4, 1.318, 0],
      [-0.011, -0.038, -0.107, 0.109, 0.544, 0],
      [0.016, 0.004, 0.006, 0.036, -0.075, 0],
      [-0.06, 0.001, 0.013, 0.044, 0.052, 0],
      [-0.039, -0.067, 0.016, -0.052, -0.73, 0],
      [-0.011, -0.014, 0.001, 0.052, 0.28, 0]]

b = [103.105, 1.4034, 86.7137, 59.059, -4.9562, 8.945, 73.52, 32.6804]

resultatQualität= linprog(c, A_ub=A, b_ub=b, bounds= [(30, 90), (30, 70),
(30, 70), (40, 80), (101, 121), (70,80)])
print("Resultate gesamt:\n", resultatQualität)
print("optimaler Wert:", -resultatQualität.fun)
print("optimaler Punkt:", resultatQualität.x)

#Optimiere BIT nur TC
c = [-0.322, -0.624, -0.295, -0.976, 0.097, -0.005]
A = [[ 0.15, 0.287, 0.322, 0.515, 0.304, 0 ]]

b = [103.105]

resultatBITTC = linprog(c, A_ub=A, b_ub=b, bounds= [(30, 90), (30, 70),
(30, 70), (40, 80), (101, 121), (70,80)])
print("Resultate gesamt:\n", resultatBITTC)
print("optimaler Wert:", -resultatBITTC.fun)
print("optimaler Punkt:", resultatBITTC.x)

#Optimiere Strom2 nur Weiterreiss Dispersion und Mooney
c = [-0.051, 0.113, -0.027, 0.181, 0.25, 3.932]
A = [[ 0.15, 0.287, 0.322, 0.515, 0.304, 0 ],
      [-0.039, -0.067, 0.016, -0.052, 0.73, 0],
      [0.011, 0.038, 0.107, -0.109, 0.544, 0],
      [-0.011, -0.014, -0.001, 0.052, 0.28, 0]]

b = [103.105, 73.719, -59.059, 32.6804]

resultatStrom2 = linprog(c, A_ub=A, b_ub=b, bounds= [(30, 90), (30, 70),
(30, 70), (40, 80), (101, 121), (70,80)])
print("Resultate gesamt:\n", resultatStrom2)
print("optimaler Wert:", -resultatStrom2.fun)
print("optimaler Punkt:", resultatStrom2.x)

# Stempelabsenkzeit ( Min 1 [s], Max 1 [s], Differenz sinken 2 und Endlage
[s])
c = [1.592, -1.219, -0.081, -1.633, 0.54, 1.736]
A = [[ 0.15, 0.287, 0.322, 0.515, 0.304, 0 ],
      [-0.002, -0.002, 0.01, 0.01, 0.005, 0],
      [-0.48, 0.112, -0.104, -0.4, 1.318, 0],
      [-0.011, -0.038, -0.107, 0.109, 0.544, 0],
      [0.016, 0.004, 0.006, 0.036, -0.075, 0],
      [-0.06, 0.001, 0.013, 0.044, 0.052, 0],
      [-0.039, -0.067, 0.016, -0.052, -0.73, 0],
      [-0.011, -0.014, 0.001, 0.052, 0.28, 0]]

b = [103.105, 1.4034, 86.7137, 59.059, -4.9562, 8.945, 73.52, 32.6804]

```

```

resultatStempelabsinkzeit = linprog(c, A_ub=A, b_ub=b, bounds= [(30, 90),
(30, 70), (30, 70), (40, 80), (101, 121), (70,80)])
print("Resultate gesamt:\n", resultatStempelabsinkzeit)
print("optimaler Wert:", -resultatStempelabsinkzeit.fun)
print("optimaler Punkt:", resultatStempelabsinkzeit.x)

from scipy.optimize import linprog
#tMast,TR,TM,n,Füllgrad, OAN
c = [-1.015072, -0.63599, -1.395926, -2.629446, 3.495961, -0.146228]
A = [0.015, 0.287, 0.322, 0.515, 0, 0.304],

b = [103.105]

resStempel = linprog(c, A_ub=A, b_ub=b, bounds= [(30, 90), (30, 70), (30,
70), (40, 80), (70, 80), (101, 122)])
print("Resultate gesamt:\n", resStempel)
print("optimaler Wert:", -resStempel.fun)
print("optimaler Punkt:", resStempel.x)

#Compoundqualität optimieren

c = [0.165, -0.2544, -0.051, 0.566, 0.016]
A = [0.015, 0.287, 0.322, 0.515, 0.304],

b = [103.105]

resQuali = linprog(c, A_ub=A, b_ub=b, bounds= [(30, 90), (30, 70), (30,
70), (40, 80), (101, 122)])
print("Resultate gesamt:\n", resQuali)
print("optimaler Wert:", -resQuali.fun)
print("optimaler Punkt:", resQuali.x)

#Stempelweg neue Zahlen
from scipy.optimize import linprog
#tMast,TR,TM,n,Füllgrad, OAN
c = [1.182, 0.231, -1.451, -2.043, 4.245, 0.413]
A = [0.015, 0.287, 0.322, 0.515, 0, 0.304],

b = [103.105]

resStempel = linprog(c, A_ub=A, b_ub=b, bounds= [(30, 90), (30, 70), (30,
70), (40, 80), (70, 80), (101, 122)])
print("Resultate gesamt:\n", resStempel)
print("optimaler Wert:", -resStempel.fun)
print("optimaler Punkt:", resStempel.x)

```

17.5.1 Random Erzeugung

```

#Random Funktion

import random

#tMast
#TM
#TR
#n
#Füllgrad (wird auf 70/75/80 gerundet)

```

```
#Wert1
random.randint(30, 90)
random.randint(30, 70)
random.randint(30, 70)
random.randint(40, 80)
random.randint(70,80)
```

```
#Wert2
random.randint(30, 90)
random.randint(30, 70)
random.randint(30, 70)
random.randint(40, 80)
random.randint(70,80)
```

```
#Wert3
random.randint(30, 90)
random.randint(30, 70)
random.randint(30, 70)
random.randint(40, 80)
random.randint(70,80)
```

```
#Wert4
random.randint(30, 90)
random.randint(30, 70)
random.randint(30, 70)
random.randint(40, 80)
random.randint(70,80)
```

```
#Wert4
random.randint(30, 90)
random.randint(30, 70)
random.randint(30, 70)
random.randint(40, 80)
random.randint(70,80)
```

#OAN wird separat erzeugt und auf oder ab gerundet

```
random.randint(101, 121)
random.randint(101, 121)
random.randint(101, 121)
random.randint(101, 121)
random.randint(101, 121)
```