



TECHNISCHE  
UNIVERSITÄT  
WIEN

Vienna University of Technology

**SEMPERIT** 

## **DIPLOMARBEIT**

# **Strangaufweitung von Kautschukmischungen in Abhängigkeit von ihren viskoelastischen Materialeigenschaften und verfahrenstechnischen Parametern der Rollerhead-Anlage**

ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades eines Diplom-Ingenieurs  
unter der Leitung von

**Ao. Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Vasiliki-Maria Archodoulaki**

E308 – Institut für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologie

Betreuer seitens Semperit

**Dr. Krzysztof Luczynski**

eingereicht an der Technischen Universität Wien

von

**Reinhard Eder, BSc**

0725252

Johann Zisser Straße 12/16  
2486 Pottendorf

Wien, im Juli 2016

---

Reinhard Eder

1. Einleitung.....	5
2. Materialien.....	6
2.1 Eigenschaften und Struktur von Kautschuk und Elastomeren.....	6
2.1.1 Verformungsverhalten.....	6
2.1.2 Viskoelastizität.....	6
2.1.3 Struktur.....	7
2.1.4 Klassifizierung.....	7
2.1.5 Aufbau von Kautschukmischungen.....	8
2.2 Naturkautschuk (NR).....	8
2.3 Synthetisches Polyisopren (IR).....	9
2.4 Polybutadien (BR).....	10
2.5 Styrol-Butadien-Kautschuk (SBR).....	11
2.6 Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk (EPDM).....	12
2.7 Chloroprenkautschuk (CR).....	13
2.8 Füllstoffe.....	15
2.8.1 Klassifizierung von Füllstoffen.....	15
2.8.2 Struktur von Füllstoffen.....	16
2.8.3 Wechselwirkungen in gefüllten Mischungen.....	16
2.9 Ruß.....	18
2.9.1 Aufbau von Ruß.....	18
2.9.2 Struktur von Ruß.....	19
2.9.3 Spezifische Oberfläche von Ruß.....	19
2.9.4 Überblick von Standardrußen.....	19
2.9.5 Wechselwirkung von Ruß mit der Kautschukmatrix.....	20
2.10 Inaktive Füllstoffe.....	21
2.11 Mineralölweichmacher.....	21
3. Materialcharakterisierung und rheologische Eigenschaften.....	22
3.1 Grundlagen.....	22
3.2 Scherscheibenviskosimeter nach Mooney.....	23
3.2.1 Technische Beschreibung des Mooney Viskosimeters.....	23
3.2.2 Mooney Relaxation.....	24
3.3 Oszillationsrheometer.....	26
3.3.1 Theoretische Grundlagen.....	26
3.3.2 Messprinzip.....	28
3.4 Hochdruck-Kapillarviskosimeter.....	29
3.4.1 Grundlagen der Kapillarviskosimetrie.....	29

3.4.2 Strömungsverhalten von viskoelastischen Flüssigkeiten .....	30
3.4.3 Geschwindigkeitsprofil der Strömung.....	31
3.4.4 Strukturviskosität .....	32
3.4.5 Grundlagen der Kapillarströmung .....	32
3.4.6 Bagley-Korrektur.....	33
3.4.7 Mooney-Korrektur .....	34
3.4.8 Weissenberg-Rabinowitsch-Korrektur .....	35
3.4.9 Alternative Materialcharakterisierung .....	35
3.5 Strangaufweitung .....	36
3.5.1 Strangaufweitung $B_0$ als Materialkennwert.....	36
3.5.2 Beschreibung der Rohrströmung .....	37
3.5.3 Einfluss durch den Verarbeitungsprozess .....	37
3.5.4 Einfluss durch die Mischungszusammensetzung .....	39
4. Rollerhead-Anlage (RHA) .....	41
4.1 Allgemeine Beschreibung.....	41
4.2 Automatische Regelung der RHA .....	42
4.2.1 „Key Process Parameters“ – Kritische Prozessparameter.....	42
4.2.2 Regelung der Liniengeschwindigkeit.....	43
4.2.3 Automatische Dickenregelung.....	43
4.3 Volumenstromerhaltung .....	48
4.4 Extruder.....	49
4.4.1 Stiftextruder .....	49
4.4.2 Förderverhalten.....	50
4.4.3 Scherrate.....	53
4.4.4 Maschinenbedingte Strangaufweitung $B_{0M}$ .....	54
4.5 Kalandar .....	54
4.5.1 Geschwindigkeitsprofil der Strömungsvorgänge im Walzenspalt.....	54
4.5.2 Kalandereffekt.....	55
4.5.3 Durchsatzverhalten .....	56
4.5.4 Walzendurchbiegung.....	57
5. Werkstoffe und angewendete Prüfmethodik (Neuentwickelte Methoden für Materialcharakterisierung und Prozessüberwachung).....	58
5.1 Die Swell Tester (DST).....	58
5.1.1 Grundlagen.....	58
5.1.2 Aufbau und Funktion des Die Swell Tester.....	59
5.1.3 Vergleich des DST mit kommerziell verfügbaren Geräten.....	61
5.2 Optisches Randstreifenmesssystem .....	63

5.2.1 Problemstellung.....	63
5.2.2 Messprinzip für die tatsächliche Erzeugnisbreite .....	64
5.2.3 Messaufbau und Datenerfassung.....	64
5.2.4 Datenverarbeitung.....	66
5.3 MATLAB Programm zur Aufbereitung und Auswertung der Prozessdaten und Prüfwerte	67
5.3.1 Prozessparameter .....	68
5.3.2 Materialprüfwerte.....	69
5.3.3 Scherraten, Massetemperatur und Volumenstrom.....	70
5.3.4 Dateiverwaltung .....	71
5.4 Untersuchte Mischungen .....	72
6. Durchführung.....	73
6.1 Versuchsdurchführung.....	73
6.1.1 Versuchsplanung .....	73
6.1.2 Probenentnahme .....	74
6.1.3 Randstreifenmessung.....	75
6.2 Materialprüfung .....	75
6.2.1 Mooney Viskosimeter .....	75
6.2.2 Oszillationsrheometer .....	77
6.2.3 Hochdruck-Kapillarviskosimeter .....	78
7. Ergebnisse .....	81
7.1 Versuchsergebnisse .....	81
7.1.1 Mooney Viskosität und Mooney Slope.....	81
7.1.2 Komplexer Schubmodul .....	83
7.1.3 Strangaufweitung.....	88
7.2 Prozessparameter.....	90
7.2.1 Randstreifenbreite.....	90
7.2.2 Einschränkungen.....	90
7.2.3 Resultate .....	92
8. Interpretation der Ergebnisse .....	96
9. Outlook .....	99
10. Literatur.....	101
Anhang A: Detailergebnisse Mooney Viskosimeter .....	105
Anhang B: Detailergebnisse Visco-Elastograph .....	113
Anhang C: DST Quellcode.....	118
Anhang D: Quellcode optisches Randstreifenmesssystem .....	121
Anhang E: MATLAB Quellcode.....	122

## 1. Einleitung

Ziel der Diplomarbeit ist es, Zusammenhänge im Verarbeitungsverhalten zwischen den viskoelastischen Materialeigenschaften von fünf ausgewählten Kautschukmischungen und den an der Rollerhead-Anlage vorliegenden Prozessparametern zu beschreiben.

Mir der Rollerhead-Anlage werden Kautschukbahnen produziert, indem die in einem Extruder plastifizierte Kautschukmischung mit einer Breitschlitzdüse direkt in den Walzenspalt eines 2-Walzen-Kalanders extrudiert wird. Die tatsächliche Erzeugnisdicke der Kautschukbahnen hängt maßgeblich von der Strangaufweitung  $B_0$  der Kautschukmischung ab. Die maschinenbedingte Strangaufweitung  $B_{0M}$  beschreibt im Fall der Rollerhead-Anlage das Verhältnis von Walzenspalt zu Erzeugnisdicke und wird von Materialeigenschaften und Verarbeitungsprozess bestimmt.

Zur Messung und Quantifizierung der viskoelastischen Materialeigenschaften werden mit drei Methoden drei Kennwerte, die das Verarbeitungsverhalten bestimmen, gemessen. Der sogenannte Mooney-Slope wird im Zuge einer Viskositätsmessung mit einem Mooney-Viskosimeter durch Auswertung des Relaxationsverhaltens ermittelt. Der komplexe Schubmodul  $G^*$  wird mit einem Oszillationsrheometer gemessen. Die Strangaufweitung  $B_0$  wird an einem Hochdruck-Kapillarviskosimeter mit dem eigens entwickelten „Die-Swell Tester“ bestimmt. Die Korrelationen mit der Mischungszusammensetzung werden analysiert und sollen auf eine möglichst zeiteffiziente Messung zurückgeführt werden.

Zur Analyse des Verarbeitungsverhaltens in Abhängigkeit von den viskoelastischen Eigenschaften der Kautschukmischung und den Prozessparametern werden die Volumenströme in Extruder und Kalandern, jeweils eine Funktion von Prozessparametern und viskoelastischen Eigenschaften, herangezogen und als Erhaltungsgröße betrachtet. Dies macht es notwendig, ein optisches System zur Breitenmessung für die erzeugte Kautschukbahn an der Rollerhead-Anlage zu implementieren.

Im Idealfall kann mit den beschriebenen Maßnahmen ein Zusammenhang zwischen den im Labor möglichst zeiteffizient gemessenen viskoelastischen Materialeigenschaften, der

maschinenbedingten Strangaufweitung bzw. tatsächlichen Erzeugnisdicke, und den Prozessparametern beschrieben werden.

## **2. Materialien**

### **2.1 Eigenschaften und Struktur von Kautschuk und Elastomeren**

Elastomere entstehen durch chemische Vernetzung von Kautschuk. Als Kautschuk bezeichnet man vernetzbare Polymere, deren Glasübergangstemperatur unter 0 °C liegt. Elastomere sind weich und werden als inkompressibel angenähert, die E-Modulwerte liegen zwischen  $10^{-1}$  und  $10^2$  MPa. Sie zeichnen sich durch hohe elastische Dehnbarkeit von 100 bis 1000 % aus.

#### **2.1.1 Verformungsverhalten**

Die chemisch vernetzten Polymerketten der Elastomere liegen bei Gebrauchstemperaturen in Form eines flexiblen, statistisch angeordneten Molekülknäuels vor. Die Molekülgruppen bzw. Kettensegmente können rotatorische und translatorische Bewegungen durchführen. Die statistisch wahrscheinlichste Knäuelform entspricht dem Zustand maximaler Entropie. Bei der Verformung nehmen die Molekülgruppen bzw. Kettensegmente eine andere Konformation im Raum ein, die Anzahl der Anordnungsmöglichkeiten nimmt ab. Bei Entlastung kehren sie wieder in den ursprünglichen Zustand der statistisch wahrscheinlichsten Konformation zurück. Das Verformungsverhalten der Elastomere beruht auf der Änderung der Entropie. [1]

#### **2.1.2 Viskoelastizität**

Wie alle Polymerwerkstoffe gehören reale Elastomere zu der Gruppe der viskoelastischen Stoffe. Bei der Verformung viskoelastischer Stoffe laufen sowohl elastische als auch viskose Mechanismen ab. Bei rein elastischer Verformung wird die Energie gespeichert und nach Entlastung wieder abgegeben, der Zyklus verläuft reversibel. Bei viskosen Prozessen wird dagegen die geleistete Arbeit teilweise in Wärme umgewandelt und die gespeicherte Energie nicht instantan abgegeben. [1]

### 2.1.3 Struktur

Die physikalischen und chemischen Eigenschaften von Kautschuk und Elastomeren hängen vom chemischen Aufbau der Polymerkette, von der Struktur der Kettensegmente und von der Struktur des Netzwerkes ab. Das Verformungsverhalten beruht auf der molekularen Bewegung der Polymerkette. Ein Maß für die Beweglichkeit der Segmente der Hauptkette ist die Glasübergangstemperatur. Die Lage der Glasübergangstemperatur hängt von der sterischen Anordnung der Monomere in der Polymerkette ab. Von wesentlichem Einfluss auf die Glasübergangstemperatur und die entropieelastischen Eigenschaften sind die Molekülsymmetrie (cis/trans-Isomerie, Taktizität) sowie die Anordnung der Isomere in der Kette. [1]

Wesentlichen Einfluss auf das Verarbeitungsverhalten von Kautschuk und die Eigenschaften der Polymere hat die Makrostruktur. Die Polymerketten können linear, verzweigt (Kurzketten-, Langkettenverzweigung) oder vernetzt (Gel) sein. Verzweigungsgrad, Molmassen und Molmassenverteilungen sind vom Polymerisationsverfahren abhängig. Die Molmassen sind nicht einheitlich sondern liegen in einer breiten Verteilung vor. [1]

### 2.1.4 Klassifizierung

Die Klassifizierung und Bezeichnung der Kautschuke erfolgt nach DIN/ISO 1629 entsprechend dem chemischen Aufbau der Polymerkette (siehe Tabelle 2.1). Der letzte Buchstabe repräsentiert den chemischen Aufbau der Hauptkette, die vorangestellten Buchstaben sind Abkürzungen für die Monomere. [1]

Tabelle 2.1: Klassifizierung der Kautschuke nach DIN/ISO 1629 [1]

Klassifizierung	Chemischer Aufbau	Kurzzeichen
R	Kautschuke mit ungesättigten Kohlenwasserstoffketten (Dienkautschuke)	NR, SBR, CR, NBR, IR
M	Kautschuke mit gesättigten Kohlenwasserstoffketten (Polymethylenketten)	EPM, EPDM, CSM, ACM, FPM
O	Kautschuke mit C-O Bindung in der Hauptkette	ECO, GPO
Q	Silikonkautschuke	MQ, PMQ, PVMQ, VMQ
U	Polyurethankautschuke	AU, EU
T	Polysulfidkautschuk (Schwefel in der Hauptkette)	TM

### **2.1.5 Aufbau von Kautschukmischungen**

Kautschukmischungen bestehen aus einem oder mehreren Kautschuken, dem Vernetzungssystem und verschiedenen Zuschlagsstoffen. Die Grundeigenschaften werden durch die Auswahl des Kautschuks und des Vernetzungssystems festgelegt. Weiters hat er einen wesentlichen Einfluss auf das Verarbeitungsverhalten. Das Vernetzungssystem bestimmt die Vernetzungsdichte und die Struktur der Netzstellen und damit die mechanischen und dynamischen Eigenschaften sowie das Alterungsverhalten. Wichtige und notwendige Additive sind: Füllstoffe, Weichmacher und Alterungsschutzmittel. Verstärkende Füllstoffe treten mit dem Kautschuk in Wechselwirkung und bewirken einen positiven Effekt auf bestimmte mechanische und viskoelastische Eigenschaften. Rezepte für Kautschukmischungen werden auf 100 Teile Kautschuk (phr = parts per hundred parts rubber) bezogen. Kautschukmischungen sind feindisperse Mehrkomponentensysteme. Die Bestandteile liegen in fester, hochviskoser und flüssiger Form vor. Die verwendeten Polymerverschnitte sind meist unverträglich, sollten aber covulkanisierbar sein. Einige Rezeptbestandteile sind in der Kautschukphase löslich, manche Bestandteile, wie Schwefel, Beschleuniger, Wachse, lösen sich bei höheren Temperaturen (Mischprozess), bei Unterschreiten der Löslichkeitsgrenze neigen sie zum Ausblühen. Einen großen Einfluss auf die Eigenschaften hat die Wechselwirkung zwischen Kautschuk und Füllstoff. Verstärkende Füllstoffe sind Nanoteilchen mit hoher spezifischer Oberfläche und dementsprechend schwierig zu verarbeiten. Da die Eigenschaften der Elastomere wesentlich von der Dispersion der einzelnen Bestandteile in der Matrix abhängen, kommt dem Mischprozess große Bedeutung zu. [1]

### **2.2 Naturkautschuk (NR) [1]**

Der Milchsafte der Bäume der *Hevea brasiliensis* enthält Polyisopren in wässriger Dispersion (Latex). Aus deren Rinde kann der Latex gezapft werden. Der Kautschukgehalt des frisch gezapften Naturkautschuklatex liegt durchschnittlich bei ca. 33 %. Außerdem sind Lipide, Proteine und deren Zersetzungsprodukte (Fettsäuren), Harze sowie Zucker. Der größte Teil des im Handel befindlichen Naturkautschuks (Festkautschuk) wird durch direkte Koagulation aus frischem Latex erzeugt.



Naturkautschuk besteht nahezu ausschließlich aus cis-1,4-Polyisopren-Einheiten (Abb. 2.1), die in stereoregulärer Kopf-Schwanz-Konfiguration angeordnet sind. Die Glasübergangstemperatur beträgt  $-73\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Eine herausragende Eigenschaft von Naturkautschuk ist die durch den stereoregulären Aufbau bedingte Fähigkeit zur Dehnungskristallisation, die eine Selbstverstärkung bewirkt. Für den Schmelzpunkt in ungedehntem Zustand werden in der Literatur Werte von  $25\text{ }^{\circ}\text{C}$  bis  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$  angegeben. Naturkautschuk hat eine bimodale Molmassenverteilung, die Maxima liegen bei 200 bis 300 und 700 bis 1500 nm. Das mittlere Molekulargewicht  $M_w$  beträgt  $1 - 3 \cdot 10^6$ , das mittlere Zahlenmittel  $M_n$   $3 - 5 \cdot 10^5$  g/Mol. Naturkautschuk hat ein ausgezeichnetes Verarbeitungsverhalten, das auf den natürlichen Begleitsubstanzen (Harze, Lipide, Fettsäuren) und auf der breiten Molmassenverteilung beruht. Die Harze bewirken eine hohe Klebrigkeit und gute Walzenhaftung, die Lipide und Fettsäuren bewirken gute Fließeigenschaften. Die Dehnungskristallisation erhöht den Widerstand gegen das Fließen.

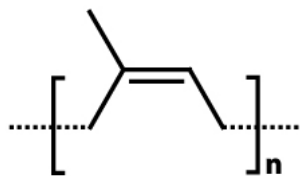


Abbildung 2.1: cis-1,4-Polyisopren [1]

### 2.3 Synthetisches Polyisopren (IR) [1]

Ziel der Synthese ist die Herstellung von Polyisopren mit möglichst hohem cis-1,4-Anteil, das auch der Hauptbestandteil von Naturkautschuk ist, welcher durch seinen stereoregulären Aufbau herausragende Eigenschaften aufweist. Cis-1,4-Polyisopren kann durch koordinative Polymerisation von Isopren in aliphatischen Kohlenwasserstoffen hergestellt werden. Zur Initiierung der Polymerisation verwendet man Ziegler-Natta-Katalysatoren. Die Katalysatorsuspension wird bei Temperaturen von  $5$  bis  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$  dem Monomer-Lösungsmittelgemisch zugegeben und die Reaktion nach etwa vier Stunden bei einem Umsatz von  $90\%$  abgebrochen. Die Polymere sind dann leicht verzweigt.

Obwohl die hoch sterisch regelmäßige Mikrostruktur von IR mit einem hohen cis-1,4-Anteil nicht wesentlich von der Mikrostruktur von Naturkautschuk abweicht, haben die

beiden Polymere deutlich unterschiedliche Eigenschaften, die in Tabelle 2.2 gegenübergestellt sind.

Tabelle 2.2: Eigenschaften von IR und NR [1]

Eigenschaften	Polyisopren	Naturkautschuk
cis-1,4-Anteil	91 bis 99%	100%
mittlere Molmasse $M_w$	1 bis $2,5 \cdot 10^6$	$1,5$ bis $2,5 \cdot 10^6$
Molmassenverteilung $M_w/M_n$	1,5 bis 5	3 bis 10
Verzweigungsgrad	niedrig	mittel
Mooney-Viskosität ML1+4	45 bis 80	> 100
natürliche Harze	keine	vorhanden
Proteine	keine	vorhanden
Klebrigkeit	niedrig	hoch

Das Verarbeitungsverhalten von IR kommt dem von NR sehr nahe. Einzig die hohe Klebrigkeit von Naturkautschuk wegen der enthaltenen natürlichen Harze muss bei synthetischem Polyisopren durch Zusatz von Additiven angeglichen werden.

## 2.4 Polybutadien (BR) [1]

Polybutadien wird überwiegend aus 1,3-Butadien in Lösung mittels Ziegler-Natta-Katalysatoren hergestellt. Die Polymerisation erfolgt in einer Reihe von Rührautoklaven unter Inertatmosphäre. Allgemein können cis- oder trans-1,4-Isomere sowie syndiotaktisches, isotaktisches oder ataktisches 1,2-Polybutadien mit Vinylgruppen in den Seitenketten entstehen (Abb. 2.2).

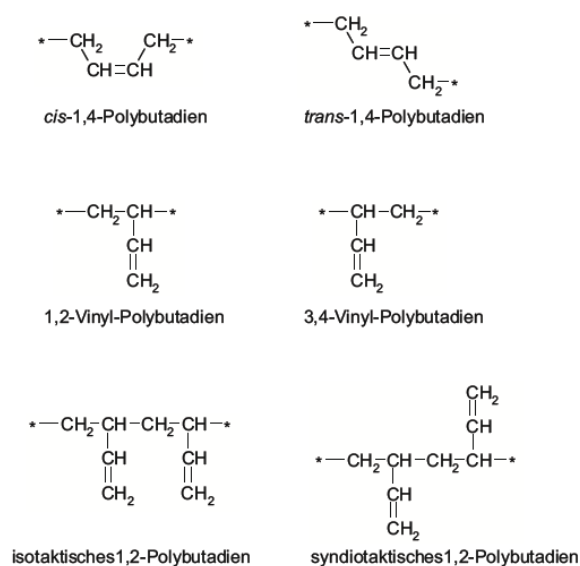


Abbildung 2.2: Isomere Strukturen von Polybutadien [1]

Ziegler-Natta-Katalysatoren ergeben ein Polymer mit hohem cis-1,4-Polybutadien- und niedrigem Gehalt an 1,2-Isomeren (1 bis 4 %). Dadurch bestimmt das cis-1,4-Polybutadien die Glasübergangstemperatur und den Schmelzpunkt, und damit ganz wesentlich die viskoelastischen Eigenschaften. Es ist wegen der niedrigen Glasübergangstemperatur von  $-107\text{ °C}$ , dem niedrigen Schmelzbereich und der geringen Tendenz zur Kristallisation ein idealer Kautschuk. Polybutadien weist eine geringe Temperaturabhängigkeit der Viskosität und ein gutes Fließverhalten auf. Da Polybutadien aus dem Herstellprozess keine klebrigmachenden Substanzen enthält, ist die Klebrigkeit gering. Polybutadien lässt sich auf der Walze schlecht verarbeiten. Bei den üblichen Temperaturen tritt keine Walzenhaftung auf.

## 2.5 Styrol-Butadien-Kautschuk (SBR) [1]

Die Herstellung von Styrol-Butadien-Kautschuk erfolgt hauptsächlich durch radikalische Emulsionspolymerisation bei  $T = 5\text{ °C}$  (Kaltpolymerisationsverfahren). Das Kaltpolymerisationsverfahren führt zu einem geringen Anteil an Verzweigungen und ergibt gelarme Kautschuke. Das Emulsionspolymerisationsverfahren hat den Vorteil, dass es thermisch gut kontrollierbar ist und hohe Reaktionsgeschwindigkeiten realisierbar sind. Die Polymerisation kann bis zu relativ hohen Umsätzen (ca. 70 %) geführt werden, dadurch haben die Polymere hohe Molmassen. Die großtechnische Herstellung von SBR erfolgt in kontinuierlichen Rührkesselkaskaden.

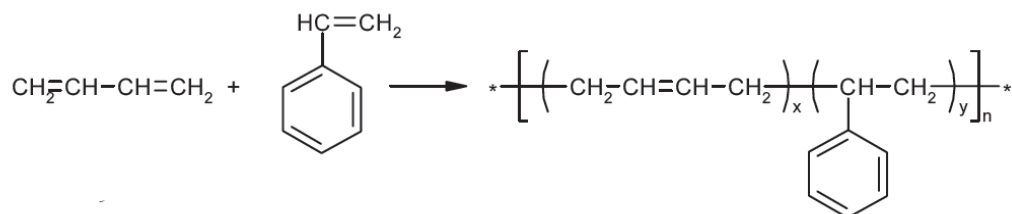


Abbildung 2.3: Copolymerisation von Styrol und Butadien [1]

Styrol-Butadien-Kautschuk ist ein Copolymer aus 1,3-Butadien und Styrol (Abb. 2.3). SBR enthält üblicherweise 23,5 % Styrol und 76,5 % Butadien. Die Monomereinheiten sind bei der radikalischen Polymerisation von Styrol und Butadien statistisch angeordnet. Der Butadien-Anteil setzt sich bei SBR, das mittels Kaltpolymerisation hergestellt wird, aus

14% cis-1,4-Polybutadien, 67% trans-1,4-Polybutadien und 19% 1,2-Polybutadien zusammen. Die Glasübergangstemperatur liegt bei -50 °C. Handelsübliche Kautschuke haben Molmassen zwischen  $M_n = 80.000$  und  $150.000$  bzw.  $M_w = 250.000$  und  $800.000$  g/Mol. Im Vergleich mit Naturkautschuk ist bei SBR die Haftung an den Walzen schlechter. Niedrigviskose Typen lassen sich besser verarbeiten, höherviskose Typen sind schlechter verarbeitbar, können jedoch höher mit Öl und Füllstoffen gefüllt werden.

## 2.6 Ethylen-Propylen-Dien-Kautschuk (EPDM) [1]

Die Herstellung von EPDM erfolgt durch koordinative Polymerisation von Ethylen, Propylen und einem Termonomer in Lösung (Abb. 2.4). Als Katalysator verwendet man überwiegend homogene Ziegler-Natta-Katalysatoren. Die Lösungspolymerisation erfolgt in aliphatischen Kohlenwasserstoffen (Pentan, Hexan) bei leicht erhöhten Temperaturen (30 bis 60 °C) kontinuierlich in Rührkaskaden. Wegen der großen Reaktivitätsunterschiede der Monomere wird Propen im Überschuss verwendet, Ethen und die Dien-Komponente werden kontinuierlich zudosiert. Der Katalysator wird als verdünnte Lösung zugesetzt. Zur Abführung der beträchtlichen Polymerisationswärme von 2500 kJ /kg Polymer ist eine effiziente Kühlung erforderlich.

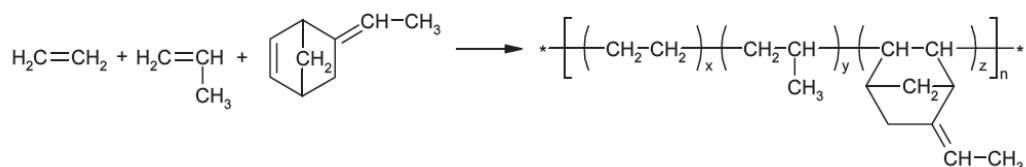


Abbildung 2.4: Polymerisation von EPDM [1]

Der Ethylengehalt der im Handel angebotenen Typen liegt zwischen 45 und 75 Gew.-%, der Dien-Gehalt variiert zwischen 0 und 12 Gew.-%. Ethylen-Propylen-Kautschuke haben eine im Vergleich zu Dien-Kautschuken niedrige Dichte ( $\rho_{EPDM} = 0,86$ ;  $\rho_{NR} = 0,93$ ;  $\rho_{SBR} = 0,94$  g/cm<sup>3</sup>).

Die viskoelastischen Eigenschaften von EP(D)M werden wesentlich vom Ethylengehalt bestimmt, da Polyethylen eine starke Tendenz zum Kristallisieren hat. Lineares Polyethylen ist hochkristallin. Stört man die Kristallisation durch Copolymerisation,

sodass das Monomerverhältnis in der Kette 1 : 1 beträgt, erhält man amorphe Polymere. Bei einem Ethylengehalt zwischen 40 und 55 % Gew.-% (50 bis 65 Mol-%) sind die Monomereinheiten statistisch in der Kette angeordnet. Copolymere mit einem Ethylenanteil zwischen 55 und 65 Gew.-% (65 bis 73 Mol-%) sind teilkristallin. Copolymere mit mehr als 65 Gew.-% Ethylen haben größere kristalline Bereiche. Die Vernetzung von Ethylen-Propylen-Kautschuk ist nur mit Peroxiden möglich. Um eine Vernetzung mit Schwefel-Beschleunigersystemen zu ermöglichen, müssen Monomere mit reaktionsfähigen Gruppen (z. B. Doppelbindungen) in die Kette eingebaut werden. Thermisch und oxidativ stabile Polymere erhält man, wenn sich die Doppelbindung nicht in der Hauptkette, sondern in der Seitenkette befindet. Als Termonomere eignen sich nichtkonjugierte Diene, wie DCPD oder ENB.

Die Molmasse der im Handel befindlichen Ethylen-Propylen-Kautschuktypen variiert über einen weiten Bereich von  $M_w = 100.000$  bis  $600.000$ . Niedrigviskose Typen lassen sich sehr gut verarbeiten, aber weniger hoch füllen. Hochviskose Typen verwendet man zur Herstellung von Elastomeren mit hohen Festigkeiten, aber auch zur Realisierung hoher Füllgrade.

## 2.7 Chloroprenkautschuk (CR) [1]

Chloropren wird durch Addition von Chlor an Butadien (Distillers-Verfahren) hergestellt. Polychloropren wird durch radikalische Emulsionspolymerisation von Chloropren bei Temperaturen zwischen  $10^\circ$  und  $45^\circ\text{C}$  hergestellt. Als Emulgatoren werden Salze der Harzsäuren, und das Natriumsalz eines Kondensationsproduktes aus Formaldehyd und Naphthalinsulfonsäure verwendet.

Wie bei allen Dienkautschuken werden auch bei der Polymerisation von Chloropren die Monomereinheiten in verschiedenen Konfigurationen in der Kette angeordnet (Abb.2.5).

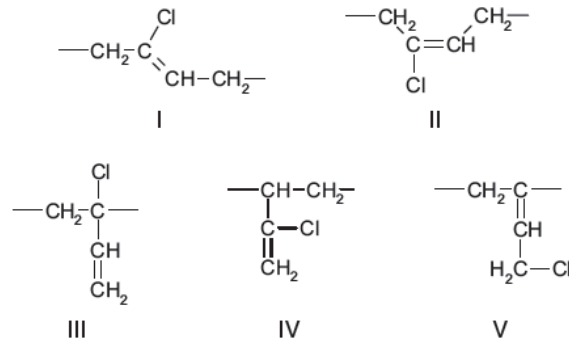


Abbildung 2.5: Struktur der isomeren Chloropren-Einheiten [1]

Der Einbau der Monomereinheiten in die Kette kann in vier verschiedenen isomeren Strukturen und in drei verschiedenen Anordnungen (Kopf-Schwanz, Kopf-Kopf und Schwanz-Schwanz) erfolgen (Abbildung 2.5). Im Gegensatz zu anderen Dienen entsteht bei der radikalischen Emulsionspolymerisation Polychloropren mit einem hohen Anteil (> 90 %) an 1,4-Einheiten (I und II), wobei die trans-Konfiguration überwiegt. Die 1,2- (III) und 3,4-Einheiten (IV) sind mit je etwa 1 bis 1,5 % in die Kette eingebaut. Die Mikrostruktur ist von der Polymerisationstemperatur abhängig. Mit steigender Temperatur wird die Anordnung der Isomere unregelmäßiger, der Anteil an trans-1,4-Einheiten geht zurück, der Anteil der 1,2- und 3,4-Isomere nimmt zu. Die trans-1,4-Einheiten bedingen die starke Tendenz zur Kristallisation. Die 1,2-Einheiten haben eine wesentliche Funktion für die Vernetzung von CR. Polychloropren hat eine mittlere Molmasse  $M_w$  zwischen  $4 \cdot 10^5$  und  $1,3 \cdot 10^6$  g/mol und Molmassenverteilungen  $M_w/M_n = 2$  bis 7. Durch das Chloratom anstelle der  $CH_3$ -Gruppe des Isoprens entstehen Dipolkräfte, die eine Reduktion der Segmentbeweglichkeit bewirken. Dadurch steigen im Vergleich zu Naturkautschuk sowohl die Glasübergangstemperatur als auch der Schmelzpunkt an. Die Chloratome haben aber auch einen wesentlichen Einfluss auf die chemische Reaktivität von Polychloropren. Das am C(2)-Atom befindliche Chloratom reduziert die chemische Reaktivität der Doppelbindung (-I-Effekt, Induktiver Effekt) und bewirkt, dass CR-Elastomere eine bessere Sauerstoff-, Ozon- und Temperaturbeständigkeit haben als andere Dien-Kautschuke. Der hohe Chloranteil von 40 Gew.-% bewirkt, dass Vulkanisate aus CR schwer brennbar und selbstverlöschend sind. Die Dichte von Polychloropren beträgt  $1,23 \text{ g/cm}^3$  und ist um ca. ein Drittel höher als die Dichte der Kohlenwasserstoffkautschuke.

## 2.8 Füllstoffe

### 2.8.1 Klassifizierung von Füllstoffen

Füllstoffe können anhand der Wechselwirkung mit der Polymermatrix in aktive (verstärkende) und inaktive Füllstoffe eingeteilt werden. Verstärkende Füllstoffe verändern durch die Wechselwirkung mit der Kautschukmatrix die viskoelastischen Eigenschaften. Sie erhöhen etwa die Viskosität der Kautschuke. Inaktive Füllstoffe verdünnen die Matrix. Das kann zum Beispiel die Verarbeitbarkeit positiv beeinflussen. Aktive und inaktive Füllstoffe unterscheiden sich auch in der Teilchengröße. Verstärkende Füllstoffe haben Partikeldurchmesser zwischen 10 und 100 nm, inaktive Füllstoffe zwischen 500 und 1000 nm. [1]

Die verstärkende Wirkung von Füllstoffen lässt sich auf die Teilchengröße, die Teilchengestalt und einer Wechselwirkung zwischen den Teilchen und dem Kautschuk zurückführen. Die rheologischen Eigenschaften von Kautschukmischungen mit aktiven Füllstoffen unterscheiden sich signifikant von jenen ungefüllter. So existiert kein linearer Bereich des viskoelastischen Materialverhaltens mehr und die Strangaufweitung nimmt mit zunehmendem Füllgrad ab. [2] Zur Beschreibung der Verstärkungswirkung dienen die Parameter Kontaktoberfläche, Oberflächenaktivität und Struktur. [3]

Die verstärkende Wirkung der Füllstoffe hängt von deren Oberfläche pro Volumeneinheit ab, die mit der Kautschukmatrix in Kontakt steht. Die Oberflächenaktivität wird durch die an der Oberfläche der Füllstoffpartikel vorhandenen funktionellen Gruppen und freien Radikale beeinflusst. Die Polymermoleküle können entweder physikalisch oder chemisch an der Oberfläche adsorbiert werden bzw. kovalent gebunden sein. Die Wechselwirkungen zwischen Füllstoff und Kautschuk bzw. Füllstoff und Füllstoff beruhen auf unspezifischen, dispersiven Van der Waalskräften und auf spezifischen, polaren Wechselwirkungen, die durch Dipol- Dipol-Kräfte, Wasserstoffbrücken oder chemische Bindungen verursacht werden. Diese Wechselwirkungen schränken die Mobilität der Kautschukmoleküle im Bereich der Füllstoffoberfläche ein. Abhängig von der Intensität der Wechselwirkung und dem Abstand von der Partikeloberfläche kann man zwischen einer fest gebundenen immobilen Kautschukschicht und einer äußeren weniger fest gebunden Kautschukschale unterscheiden. [1]

### 2.8.2 Struktur von Füllstoffen

Die Struktur beschreibt die Morphologie der Füllstoffteilchen und umfasst Größe, Form und Größenverteilung der Aggregate (Primärstruktur) und der Agglomerate (Sekundärstruktur). Als kleinste homogene Einheit bezeichnet man die sogenannten Primärteilchen, deren Aufbau durch die Mikrostruktur beschrieben wird. Als Aggregate bezeichnet man die kleinsten stabilen Struktureinheiten, die durch Zusammenlagerung von Primärteilchen entstehen. Sie können durch die beim Mischen auftretenden Scherkräfte nicht abgebaut werden. Mehrere Aggregate können sich unter dem Einfluss von Van der Waals-Kräften zu einer weniger festgefügt Form, den Agglomeraten zusammenschließen. Diese Sekundärstruktur kann im Zuge des Mischprozesses zerstört werden. Verstärkende Füllstoffe, im Speziellen hochstrukturierte Ruße, verbessern die Verarbeitbarkeit von Kautschukmischungen durch eine Verringerung der Strangaufweitung. [2]

### 2.8.3 Wechselwirkungen in gefüllten Mischungen

Etablierten Anschauungen folgend, kann die Strangaufweitung als Relaxation gespeicherter elastischer Verformungen während des Fließens der Mischung betrachtet werden. [2,4] Es wird angenommen, dass aktive bzw. verstärkende Füllstoffe eine Art Dämpfungseffekt ausüben, der auf die komplexe Interaktion zwischen Kautschuk und Füllstoff zurückzuführen ist. [5] Bei Erhöhung des Füllgrades ist eine Abnahme der Strangaufweitung zu erwarten (siehe Abbildung 2.6).

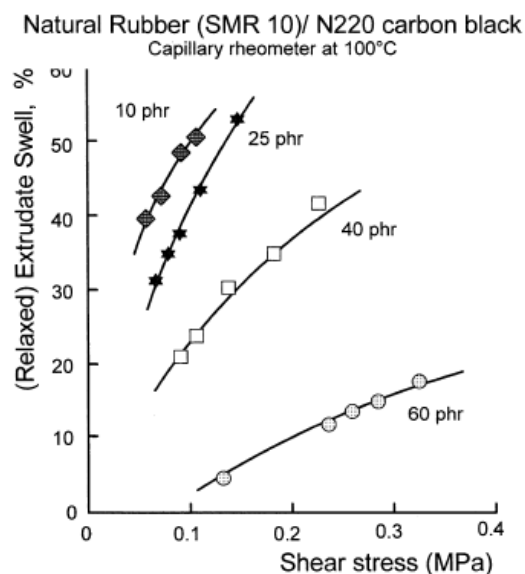


Abbildung 2.6: Einfluss des Füllgrades auf die Strangaufweitung [2]



In gefüllten Systemen können unterschiedliche Wechselwirkungen zwischen Matrix und Füllstoff auftreten, deren Auswirkungen von der Art des Füllstoffes, vom Füllgrad und von der Belastung abhängen. Der komplexe Schubmodul nimmt mit steigendem Füllgrad zu. Bei niedrigen Füllgraden kommt es nur zur Ausbildung von Füllstoff-Kautschuk-Wechselwirkungen. Bei höheren Füllgraden treten zusätzlich Füllstoff-Füllstoff-Wechselwirkungen auf. Es kommt zur Bildung von Füllstoff-Clustern bzw. bei höheren Konzentrationen zur Bildung von Füllstoff-Netzwerken, in die durch die Zusammenlagerung der Aggregate entstehenden Leerräume kann Kautschuk eingeschlossen werden. Im Gegensatz zu den Füllstoff-Kautschuk-Wechselwirkungen, die von der Verformung unabhängig sind, besteht eine ausgeprägte Verformungsabhängigkeit des Füllstoff-Netzwerkes. Bei höheren Verformungen bricht das Füllstoff-Netzwerk zusammen, der zwischen den Aggregaten eingeschlossene Kautschuk wird freigesetzt und der komplexe Schubmodul  $G^*$  nimmt stark ab. Diese Verformungsabhängigkeit wird auch als Payne-Effekt bezeichnet (Abbildung 2.7).

Der Einfluss der Verformung auf den Elastizitätsmodul wird durch den Payne-Effekt beschrieben. Der Speichermodul  $G'$  gefüllter Netzwerke setzt sich aus verformungsabhängigen und verformungsunabhängigen Komponenten zusammen. Bei niedrigen Verformungen setzt sich der Modul aus allen Komponenten zusammen, bei hohen Verformungen nimmt der Einfluss des Füllstoff-Füllstoff-Netzwerkes ab. [6, 7]

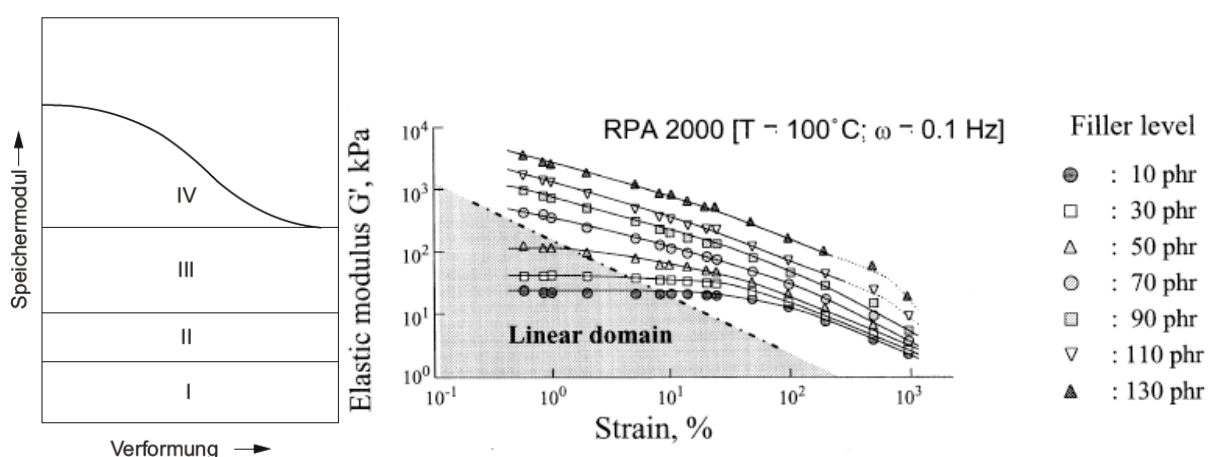


Abbildung 2.7: links: Schematische Darstellung der Füllstoff-Wechselwirkungen auf den Speichermodul in Abhängigkeit der Verformung: I Elastomernetzwerk, II Hydrodynamischer Einfluss, III Füllstoff-Polymer-Wechselwirkung, IV Füllstoff-Füllstoff-Wechselwirkung; rechts: Strain Sweep Experiment von Ruß-gefülltem SBR [1, 8]

Verformt man Elastomere in einem zweiten Zyklus, benötigt man für die gleiche Verformung eine geringere Kraft als bei der ersten Verformung, es tritt eine Spannungserweichung auf. Dieser Effekt wird auch als Mullins-Effekt bezeichnet. Er ist bei gefüllten Elastomeren besonders ausgeprägt. Man nimmt an, dass die Spannungserweichung verstärkter Elastomere auf mehreren Mechanismen beruht, die von der Art der Belastung abhängen. Die wichtigsten sind: der Zusammenbruch des Füllstoff-Füllstoff-Netzwerkes, das Abgleiten der Kautschuksegmente von der Füllstoffoberfläche (dewetting, molecular slippage) und Brüche überspannter Netzketten. [1]

## 2.9 Ruß

### 2.9.1 Aufbau von Ruß

Ruße sind komplex aufgebaute Festkörper, die überwiegend aus Kohlenstoff bestehen und als aktive Füllstoffe dienen. Aktive Ruße bestehen aus sphärischen Primärteilchen, die kettenförmig zu Aggregaten zusammengeschlossen sind. Bezüglich der Morphologie unterscheidet man zwischen:

- Primärteilchen (Partikel/Mikrostruktur)
- Aggregaten (Primäraggregate/Primärstruktur)
- Agglomeraten (Sekundärstruktur)

Die Primärteilchen der in der Elastomerherstellung verwendeten Ruße haben mittlere Partikeldurchmesser zwischen 10 und 300 nm. Die Aggregate sind anisotrop und bestehen aus mehreren Primärteilchen, die fest miteinander verbunden sind. Sie repräsentieren die kleinsten stabilen Einheiten. Die Größe der Aggregate liegt zwischen 100 und 800 nm. Mehrere Rußaggregate können sich zu Agglomeraten in einem Größenbereich von 1 bis 100 µm zusammenlagern. Die nur mittels Van der Waals-Kräften verbundenen Agglomerate können unter Einfluss von Scherkräften aufgebrochen werden [9].

### **2.9.2 Struktur von Ruß**

Die Bestimmung der Struktur nach der Oil Absorption Number OAN beruht auf der Aufnahme einer Flüssigkeit, üblicherweise paraffinisches Öl im Leervolumen der Aggregate. Nach Einbringen einer bestimmten Menge Ruß in einen Messkneiter wird paraffinisches Öl kontinuierlich zugegeben und die Veränderung des Drehmoments registriert. Wenn alle Zwischenräume mit dem Öl gefüllt sind, steigt das Drehmoment steil an. Der Messwert wird in ml Öl pro 100 g Ruß angegeben. Je höher die Struktur der Aggregate, desto höher ist die OAN-Zahl. [1]

Ein niedrig strukturierter Ruß hat weniger als 20 Partikel pro Aggregat, ein hoch strukturierter Ruß kann bis zu 200 Partikel pro Aggregat aufweisen. [2, 10]

### **2.9.3 Spezifische Oberfläche von Ruß**

Die wichtigste Methode zur Bestimmung der spezifischen Oberfläche ist die Messung der Stickstoffadsorption nach Brunauer, Emmett und Teller (BET-Methode). Dabei wird zuerst eine Probe des Rußes im Vakuum erhitzt, um die an der Oberfläche adsorbierten Stoffe zu entfernen. Nach dem Abkühlen wird die Probe mit Stickstoff bei Siedetemperatur (77 K) beaufschlagt und das adsorbierte Volumen sowie der zugehörige Gleichgewichtsdampfdruck ermittelt. Bei niedrigen Drücken bildet sich zuerst eine monomolekulare Schicht, an die mit steigendem Druck weitere Schichten angelagert werden. Die spezifische Oberfläche lässt sich durch Auswertung der Adsorptionsisotherme bestimmen. [1]

### **2.9.4 Überblick von Standardrußen**

In Tabelle 2.3 sind die Eigenschaften von Standardrußen dargestellt. Die ASTM-Bezeichnung für Ruße besteht aus einem vierstelligen Schlüssel, wobei bei Standardrußen die erste Stelle „N“ für „normal curing“ steht, was bedeutet, dass der Füllstoff keine Wechselwirkung während der Vulkanisation zeigt. Die letzten 3 Stellen beschreiben den verstärkenden Charakter. Die erste dieser drei steht für den mittleren typischen Partikeldurchmesser, die zweite und dritte beschreiben die Struktur der Aggregate – je höher diese beiden, desto höher der verstärkende Charakter. [2]

Tabelle 2.3: Eigenschaften von Standardrußen [11]

ASTM-Bezeichnung	Partikeldurchmesser (nm)	Mittlerer Aggregatdurchmesser (nm)	Berechnete Oberfläche (m <sup>2</sup> /g)	BET-Oberfläche (m <sup>2</sup> /g)	OAN-Zahl (ml/100 g)
N110	18	85	138	138	113
N220	21	k.A.	121	116	114
N234	20	97	124	125	125
N330	30	133	80	83	101
N550	56	240	41	41	122
N650	61	271	39	38	126
N660	67	283	35	36	91
N990	285	436	9	9	38

### 2.9.5 Wechselwirkung von Ruß mit der Kautschukmatrix

Während der Dispersion von Ruß in der Kautschukmatrix kommt es durch die Wechselwirkung von Füllstoff und Polymer zur Bildung einer immobilen, gebundenen Schicht von Kautschuk auf den Füllstoffpartikeln (Abb. 2.8). Dazu müssen die Ruß-Agglomerate in ihre Aggregate aufgebrochen und mit Kautschuk benetzt werden. [2, 12]

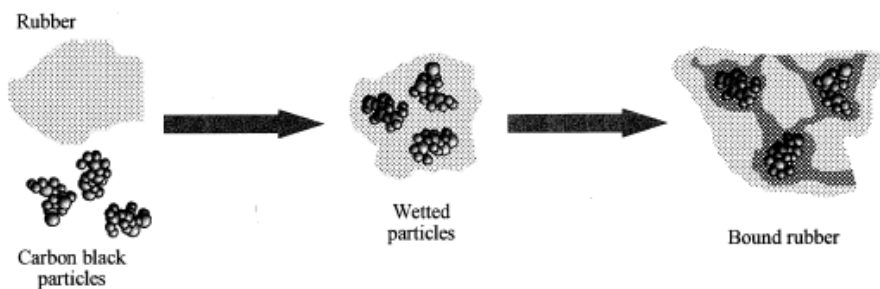


Abbildung 2.8: Einfaches Modell zur Bildung von gebundenem Kautschuk auf Ruß [2]

Die Morphologie von einer mit Ruß gefüllten Kautschukmatrix folgt aus dem oben beschriebenen Modell. Direkt auf den Rußaggregaten befindet sich eine dünne Schicht von gebundenem Kautschuk, der sich in einer viskoelastischen Strömung exakt wie das Aggregat selbst verhält. Auf dieser gebundenen Schicht befindet sich eine weniger fest gebundene Kautschukschale, die während des Fließens große Deformationen vollziehen kann. Zwischen diesen Kautschuk-Ruß-Partikeln können sich noch verbindende Filamente ausbilden. Im Bereich dazwischen befindet sich ungebundener Kautschuk (Abbildung 2.9). [2]

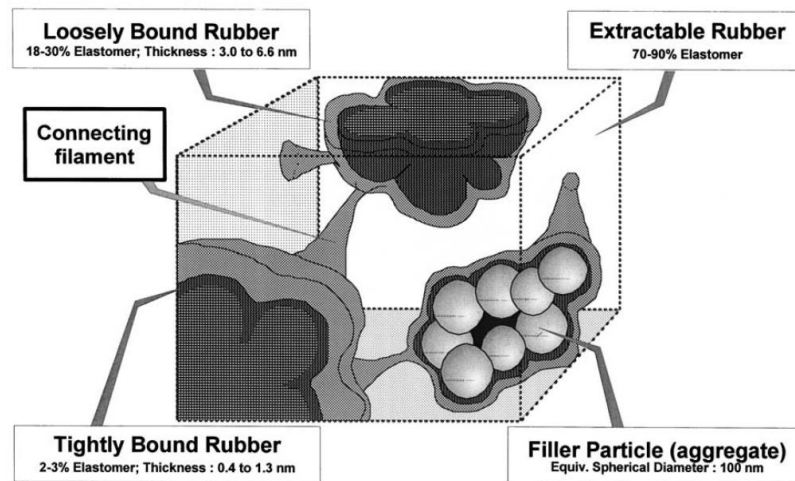


Abbildung 2.9: Morphologie von mit Ruß gefüllten Kautschukmischungen [5]

## 2.10 Inaktive Füllstoffe

Grobteilige Füllstoffe sind inaktiv und werden zur Verbesserung der Verarbeitungseigenschaften oder zur Verbilligung eingesetzt. Füllstoffe mit Partikeldurchmessern über 1000 nm haben keine verstärkende Wirkung und erhöhen die Viskosität durch rein hydrodynamische Effekte. [2] Wegen der niedrigen Oberflächenwerte sind Füllgrade bis 150 phr und darüber hinaus möglich. Kreide (Calciumcarbonat) ist ein häufig verwendeter inaktiver Füllstoff. Kreide hat eine Teilchengröße von 5 bis 20  $\mu\text{m}$ , eine spezifische Oberfläche von 1  $\text{m}^2/\text{g}$ . [1]

## 2.11 Mineralölweichmacher

Weichmacher sind schwerflüchtige Lösungsmittel für das jeweilige Polymer. Sie treten mit dem Kautschuk in Wechselwirkung und führen zu einer höheren Beweglichkeit der Kettensegmente und eventuell zum Auflösen kristalliner Bereiche. Entsprechend der Verträglichkeit mit bzw. Löslichkeit im jeweiligen Polymer werden paraffinische, naphthenische oder aromatische Mineralöle als Weichmacher.

## 3. Materialcharakterisierung und rheologische Eigenschaften

### 3.1 Grundlagen

Das Deformationsverhalten hochmolekularer Stoffe, wie es Kautschukmischungen sind, ist durch eine viskose und eine elastische Komponente gekennzeichnet. Bedingt durch die Kombination dieser Eigenschaften ist der Spannungs- und Deformationszustand hier, im Gegensatz zu vielen anderen Stoffen auch eine Funktion der Zeit. Als Ursache für die stark ausgeprägte Zeitabhängigkeit sind die molekularen Bewegungsmechanismen anzusehen. [13]

Bei mechanischen Deformationsvorgängen tritt eine zeitliche Verschiebung zwischen dem Kraft- und Deformationsverlauf auf. Bei dynamischen Experimenten mit periodischer Anregung äußert sich dies in einer Phasenverschiebung (genannt Verlustwinkel  $\delta$ ) und bei statischen Experimenten (Relaxationsversuch) dadurch, dass nach einem Kraft- bzw. Deformationsstoß eine lange Nachwirkung der freien Zustandsgröße stattfindet. Der Abklingvorgang verläuft im einfachsten Fall nach einer Potenzfunktion. [13]

Um eine möglichst große Bandbreite an Deformationsvorgängen abbilden zu können, werden in Folge drei verschiedene Prüfverfahren vorgestellt. Die zeiteffizienteste Methode ist das Mooney-Viskosimeter. Hier wird an einem definierten Arbeitspunkt und genormter Geometrie eine Probe einer Kautschukmischung bei kleiner Scherrate  $\dot{\gamma} = 1-2 \text{ s}^{-1}$  durch einen Rotor einem konstanten Schervorgang (große Deformation) unterworfen. Die Angabe der Mooney-Viskosität (ermittelt aus einem Drehmoment als direkte Messgröße) gilt als Industriestandard für Kautschukmischungen.

Mit einem Oszillationsrheometer können durch Bestimmung des komplexen Schubmoduls  $G^*$  (ermittelt aus einem Drehmoment als direkte Messgröße) die viskoelastischen Eigenschaften einer Mischung beschrieben werden. Die Messmethode erlaubt in der oszillierenden Prüfkammer die Realisierung hoher Scherraten bis  $\dot{\gamma} = 300 \text{ s}^{-1}$  und großer Dehnungen bis 1000%.

Schließlich wird noch die Hochdruck-Kapillarviskosimetrie angewendet, mit welcher sich nahezu beliebige Scherraten realisieren lassen. Bei der Prüfung soll sich in der Mischungsprobe eine stationäre Scherströmung ausbilden und der hydrostatische Druck wird als Funktion der Scherrate gemessen. Die Strömung wird dazu mit einem Kolben in einem Prüfzylinder erzeugt. Die Mischung strömt durch eine Kapillare an dessen unterem Ende. Dieses Verfahren gilt als das aufwändigste, da zur vollständigen Bestimmung der Scherviskosität mehrere Messungen je Probe notwendig sind. Die sogenannte Strangaufweitung hingegen kann man mittels Hochdruck-Kapillarviskosimetrie mit einer Einzelmessung für einen ausgewählten Arbeitspunkt direkt charakterisieren indem man Geschwindigkeit und Querschnitt des Mischungsstranges nach Austritt aus der Kapillare misst.

## 3.2 Scherscheibenviskosimeter nach Mooney

### 3.2.1 Technische Beschreibung des Mooney Viskosimeters

Das Scherscheibenviskosimeter nach Mooney [14, 15] hat eine temperaturgeregelte Prüfkammer. Die Prüfung erfolgt in der Regel bei  $T = 100\text{ °C}$ . Im flachen, zylindrischen Innenraum der Prüfkammer befindet sich der Scherscheiben-Rotor (Abbildung 3.1). An der Rotorwelle wird das Drehmoment erfasst, das erforderlich ist, um den Rotor in der mit einer Probe der Kautschukmischung gefüllten Prüfkammer bei einer konstanten Geschwindigkeit von  $n = 2\text{ U min}^{-1}$  zu drehen. Dabei wird ein Gleiten der Mischung auf der Scherscheibe durch eine Oberflächenstrukturierung der Scheibe verhindert. Aus dem gemessenen Drehmoment erfolgt die Umrechnung in den Wert nach Mooney-Einheiten. Eine Mooney-Einheit (ME) entspricht einem Drehmoment von 0,083 Nm. Der Wert, der sich nach einer Minute Vorwärmzeit und vier Minuten Prüfzeit einstellt, wird als  $ML(1 + 4)$  bezeichnet. Die Scherrate beträgt im Mittel ca.  $\dot{\gamma} = 1-2\text{ s}^{-1}$ . [1, 15]

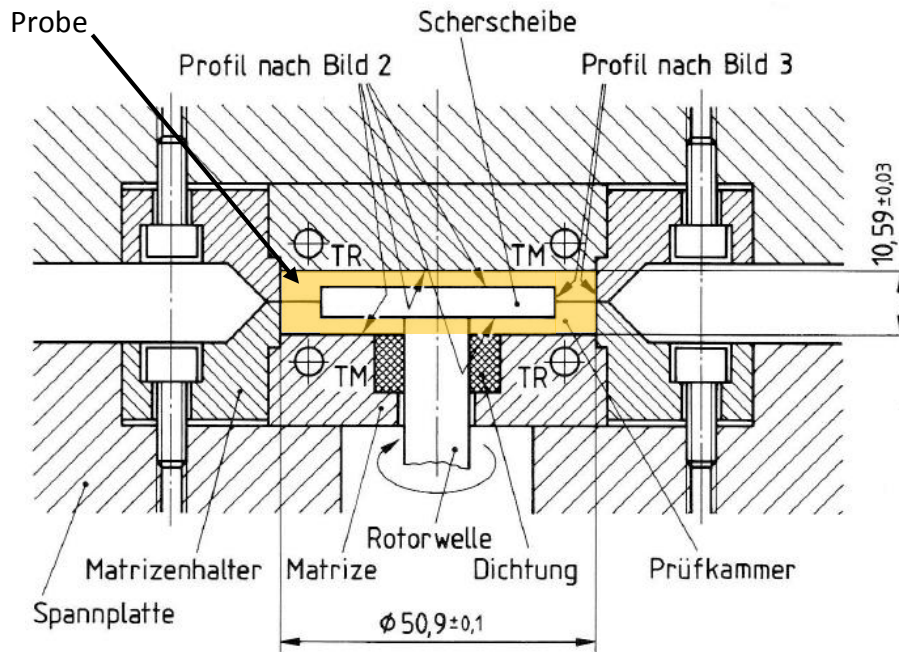


Abbildung 3.1: Prüfkammer, Rotor und Temperatursensoren eines Mooney Viskosimeters [15]

Wenn sich nun der Rotor in der Kautschukmischung mit einer konstanten Geschwindigkeit dreht, wird die notwendige Deformationsenergie, welche der Rotor als Drehmoment abgibt, aufgrund der Viskosität teilweise dissipiert und aufgrund der Elastizität teilweise gespeichert. [16]

### 3.2.2 Mooney Relaxation

#### 3.2.2.1 Materialverhalten

Der ML(1+4)-Wert liefert nur eine Aussage über die Widerstandsfähigkeit gegen Scherung (Viskoelastizität) der Kautschukmischung bei kleinen Deformationsgeschwindigkeiten. Strukturviskose Eigenschaften oder zeitabhängige viskoelastische Effekte können auf diese Weise nicht erfasst werden. Deshalb wurde das Verfahren weiterentwickelt, indem an die einfache Mooney-Prüfung eine Relaxationsprüfung, die die Zeitabhängigkeit der Viskoelastizität beschreibt, angeschlossen. [1]

Das komplexe Verhalten von viskoelastischen Materialien wird üblicherweise durch Speicher- und Verlustkomponenten beschrieben, wobei zwei Materialien mit gleicher komplexer Viskosität völlig unterschiedliche Speicher- und Verlustanteile aufweisen



können. Das Materialmodell von Kautschukmischungen oder Elastomere kann als Superposition eines Hook'sche Körpers hinsichtlich seiner elastischen und einer Newton'schen Flüssigkeiten bezüglich seiner viskosen Eigenschaften betrachtet werden. Im Rahmen der Mooney Prüfung würde somit nach Rotorstopp ein perfekt elastisches Material keinen Abfall der Spannung aufweisen, wohingegen für ein perfekt viskoses Material die Spannung instantan auf Null fallen würde. In ersterem Fall wird die Verformungsenergie vollständig gespeichert, in letzterem vollständig dissipiert (Abbildung 3.2). [16, 17]

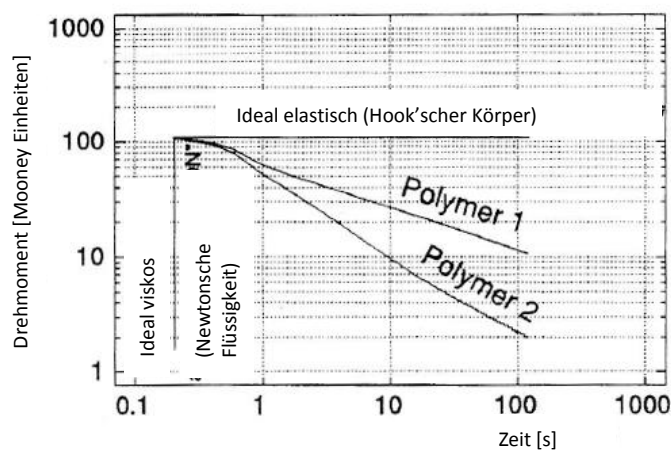


Abbildung 3.2: Verhalten von Newtonschen Flüssigkeiten, Hook'schen Körpern und realen Polymeren [17]

### 3.2.2.2 Bestimmung des Mooney Slope

Zur Bestimmung des Relaxationsverhaltens wird der Rotor nach Ermittlung des ML (1+4)-Wertes mit einer Rotorbremse schlagartig zum Stillstand gebracht und der sich durch Relaxationsprozesse im Material ergebende Spannungsabfall über der Zeit, in der Regel  $t = 60 \text{ s}$ , aufgezeichnet. [1]

Nun betrachtet man den zeitlichen Verlauf der Mooney Viskosität, welcher dem Potenzgesetz

$$M = kt^{-\alpha} \quad (3.1)$$

folgt, wobei  $M$  das Drehmoment in Mooney Einheiten  $ML(1+4) 100^\circ\text{C}$  ist,  $k$  dem Wert des Drehmoments eine Sekunde nach Rotorstop entspricht bzw. dem Achsenabschnitt in doppelt logarithmischer Darstellung und  $t$  die Zeit in Sekunden ist.  $\alpha$  stellt die Steigung

bzw. den Slope der Spannungsrelaxationsfunktion dar, wenn diese in einer doppelt logarithmischen Darstellung betrachtet wird. [16, 17] Je flacher der Mooney Slope ist, desto „elastischer“ (elastisches Verhalten überwiegt stärker gegenüber dem viskosen) ist die Kautschukmischung. Im Zusammenhang mit Füllstoffen der Mischung hat sich gezeigt, dass die Elastizität, bestimmt durch die Relaxationsmessung, mit dem Rußgehalt und mit der Rußpartikelgröße zunimmt. [17] Das bedeutet, dass der Mooney Slope aufgrund einer langsameren Relaxation bei Erhöhung des Füllgrades abnimmt.

### 3.3 Oszillationsrheometer

#### 3.3.1 Theoretische Grundlagen

##### 3.3.1.1 Komplexer Schubmodul

Der komplexe Schubmodul beschreibt die Widerstandsfähigkeit gegenüber einer Scherbeanspruchung. Wenn eine viskoelastische Kautschukmischung einer dynamischen Schwingungsbelastung ausgesetzt wird, tritt eine Phasenverschiebung zwischen Spannungs- und Deformationsamplitude auf (Abb. 3.3). Nimmt man eine volle Periode mit  $360^\circ = 2\pi$  an, so kann diese Phasenverschiebung je nach viskosem und elastischem Anteil zwischen  $0^\circ$  und  $90^\circ$  liegen und steigt mit dem viskosen Anteil an. Die Amplitude des komplexen Schubmodul  $|G^*|$  lässt sich aus den Messgrößen Schubspannung  $\tau$ , Deformationsamplitude  $\gamma$ , der Prüffrequenz  $f$ , wobei  $\omega = 2\pi f$  gilt, und der Phasenverschiebung  $\delta$  folgendermaßen berechnen [18]:

$$\tau = |G^*| \gamma \sin(\omega t + \delta) \quad (3.2)$$

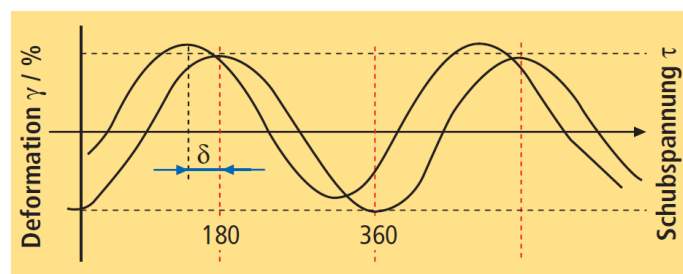


Abbildung 3.3: Phasenverschiebung zwischen Spannung und Deformation [18]

Der komplexe Schubmodul lässt sich in komplexen Zahlen anschreiben als

$$G^* = G' + i G'' \quad (3.3)$$

Mit dem Speichermodul  $G'$ , der dem elastischen Anteil entspricht und proportional der Deformationsenergie ist, die in der Mischung gespeichert wird, der imaginären Einheit  $i$  ( $i^2 = -1$ ) und dem Verlustmodul  $G''$ , der dem viskosen Anteil entspricht und proportional der Energie ist, die durch innere Reibung in Wärme dissipiert wird. Der Quotient aus  $G''$  und  $G'$  wird Verlustwinkel

$$\tan \delta = G''/G' \quad (3.4)$$

genannt und dieser wird für einen ideal elastischen Körper 0 bzw. geht für eine ideal viskose Flüssigkeit gegen unendlich. [19]

Gleichung 3.2 lässt sich somit auch formulieren als

$$\tau = G' \gamma \sin(\omega t) + G'' \gamma \cos(\omega t) \quad (3.5)$$

Das Verhalten eines viskoelastischen Materials kann im mechanischen Modell durch einen Kelvin-Körper beschrieben werden. Dieser ist eine Parallelschaltung eines Feder- und eines Dämpferelements. Rein formal entsprechen die Beziehungen der Parallelschaltung eines ohmschen Widerstandes mit einer Induktivität in der Wechselstromtechnik. [19]

### 3.3.1.2 Komplexe Viskosität

Die komplexe Viskosität  $\eta^*$  lässt sich wie der komplexe Schubmodul  $G^*$  als komplexe Zahl darstellen. In Analogie zur komplexen Wechselstromrechnung besteht nun die komplexe Viskosität  $\eta^*$  aus der sogenannten Wirkviskosität  $\eta'$  und der sogenannten Blindviskosität  $\eta''$  zusammen und lässt sich schreiben als

$$\eta^* = \eta' - i\eta'' = \frac{G''}{\omega} - i \frac{G'}{\omega} \quad (3.6)$$

wobei der erste Summand in Gleichung 3.6 der Wirkviskosität und der zweite der Blindviskosität entspricht [19]. Die Amplitude der komplexen Viskosität  $|\eta^*|$  lässt sich aus der gemessenen Amplitude des komplexen Schubmoduls  $|G^*|$  und der Winkelgeschwindigkeit  $\omega$  wie folgt berechnen:

$$|\eta^*| = \frac{|G^*|}{\omega} \quad (3.7)$$

### 3.3.2 Messprinzip

Die Prüfkammer eines Oszillationsrheometers besteht aus einer geteilten temperierbaren Doppelkegelstumpfgeometrie, die in der Regel abgedichtet ist. Durch in die Kegelflächen eingebrachte Rippen wird das Einbringen der Deformation in die Kautschukmischung garantiert und Wandgleiten verhindert (Abbildung 3.4). [20]

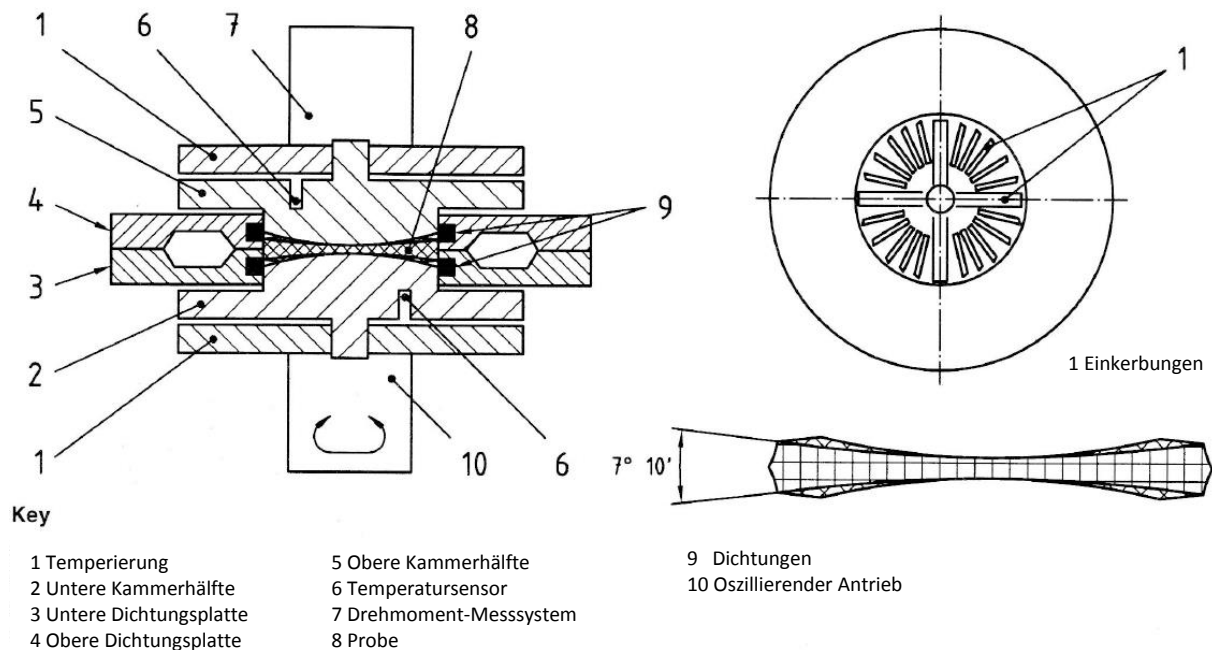


Abbildung 3.4: Typischer Aufbau eines Oszillationsrheometers [20]

Durch die oszillierende untere Kammerhälfte wird die Mischung periodisch verformt und die Amplitude des komplexen Antwortdrehmoments  $|S^*|$  der Mischung an der oberen, starren Kammerhälfte gemessen. Über die Phasenverschiebung  $\delta$  des Antwortdrehmoments zur vorgegebenen Deformationsschwingung und der Absolutkraft werden die elastischen und viskosen Anteile der Mischung ( $S'$ ,  $S''$  bzw.  $G'$ ,  $G''$ ) bestimmt. [1]

Übliche Prüfprogramme sind sogenannte „Frequenz-Sweeps“, mit denen ein breiter Bereich von Scherraten abgedeckt werden kann. Hierbei wird die Kautschukmischung bei konstant kleiner Auslenkung der unteren Kammerhälfte von  $0,72^\circ$  im linearen Bereich des Materialverhaltens mit Frequenzen von  $0,1 \text{ s}^{-1}$  bis  $30 \text{ s}^{-1}$  geprüft. Die Auslenkung von  $0,72^\circ$  entspricht einer Dehnung von 10%. Diese Dehnung ergibt sich rein rechnerisch aus

dem Verhältnis von Rotorauslenkung ( $0,72^\circ$ ) zu Öffnungswinkel der Prüfkammer ( $7,2^\circ$ ) – siehe Abbildung 3.4.

Im Anschluss daran wird ein „Strain-Sweep“ durchgeführt, bei dem bei konstanter Frequenz von  $0,1 \text{ s}^{-1}$  Amplituden von  $0,072^\circ$  bis  $72^\circ$  eingestellt werden, was Dehnungen von 1% bis 1000% entspricht und damit auch den nicht-linearen Bereich des Materialverhaltens abdeckt. Bei diesen großen Dehnungen zeigen sich nicht-lineare Effekte des viskoelastischen Materialverhaltens wie etwa der Zusammenbruch des Füllstoff-Füllstoff-Netzwerkes von hochgefüllten Mischungen (siehe 2.8.3). Die Kombination dieser beiden Prüfprogramme ist notwendig um die hohen Scherraten und großen Verformungen während der Verarbeitung von Kautschukmischungen abzubilden.

### 3.4 Hochdruck-Kapillarviskosimeter (HKV)

#### 3.4.1 Grundlagen der Kapillarviskosimetrie

Die Hochdruck-Kapillarviskosimeter-Prüfung ist ein kapillarrheologisches Verfahren, bei dem die Viskosität einer Kautschukmischung bei einer praxisrelevanten Scherrate gemessen wird. [23]

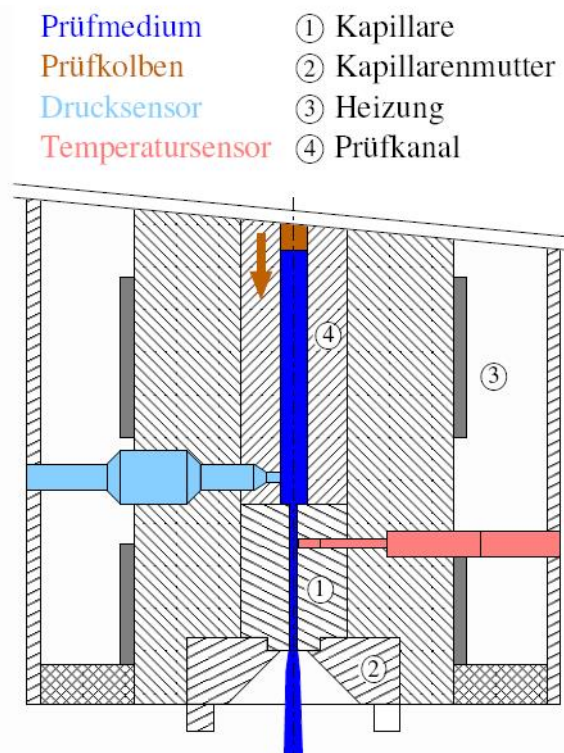


Abbildung 3.5: Prinzipskizze eines Hochdruck-Kapillarviskosimeters [18]

Das HKV besteht aus einem temperierten Prüfzylinder mit einem Durchmesser  $D_K$  bzw. Radius  $R_K$ , in den ein Kolben vom Durchmesser  $D_K$  eintaucht und die zu prüfende Mischung mit Druck beaufschlagt. Dem Prüfzylinder wird nach unten eine Kapillare angeschlossen. Durch die konstante Kolbengeschwindigkeit  $v_K$  fließt durch die Kapillare mit der Länge  $L$  und dem Durchmesser  $D$  bzw. dem Radius  $R$  immer der gleiche Volumenstrom  $Q$ . Mit einer Kraftmessdose wird die Kraft  $F$  auf den Kolben gemessen, mit einem Druckaufnehmer der Druck  $p_{vor}$  in der Mischung vor dem Einströmen in die Kapillare. (Abbildung 3.5)

Die konstante Prüfstempelgeschwindigkeit des HKV entspricht den Praxisbedingungen, da in der Regel die Verarbeitungsgeschwindigkeit von Kautschukmischungen konstant ist, zum Beispiel Drehzahlen von Extruderschnecken oder Walzen von Kalandern. [1] Für die viskoelastische Strömung wird für die jeweiligen Scherraten die zeitliche Einstellung des stationären Drucks  $p_{vor}$  innerhalb der Messkapillare mit definiertem  $L/D$ -Verhältnis erfasst. [18]

Gleichzeitig ist eine Aussage über den elastischen Deformationsanteil über die Messung der Strangaufweitung  $B_0$  möglich. Die Messmethode (3.5, 5.1) beruht auf dem Gesetz von der Erhaltung der Massen ( $\rho = const$ ). Hierbei wird die Mischung als inkompressible viskoelastische Flüssigkeit betrachtet und die Erhaltung des Volumenstromes in und nach Austritt aus der Kapillare des HKV gefordert. [21, 22]

### **3.4.2 Strömungsverhalten von viskoelastischen Flüssigkeiten**

Die Abhängigkeit der Scherviskosität  $\eta$  von der Scherrate  $\dot{\gamma}$  sowie die daraus resultierenden Eigenschaften von viskoelastischen Flüssigkeiten während einer stationären Scherströmung lassen sich mit Fließkurven  $\eta(\dot{\gamma})$  beschreiben. Mit Hilfe der Kapillar-Viskosimetrie lässt sich durch Messung von Durchsatz und Druckunterschied in einem Rohr, der Kapillare, die Viskosität bestimmen, sowie auch die Strangaufweitung durch Betrachtung des Verhältnisses von Strangquerschnitten bzw. Stranggeschwindigkeiten innerhalb und außerhalb der Kapillare. [24]

Bei Kautschukmischungen handelt es sich um strukturviskose Flüssigkeiten, somit muss die Viskosität  $\eta$  von der Scherrate  $\dot{\gamma}$  abhängen. Die Fließkurven lassen sich mit dem Potenzgesetz nach Ostwald und de Waele

$$\eta(\dot{\gamma}) = k \dot{\gamma}^{n-1} \quad (3.8)$$

beschreiben.  $k$  ist der Konsistenzfaktor, dessen Dimension  $[Pas^n]$  vom Fließexponenten  $n$  abhängt.  $n$  ist der dimensionslose Fließexponent, der die Steigung der Viskositätskurve beschreibt. [23, 25, 26]

### 3.4.3 Geschwindigkeitsprofil der Strömung

Unter der Annahme, dass sich in der Kapillare stationäre Strömungsverhältnisse einstellen, lässt sich das Geschwindigkeitsfeld  $v_r(r)$ , das entlang der Kapillarachse orientiert ist und vom Radius  $r$  der Kapillare, dem Fließexponenten  $n$ , dem Konsistenzparameter  $k$  und der stationären Druckdifferenz  $\Delta p$  abhängt beschreiben als

$$v(r) = \frac{1}{\frac{1}{n} + 1} \left[ R^{\frac{1}{n}+1} - r^{\frac{1}{n}+1} \right] \left( \frac{\Delta p}{2mL} \right)^{\frac{1}{n}} \quad (3.9)$$

Die Form des Geschwindigkeitsprofils hängt von der Fließkurve ab. [24] In Abbildung 3.6 ist ein radiales Geschwindigkeitsprofil aufgetragen.

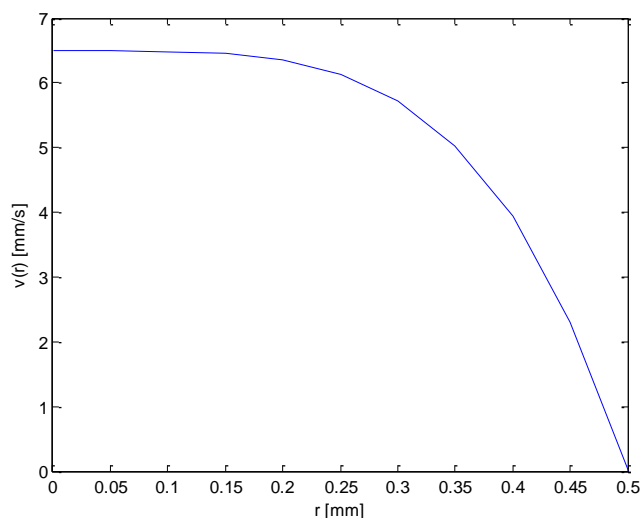


Abbildung 3.6: Geschwindigkeitsprofil ( $v_K = 0,0521 \text{ mm/s}$ ,  $\dot{\gamma}_{ap} = 60 \text{ s}^{-1}$ ) in der Kapillare ( $L = 10$ ,  $D = 1$ ) für Probe aus einer SBR-Mischung (A1)

### 3.4.4 Strukturviskosität

Bei den untersuchten Kautschukmischungen handelt es sich um strukturviskose Flüssigkeiten mit Fließexponent  $n < 1$ , dieser beschreibt das veränderte Profil einer laminaren Strömung im Vergleich zu einer Newtonschen Flüssigkeit. Darum ist das Geschwindigkeitsprofil flacher und der Durchsatz nimmt stärker mit dem Radius  $r$  zu als bei Newtonschen Flüssigkeiten. Bei gegebener Druckdifferenz kann mehr Flüssigkeit durch das Rohr gepresst werden, da strukturviskose Flüssigkeiten bei zunehmender Scherspannungseinwirkung und höheren Scherraten dünnflüssiger werden. Dies resultiert aus dem Abbau der inneren Strukturen der Polymere in der Mischung, wodurch die Scherviskosität abfällt. Ein solches Verhalten kann folgende Ursachen haben [18, 24]:

- Entschlafung, Orientierung und Streckung von Polymerketten
- Abbau von Füllstoff-Füllstoff-Interaktionen über dispersive Vorgänge (Erosion, Füllstoffbruch, Dispergierung von Agglomeraten und Netzwerken)
- Auflösen von Wechselwirkungskräften zwischen Polymerketten und aktiven Füllstoffoberflächen

### 3.4.5 Grundlagen der Kapillarströmung

Die Wandschubspannung  $\tau$  in der Kapillare und die Scherrate  $\dot{\gamma}$  können aus dem Volumenstrom  $\dot{Q}$  über das Hagen-Poiseuillesche Gesetz für Newtonsche Flüssigkeiten

$$\dot{Q} = \frac{\pi R^4 \Delta p}{8L\eta} \quad (3.10)$$

unter der Annahme von einem linearen Schergefälle und Wandhaftung hergeleitet werden. [18, 24, 27] Für viskoelastische Flüssigkeiten lässt sich die scheinbare Scherrate

$$\dot{\gamma}_{ap} = \frac{4\dot{Q}}{\pi} R^3 = v_K \frac{4R_K^2}{R^3} \quad (3.11)$$

aus dem Volumenstrom  $\dot{Q}$  bzw. der Kolbengeschwindigkeit  $v_K$ , dem Zylinderradius  $R_K$  und dem Kapillarenradius  $R$  berechnen. Die scheinbare Wandschubspannung  $\tau_{ap}$  ergibt sich zu:

$$\tau_{ap} = \frac{\Delta p R}{2L} \quad (3.12)$$



Die ermittelten scheinbaren Größen gelten allerdings nur für Newtonsche Flüssigkeiten. Um das strukturviskose Verhalten einer viskoelastischen Kautschukmischung korrekt beschreiben und berechnen zu können, sind Korrekturen nötig.

### 3.4.6 Bagley-Korrektur

Bei der Verwendung von Rundkapillaren kann wegen der kleinen Durchmesser der Druck nur im Einlaufbereich vor der eigentlichen Kapillare gemessen werden. Der Drucksensor erfasst somit eine Gesamtdruckdifferenz  $p_D$  die sich aus dem Druckabfall  $\Delta p$  über die Länge  $L$  der Kapillare und dem Einlaufdruckverlust  $\Delta p_E$  zusammen.  $\Delta p$  resultiert der aus der Energiedissipation der viskosen Strömung,  $\Delta p_E$  aus der elastischen Deformation und stark auftretenden Sekundärströmungen in der Einlaufzone. [18, 24, 28]

Für die Bagley-Korrektur muss man zunächst mehrere Messungen für Kapillaren mit gleichem Radius  $R$  und verschiedenen Längen  $L$  durchführen. Trägt man nun den gemessenen Druck  $p_D$  über das  $L/D$ -Verhältnis bei jeweils konstanter scheinbarer Scherrate  $\dot{\gamma}_{ap}$  bzw. konstanter Kolbengeschwindigkeit  $v_K$  auf, erhält man Geraden, die aber nicht durch den Ursprung verlaufen (Abb. 3.7). Der Schnittpunkt der Geraden mit der Druckordinate führt zum Einlaufdruckverlust  $\Delta p_E$ . [29]

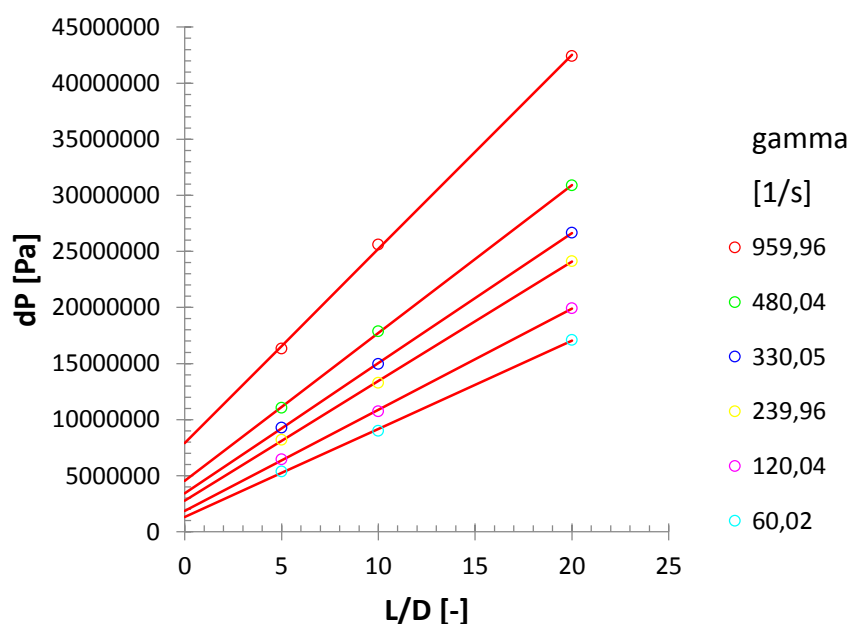


Abbildung 3.7: Bagley-Plot aus der Software WinRheo von Göttfert für eine Probe aus einer SBR-Mischung (A1)

Die Gesamtdruckdifferenz lässt sich schreiben als

$$p_D = \Delta p + \Delta p_E \quad (3.13)$$

und so erhält man für die wahre Wandschubspannung als Funktion der scheinbaren Scherrate zu

$$\tau(\dot{\gamma}_{ap}) = (p_D - \Delta p_E) \frac{R}{2L} = \Delta p \frac{R}{2L} \quad (3.14)$$

### 3.4.7 Mooney-Korrektur

Wenn beim Fließvorgang neben dem laminaren Scherfließen auch Gleitvorgänge auftreten, muss die Wandgleitgeschwindigkeit  $v_G$  bestimmt werden. Zur Überprüfung ob Wandgleiten auftritt und zur Bestimmung von  $v_G$  nutzt das Mooney-Korrekturverfahren die Erkenntnis, dass bei konstanter Kolbengeschwindigkeit  $v_K$  und der Verwendung von Kapillaren unterschiedlichen Durchmessern  $D$  aber mit gleichem  $L/D$ -Verhältnis der Druckabfall in der Kapillare bzw. die resultierende Wandschubspannung identisch sind. Damit fällt der Scheranteil aus der weiteren Betrachtung heraus. [30]

Trägt man nun die scheinbare Scherrate über den reziproken Kapillarenradius auf (Abb. 3.8), erhält man die Wandgleitgeschwindigkeit aus

$$v_G = \frac{d\dot{\gamma}}{d\frac{4}{R}}$$

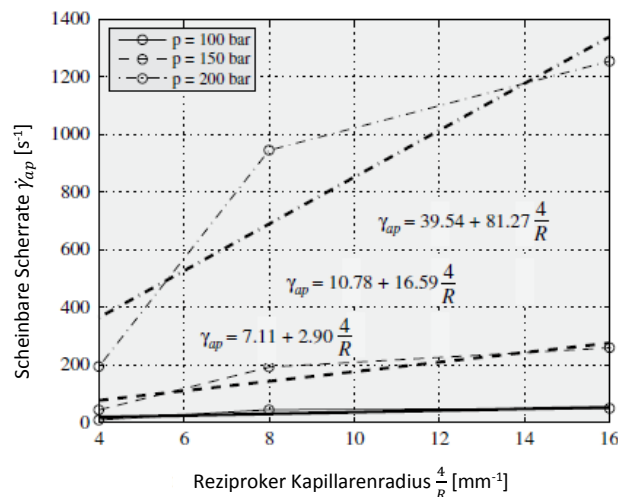


Abbildung 3.8: Mooney-Plot für eine EPDM-Mischung [29]

Tritt Wandgleiten auf, muss der entsprechende Volumenstromanteil vom gesamten Volumenstrom subtrahiert werden und die effektive scheinbare Scherrate wird

$$\dot{\gamma}_{ap,eff} = \frac{4}{R^3} (v_K R_K^2 - v_G R^2) \quad (3.15)$$

### 3.4.8 Weissenberg-Rabinowitsch-Korrektur

Die Weissenberg-Rabinowitsch-Korrektur berücksichtigt das strukturviskose Verhalten der Kautschukmischung. Die wahre Scherrate an der Rohrwand  $\dot{\gamma}(R)$  lässt sich aus der scheinbaren Scherrate gemäß

$$\dot{\gamma}(R) = \dot{\gamma}_{ap} \frac{\left(3 + \frac{1}{n}\right)}{4} \quad (3.16)$$

berechnen. [31, 32]

Mit der wahren Wandschubspannung  $\tau$  und der wahren Scherrate  $\dot{\gamma}$  kann schließlich die wahre Scherviskosität bestimmt werden:

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (3.17)$$

### 3.4.9 Alternative Materialcharakterisierung

Um den experimentellen Aufwand zu reduzieren, hat Müllner et al. eine Methode entwickelt, mit der man ausgehend von einer Rückrechnung für Einlaufdruckverluste, basierend auf Experimenten mit Schlitzkapillaren, und möglichst realistischer Modellierung der Strömungssituation in der Rundkapillaren alle Größen mit einer einzigen HKV-Messung berechnen kann. Aufgrund der Berücksichtigung von Wandgleiten und der Kopplung von Viskosität und Scherrate resultiert diese Methode zur Charakterisierung in einem System von nicht-linearen Gleichungen. Zu deren numerischen Lösung für die Konstanten des Potenzgesetzes  $k$  und  $n$  sowie für die Scherrate wird ein Newton-Raphson-Iterationsverfahren benutzt. [29, 33]

## 3.5 Strangaufweitung

### 3.5.1 Strangaufweitung $B_0$ als Materialkennwert

Die Strangaufweitung  $B_0 = A'/A$  beschreibt das „elastische Gedächtnis“ von viskoelastischen Materialien und ergibt sich aus dem Querschnittsverhältnis während und nach der Formgebung (Abbildung 3.9). Aus reologischer Sicht ist die Ursache für die Strangaufweitung die Erholung der Kautschukmischung von der elastischen Deformation, die im Falle der Hochdruck-Kapillarviskosimetrie durch eine Kapillare oder bei der Kautschukverarbeitung durch ein Werkzeug eingebracht wurde. [34] Dieser elastische Anteil der Mischungseigenschaften beeinflusst das Verarbeitungsverhalten und die Dimensionsstabilität maßgeblich und ist in vielen Fällen neben der Viskosität die wichtigste Materialeigenschaft einer Kautschukmischung. [21, 35, 36, 37, 38]

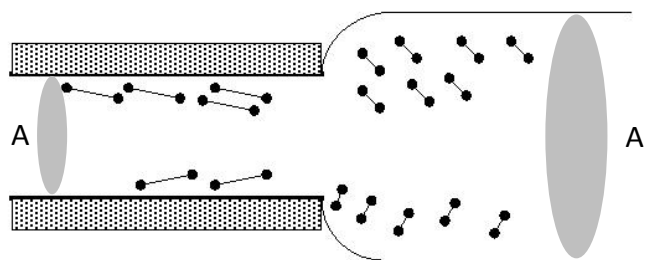


Abbildung 3.9: Strangaufweitung

Ein Kennwert für die Strangaufweitung  $B_0$  wird als Verhältnis des Querschnitts der Kapillare bzw. des Werkzeuges zu dem tatsächlichen Querschnitt des Erzeugnisses berechnet. [21]

$$B_0 = \frac{A_{\text{Erzeugnis}}}{A_{\text{Werkzeug}}} \quad (3.18)$$

Im vorliegenden Anwendungsfall der Rollerhead-Anlage handelt es sich um das Verhältnis von Extruderdüse zu extrudiertem Profil bzw. Kalanderspalt zu Dicke der kalandrierten Bahn.

Elastizität (Strangaufweitung) und Viskosität werden durch die wesentlichen Mischungsbestandteile, die Polymere, Füllstoffe – insbesondere Ruß – und auch den

Mischprozess selbst beeinflusst. Diese Eigenschaften können von Mischungspaket zu Mischungspaket variieren. [21, 22]

### **3.5.2 Beschreibung der Rohrströmung**

Bei jeder viskoelastischen Flüssigkeit, die durch ein Rohr strömt, weist der aus dem Rohr austretende Strang einen größeren Querschnitt als das Rohr selbst auf. Eine solche Expansion beim Austritt ist typisch für Nicht-Newtonsche Flüssigkeiten. Der Effekt ist bei kurzen Rohren stärker ausgeprägt als bei langen und wird auch Barus Effekt genannt. [39, 40] Wenn man ein Flüssigkeitselement um die Rohrachse betrachtet, kann man sich im Prüfzylinder des HKV zunächst einen „kurzen, dicken“ Zylinder vorstellen, der beim Einströmen in die Kapillare auseinandergezogen wird. Wenn das Element die Kapillare verlässt, versucht es zu relaxieren, da die durch die Einlaufströmung erzeugten Spannungen noch nicht vollständig abgeklungen sind. Die Polymerketten werden durch die Scherströmung im Rohr orientiert, gedehnt und erzeugen Normalspannungen. Mit zunehmender Schergeschwindigkeit sind Orientierung und Normalspannungen stärker und somit auch die Strangaufweitung größer. Dieses Verhalten wird auf die Erhöhung der elastischen Energie, die eine Relaxation bewirken kann, zurückgeführt. [24, 41] Durch die Viskosität kann das Flüssigkeitselement allerdings nicht mehr in den Ausgangszustand vor Eintritt in die Kapillare erreichen. [34]

### **3.5.3 Einfluss durch den Verarbeitungsprozess**

In Hinblick auf Parameter des Verarbeitungsprozesses zeigen experimentelle Ergebnisse, dass die Strangaufweitung von Kautschukmischungen mit den vorliegenden Scherraten zunimmt, da dadurch die Menge an eingebrachter elastischer Energie, die relaxieren kann, zunimmt. Mit steigendem Verhältnis von Länge  $L$  zu Durchmesser  $D$  des verwendeten Werkzeuges bzw. der Kapillare nimmt die Strangaufweitung ab (Abb. 3.10). Bei größerer Länge ist auch die entsprechende Verweilzeit in der Kapillare länger, sodass mehr plastische Deformation stattfinden kann, was man als Abbau des „elastischen Gedächtnisses“ interpretiert. [42, 43]

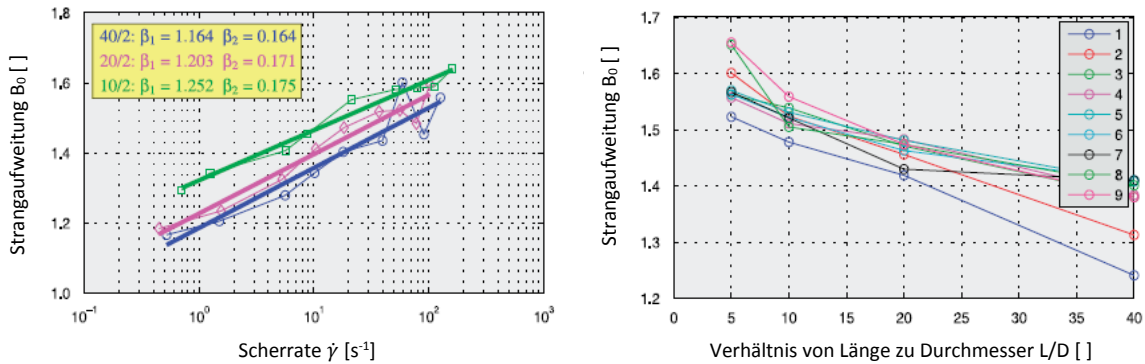


Abbildung 3.10: Zunahme der Strangaufweitung mit steigender Scherrate (links), Abnahme der Strangaufweitung mit steigendem L/D-Verhältnis [34]

Durch das Einströmverhalten der Mischung vom Prüfzylinder in die Kapillare am HKV ergibt sich eine weitere Abhängigkeit der Strangaufweitung. Diese nimmt mit wachsendem Verhältnis von Durchmesser des Prüfzylinders  $D_K$  zu Durchmesser der Kapillare  $D$  anfangs zu und flacht zu größeren Werten des Verhältnisses  $D_K/D$  hin ab (Abb. 3.11). Dies zeigt, dass die Menge der gespeicherten elastischen Energie bis zu einem bestimmten Wert auch vom Durchmesser des Prüfzylinders abhängt und danach nicht mehr von der Wand des Zylinders beeinflusst wird, da sich eine konische Zone von konvergenten Stromlinien ausbildet. Die Strangaufweitung hängt wesentlich von der gespeicherten Energie und damit auch vom Druckabfall beim Einströmen in die Kapillare ab. Der Durchmesser der Kapillare ist ein Parameter für die vorherrschende Schubspannung. Je kleiner  $D$ , desto stärker wird das Material deformiert, wenn es durch die Kapillare gezwungen wird.

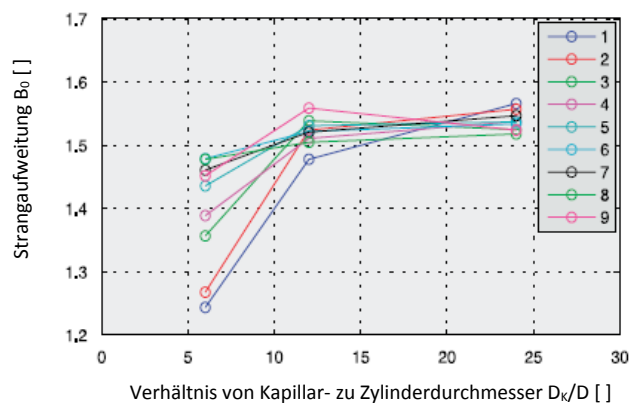


Abbildung 3.11: Abhängigkeit der Strangaufweitung vom Verhältnis der Durchmesser von Kapillare und Prüfzylinder [34]

Die meisten Kautschukmischungen weisen mit steigender Temperatur  $T$  eine sinkende Strangaufweitung auf. Eine eindeutige Temperaturabhängigkeit konnte nicht nachgewiesen werden. [34, 41]

### 3.5.4 Einfluss durch die Mischungszusammensetzung

Allgemein hängt die Strangaufweitung nur sehr schwach von der molekularen Struktur der zu Grunde liegenden Polymere ab. Einen Großteil bestimmt die Interaktion der Polymerketten mit den Füllstoffen der Kautschukmischung. Schlüsselfaktoren sind die Menge, die Größe und die Form der Füllstoffpartikel. [44]

Es zeigt sich, dass die Strangaufweitung mit zunehmendem Füllstoffgehalt abnimmt, da es sich bei den Partikeln des Füllstoffes um Festkörper handelt und diese kaum eine elastische Deformation, die sich nach Austritt aus dem Werkzeug relaxieren könnte, zulassen. Der Füllstoff verringert auch die Mobilität der Polymermoleküle, ebenso ist deren Fähigkeit sich beim Eintritt in Werkzeug oder Kapillare zu dehnen eingeschränkt. [34] Gefüllte Polymere haben bei kleinen Scherraten eine höhere Viskosität als ungefüllte. Dieser Effekt nimmt jedoch mit steigender Scherrate ab, sodass bei hohen Scherraten die Viskosität und die Strangaufweitung von gefüllten und ungefüllten Polymeren ähnlich ist. [44] Einen zusätzlichen Einfluss kann die Kristallinität des Polymers haben. Kristallite verringern ebenfalls die Mobilität des Polymers. [45]

Die Abnahme der Strangaufweitung geschieht schneller, als die mit zunehmendem Füllstoffgehalt ebenfalls zunehmende Viskosität, was an vermehrten Brüchen der Polymerketten während des Mischprozesses liegen kann. Der Füllgrad einer Mischung ist auch für die Temperaturabhängigkeit der Strangaufweitung verantwortlich, wobei diese sehr unterschiedliche Verhalten aufweisen kann.

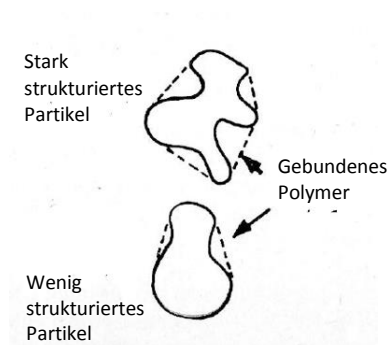


Abbildung 3.12: Oberflächenstruktur und gebundener Kautschuk [21]

Die Strangaufweitung nimmt ebenso mit zunehmender Strukturierung der Oberfläche der Füllstoffpartikel ab. Die stark strukturierten Rußteilchen haben ein höheres Potential während des Mischprozesses Polymerpartikel in Poren zu binden, sodass diese keine elastische Deformation erfahren können (Abbildung 3.12).

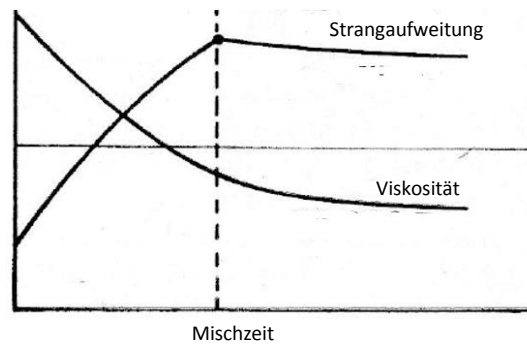


Abbildung 3.13: Strangaufweitung und Viskosität während des Mischprozesses [21]

Beim Mischprozess werden die Einflüsse der Mischungszusammensetzung überlagert und die Strangaufweitung nimmt mit der Mischzeit schnell zu bis sie ein Maximum erreicht und dann langsam wieder ab (Abb. 3.13). Die Zunahme resultiert aus der Dispersion der Füllstoffteilchen aus anfänglich Polymer-bindenden Agglomeraten, die Abnahme aus dem Abbau der Polymerketten. [21]



## 4. Rollerhead-Anlage (RHA)

### 4.1 Allgemeine Beschreibung

Die Rollerhead-Anlage ist eine Kombination von Extruder und Kalandrierung. Die wichtigsten Funktionen des Extruders sind die Homogenisierung (das Verschneiden der einzelnen Mischungspaletten), Erwärmung und Kompression der Kautschukmischung. Die Breitschlitzdüse des Extruders wird dicht in den Walzenspalt des Kalenders geführt, sodass sich kein Rollwulst aufbauen kann (Abbildung 4.1). Das Zusammenwirken der beiden Maschinen wird in der Regel über den Massedruck der Kautschukmischung im Extruder gesteuert. Ein im Spritzkopf installierter Druckaufnehmer misst den Massedruck und der Drucksollwert wird über die Kalandrierdrehzahl konstant gehalten.

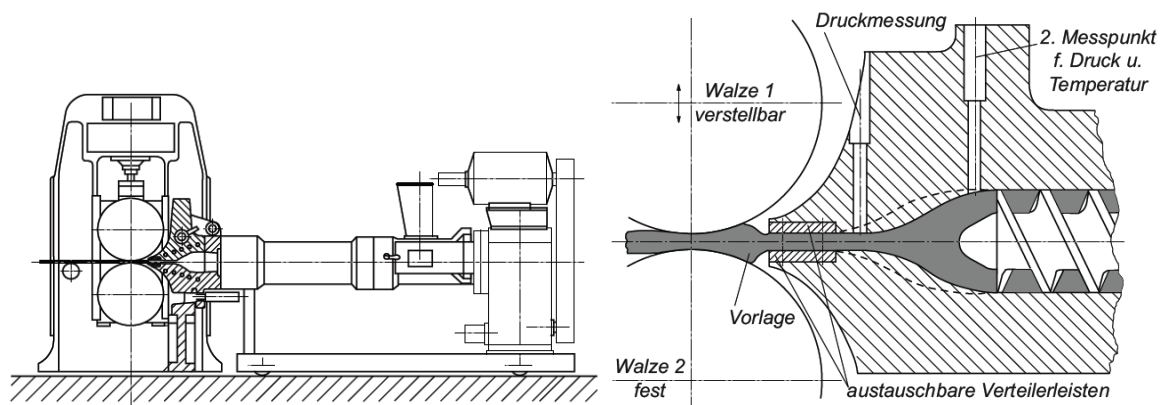


Abbildung 4.1: Anordnung von Extruder und Kalandrierung (links), Extrusion mit Breitschlitzdüse in Walzenspalt (rechts) [1]

Seitliche Führungsbacken im Fließkanal der Breitschlitzdüse ermöglichen die Extrusion variabler Bahnbreiten (Abbildung 4.2). Beim Zweiwalzenkalandrierung können beide Walzen gegeneinander schräg gestellt werden um eine Walzenbombierung zu kompensieren, sodass keine Abweichungen der Erzeugnisdicke über die Bahnbreite auftreten.

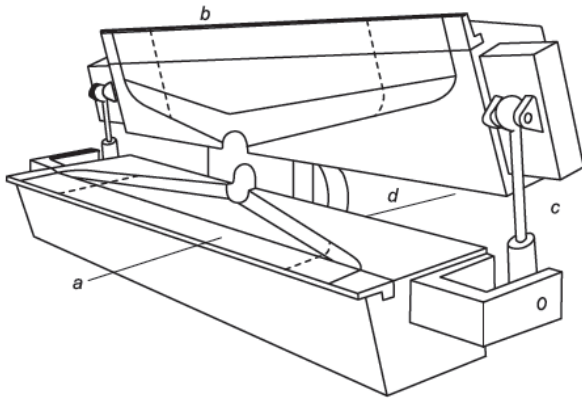


Abbildung 4.2: Breitschlitzdüse: a) Breite durch Führungsbacken veränderbar, b) auswechselbare Lippe, c) Hydraulische Werkzeugöffnung und -verklammerung, d) Extruder

Die Vorteile einer Rollerhead-Anlage gegenüber konventionellen Verfahren wie dem reinen Kalandrieren oder Streichverfahren sind der höhere Durchsatz, geringere Dickentoleranzen und Erhöhung der Festigkeit.

Die in dieser Arbeit betrachtete Rollerhead-Anlage der Firma Berstorff, Hannover, setzt sich aus einem kaltgefütterten Stiftextruder mit einer 200 x 16D-Schnecke und einer Breitschlitzdüse mit 30 mm x max. 1.800 mm, einem 2-Walzen-Kalander mit Breite 2.000 mm und Durchmesser 550 mm sowie einer nachfolgenden Kühleinrichtung zusammen. Die RHA kann mit einer automatischen Dickenregelung betrieben werden, die mit einem Micro-Epsilon Laser-Dickenmessgerät direkt nach dem Kalander und einer induktiven Dickenmessung nach der Kühlstrecke arbeitet.

## 4.2 Automatische Regelung der RHA

### 4.2.1 „Key Process Parameters“ – Kritische Prozessparameter

Der Produktionsprozess an der RHA wird maßgeblich durch die sogenannten „Key Process Parameters“ beeinflusst und gesteuert. In Bezug auf die Erzeugnisdicke in Abhängigkeit von den Mischungseigenschaften sind dies der Druck in der Breitschlitzdüse, der Walzenspalt am Kalander und die Massetemperatur. Die daraus resultierenden und davon abhängigen Größen sind die Extruderdrehzahl, die Kalandergeschwindigkeit, der Volumenstrom und die Scherraten.

Die Vorgabewerte für alle Prozessparameter sind in sogenannten Maschineneinstellblättern festgehalten und beschreiben den optimalen Wertebereich hinsichtlich Durchsatz und Erzeugnisqualität bei vorgegebener Erzeugnisdicke für die jeweilige Mischung. Beim Anfahren der RHA laut Arbeitsanweisung müssen die vorgegebene Extruderdrehzahl und der vorgegebene Massedruck eingestellt werden, woraus sich Kalandergeschwindigkeit bei vorgegebener Erzeugnisdicke (Dickenantrag) ergibt.

Während des laufenden Produktionsprozesses werden bei Abweichungen vom Dickenantrag die Prozessparameter durch automatische Regelsysteme oder den Maschinenführer angepasst.

#### **4.2.2 Regelung der Liniengeschwindigkeit**

Die Drehzahl des Extruders wird vom Maschinenführer anhand des im Einstellblat vorgegebenen Wertes eingestellt. Am Extruder wird der Druck im Spritzkopf gemessen, dieser ist die Regelgröße und wird konstant gehalten. Damit der Druck konstant bleibt, passt die Regelung automatisch die Geschwindigkeit der Kalandерwalzen an. Um Druckanstiege zu kompensieren, wird die Walzengeschwindigkeit erhöht, um einen Druckabfall auszugleichen, wird die Drehzahl der Kalandерwalzen vermindert.

#### **4.2.3 Automatische Dickenregelung**

##### **4.2.3.1 Regelkreis**

Die automatische Dickenregelung der RHA (Abb. 4.3) wird bei Bahnlängen ab 200 m eingesetzt. Die Regelung der Erzeugnisdicke erfolgt durch eine Anpassung des Walzenspalts. Gemessene Eingangsgrößen sind der Dickenwert des Lasermesssystems direkt nach dem Kalandер („Istdicke heiß“), das die noch warme Bahn vermisst, und die Dickenwerte des induktiven Messsystems nach der Kühlstrecke („Istdicke kalt“). Die Regelgröße des Systems ist „Istdicke kalt“. Die Regelung ist darauf ausgelegt, den Walzenspalt so einzustellen, dass die „Solldicke kalt“ am induktiven Messsystem erhalten wird. Dazu erfolgt zweimal ein Vergleich von Istdicke und Solldicke entlang der Linie. Es sind dies die Dicke der warmen Bahn (Regelung Heißseite) und der kalten Bahn (Regelung Kaltseite).

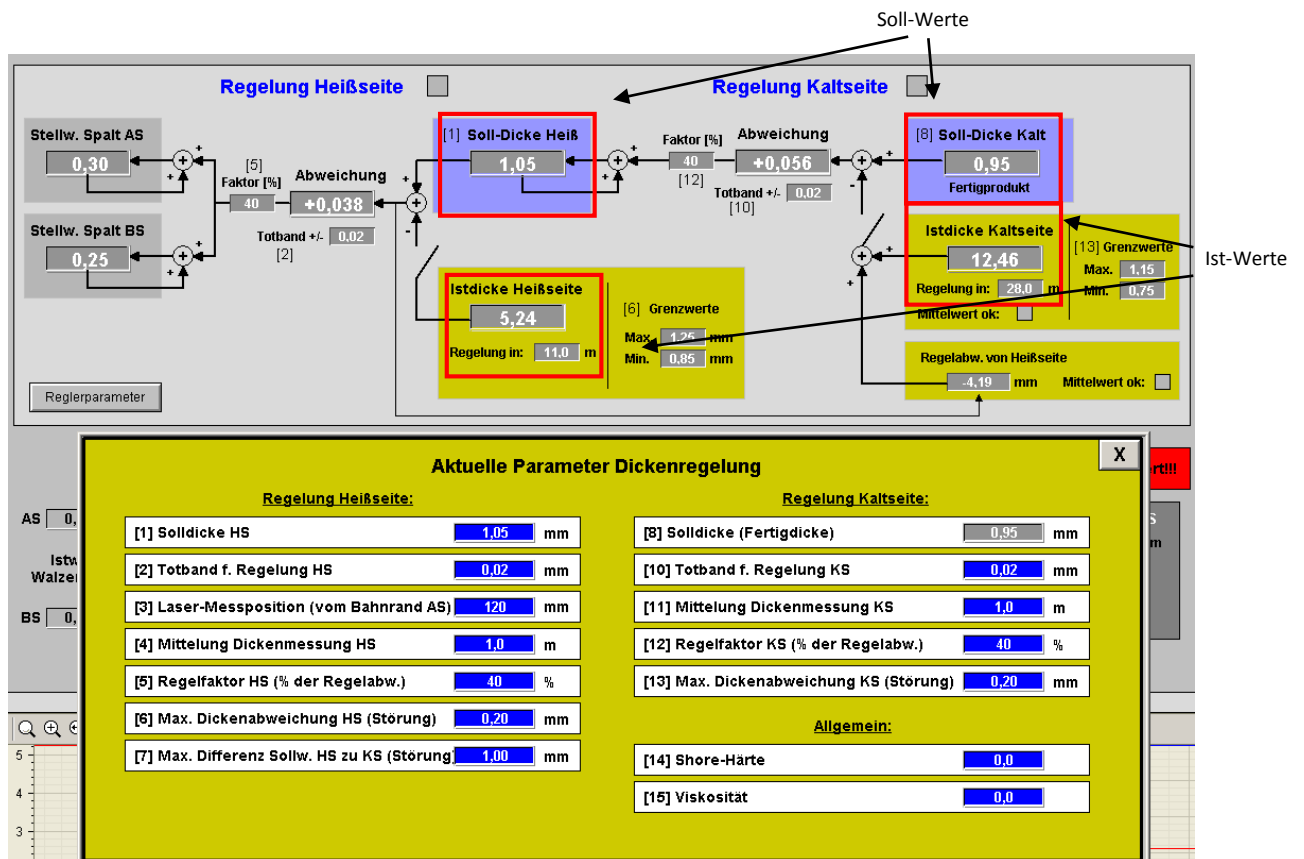


Abbildung 4.3: Regelkreis und Parameter der automatischen Dickenregelung

Der erste Abgleich erfolgt an der warmen Bahn. Hierbei wird die mit dem Lasermesssystem ermittelte „Istdicke hei“ mit der „Solldicke hei“ verglichen. Die „Solldicke hei“ ist beim Anfahren der Linie ein vorgegebener Startwert, der jedoch whrend der Produktion von der Regelung gendert werden kann.

Durch das „Totband hei“ wird ein Abmessungsbereich definiert, in dem das Kriterium „Istdicke hei“ = „Solldicke hei“ als erfllt angesehen wird und deshalb keine Vernderungen des Walzenspalt bewirkt. Das „Totband hei“ entspricht somit einem Toleranzbereich fr die „Istdicke hei“. Liegt die „Istdicke hei“ auerhalb des „Totbandes hei“, verndert die Regelung den Walzenspalt. Das Ausma der Walzenspaltnderung wird durch den „Regelfaktor HS“ definiert. Der „Regelfaktor HS“ ist eine prozentuelle Gre zwischen 0 und 100%, die in die Berechnung des Verstellmaes des Walzenspalt einfliet. Hierbei wird die Abweichung von „Solldicke hei“ zu „Istdicke hei“ errechnet und mit dem „Regelfaktor HS“ multipliziert. Der erhaltene Wert ist jener, um den der Walzenspalt verstellt wird. Durch den „Regelfaktor HS“ soll einerseits ein berschwingen des Systems vermieden werden, andererseits soll der Nichtlinearitt von Walzenspalt und Bahndicke entsprochen werden.

Der zweite Vergleich von vorgegebener Bahndicke und gemessener Bahndicke erfolgt an der kalten Bahn. Dazu wird die mittels induktivem Messsystem ermittelte Bahndicke mit der „Solldicke kalt“ verglichen. Durch das „Totband kalt“ ist ein Abmessungsbereich („Toleranz“) für den gemessenen Wert der Bahndicke (Ist-Bahndicke kalt) definiert, mit dem die Bedingung „Istdicke kalt“ = „Solldicke kalt“ als erfüllt gilt. Wenn diese Bedingung neu erfüllt wird, wird die „Solldicke heiß“ auf den aktuellen Wert der „Istdicke heiß“, der zu der aktuell gemessenen „Istdicke kalt“ geführt hat, gesetzt. Solange die Bedingung „Istdicke kalt“ = „Solldicke kalt“ erfüllt ist, wird der Walzenspalt nicht von der Regelung Kaltseite verändert. Wenn die Bedingung „Solldicke kalt“ = „Istdicke kalt“ nicht zutrifft, wird der Walzenspalt der Kalandervalzen verändert. Das Ausmaß der Änderung kann durch den „Regelfaktor KS“ beeinflusst werden. Der „Regelfaktor KS“ ist eine prozentuelle Größe zwischen 0 und 100%. Mit dem „Regelfaktor KS“ wird die Differenz zwischen „Istdicke kalt“ und „Solldicke kalt“ multipliziert und der Walzenspalt um den erhaltenen Wert verändert.

#### **4.2.3.2 Laser-Dickenmessung**

Die Dickenmessung auf der Heißseite erfolgt direkt nach dem Kalandrierer mit einem Micro-Epsilon thicknessCONTROL TTP 8305 Profilometer, einem System für die berührungslose Inline-Dickenmessung für Kautschukbahnen (Abb. 4.4). Dieses Messsystem liefert eine grundlegende Eingangsgröße für die automatische Dickenregelung. Eine korrekte Funktion ist somit durch regelmäßige Wartung und Kalibrierung sicherzustellen.

Das Messverfahren der Anlage basiert auf einer Kombinations-Messanordnung, bestehend aus zwei Lasersensoren und zwei Wirbelstromsensoren, die auf einem traversierenden Messschlitten montiert sind. Hierbei detektiert der Wirbelstromsensor den Spalt  $d_E$  zwischen der Oberkante des Wirbelstromsensors und der Referenzfläche. Die gegenüberliegend angeordneten Lasersensoren messen den Abstand  $d_L$  zur Kautschukbahn. Der Abstand zwischen Lasersensor und Wirbelstromsensor bzw. Lasersensor und Referenzfläche ist konstant. Durch Differenzbildung der Signale  $d_E$  und  $d_L$  kann so die Bahndicke  $d_D = f(d_E, d_L)$  ermittelt werden. [46]

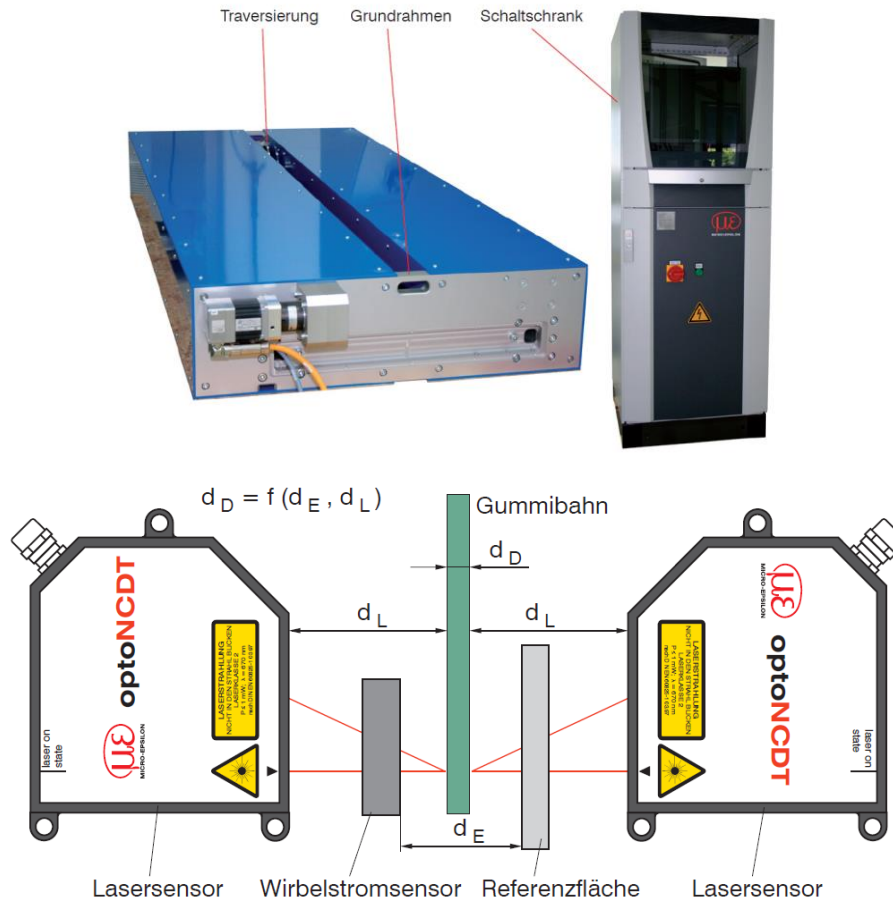


Abbildung 4.4: Komplettsicht der Laser-Dickenmessung (oben), Sensoranordnung (unten)

#### 4.2.3.3 Induktive Dickenmessung

Das Messsystem auf der Kaltseite besteht aus 5 induktiven Sensoren, die über der Bahnbreite angebracht sind (Abb. 4.5). Die Rollen der induktiven Wegaufnehmer laufen auf der Kautschukbahn. Eine Dickenänderung der Bahn bewirkt eine Bewegung des Sensorkopfes und dadurch eine Veränderung der Induktivität der Messspulen, die gemessen wird.

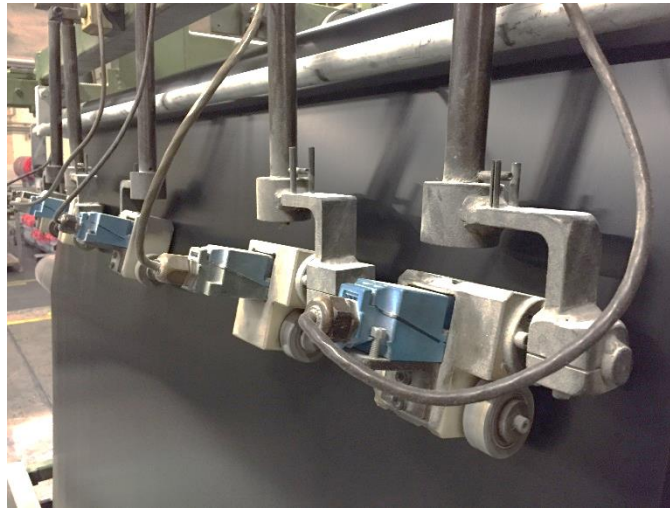


Abbildung 4.5: Induktive Sensoren

Die Sensoren werden bei Stillstand der erzeugten Kautschukbahn angehoben um ein Anhaften an dieser zu vermeiden. Ebenso werden diese angehoben, wenn ein Mischungswechsel stattfindet. Nach dem Kalandrieren werden die Bahnen aus alter und neuer Mischung verbunden, sodass die letzte Rolle der alten Mischung zu Ende gefahren werden kann. Diese Verbindungsstelle wird durch Folie gekennzeichnet. Damit sich die Folie nicht in den Sensoren verfangen kann, werden diese von der Bahn abgehoben. Durch das Entfernen und Wiederaufsetzen der Sensoren wird deren Messwert verändert, er stimmt nicht mehr mit der tatsächlichen Bahndicke überein. Der Maschinenführer muss die Dicke per Hand mit einem Caliper messen und einen Korrekturfaktor für die induktive Messung angeben (Abb. 4.6). Der Korrekturfaktor ist die Differenz des Messwerts der Sensoren nach dem Wiederaufsetzen zur tatsächlichen Bahndicke.

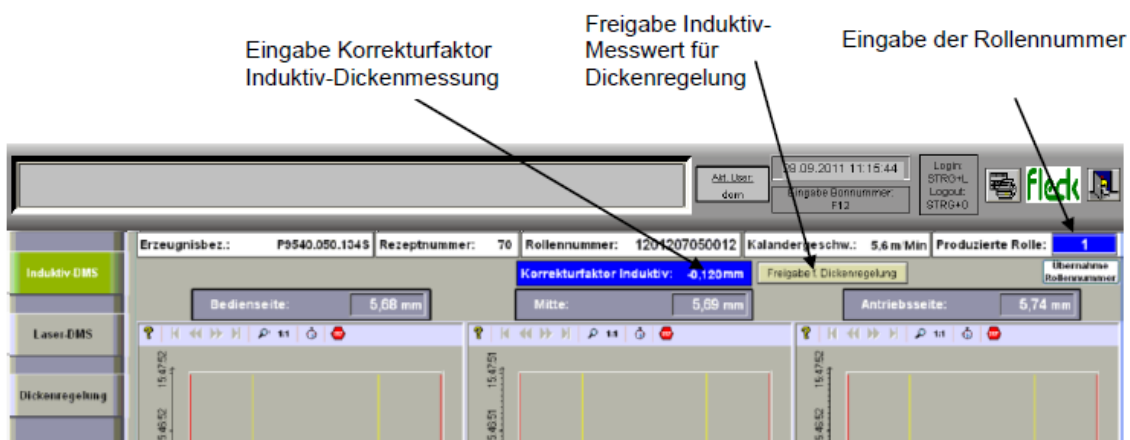


Abbildung 4.6: Eingabe des Korrekturfaktors für die induktive Dickenmessung

#### 4.2.3.4 Berechnung des Walzenspaltes

Die Messung des Walzenspaltes erfolgt primär durch die Lineargeber an der unteren Kalandervalze. Zusätzlich wird die Bewegung der oberen Kalandervalze durch Lasersensoren erfasst und bei der Berechnung berücksichtigt. Die Wärmeausdehnung der Kalandervalzen wird durch zwei berührungslose Infrarotsensoren erfasst und ebenfalls in die Berechnung einbezogen. Je nach aktueller Temperatur wird der entsprechende Korrekturwert zur Berechnung verwendet (Abb. 4.7).

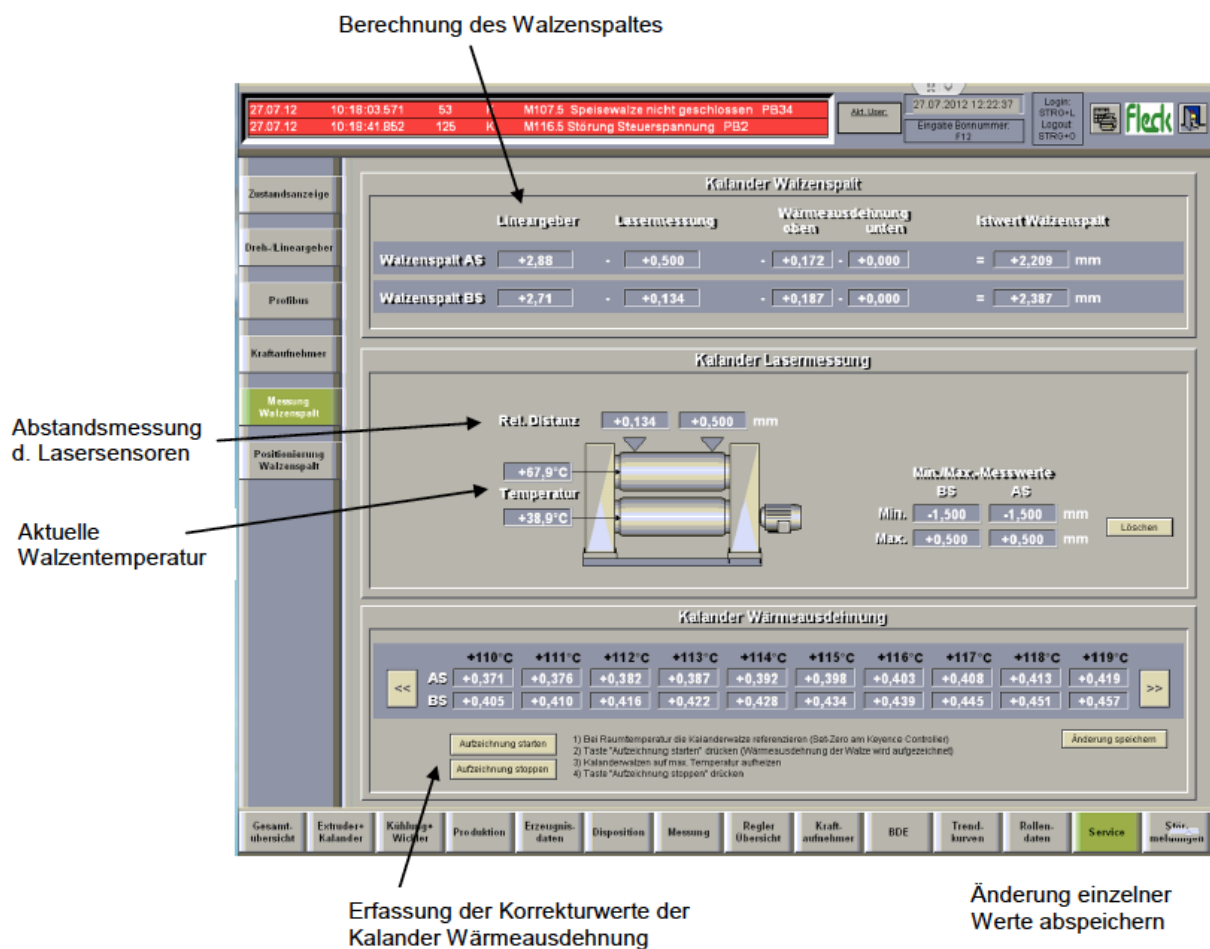


Abbildung 4.7: Messung und Berechnung des Walzenspaltes

#### 4.3 Volumenstromerhaltung

Für alle Bereiche der Anlage, und somit auch für die Grenzfläche zwischen Extruder und Kalandervorrichtung, gilt die Erhaltung des Volumenstromes  $\dot{Q}$ , welcher konsequenterweise aus einem Massenerhaltungsgesetz folgen muss. Durch diese



Konsistenz, sowie die bekannten Prozessparameter und Materialkennwerte, ist es möglich das Verarbeitungsverhalten der Mischungen in Extruder und Kalandrierformal zu beschreiben und Verhältnismäßigkeiten zu erkennen, die aus den viskoelastischen Eigenschaften resultieren.

Es gilt:

$$\dot{Q}_{Extruder}(n, \Delta p, \eta) = \dot{Q}_{Kalandrier}(h_0, v_0) \quad (4.1)$$

Die jeweiligen Beziehungen für die Volumenströme werden in 4.4. und 4.5. hergeleitet, diese werden in weiterer Folge in dem in 5.3 beschriebenen Programm zur Auswertung der Prozessparameter und Materialkennwerte implementiert und zur Analyse der Einflüsse im Verarbeitungsverhalten genutzt.

## 4.4 Extruder

### 4.4.1 Stiftextruder

Der Extruder ist eine Schneckenmaschine zur kontinuierlichen Herstellung von Kautschukhalbzeugen. Seine Aufgaben im Betrieb sind Fördern, Verdichten, Erwärmen, Plastifizieren, Homogenisieren, Mischen und Ausformen. Im Wesentlichen besteht der Extruder aus einem temperierbaren Zylinder und einer darin rotierenden Schnecke. Zur Verbesserung der Misch- und Homogenisierungseigenschaften wurde ein Extrudertyp entwickelt, bei dem im Zylinder fest stehende Stifte in den Schneckenkanal hineinragen. (Abbildung 4.8) Im Bereich der Stifte ist der Schneckensteg unterbrochen. Die Stifte wirken als Verdrehhemmung am Zylinder und damit ausstoßsteigernd. Die laminaren Strömungsschichten werden in viele Teilströme aufgelöst und hinter den Stiften wieder zusammengeführt, was zu einem Materialaustausch zwischen den Schichten führt. [1, 47]

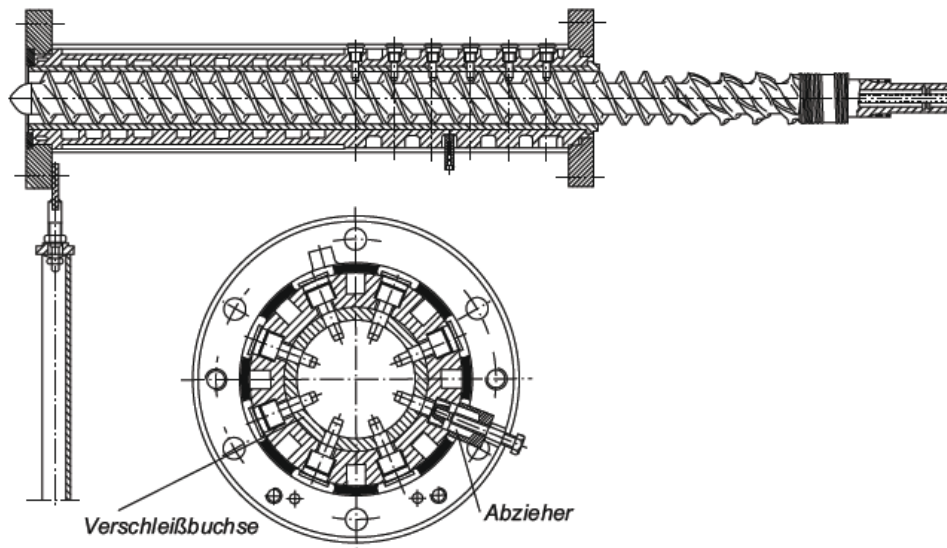


Abbildung 4.8: Stiftzylinder des Extruders[1]

Nachdem die Kautschukmischung in einen hinreichend fließfähigen Zustand gebracht wurde – dies geschieht durch Wärmezufuhr (Wärmeleitung) und Umsetzen mechanischer Antriebsleistung in Wärme (Wärmedissipation) – gilt es, das Förderverhalten zu betrachten. [1]

#### 4.4.2 Förderverhalten

In der Einzugszone des Extruders wird die Kautschukmischung von der Schnecke erfasst, verdichtet und den nachfolgenden Schneckenzonen zugeführt. Das Förderverhalten in der Einzugszone wird unter anderem von Viskosität und Elastizität der Kautschukmischung, der Schneckendrehzahl, der Temperatur und dem Druck beeinflusst. [1]

Für die Modellbetrachtung der sogenannten Austragszone dient das Rinnen- oder Zweiplatten-Modell. Die Schneckenkanäle (Abbildung 4.9) werden darin als abgewinkelte, feststehende, ebene Rinne betrachtet, über die mit der Umfangsgeschwindigkeit  $v_0$  der Schnecke die Zylinderwand als ebene Platte unter dem Gangsteigungswinkel der Schneckenstege darüber hinweg bewegt wird (Abbildung 4.10). [1, 48]

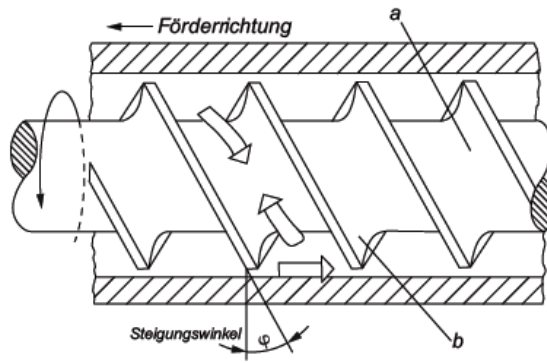


Abbildung 4.9: Schneckenkanal, a) „aktive“ Schneckenflanke, b) „passive“ Schneckenflanke [1]

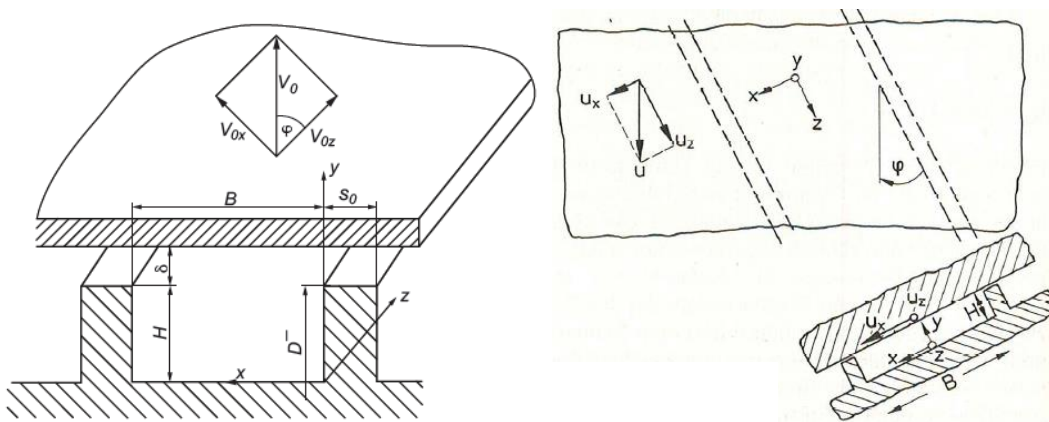


Abbildung 4.10: links: Geometrie des Schneckenkanals [1], rechts: Koordinatensystem des abgewickelten Schneckenkanals [49]

Unter folgenden Voraussetzungen lässt sich die Strömung im Schneckenkanal aus den Beziehungen der Strömung zwischen zwei Platten herleiten.

- Die Strömung ist isotherm, Wärmeleitungs- und Dissipationseffekte auf die Mischungstemperatur und damit auf die Viskosität werden vernachlässigt.
- Die Strömung ist stationär und hydrodynamisch voll ausgebildet.
- Die Kautschukmischung hat eine endliche Viskosität, da nur dann Scherkräfte übertragen werden können.
- Die zu fördernde Masse haftet an den Zylinder-/Schneckenoberflächen.
- Die Strömung im Schneckenkanal wird als eindimensional angesehen, Effekte infolge endlicher Kanalbreite werden durch Korrekturfaktoren berücksichtigt.

Der Volumenstrom eines Schneckenganges wird durch die Integration des Geschwindigkeitsfeldes über den Kanalquerschnitt berechnet:

$$\dot{Q} = BH \int_0^B \int_0^H v_z(x, y) dy dx \quad (4.2)$$

Man erhält für den Volumenstrom  $\dot{Q}$  einer mehrgängigen Schnecke in Abhängigkeit von Schneckendrehzahl  $n$ , Druck  $\Delta p$ , Viskosität  $\eta$  und Schneckengeometrie:

$$\dot{Q} = \alpha n - \beta \frac{\Delta p}{\bar{\eta}} \quad (4.3)$$

Die Geometriefaktoren

$$\alpha = \frac{\pi^2 D^2 H \sin \varphi \cos \varphi}{2} \left[ 1 - 2 \frac{\delta}{D} - \frac{s_0 m_0}{\pi D \sin \varphi} \right] \left[ 1 - \frac{\delta}{H} \right]^2 \left[ 1 - 0,5 \frac{H}{B} \right] \quad (4.4)$$

und

$$\beta = \frac{\pi D H^3 \sin^2 \varphi}{12L} \left[ 1 - 2 \frac{\delta}{D} - \frac{s_0 m_0}{\pi D \sin \varphi} \right] \left[ 1 + \left( \frac{\delta}{H} \right)^3 \frac{B}{s_0 \sin \varphi \cos \varphi} \right] \left[ 1 - 0,6 \frac{H}{B} \right] \quad (4.5)$$

mit Schneckendurchmesser  $D$ , Gangtiefe  $H$  und Gangsteigungswinkel  $\varphi$ , sowie Stegbreite  $s_0$  und Gangzahl  $m_0$  berücksichtigen Leckströmungen durch den Spalt  $\delta$  zwischen Schneckensteg und Zylinderwand mit den Termen  $\left[ 1 - \frac{\delta}{H} \right]^2$  für die Schlepplströmung und  $\left[ 1 + \left( \frac{\delta}{H} \right)^3 \frac{B}{s_0 \sin \varphi \cos \varphi} \right]$  für die Druckströmung.

Kautschukextruder sind in der Regel nicht eingängig, daher erhält man die Kanalbreite  $B$  unter Berücksichtigung mehrerer paralleler Gänge  $m_0$  und endlicher Stegbreite zu

$$B = \frac{\pi(D - 2\delta) \sin \varphi}{m_0} - s_0 \quad (4.6)$$

Aufgrund dieser endlichen Fließkanalbreite  $B$  liegt keine eindimensionale Zweiplattenströmung, sondern eine zweidimensionale Kanalströmung vor. Daraus ergeben sich Durchsatzminderungen, die näherungsweise durch die Faktoren  $\left[ 1 - 0,5 \frac{H}{B} \right]$  für die Schlepplströmung und  $\left[ 1 - 0,6 \frac{H}{B} \right]$  für die Druckströmung berücksichtigt werden [50].

Für die mittlere Viskosität  $\bar{\eta}$  in Gleichung 4.3 kann näherungsweise

$$\bar{\eta} = \frac{\eta}{2465} \left( \frac{H}{\pi D n} \right)^{\frac{2}{3}} [bar \cdot s] \quad (4.7)$$

gesetzt werden, mit der gemessenen scheinbaren Viskosität  $\eta$  bei einer scheinbaren Scherrate von  $\dot{\gamma}_{ap} = 329 \text{ s}^{-1}$ .

Mit dem freien Schneckenvolumen

$$V \approx \frac{HL}{\sin \varphi} [\pi(D - H) \sin \varphi - m_0 s_0] \quad (4.8)$$

lässt sich die mittlere Verweilzeit  $t$  der Kautschukmischung im Extruder berechnen zu

$$\bar{t} = \frac{V}{\dot{Q}} \approx \frac{HL}{\dot{Q} \sin \varphi} [\pi(D - H) \sin \varphi - m_0 s_0] \quad (4.9)$$

### 4.4.3 Scherrate

Im Rinnenmodell von Rauwendaal [48] wird eine über die Kanalhöhe konstante Scherrate in Richtung der Schneckenachse (z-Richtung) angenommen und die Komponenten in x- und y-Richtung vernachlässigt [49]:

$$\dot{\gamma} = \frac{v_z}{H} = \frac{\pi D n \cos \varphi}{H} \quad (4.10)$$

Der Volumenstrom  $\dot{Q}$  hängt direkt zwar nur von der z-Komponente des Geschwindigkeitsfeldes ab, da dieser jedoch ebenso von der Viskosität und diese wiederum von der Scherrate abhängt, sind indirekt auch die Strömungsgeschwindigkeiten in x- und y-Richtung von Bedeutung. Für deren näherungsweise Berechnung kommt das Zwei-Platten-Modell zum Einsatz, in welchem der Einfluss der Schneckenflanken zu vernachlässigen ist. [49]

Die x- und z-Komponente des Scherratenfeldes werden berechnet zu

$$\dot{\gamma}_x(y) = 6 \frac{v_x}{H^2} y - 2 \frac{v_x}{H} \quad (4.11)$$

und

$$\dot{\gamma}_z(y) = \frac{v_z}{H} + \frac{v_z}{H} \left[ \frac{1}{2} - \frac{\dot{Q}}{v_z B H} \right] \left[ 12 \frac{y}{H} - 6 \right] \quad (4.12)$$

Die vektorielle Summe dieser beiden Anteile

$$\dot{\gamma}(y) = \sqrt{\dot{\gamma}_x^2(y) + \dot{\gamma}_z^2(y)} \quad (4.13)$$

stellt die resultierende Scherrate dar.

#### 4.4.4 Maschinenbedingte Strangaufweitung $B_{0M}$

Nach Verlassen der Breitschlitzdüse findet eine von der Fließgeschichte abhängige Rückdeformation statt. Die Kautschukmischung, die eine viskoelastische Flüssigkeit ist, besitzt ein „elastisches Gedächtnis“. Die tatsächliche Extrudatgeometrie nach Verlassen der Düse hängt von den viskoelastischen Eigenschaften der Mischung sowie der Fließ- bzw. Schergeschichte ab und weicht mit zunehmender maschinenbedingter Strangaufweitung  $B_{0M}$  umso stärker von der Düsengeometrie ab. [1]

### 4.5 Kalandrieren

Unter Kalandrieren wird das Ausformen erwärmter fließfähiger Kautschukmischungen in den Spalten von zwei oder mehr Walzen zu endlosen Bahnen verstanden. [1]

#### 4.5.1 Geschwindigkeitsprofil der Strömungsvorgänge im Walzenspalt

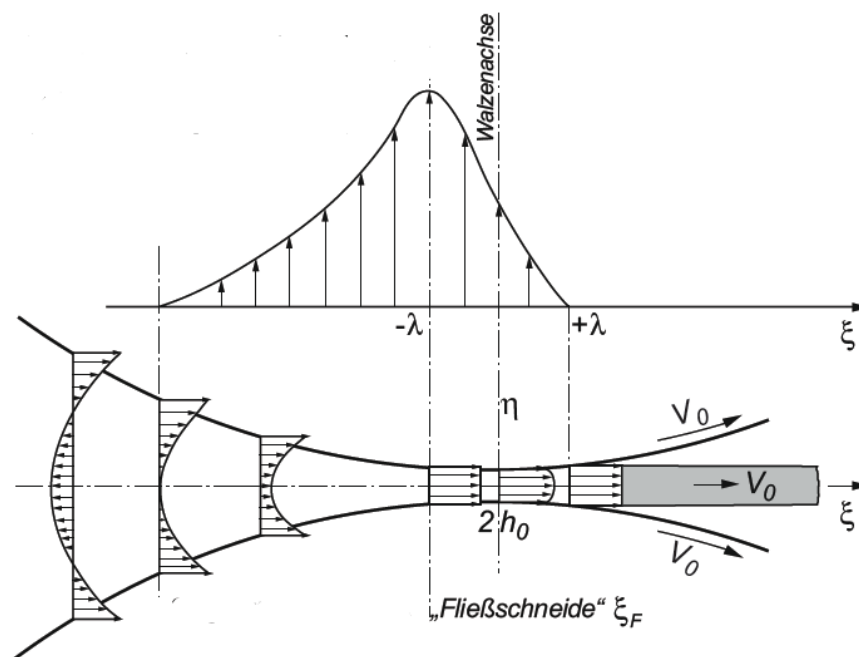


Abbildung 4.11: Geschwindigkeitsprofil im Kalandrier-Walzenspalt [1]

In Abb. 4.11 ist das Geschwindigkeitsprofil der Kautschukmischung zwischen den Kalandrierwalzen rund um den engsten Walzenspalt, der als Koordinatenursprung in der Walzenachse dient, dargestellt. Links vom engsten Walzenspalt geht die konkave Fließfront in eine konvexe Form rechts davon über. An der Fließschneide  $-\lambda = -\frac{x_F}{\sqrt{Dh_0}}$ ,

wo auch der Massedruck ein Maximum besitzt, und an der Abgangskordinate  $+\lambda = +\frac{x_A}{\sqrt{Dh_0}}$ , wohin der Druck zu 0 abfällt, liegen ebene Fließfronten vor. Der Druckgradient zwischen  $-\lambda$  und  $+\lambda$  bewirkt das konvexe Geschwindigkeitsprofil und damit ein Überfahren des engsten Walzenspaltes. So ist die kalandrierte Platte auch ohne elastische Effekte („Kalandereffekt“) stets dicker als der engste Walzenspalt.

Das Verhältnis von engstem Walzenspalt  $2h_0$  und Bahndicke  $2h^*$  ergibt sich mit der Abgangskordinate  $\lambda$  und der maschinenbedingten Strangaufweitung  $B_{0M}$  näherungsweise zu

$$2h_0 = \frac{2h^*}{\sqrt{B_{0M}(1 + \lambda^2)}} \quad (4.14)$$

Ausgehend von der Fließschneide  $-\lambda$  im Zulaufbereich wird die platifizierte Kautschukmischung im Vorlagebereich, die nicht sofort eingezogen werden kann, zurückgeworfen und bildet einen charakteristischen Knetwirbel. [1]

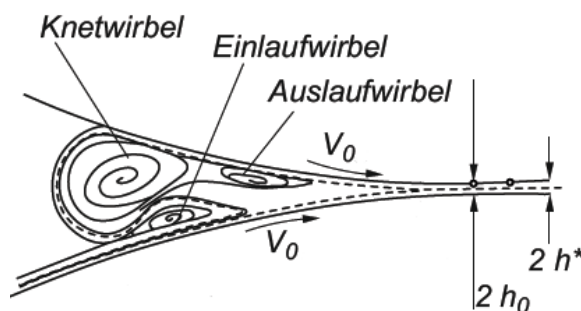


Abbildung 2.32: Wirbelbildung im Vorlagebereich des Walzenspaltes [1]

#### 4.5.2 Kalandereffekt

Elastische Erholung und Spannungsrelaxation als Folge der viskoelastischen Eigenschaften der Kautschukmischungen spielen eine wichtige Rolle in deren Verarbeitungsverhalten am Kalandrierer und damit auch für die endgültige Bahndicke  $2h^*$ .

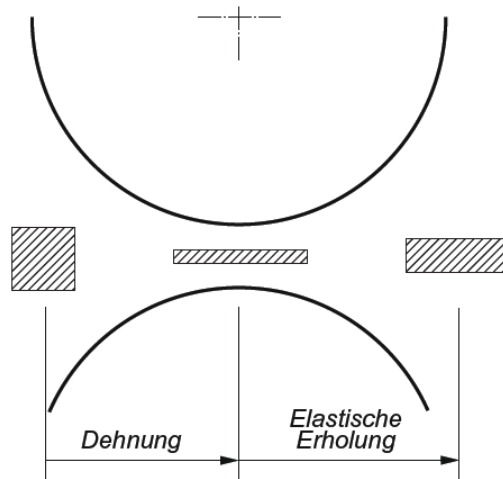


Abbildung 4.13: Molekülorientierung im Walzenspalt [1]

Bei der Verformung im Walzenspalt des Kalanders wird durch Molekülorientierung (Abb.4.13) in der Bahn eine Spannung aufgebaut. Die Makromoleküle werden orientiert und haben nach Spannungsentlastung das Bestreben, wieder in die ungeordnete Ausgangslage zurückzukehren (elastische Erholung). [1]

#### 4.5.3 Durchsatzverhalten

Bei der Betrachtung des Durchsatzverhaltens ist zu beachten, dass an der Position des engsten Walzenspaltes  $2h_0$  eine Druckströmung vorliegt und dieser dadurch überfahren wird. Durch das vorliegende Strömungsprofil, fließt die Mischung also in der Mitte des Spaltes schneller als mit  $v_0$ , der Umfangsgeschwindigkeit der Walzen. Nach einer Strecke  $\lambda$  liegt wieder eine ebene Fließfront vor und die gesamte Bahn bewegt sich mit  $v_0$ . Die Dicke der Bahn hat sich auf  $2h^*$  vergrößert.

Nach Integration des Geschwindigkeitsprofils  $v_x$  über die Höhe des Walzenspalts erhält man den Volumenstrom  $\dot{Q}$  zu

$$\dot{Q} = \int_{-h_0}^{+h_0} v_x(x=0, y) dy = 2h_0 v_0 b (1 + \lambda^2) = 2h^* v_0 b \quad (4.15)$$

Dieser setzt sich aus Schleppestromungsanteil  $2h_0 b v_0$  und einem Druckströmungsanteil  $2h_0 b v_0 \lambda^2$  zusammen. [1]



So ergibt sich der Volumenstrom im Kalandrierwerk als Produkt aus der Umfangsgeschwindigkeit der Walzen und dem Querschnitt der kalandrierten Bahn. Der Querschnitt selbst errechnet sich aus der Erzeugnisdicke, welche direkt nach dem Kalandrierwerk mit der Laserdickenmessung bestimmt werden kann und der Breite der Bahn. Wobei die endgültige Breite des Erzeugnisses fest eingestellt wird und die Randstreifen abgetrennt werden. Die Breite der so abgeschnittenen Randstreifen wird an der bestehenden Anlage nicht erfasst, darum wurde eine zusätzliche optische Messeinrichtung aufgebaut, sodass nun der Volumenstrom am Kalandrierwerk exakt bestimmt werden kann (siehe 5.2).

#### 4.5.4 Walzendurchbiegung

Durch die auf Kalandrierwalzen wirkenden Spaltlasten werden diese so stark verbogen, dass daraus Maßabweichungen in den erzeugten Kautschukbahnen resultieren. Das Dickenprofil der kalandrierten Bahn entspricht dann qualitativ dem Profil des aufgeweiteten Walzenspalts. Zum Ausgleich der Durchbiegung kann eine Walze gegen die andere schräg gestellt werden (Abbildung 4.14).

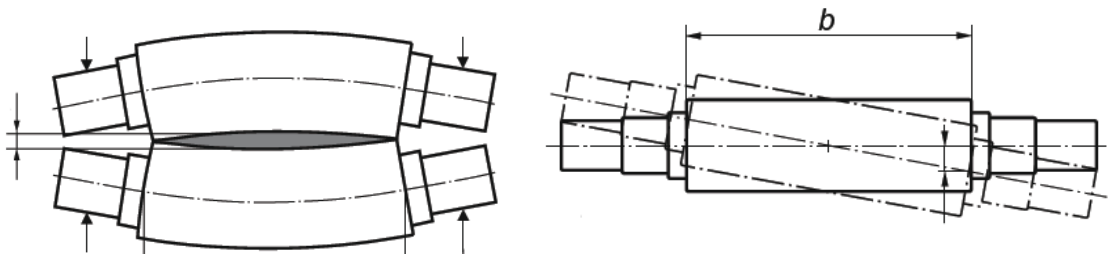


Abbildung 4.14: Durchbiegung (links) und Schrägstellung (rechts) der Walzen [1]

## 5. Werkstoffe und angewendete Prüfmethodik (Neuentwickelte Methoden für Materialcharakterisierung und Prozessüberwachung)

### 5.1 Die Swell Tester (DST)

#### 5.1.1 Grundlagen

Die Funktionsweise des im Rahmen dieser Diplomarbeit eigens konstruierten „Die Swell Tester“ basiert auf der Kontinuitätsgleichung für inkompressible Flüssigkeiten. Der Kolben im Prüfzylinder des HKV, in dem sich die Kautschukmischung befindet, wird mit konstanter Geschwindigkeit  $v_K$  bewegt. Die Mischung strömt dadurch bei stationärer Druckdifferenz  $\Delta p$  mit konstanter mittlerer Geschwindigkeit  $v$  durch die Kapillare des HKV. Beim Verlassen der Kapillare relaxiert der Strang instantan und der Querschnitt weitet sich von  $A$  innerhalb der Kapillare zu  $A'$  auf. Dabei verringert sich die mittlere Geschwindigkeit zu  $v'$ .

Es gilt die Massenerhaltung woraus für eine inkompressible Flüssigkeit unmittelbar die Kontinuitätsgleichung für den Volumenstrom in Prüfzylinder, Kapillare und nach Austritt aus der Kapillare des HKV folgt:

$$Av = A'v' \quad (5.1)$$

Dieses Verhältnis der Volumenströme, die sich jeweils als Produkt von Querschnitt Stranggeschwindigkeit schreiben lassen führt direkt zum Ausdruck für die Strangaufweitung:

$$B_0 = \frac{A'}{A} = \frac{v}{v'} \quad (5.2)$$

Nun bieten sich mehrere Möglichkeiten an, die Strangaufweitung zu bestimmen. Erstens durch direkte Messung des Strangquerschnittes  $A'$  nach Austritt aus der Kapillare während der Extrusion, zum Beispiel mit einem Laserscanner, zweitens durch Vermessung des Stranges nach der Extrusion oder drittens durch direkte Messung der Stranggeschwindigkeit  $v'$  nach Austritt aus der Kapillare des HKV.

Für die vorliegende Arbeit wurde letztere Methode gewählt, da sich dieser Messaufbau nach folgenden, zugrunde liegenden Überlegungen, relativ schnell und simpel realisieren

lässt: Die Geschwindigkeit  $v$  hängt von Fließkurve der Mischung und der gemessenen Druckdifferenz  $\Delta p$  in der Kapillare und somit auch von der Kolbengeschwindigkeit  $v_K$  und dem Kapillarenquerschnitt  $A$  ab.

Die Stranggeschwindigkeit  $v'$  nach Austritt kann als eine „Funktion des elastischen Gedächtnisses“ der Mischung angesehen werden.  $v'$  kann durch Messung der Zeit  $t$ , die der Strang zum Durchlaufen einer definierten Strecke  $d$  benötigt, bestimmt werden. [21, 22]

Die Geschwindigkeit  $v'$  nach Austritt des Stranges aus der Kapillare des HKV wird mit dem Die Swell Tester gemessen. Um  $B_0$  bestimmen zu können, muss zusätzlich nur noch die mittlere Geschwindigkeit  $v$  in der Kapillare berechnet werden. Die Berechnung von  $v$  kann nach der Geschwindigkeitsverteilung  $v_r$  in 3.4.3 unter Berücksichtigung einer etwaigen Wandgleitgeschwindigkeit  $v_G$  nach 3.4.7, sofern Gleiten auftritt, zu  $v = v_r - v_G$  erfolgen. Zur Reduktion des experimentellen Aufwands und dessen Komplexität, wird jedoch die Geschwindigkeitsberechnung auf die Kolbengeschwindigkeit  $v_K$  des HKV zurückgeführt, sodass  $v$  nur mehr von den Geometriefaktoren Kolbenradius  $R_K$  und Kapillarenradius  $R$  abhängt:

$$v = v_K \frac{R_K^2}{R^2} \quad (5.3)$$

Die Vorteile dieser Methode zur Bestimmung der Strangaufweitung sind, dass es sich um eine sehr präzise Zeitmessung handelt, dass der Strang nicht durch externe mechanische Kontakte beeinflusst wird und dass kein Schneiden, Wiegen oder Messen der Dichte des Stranges notwendig ist.

### 5.1.2 Aufbau und Funktion des Die Swell Tester

Die Messung der Geschwindigkeit  $v'$  des ausgetretenen Stranges wird mit dem Die Swell Tester (Abbildung 5.1), durchgeführt.

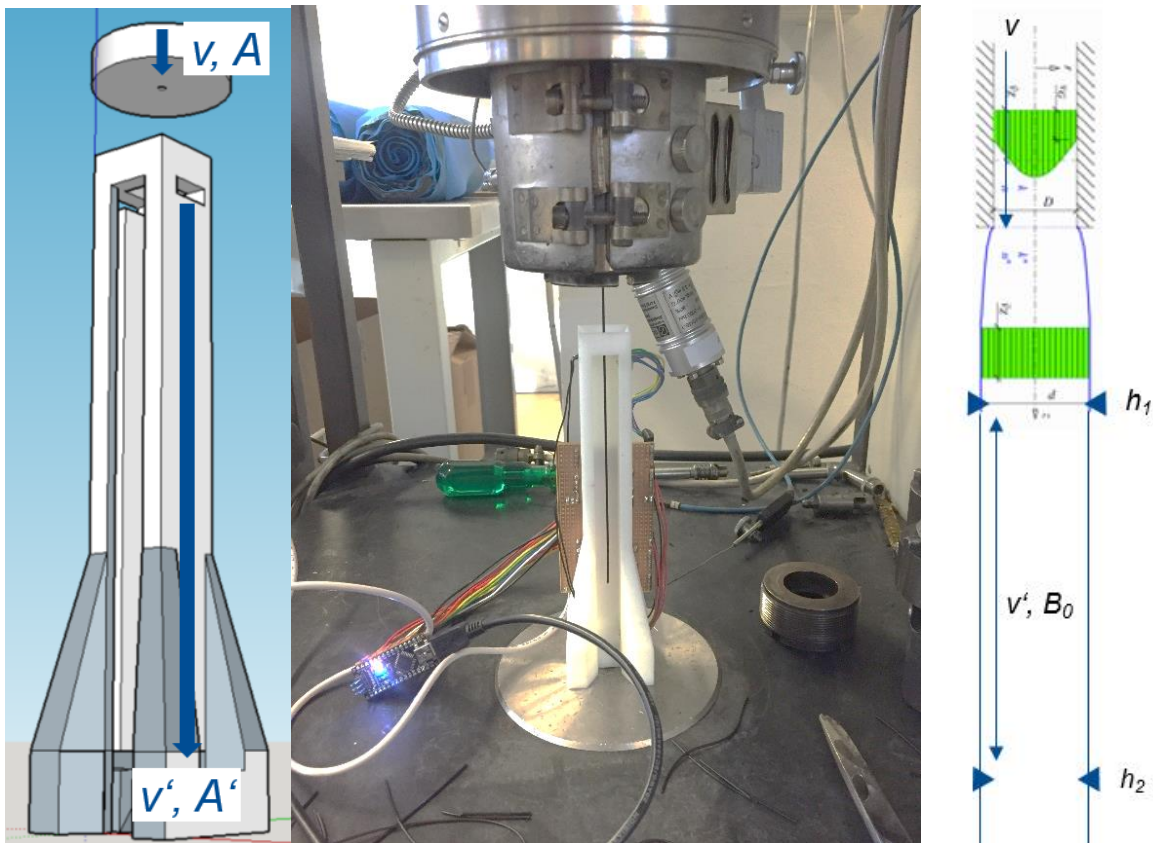


Abbildung 5.1: Die Swell Tester, links: 3D-Modell, Mitte: DST unter HKV, rechts: Messsprinzip

Zu Beachten bei der Konstruktion des Messaufbaus ist die Länge der Strecke  $d$  und deren Entfernung von der Kapillare. Ist die Entfernung zu klein, kann nicht der tatsächliche Wert  $B_0$  ermittelt werden, da die Relaxation zur spontanen Strangaufweitung, welche 80 bis 90 % der gesamten Strangaufweitung ausmacht, vor passieren des ersten Messpunktes noch nicht vollständig abgelaufen ist. Ist die Messstrecke  $d$  zu lang, dehnt sich der Strang unter seinem Eigengewicht. Als praktikabel haben sich eine Entfernung zur Kapillare von rund 50 mm und eine Messstrecke von exakt 150 mm erwiesen. [21, 22, 51]

Um eine möglichst hohe Messgenauigkeit zu erreichen, muss einerseits die Messstrecke  $d$  exakt bekannt sein, andererseits die Zeitmessung möglichst akkurat.

Für die Herstellung der Messstrecke wurde auf die Methode des 3D-Druck zurückgegriffen. Damit kann mit einem fixen Aufbau eine hohe Maßgenauigkeit erzielt werden und keine beweglichen Teile können Messfehler verursachen. Die Messstrecke wurde mit einem 3D-Drucker „Dimension Elite“ [52] aus ABS gedruckt. Dieses Gerät druckt mit einer Schichtstärke von 0,1778 mm und stellt damit die benötigte hohe

Auflösung zur Verfügung, die notwendig ist, um die Maße der Messstrecke von 150 mm aus dem CAD Modell, welches mit „SketchUp“ erstellt wurde, präzise abzubilden. Das Modell selbst wurde mit Rücksicht auf höchste Stabilität bei minimalem Materialverbrauch entworfen. Im Sockel befindet sich ein Einschub für 2 Neodymmagnete, die für zusätzliche Stabilität auf der Grundplatte des HKV sorgen.

Die Zeitmessung erfolgt mit zwei Lichtschranken, die aus Infrarot-LEDs und Phototransistoren aufgebaut sind und von einem Arduino Nano Microcontroller [53] gesteuert werden. Die Lichtschranken bestehen jeweils aus einer IR-LED OSRAM SFH 4243 [54] mit einem Emissionsmaximum bei einer Wellenlänge von 950 nm und 4 Phototransistoren OSRAM SFH 320 [55] mit einer maximalen Empfindlichkeit bei 980 nm. Durch die Verwendung von IR-LEDs ist gewährleistet, dass durch sichtbares Licht in der Umgebung keine Intensitätsschwankungen registriert werden, die die Funktion der Lichtschranke beeinträchtigen. Die Anstiegs- und Abfallzeit des Signals der Phototransistoren liegt bei 6  $\mu$ s. Die Signale werden mit dem Mikrocontroller verarbeitet. Die Taktfrequenz der auf dem Arduino Nano verwendeten Atmega328 CPU beträgt 16 MHz, als Taktgenerator dient ein Schwingquarz mit einer Toleranz von 20 ppm.

Das Programm (Anhang A), das auf dem Mikrocontroller läuft, kalibriert nach jedem Start die Lichtschranken neu und misst dann die Zeit zwischen Auslösung der ersten und zweiten Lichtschranke. Die Lichtschranken lösen bei einem Intensitätsabfall von 1% ausgehend vom Kalibrierungswert aus.

Dank der hohen Genauigkeit bei Fertigung der Messstrecke, des schnellen Ansprechverhaltens der Phototransistoren, der geringen Toleranz im CPU Takt und der hohen Empfindlichkeit der Lichtschranken im IR-Bereich ist eine sehr genaue, reproduzierbare Geschwindigkeitsmessung für  $v'$  möglich.

### **5.1.3 Vergleich des DST mit kommerziell verfügbaren Geräten**

Der Anwendungsfall in Vorversuchen mit dem DST hat gezeigt, dass die Methode ausgezeichnete Vergleichswerte für die untersuchten Mischungen liefert. Es wurde eine externe Vergleichsmessung zur Ermittlung der Strangaufweitung bei der Fa. Göttfert durchgeführt. Dabei kam ein Rheograph 20 von Göttfert mit einem zusätzlichen

Lasermesskopf, welcher den Strangquerschnitt vermisst, zur Messung der Strangaufweitung zum Einsatz [56]. An einer EPDM-Mischung wurden mit einer Kapillare mit einem LD-Verhältnis von 20/1 Messungen bei Göttfert und mit dem DST durchgeführt. Die Ergebnisse stimmen qualitativ überein, lediglich ein mittlerer Skalierungsfaktor von 11% (Standardabweichung 0,75%) muss in den Werten für die Strangaufweitung berücksichtigt werden (siehe Tabelle 5.1 und Abbildung 5.2).

Tabelle 5.1: Vergleich der Strangaufweitungsmessung für verschiedene Scherraten

Scherrate [ $s^{-1}$ ]	120	240	330	500
$B_{0,Laser}$ [%]	7,8	8,1	7,8	7,7
$B_{0,DST}$ [%]	18,3	20,6	19,3	19,0
<b>Skalierungsfaktor</b> $(B_{0,DST}/B_{0,Laser}-1) * 100$ [%]	9,72	11,55	10,75	10,53

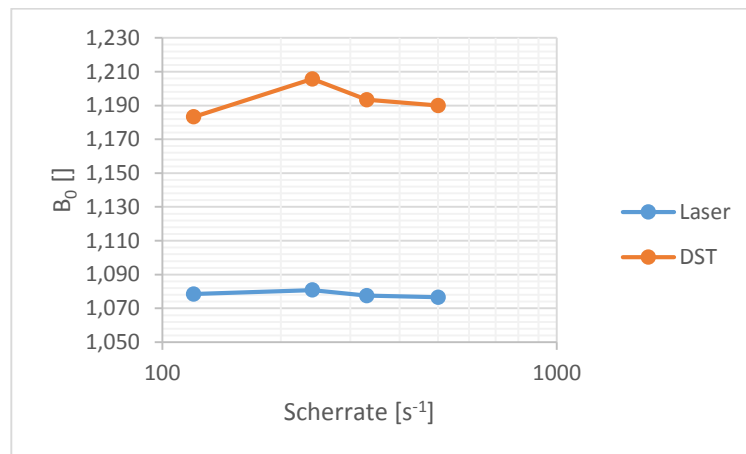


Abbildung 5.2: Vergleich der Strangaufweitungsmessung von Laser und DST

Um eine Änderung des Strangquerschnittes aufgrund einer etwaigen Dehnung durch das eigene Gewicht zwischen den beiden Messpunkten des DST ausschließen zu können, wurde während der Messung der Durchmesser an diesen Punkten mit einer DSLR-Kamera und einem speziell modifizierten Makroobjektiv erfasst und vermessen. Der mittlere Strangdurchmesser  $\bar{d}$  für eine EPDM-Mischung im Vorversuch betrug am oberen Messpunkt durchschnittlich 1,110 mm und am unteren Messpunkt durchschnittlich 1,089 mm (Abb. 5.3).

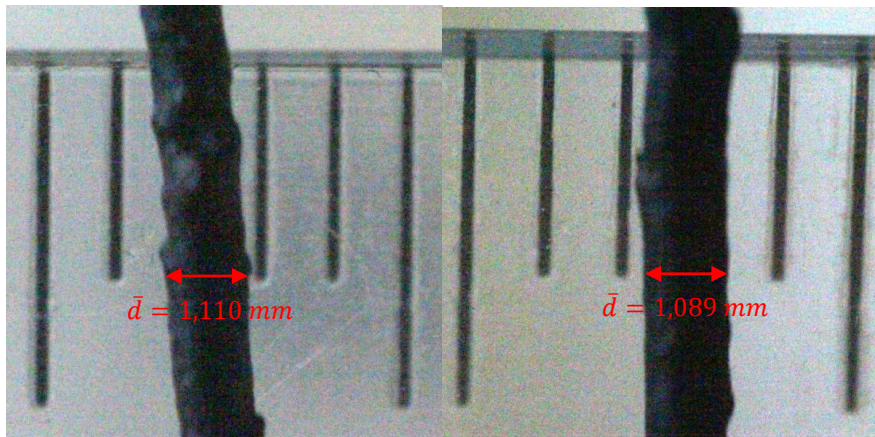


Abbildung 5.3: Mittlerer Strangdurchmesser am oberen Messpunkt (links) und am unteren Messpunkt (rechts)

Durch die mehrfache Verifikation der Methode wurde diese für geeignet befunden, um vergleichende Messungen an unterschiedlichen Mischungen durchzuführen. Da es generell prinzipbedingt nicht möglich ist, einen Absolutwert für die Strangaufweitung anzugeben, weil diese immer vom Arbeitspunkt und der Geometrie während der Messung abhängt, stellt ein Skalierungsfaktor gegenüber anderen Methoden oder eine im Falle des DST vernachlässigbare Kontraktion des Querschnitts aufgrund einer Dehnung in Längsrichtung keinerlei Einschränkung dar.

## 5.2 Optisches Randstreifenmesssystem

### 5.2.1 Problemstellung

Aus der in 4.3 beschriebenen Volumenstromerhaltung zwischen Extruder und Kalandern an der RHA lassen sich nur Erkenntnisse gewinnen, wenn dieser Volumenstrom so genau wie möglich bekannt ist und beschrieben werden kann. Für den Extruder lässt sich dieser, wie in 4.4 ausgeführt, aus bekannten Prozess- und Anlagendaten, sowie Materialkennwerten berechnen. Für den Kalandern kann man den Volumenstrom ebenfalls aus bekannten Prozessparametern berechnen. Allerdings ist dazu zusätzlich zu den bekannten Werten die Kenntnis der tatsächlichen Erzeugnisbreite notwendig. Die endgültige Breite einer erzeugten Bahn ist vorgegeben und wird an der RHA eingestellt. Dabei werden von der kalandrierten Bahn, die nach Einstellung der Prozessparameter etwas breiter als die Vorgabe ist, die Ränder abgetrennt. So kann man eine konstante Erzeugnisbreite sicherstellen. Für den Volumenstrom ist die Erzeugnisbreite inklusive

der Randstreifen von Interesse, daher muss deren Breite zusätzlich gemessen und erfasst werden.

Zur Messung der Randstreifenbreite, zusätzlich zu den Prozessparametern, wird eine neue Methode angewendet, die mit einer Bildverarbeitungssoftware die Breite ermittelt. Dazu wurde in MATLAB ein Programm entwickelt, mit dem in erster Linie die Messungen der Randstreifenbreite ausgewertet werden, sowie auch die exportierten Prozessparameter und im Labor ermittelten viskoelastischen Kennwerte der geprüften Mischungen eingelesen werden können.

### 5.2.2 Messprinzip für die tatsächliche Erzeugnisbreite

Die tatsächliche Erzeugnisbreite lässt sich einfach aus der Summe von Bahnbreite  $b_0$  und Randstreifenbreite  $b_R$  berechnen zu

$$b = b_0 + b_R, \quad (5.4)$$

daher ist nur  $B_R$  zu messen.

Es zeigt sich, dass für experimentelle Zwecke eine optische Messung der Randstreifenbreite die praktikabelste Variante darstellt. Es kann je nach Liniengeschwindigkeit ein beliebiges Messintervall gewählt werden. Die Datenerfassung erfolgt online, während des Produktionsprozesses an der RHA, die Datenverarbeitung offline als Batch.

### 5.2.3 Messaufbau und Datenerfassung

Das System zur optischen Messung der Randstreifenbreite (Abb. 5.4) ist aus Kameras aufgebaut. Diese nehmen in einem beliebigen Intervall hochauflösende Bilder der abgetrennten Randstreifen an der RHA auf. Um möglichst hardwareunabhängig und flexibel arbeiten zu können, handelt es sich dabei um 2 handelsübliche digitale Spiegelreflexkameras, die über einen Arduino nano Mikrocontroller gesteuert werden. Als Kameras kommen Geräte zum Einsatz, welche prompt verfügbar waren: einerseits eine Canon EOS 600D, andererseits eine Canon EOS 5D Mark II bzw. Canon EOS 1100D. Diese wurden jeweils mit lichtstarken Objektiven ausgestattet um den – vor allem nachts



– schlechten Lichtverhältnissen im Produktionsgebäude entgegenzuwirken. Es wurde ein Canon 50 mm f 1.8 und ein Tamron 17 – 50 mm f 2.8 Objektiv verwendet.

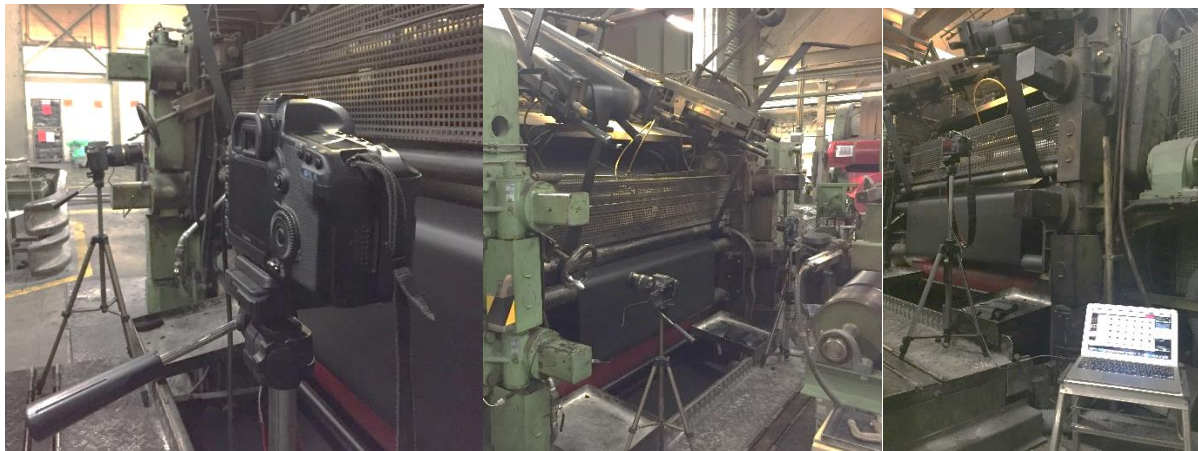


Abbildung 5.4: Aufbau des Messsystems an der RHA

Zur Steuerung der Kameras dient ein Arduino nano Mikrocontroller, der diese über jeweils einen Optokoppler [57] fernauslöst. Die Geräte verfügen über eine externe Stromversorgung, damit keine Zusatzausrüstung für den Messaufbau notwendig ist und dieser platzsparend in den laufenden Produktionsprozess integriert werden kann. Die Auslösung erfolgt auf beiden Kameras simultan im selben Intervall, sodass eine möglichst genaue Messung gleichmäßige Messwertkurve gewährleistet werden kann. Das Messintervall selbst, kann im Interface des Mikrocontrollers (Anhang B) beliebig gewählt werden. Dadurch kann man die Datenerfassung an die Maschinengeschwindigkeit anpassen.

Vor dem Start der eigentlichen Messung wird an beiden Kameras Belichtung und Schärfe an die jeweiligen Verhältnisse angepasst und eine Aufnahme eines Referenzstreifens mit einer Breite von 50 mm gemacht. Für die Datenverarbeitung ist es notwendig, bei jeder Messung eine Referenz aufzunehmen, um die Pixelgröße bestimmen zu können. Diese kann sich einsichtigerweise bei jeder einzelnen Messreihe unterscheiden, da sich, je nach Erzeugnisbreite, die Aufstellorte der Kameras ebenfalls unterscheiden. Damit für die spätere Verarbeitung übereinstimmende Daten vorliegen, wird die optische Messung zu einem definierten Zeitpunkt  $t_0$ , der sich nach dem internen Timer der Kontrolleinheit der RHA richtet, gestartet.

## 5.2.4 Datenverarbeitung

Die Verarbeitung der erfassten Daten erfolgt mit einer Funktion des eigens entwickelten MATLAB-Programmes zur Untersuchung des Verarbeitungsverhaltens an der RHA. Das Programm wird über eine grafische Benutzeroberfläche, kurz GUI, bedient. (Die weiteren Funktionen werden in 5.3 beschrieben.)

Die Kernfunktionalität der Bildverarbeitung für die Messreihen erfolgt als Stapelverarbeitung der erfassten Einzelbilder innerhalb einer definierten Dateiordnerstruktur. Am Anfang steht ein GUI-Dialog (Abb. 5.5) zur Auswahl des Messbereiches im Bild. Dies muss erfolgen, da die Position der Kamera von Messung zu Messung variieren kann und sich die Umlenkwalzen, an denen der Randstreifen abgetrennt wird, während des Prozesses aufgrund von Durchbiegung und Lagerspiel geringfügig verschieben können.

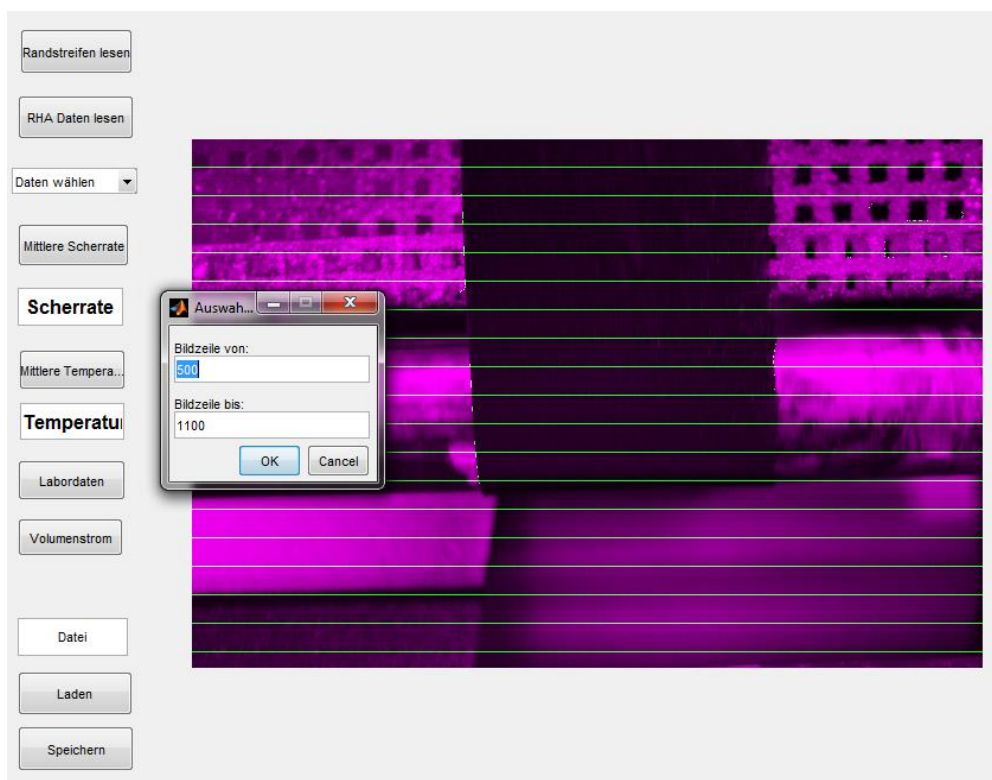


Abbildung 5.5: Auswahl des Messbereichs in Prozessdaten von Mischung A1

Danach wird ein Referenzbild eingelesen, auf welchem ein Referenzstreifen von 50 mm Breite abgebildet ist. Daraus wird bei bekannter Bildauflösung die Pixelgröße in mm

berechnet, sowie der Winkel, mit welchem der Streifen aus Bildebene geneigt ist, berücksichtigt.

Die fortlaufend nummerierten Bilddateien werden in Serie eingelesen und in Graustufen konvertiert. Mit der Funktion `edge` [58] werden im Canny-Verfahren die Ränder des Streifens im Bild detektiert. Das Bildrauschen wird mit einem Gauss-Filter reduziert und die Kanten durch den Gradientenbetrag der Helligkeit hervorgehoben. Die Funktion sucht dabei nach lokalen Maxima von Helligkeitsgradienten im Ausgangsbild. Bereiche um lokale Maxima werden reduziert auf scharfe, einen Pixel breite Kanten [59]. Liegt deren Wert oberhalb eines definierten Schwellenwertes, wird in der Ergebnisbitmap eine 1 gespeichert. Dadurch kann man die Koordinaten der Streifenränder in einer Matrix zwischenspeichern. Aufgrund der Umgebungseinflüsse und wechselnden Lichtverhältnisse können mit dem verwendeten Aufbau die Ränder in den Bildern manchmal nicht detektiert oder nicht die richtigen Elemente im Bild als Rand erkannt werden. Dieser Umstand wird im Programmcode berücksichtigt und entsprechende Korrekturmechanismen implementiert. Produziert die Funktion `edge` aufgrund fehlerhafter Kantenerkennung Werte, die zu weit vom Median der Koordinatenwerte eines Randes abweichen, werden diese verworfen. Pro Bild wird aus den plausiblen Koordinatenwerten ein Mittelwert für die Breite des Randstreifens in selbigem Bild berechnet und in einer Matrix gespeichert. Für die weitere Auswertung und Visualisierung wird auch das Erstelldatum und die Uhrzeit der Bilddatei eingelesen und als Zeitstempel zum Breitenwert gespeichert. Um für die Aufbereitung und Auswertung der Prozessdaten konsistente Messreihen zur Verfügung zu haben, werden die Messreihen für beide Kameras mit definiertem Intervall linear interpoliert und danach in einem Vektor für die Gesamt-Randstreifenbreite summiert.

### **5.3 MATLAB Programm zur Aufbereitung und Auswertung der Prozessdaten und Prüfwerte**

Zur Analyse des Verarbeitungsverhaltens der Kautschukmischungen an der RHA wurde, wie bereits in 5.3 ausgeführt, ein MATLAB-Programm entwickelt. Die Messung der Randstreifenbreite ist die erste von mehreren Funktionen, die im Folgenden beschrieben

werden. Mit Hilfe des Programmes lassen sich die Daten der einzelnen Quellen von verschiedenen Messmethoden und Datenquellen zusammenführen und analysieren.

### 5.3.1 Prozessparameter

Die Prozessparameter der RHA werden aus der Excel-Datei eingelesen, die am Steuerungsrechner der RHA für den Beobachtungszeitraum exportiert wurden. Auch für diese Daten werden Zeitstempel gespeichert. Die Intervalle variieren je nach Messwert allerdings zwischen 1 und 60 s. Daher erweist sich eine Interpolation der Messwerte zu den einzelnen Zeitpunkten für weiterführende Berechnungen als unerlässlich und auch zur Visualisierung als hilfreich. Im Falle der Randstreifenbreite ist dies durch einen selbst geschriebenen Algorithmus gelöst, für die eingelesenen Prozessparameter wird die Funktion `interp1 [60]` verwendet.

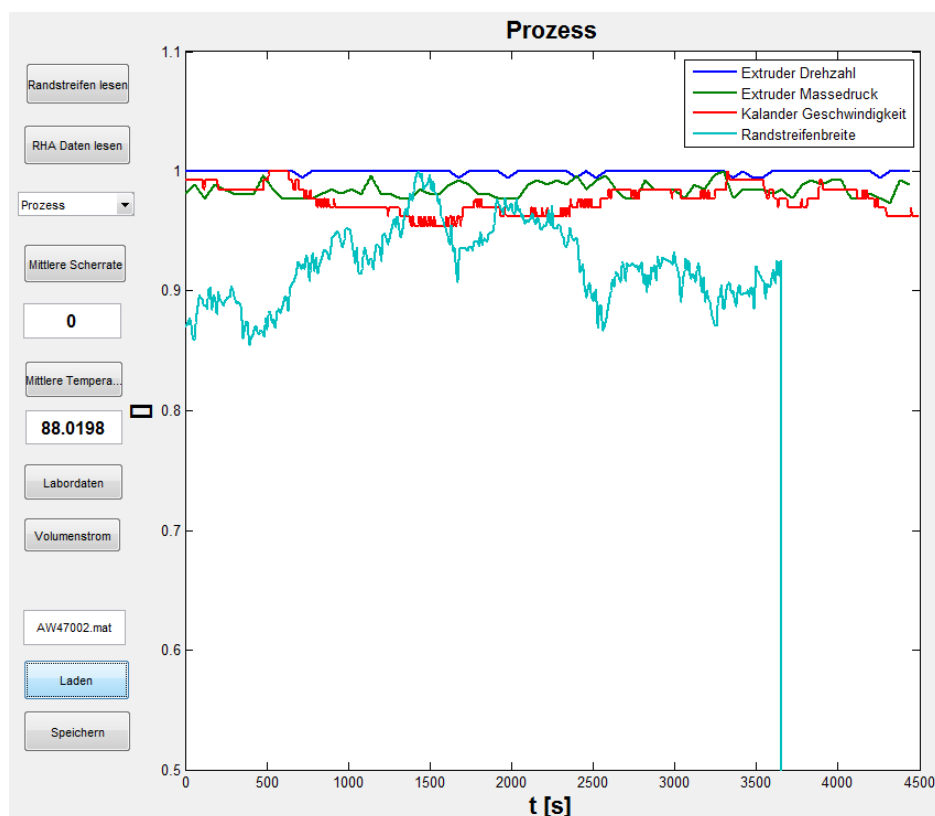


Abbildung 5.6: Trendkurve von Prozessdaten (auf jeweiliges Maximum normiert, Randstreifenbreite hellblau) für Mischung A2

Die Prozessparameter werden grafisch aufbereitet und in weiterer Folge als Kurven über der Zeit ausgegeben (Abbildung 5.6). Die Gruppierung erfolgt nach Massetemperatur,

Dickenmessungen inkl. Kalanderspalt und den Werten für Extruderdrehzahl, Massedruck, Kalandergeschwindigkeit und Randstreifenbreite.

### 5.3.2 Materialprüfwerte

Die Messergebnisse der Materialprüfungen im Labor (Abb. 5.7) können aus den, von den Prüfgeräten erstellten, Excel-Dateien importiert sowie für Einzelwerte manuell eingegeben werden. Generell ist für eine Mischungsprobe die Zeit  $t$  [s] nach  $t = 0$ , also für den Entnahmezeitpunkt nach Versuchsbeginn, einzugeben. So können in weiterer Folge alle relevanten Berechnungen automatisch mit den zum Entnahmezeitpunkt vorliegenden Prozessparametern durchgeführt werden.

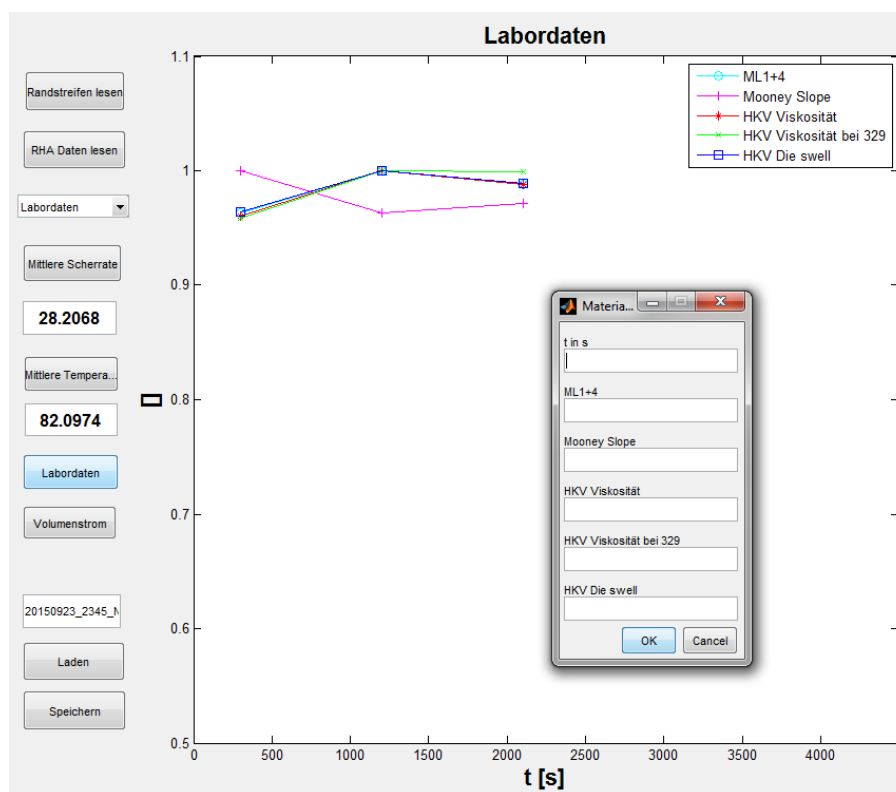


Abbildung 5.7: Abbildung der Laborprüfwerte und manuelle Eingabe aus Vorversuch mit NR-Mischung

#### 5.3.2.1 Mooney-Viskosimeter

Aus dem Messergebnis des Mooney-Viskosimeters werden die Mooney-Viskosität *ML 1+4* bei der vorliegenden Massetemperatur sowie der vom Prüfgerät bestimmte Mooney-Slope eingelesen. Zusätzlich wird automatisch auch die gesamte Messreihe für die Mooney-Viskosität über der Zeit importiert und ein Fit [61] an eine Potenzfunktion der

Gestalt  $y = ax^b$  durchgeführt, um danach die Parameter  $k$  und  $\alpha$  der Funktion  $M = kt^{-\alpha}$  zu bestimmen.

### 5.3.2.2 Viskoelastograph

Die Messergebnisse des Viskoelastographen werden importiert und daraus die Fließkurven (Scherrate  $\dot{\gamma}$  und Viskosität  $\eta$ ) sowie der komplexe Schubmodul ausgelesen. Für die Fließkurven wird ein Fit [61] an eine Potenzfunktion der Gestalt  $y = ax^b$  durchgeführt und der Konsistenzparameter  $k$  sowie der Exponent  $n$  des Potenzgesetzes  $\eta(\dot{\gamma}) = k \dot{\gamma}^{n-1}$  bestimmt.

### 5.3.2.3 Hochdruck-Kapillarviskosimeter

Die korrigierten Messergebnisse des HKV werden importiert und für die Fließkurven (Scherrate  $\dot{\gamma}$  und Viskosität  $\eta$ ) ein Fit [61] an eine Potenzfunktion der Gestalt  $y = ax^b$  durchgeführt und der Konsistenzparameter  $k$  sowie der Exponent  $n$  des Potenzgesetzes  $\eta(\dot{\gamma}) = k \dot{\gamma}^{n-1}$  bestimmt. Zusätzlich werden die Kapillargeometrie und die Geschwindigkeit des Prüfstempels eingelesen und daraus automatisch die Stranggeschwindigkeit ohne Berücksichtigung von Wandgleiten berechnet. Die Stranggeschwindigkeit nach Austritt aus der Messkapillare, die mit dem Die Swell Tester gemessen wurde, wird nach dem Datenimport manuell eingegeben. Daraus wird die Strangaufweitung berechnet. Für den Fall, dass Wandgleiten vorliegt, kann die Strangaufweitung mit dem manuell berechneten Wert überschrieben werden.

### 5.3.3 Scherraten, Massetemperatur und Volumenstrom

Aus den importierten Prozessdaten und Materialprüfwerten können weitere Parameter bestimmt werden. Die scheinbare Scherrate im Kalanderspalt, der Volumenstrom (Abb. 5.7) am Kalander und die mittlere Massetemperatur ergibt sich direkt aus den Prozessparametern. Für die Berechnung des Volumenstroms im Extruder wird zusätzlich zu den Prozessparametern die Viskosität der Kautschukmischung herangezogen. Schließlich lässt sich im Rahmen der Berechnungen des Volumenstromes im Extruder auch das Strömungsprofil und daraus die mittlere Scherrate ermitteln. All diese Berechnungen können nach dem Datenimport auf Knopfdruck durchgeführt werden.

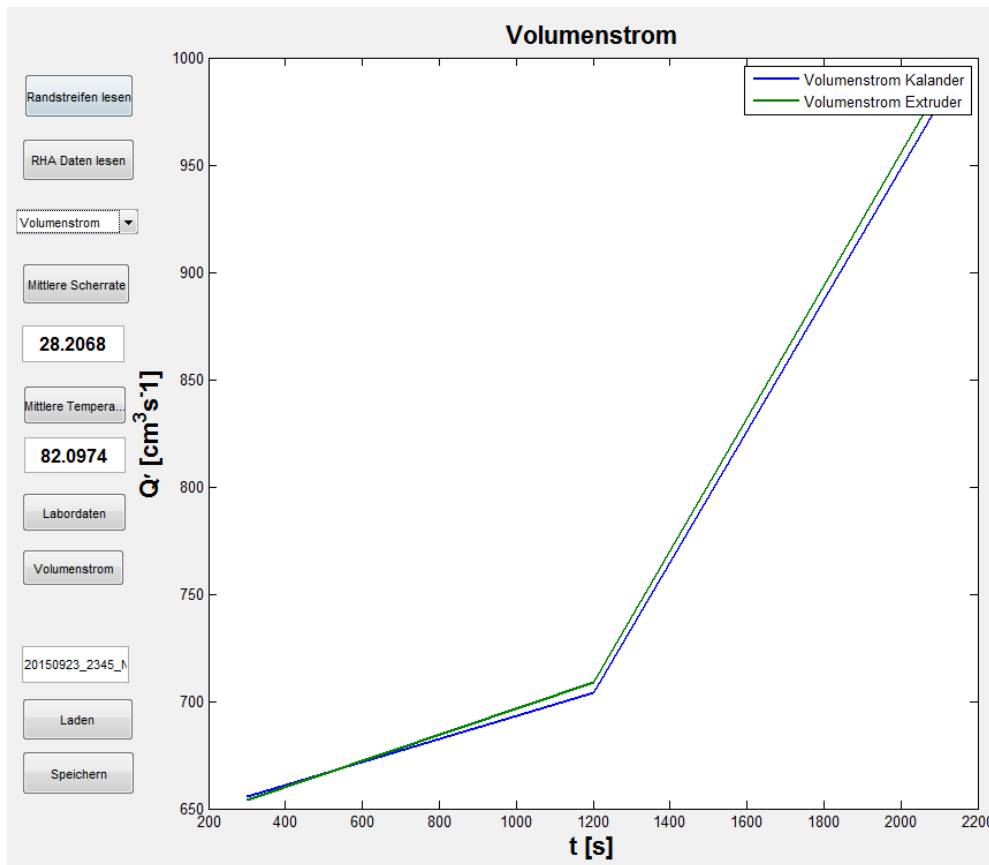


Abbildung 5.8: Volumenstrom in Extruder und Kalanders zu 3 Messpunkten aus Vorversuch mit NR-Mischung

### 5.3.4 Dateiverwaltung

Die zusammengeführten Daten und die im Programm berechneten Werte können direkt in einem MATLAB-eigenen .m-File gespeichert werden und so für zukünftige Analysen in einem einzigen Schritt wieder geladen werden.

## 5.4 Untersuchte Mischungen

Die in der vorliegenden Arbeit untersuchten Mischungen (Tabelle 5.2) werden grundsätzlich nach dem Polymer klassifiziert. Die weiteren Unterscheidungsmerkmale sind Füllstoffe und Additive. Hier wird jeweils der Füllgrad von „ungefüllt“ bis „sehr hoch“ bezogen auf 100 phr (parts per hundred rubber) Polymer zur Klassifizierung verwendet.

Tabelle 5.2: Füllgrade der untersuchten Mischungen

	<b>A1</b>	<b>A2</b>	<b>A3</b>	<b>E1</b>	<b>N1</b>
<b>Polymer</b>	SBR	SBR/BR	SBR/IR	EPDM	SBR/CR
<b>Verstärkender Füllstoff/Ruß</b>	mittel	sehr hoch	niedrig	hoch	hoch
<b>Inaktiver Füllstoff/Kreide</b>	sehr hoch	ungefüllt	niedrig	mittel	hoch
<b>Füllgrad gesamt</b>	sehr hoch	mittel	niedrig	hoch	hoch
<b>Mineralölweichmacher</b>	mittel	niedrig	niedrig	hoch	mittel



## 6. Durchführung

### 6.1 Versuchsdurchführung

#### 6.1.1 Versuchsplanung

Es wurden insgesamt fünf Versuche mit den Mischungen A1, A2, A3, E1 und N1 an der Rollerhead-Anlage durchgeführt. Dabei wurde anhand des Produktionsplans jeweils ein Zeitfenster im Produktionsprozess gewählt, in dem die vorgegebene Erzeugnisdicke nicht verändert wurde, sodass die Prozessparameter möglichst konstant gehalten wurden. Die Versuchsplanung erfolgte auf Grundlage umfangreicher Vorversuche, mit denen vernünftige Rahmenbedingungen ermittelt wurden und eine Vorgehensweise zur Probenentnahme festgelegt wurde.

Der Beobachtungszeitraum wurde mit 75 min definiert. Dieser Zeitraum umfasst nach Aufbau des optischen Randstreifenmesssystems eine Vor- und Nachlaufzeit von jeweils 15 min und drei Probenentnahmen im Abstand von ebenfalls 15 min. Eine solche Einteilung garantiert einen ausreichenden Zeitraum für die Einstellung von Änderungen der Materialeigenschaften und Prozessparameter bei einer erfassten Datenmenge, die, hinsichtlich deren späteren Verarbeitung für insgesamt fünf umfangreiche Versuche, bewältigbar bleibt.

Die Aufzeichnung der Prozessparameter (Tabelle 6.1), allen voran der Erzeugnisdicke, erfolgt automatisch durch das Kontrollsystem der RHA. Die Daten werden im Anschluss an die Versuche für den Beobachtungszeitraum exportiert, damit sie weiter verarbeitet werden können.

Tabelle 6.1: Prozessparameter der RHA, die „Key Process Parameters“ – Kritischen Prozessparameter für die durchgeführten Analysen und Berechnungen sind fett hervorgehoben

<b>Extruder</b>	<b>Kalander</b>	<b>Dickenmessung</b>
<b>Drehzahl</b>	<b>Kalandergeschwindigkeit</b>	<b>Ist-Dicke Heißseite</b>
<b>Massetdruck</b>	<b>Walzenspalt Antriebsseite</b>	Ist-Dicke Kaltseite AS
Massetemperatur	<b>Walzenspalt Bedienerseite</b>	Ist-Dicke Kaltseite Mitte
Temperatur Kopf oben	Schrägstellung AS	Ist-Dicke Kaltseite BS
Temperatur Kopf unten	Schrägstellung BS	
Temperatur Zylinderzone 1	Walzentemperatur oben	
Temperatur Zylinderzone 2	Walzentemperatur unten	

### 6.1.2 Probenentnahme

In Vorversuchen wurden die Mischungsproben vor Verarbeitung an der RHA entnommen, wobei der Extruder aus Streifen von bis zu 7 Paletten gefüttert wurde. Auf einer Palette befinden sich je nach Gewicht der Pakete, die im Innenmischer gemischt werden, 4 bis 6 Mischungspakete in Form eines Felles mit einem Gesamtgewicht von rund 1.000 kg je Palette. Abhängig vom jeweiligen Endprodukt werden bis zu 20.000 kg Kautschukmischung verarbeitet, was bis zu 100 Mischungspaketen entspricht.

Die Proben werden zu einem definierten Zeitpunkt  $t_i$  entnommen, an dem die Mischungseigenschaften mit den Prozessparametern in Relation zu bringen sind. Um nun Kennwerte für die Mischung zu erhalten, sind mehrere aufwendige Schritte notwendig. Einerseits müssen alle Proben von bis zu 7 Paletten eines Entnahmezeitpunkts im Labor vollständig charakterisiert und die Ergebnisse gemittelt werden, andererseits ist eine Berechnung der Verweilzeit im Extruder bzw. in der RHA notwendig, um ausgehend von Entnahmezeitpunkt  $t_j$  den Zeitpunkt  $t_i$  bestimmen zu können, zu welchem die aufgezeichneten Prozessparameter in Beziehung zu setzen sind.

Zur Reduzierung des Arbeitsaufwands bei der Mischungscharakterisierung und zur Eliminierung potentieller Ungenauigkeiten bei der Bestimmung des Zeitpunkts der Probenentnahme, wurde somit die Methode der Entnahme aus den Randstreifen gewählt. Die Entnahme der Mischungsproben erfolgte dabei aus den, nach dem Kalender automatisch abgetrennten, Randstreifen der erzeugten Kautschukbahn (vgl. Abb. 5.4). Die Mischung ist dabei bereits homogenisiert, da die einzelnen Paletten verschnitten wurden, und die Entnahme erfolgt zu einem definierten Zeitpunkt  $t_i$  direkt nach Verlassen des Kalenderspalts.

Um mögliche Korrelationen zwischen Mischungseigenschaften und Prozessparametern erkennen zu können, wurden für die ausgewählten Mischungen (siehe 5.4) jeweils 3 Proben im Abstand von 15 min während der Produktion entnommen und charakterisiert. Zur Bestimmung des Einflusses durch die Verarbeitung an der RHA auf die Mischungseigenschaften wurden von den Mischungen A1 und A2 zusätzlich je 3 Proben aus den Paletten entnommen.

### **6.1.3 Randstreifenmessung**

Die Messung der Randstreifenbreite erfolgte mit dem optischen Randstreifenmesssystem. Die Datenerfassung wurde über den gesamten Beobachtungszeitraum kontinuierlich durchgeführt. Die Kameras wurden direkt vor der ersten Umlenkrolle, über die die Randstreifen laufen, bevor sie auf die Rückföhrbänder zum Extruder gelangen, positioniert und Schärfe sowie Belichtung eingestellt. Danach musste noch das Messintervall mit dem Microcontroller festgelegt werden, wobei die Standardeinstellung bei 6 Messpunkten pro min liegt, was einem Intervall von 10 s entspricht. So ergibt sich nach Start der Messung eine Gesamtanzahl von 900 Messpunkten für beide Randstreifen in 75 min. Die Datenverarbeitung erfolgte offline im Anschluss an den Versuch und benötigte für diese Datenmenge bei der vorliegenden Bildauflösung von 2592 x 1728 Pixeln etwa 30 min reine Rechenzeit.

## **6.2 Materialprüfung**

### **6.2.1 Mooney Viskosimeter**

Die Messung der Mooney Viskosität und des Mooney Slopes wurden mit einem Göttfert Mooney Viskosimeter durchgeführt.

#### **6.2.1.1 Probenpräparation**

Die Probenpräparation erfolgte mit einer MonTech VS 3000 Volumenstanze, die aus einem mindestens 5 mm dicken Stück der Mischung einen Probenkörper mit einem Durchmesser von 45 mm ausstanzt, sodass das Kammervolumen des Mooney Viskosimeters ausgefüllt werden kann um identische Prüfbedingungen zu gewährleisten. Pro Prüfung wurden 2 Probenkörper präpariert, einer unterhalb des Rotors mit einem Mitteloch zur Durchführung der Rotorwelle und einer oberhalb des Rotors. Um ein Festkleben der Mischung nach der Prüfung in der Prüfkammer zu verhindern, werden zwischen Probenkörper und die Kammerhälften Folien eingelegt (Abb. 6.1).

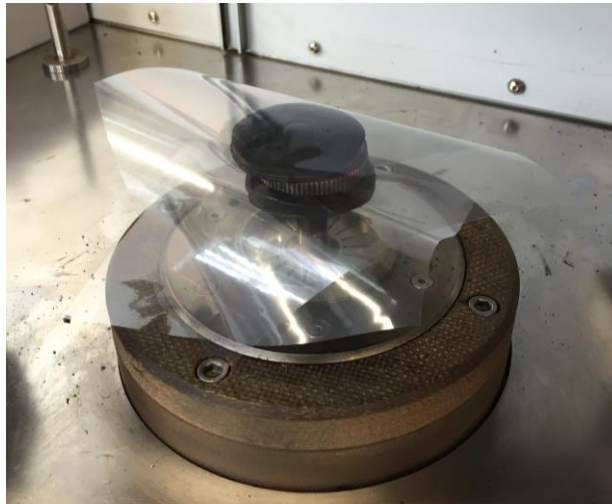


Abbildung 6.1: Rotor des Mooney Viskosimeters mit eingelegter Probe

### 6.2.1.2 Prüfvorgang

Die Mischungsprüfung wird nach dem in 3.2 beschriebenen Verfahren durchgeführt. Die Standard-Prüftemperatur für den ML1+4-Wert beträgt 100 °C. Zusätzlich zu dieser wurde jede Probe aber auch noch bei der jeweiligen Verarbeitungstemperatur (Tabelle 6.2) der Mischung geprüft, um einen Vergleich zwischen den Ergebnissen des Standardverfahrens und bei der tatsächlichen Temperatur anstellen zu können. Aus den gewonnenen Erkenntnissen kann die Aussagekraft des ML1+4 100 °C-Wertes, der als charakteristischer Wert für jedes Polymer und jede Mischung in der Industrie angegeben wird, hinsichtlich des Verarbeitungsverhaltens überprüft werden.

Tabelle 6.2: Verarbeitungstemperaturen

A1	A2	E1	A3	N1
80 °C	90 °C	80 °C	90 °C	80 °C

Nach Einlegen der präparierten Proben wird die Prüfkammer geschlossen und die Mischung 1 min auf die eingestellte Prüftemperatur vorgewärmt. Danach wird die Mischungsprobe durch den Rotor für 4 min konstant mit  $2 \text{ Umin}^{-1}$  geschert. Der Verlauf des Drehmoments in Mooney-Einheiten wird dabei in einem Intervall von 0,5 s erfasst. Der Rotor wird dann abrupt gestoppt und der Abfall der Drehmomentkurve für 1 min aufgezeichnet. In den ersten 5 s nach Rotorstopp geschieht das mit einem Intervall von 0,2 s, im Anschluss wieder mit 0,5 s. Der so erfasste Verlauf des Drehmoments bildet die Grundlage der Kennwerte. Das Göttfert Mooney Viskosimeter gibt nach der Messung automatisch den ML1+4-Wert und den Mooney Slope aus. Wobei der ML1+4 dem Drehmoment nach 1 min Vorwärmen und 4 min Scherung entspricht und der Slope dem

Exponenten in der in 3.2.2.2 beschriebenen Funktion, die den Abfall des Drehmoments nach Rotorstop beschreibt.

## 6.2.2 Oszillationsrheometer

Die oszillationsrheologische Prüfung wurde mit einem Göttfert Visco-Elastograph durchgeführt.

### 6.2.2.1 Probenpräparation

Die Probenpräparation erfolgte mit einer ALPHA Technologies CUTTER 2000R Volumenstanze, die aus einem mindestens 5 mm dicken Stück der Mischung einen Probenkörper mit einem Durchmesser von 30 mm ausstanzt, sodass das Kammervolumen des Visco-Elastograph ausgefüllt werden kann um identische Prüfbedingungen zu gewährleisten. Um ein Festkleben der Mischung nach der Prüfung an der oberen Prüfkammerhälfte zu verhindern, wurde oberhalb der Probe eine Folie eingelegt (Abb. 6.2).



Abbildung 6.2: Untere Prüfkammer-Hälfte des Visco-Elastograph mit Probe

### 6.2.2.2 Prüfvorgang

Nach Einlegen der präparierten Proben wird die Prüfkammer geschlossen und die Mischung auf die eingestellte Prüftemperatur vorgewärmt. Durch die oszillierende untere Kammerhälfte wird die Probe periodisch geschert und die Drehmomentkurve an der oberen Kammerhälfte sowie dessen Phasenverschiebung gemessen. Die Standard-

Prüf­temperatur liegt bei 100 °C, jedoch wurde auch bei diesem Prüf­verfahren eine zusätzliche Messung bei Verarbeitungstemperatur durch­geführt.

Die Messung selbst umfasst jeweils einen sogenannten „Frequenz- und einen Strain-Sweep“ (Tabelle 6.3). Dabei werden in einem Prüf­vorgange mehrere Arbeitspunkte ab­gefahren um eine Fließkurve der Mischung zu beschreiben. Beim Frequenz-Sweep werden bei konstanter Auslenkung der oszillierenden Kammerhälfte verschiedene Frequenzen und beim Strain-Sweep bei konstanter Frequenz verschiedene Auslenkungen ab­getastet, was in beiden Fällen zu einem breiten Bereich an Scherraten in der Probe führt.

Tabelle 6.3: Frequenz, Auslenkung und Scherrate für Frequenz-Sweep (links) und Strain-Sweep (rechts)

Frequenz [Hz]	Amplitude [°]	Scherrate [1/s]	Frequenz [Hz]	Amplitude [°]	Scherrate [1/s]
0,1	0,72	0,0632	0,1	0,07	0,006
0,2	0,72	0,1263	0,1	0,14	0,0123
0,5	0,72	0,3158	0,1	0,72	0,0632
1	0,72	0,6316	0,1	3,58	0,314
2	0,72	1,2632	0,1	7,16	0,628
5	0,72	3,1579	0,1	14,32	1,2561
10	0,72	6,3158	0,1	35,81	3,141
30	0,72	18,9474	0,1	71,62	6,2824

Aus dem gemessenen Drehmoment und dessen Phasenverschiebung lassen sich bei bekannter Frequenz und Auslenkung der komplexe Schubmodul und die komplexe Viskosität berechnen. Der Visco-Elastograph liefert als Ergebnis eine Tabelle mit allen Eingangsgrößen, Messwerten und daraus berechneten Größen für die geprüfte Mischungsprobe.

### 6.2.3 Hochdruck-Kapillarviskosimeter

Zur Messung von Scherviskosität und Strangaufweitung wurde das Göttfert Hochdruck-Kapillarviskosimeter Rheograph 2002 genutzt.

#### 6.2.3.1 Probenpräparation

Die Vorbereitung der Mischungsprobe umfasste das Befüllen des ca. 250 mm langen und 12 mm durchmessenden Prüf­zylinders des HKV. Hierzu musste die Mischung in passende, kleine Teile geschnitten und der Zylinder damit bis zum obersten Rand gefüllt werden.

Mit Hilfe des Prüfkolbens wurde die Füllung im Anschluss verdichtet, bis alle Lufteinschlüsse entwichen waren. Beim Verdichtungsprozess wurde mit jeder Wiederholung ein Teil der Mischung aus der Messkapillare am Ende des Zylinders gepresst. Dieser Vorgang musste solange wiederholt werden, bis die Probe bis zu einer Füllhöhe von etwa 200 mm dicht gepackt im Zylinder vorlag. Vor dem Start der Messung musste der Prüfkolben auf eine Position justiert werden, sodass in der Mischung ein Druck  $p_{vor}$  von etwa 40 bar herrschte.

### 6.2.3.2 Prüfvorgang

Die Messung erfolgte bei der Verarbeitungstemperatur der Proben. Diese wurde neben der jeweiligen Geometrie der Messkapillare und der zu prüfenden scheinbaren Scherraten am Kontrollrechner des HKV eingestellt. In Tabelle 6.4 sind die Prüfparameter für die 9 verwendeten Kapillaren dargestellt. Die Scherrate  $\dot{\gamma}_{ap} = 960 \text{ s}^{-1}$  mit der höchsten Kolbengeschwindigkeit  $v_K$  und damit dem „meisten Materialverbrauch“ aufgrund der größten Volumenstromes wurde bei den Kapillaren mit Durchmesser  $D = 2 \text{ mm}$  ausgespart, da bei gegebenen Parametern das Volumen des Probenmaterials im Zylinder nicht ausreichte um alle Scherraten abzutasten. Auf die Scherrate  $\dot{\gamma}_{ap} = 60 \text{ s}^{-1}$  wurde bei den Kapillaren mit Durchmesser  $D = 0,5 \text{ mm}$  verzichtet, da diese zu extrem niedrigen Kolbengeschwindigkeiten führte, sodass die Messung oft abgebrochen wurde weil sich keine stationären Druck- und Strömungsverhältnisse einstellen konnten.

Tabelle 6.4: Kapillaren und Scherraten

D [mm]	L/D = 20 []	L/D = 10 []	L/D = 5 []	$\dot{\gamma}_{ap}$					
	L [mm]	L [mm]	L [mm]						
2	40	20	10	-	480	330	240	120	60
1	20	10	5	960	480	330	240	120	60
0,5	10	5	2,5	960	480	330	240	120	-

Vor Start der Messung wird das Probenmaterial im Zylinder 4 min vorgewärmt, danach wird die Mischung mit dem Kolben durch Zylinder und Kapillare gepresst und der Druck  $p_{vor}$  vor der Kapillare gemessen. Die gewählten scheinbaren Scherraten  $\dot{\gamma}_{ap}$  wurden für eine Probe in absteigender Reihenfolge abgefahren. Dabei wurden die bei der jeweiligen Kapillargeometrie der scheinbaren Scherrate  $\dot{\gamma}_{ap}$  entsprechenden Kolbengeschwindigkeiten  $v_K$  solange konstant gehalten, bis sich im Probenmaterial stationäre Druckverhältnisse einstellten. Die Kolbengeschwindigkeit  $v_K$  und der stationäre Druck  $p_{vor}$  werden aufgezeichnet und zur nächst niedrigeren Geschwindigkeit

$v_K$  gewechselt. Die scheinbare Scherrate  $\dot{\gamma}_{ap}$  ergibt sich aus der Kolbengeschwindigkeit  $v_K$ , die scheinbare Wandschubspannung  $\tau_{ap}$  in der Mischung aus dem gemessenen Druck  $p_{vor}$ , jeweils mit gegebenen Geometriedaten von Zylinder, Kolben und Kapillare. Daraus wiederum lässt sich die scheinbare Viskosität  $\eta_{ap}$  berechnen. Diese Werte werden vom HKV ausgegeben, müssen nach Abschluss der Einzelmessung aber noch mit den in 2.2.3 beschriebenen Verfahren korrigiert werden. Dazu sind in weiterer Folge insgesamt 9 Messungen mit unterschiedlichen Kapillargeometrien notwendig. Die Korrekturberechnungen werden mit der Software WinRheo ausgeführt, einem Excel-Skript von Göttfert.

Der wichtigste Arbeitspunkt, der bei der gesamten Messreihe betrachtet wurde, ist jener mit der Kapillare mit einem Durchmesser von  $D = 1\text{ mm}$  und einer Länge von  $L = 10\text{ mm}$  bei einer scheinbaren Scherrate von  $\dot{\gamma}_{ap} = 60\text{ s}^{-1}$ . Bei diesen Parametern wurde mit dem Die Swell Tester die Strangaufweitung gemessen.

Wie in 5.1 beschrieben, beruht die Messung der Strangaufweitung auf einer Geschwindigkeitsmessung. Nachdem der DST kalibriert wurde, wurde der Strang nach der Düse abgetrennt und der DST in die Messposition gefahren. Um die Aussagefähigkeit der Daten zu gewährleisten wurde die Messung 5 Mal wiederholt und daraus die mittlere Stranggeschwindigkeit  $v'$  bestimmt.



## 7. Ergebnisse

### 7.1 Versuchsergebnisse

Einleitend zur Ergebnisbetrachtung gilt es zu erwähnen, dass die Mischungen sich in vielen Aspekten voneinander unterscheiden. Polymere, Füllstoffe, Additive in verschiedensten Ausprägungen hinsichtlich Art, Type und Menge sowie das Mischverfahren selbst bestimmen die gemessenen Eigenschaften der Mischungen. Es wurde im Folgenden versucht, für das Verhalten der fünf ausgewählten Mischungen ein grundlegendes Charakteristikum zu finden. Ein Großteil der Kennwerte kann qualitativ mit dem jeweiligen Füllstoffgehalt in Verbindung gebracht werden.

#### 7.1.1 Mooney Viskosität und Mooney Slope

In Tabelle 4.5 sind die konsolidierten Prüfergebnisse am Mooney Viskosimeter dargestellt. Bei den Werten handelt es sich um die durchschnittlichen Mooney-Viskositäten ML(1+4) und die durchschnittlichen Slopes für alle Proben aus Randstreifen der einzelnen Mischungen, die bei einer Temperatur von 100 °C geprüft wurden. Wie in Anhang A gezeigt wird, ist es legitim, die standardisierte Prüfmethode mit einer Prüftemperatur von 100 °C anzuwenden, da bei der Prüfung bei der jeweiligen Verarbeitungstemperatur stets eine konstante Abweichung auftritt. So gilt die Vergleichbarkeit der Ergebnisse mit dem Standardverfahren als gewährleistet. Ebenso wird gezeigt (Anhang A), dass durch die Verarbeitung an der RHA ein Abbau in der Mischung erfolgt, sodass die Mooney-Viskosität der Proben aus den Randstreifen etwas unter jener der Proben aus den Paletten vor der Verarbeitung liegt, jedoch werden die schwankenden Eigenschaften der einzelnen Paletten dadurch homogenisiert. So können nun die Kennwerte der Proben aus den Randstreifen zum Vergleich herangezogen werden. Die Ergebnisse in Tabelle 7.1 werden als Grundlage für weitere Vergleiche herangezogen. Detailergebnisse der einzelnen Proben finden sich in Anhang A.

Tabelle 7.1: Überblick der Prüfergebnisse

Mischung	Verstärkender Füllstoff	Gesamtfüllgrad	ML(1+4) 100°C [ME]	Slope []
A1	mittel	sehr hoch	57,4	0,393
A2	sehr hoch	mittel	88,8	0,398
E1	hoch	hoch	59,6	0,455
A3	niedrig	niedrig	36,2	0,59
N1	hoch	hoch	50,5	0,567

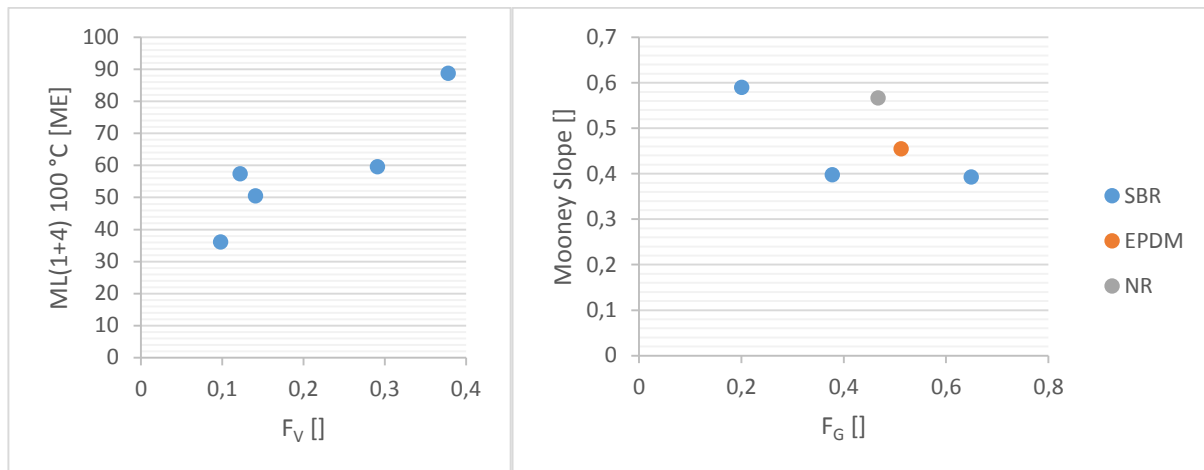


Abbildung 7.1: Abhängigkeit der Mooney Viskosität vom Füllgrad verstärkender Füllstoffe (links), Abhängigkeit des Mooney Slope vom Gesamtfüllgrad

In Abbildung 7.1 sind die Abhängigkeiten der Mooney Viskosität vom Füllgrad verstärkender Füllstoffe  $F_V$  und des Mooney Slope vom Gesamtfüllgrad  $F_G$  aufgetragen. Die Mooney Viskosität und somit die Widerstandsfähigkeit gegen Scherung der Mischungen nimmt mit dem Füllstoffanteil zu. Der Mooney-Slope nimmt aufgrund einer langsameren Relaxation der Mischungen bei Erhöhung des Füllgrades ab. Grundsätzlich stimmt das Verhalten der Mischungen mit dem zu erwartenden überein (vgl. 3.2.2).

### 7.1.2 Komplexer Schubmodul

Die Ergebnisse der oszillationsrheologischen Prüfung zeigen, dass sich der komplexe Schubmodul der Mischungen, der eine Superposition von elastischem und viskosem Materialverhalten beschreibt, qualitativ entsprechend den Materialmodellen verhält. Der Speichermodul  $G'$ , der dem Energiespeichervermögen (Widerstandsfähigkeit gegen Scherung) entspricht, steigt für alle Mischungen mit zunehmendem Füllgrad verstärkender Füllstoffe  $F_V$ . Ebenso der Verlustmodul  $G''$ , der das Energiedissipationsvermögen der Mischung angibt. Der Verlustwinkel  $\tan\delta$  weist für Mischungen mit gleichem Polymer eine Abhängigkeit von Gesamtfüllgrad auf. Detailergebnisse zur Temperaturabhängigkeit und zur Homogenisierung der Mischung finden sich in Anhang B. In den Abbildungen 4.4 bis 4.9 sind die Messkurven für jeweils 3 Proben der verschiedenen Mischungen aufgetragen. Die Proben wurden in einem Abstand von 15 min aus den Randstreifen an der RHA entnommen um etwaige Schwankungen über einen längeren Zeitraum während der Produktion erkennen zu können und die Reproduzierbarkeit der Versuche zu gewährleisten. Es zeigt sich jedoch, dass praktisch keine Abweichungen zu verschiedenen Zeitpunkten auftreten. Innerhalb der Gruppen A1, A2, A3, E1 und N1 ist ein gleichmäßiger Verlauf der Komponenten des komplexen Schubmoduls gegeben.

Im Allgemeinen sieht man in den Abbildungen 4.4 bis 4.9, dass der komplexe Schubmodul  $G^*$ , bzw. seine Komponenten  $G'$  und  $G''$  mit steigender Scherrate zunehmen (vgl. 3.3) und mit steigender Dehnung abnehmen (vgl. 2.8, 2.9). Dies entspricht den Vorhersagen der Materialmodelle.

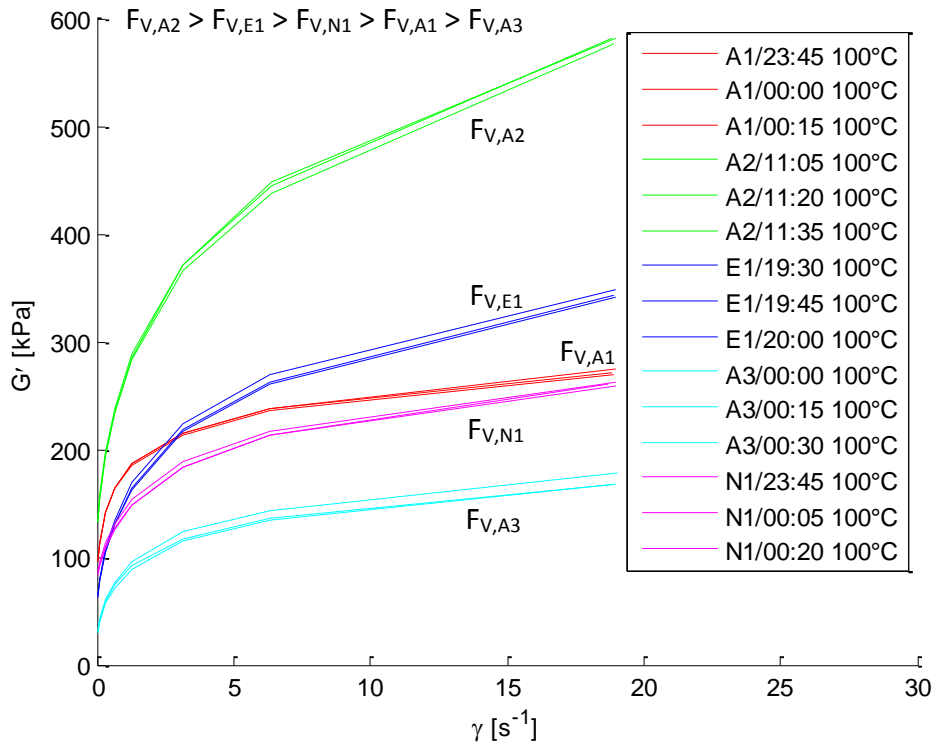


Abbildung 4.4: Speichermodul über Scherrate

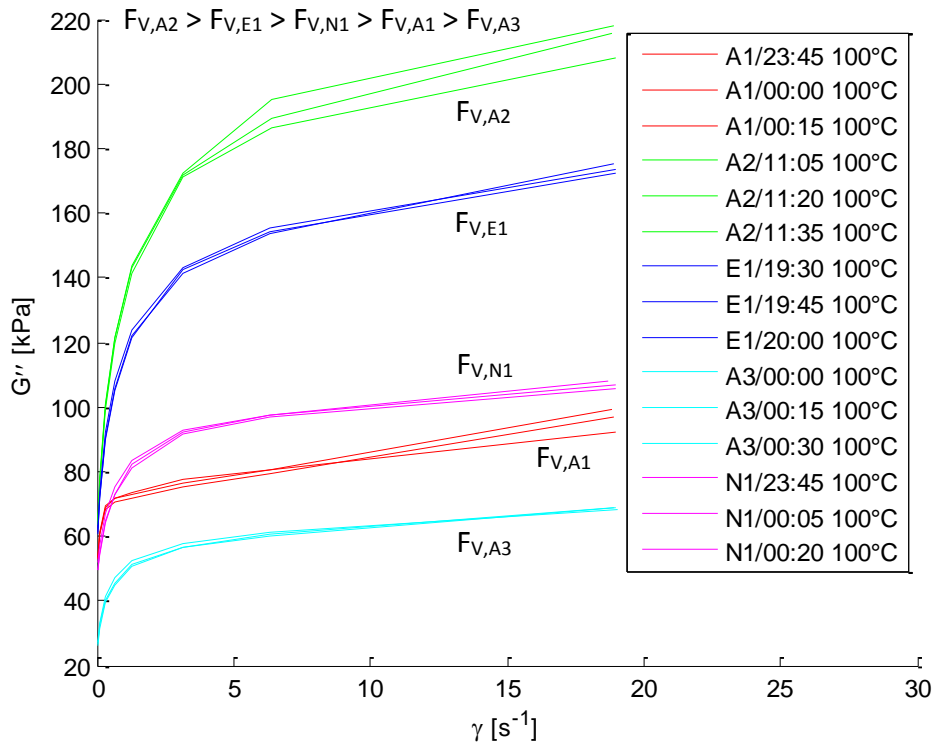


Abbildung 4.5: Verlustmodul über Scherrate

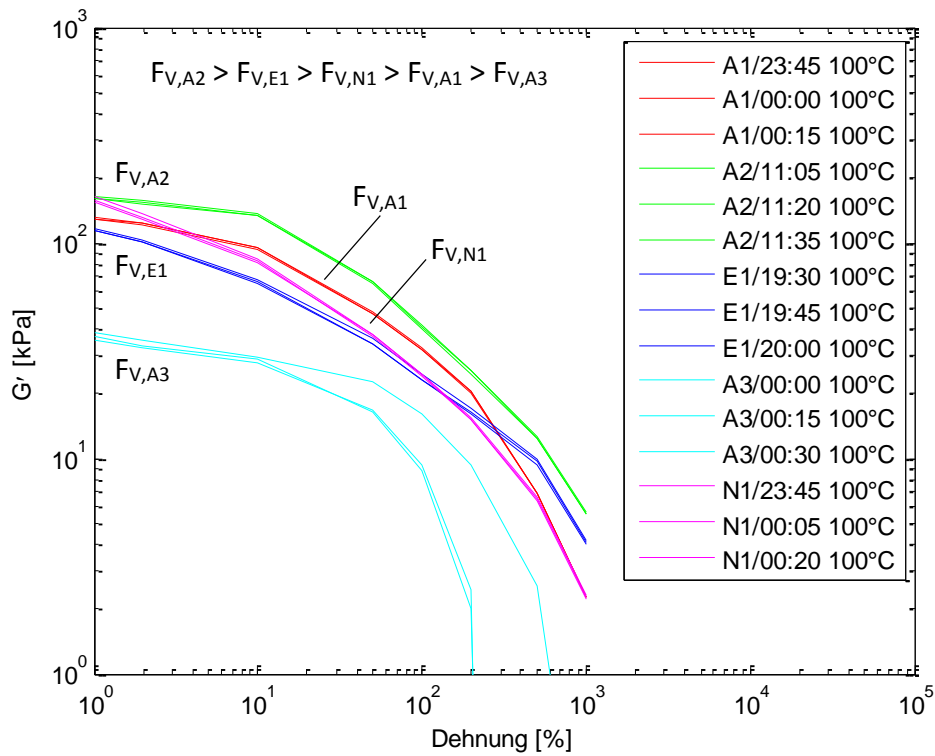


Abbildung 4.6: Speichermodul über Dehnung

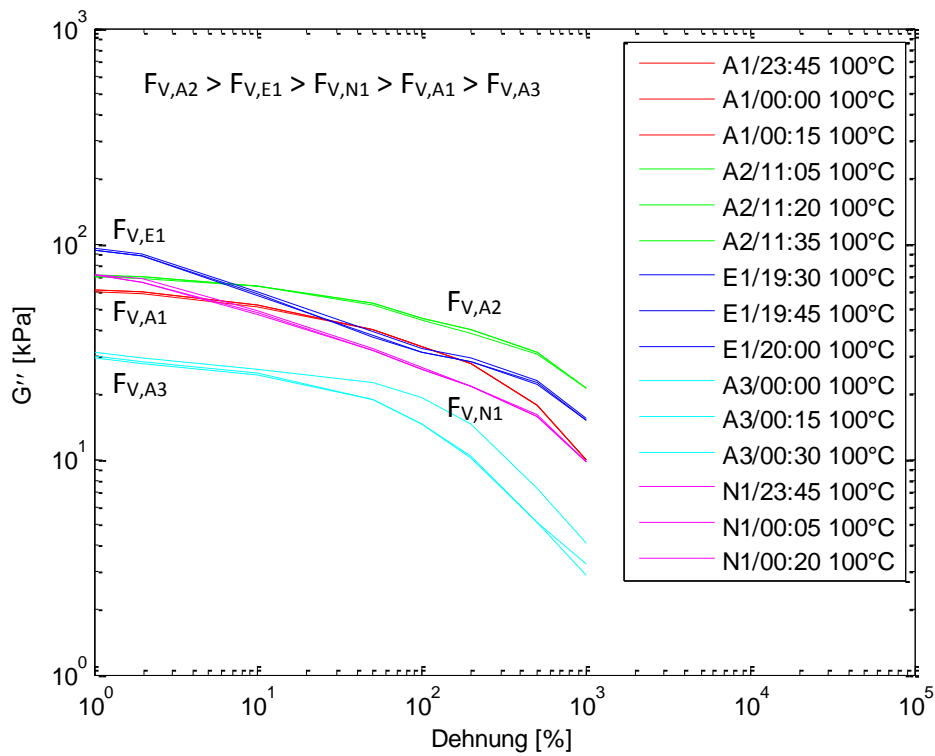


Abbildung 4.7: Verlustmodul über Dehnung

In Abbildung 4.4 und 4.5 sind die Ergebnisse mehrerer Frequenzsweeps aufgetragen. Die Kurven zeigen die beiden Komponenten des komplexen Schubmoduls  $G^*$ , den Speichermodul  $G'$  und den Verlustmodul  $G''$ , über der Scherrate. Die Abbildungen 4.6 und 4.7 zeigen in den Ergebnissen mehrerer Strainsweeps  $G'$  und  $G''$  über der Dehnung. In den Kurvenverläufen ist eine qualitative Abhängigkeit vom Füllgrad verstärkender Füllstoffe  $F_V$  zu erkennen. Je höher  $F_V$ , desto größer der Speichermodul  $G'$  bzw. der Verlustmodul  $G''$ , dies äußert sich in einer Verschiebung der Kurven zu höheren Werten der Moduli. Da  $G'$  bzw.  $G''$  und die Mooney-Viskosität  $ML(1+4)$  eine ähnliche qualitative Abhängigkeit von  $F_V$  aufweisen, kann man, insbesondere im Vergleich für die SBR-Mischungen A1-A3 und bei kleinen Scherraten oder bei großen Dehnungen, eine Zunahme von  $G'$  bzw.  $G''$  bei gleichzeitiger Zunahme von  $ML(1+4)$  beobachten (vgl. 7.1.1).

In Abbildung 4.8 sind die Ergebnisse mehrerer Frequenzsweeps aufgetragen, in Abbildung 4.9 jene mehrerer Strainsweeps. In den Kurvenverläufen für die SBR-Mischungen A1-A3 ist eine qualitative Abhängigkeit des Verlustwinkels  $\tan\delta$  vom Gesamtfüllgrad  $F_G$  zu erkennen. Je höher  $F_G$ , desto kleiner  $\tan\delta$ , der Quotient aus  $G''/G'$  (vgl. 3.3.1.1). Dies zeigt, dass mit zunehmendem Füllstoffgehalt der elastische Anteil des viskoelastischen Verhaltens gegenüber dem viskosen zunimmt, was eine Folge der quasi rein-elastischen Eigenschaften der Füllstoffpartikel im Vergleich zu Polymermatrix ist.

Da  $\tan\delta$ , die Strangaufweitung  $B_0$  und der Mooney-Slope eine ähnliche qualitative Abhängigkeit von  $F_G$  aufweisen, kann man, insbesondere bei kleinen Scherraten oder großen Dehnungen, eine Zunahme von  $\tan\delta$  bei gleichzeitiger Zunahme von  $B_0$  und dem Mooney-Slope beobachten (vgl. 7.1.1 und 7.1.3).

Die Ergebnisse der Strainsweeps in den Abbildungen 4.6, 4.7 und 4.9 zeigen sehr deutlich das unterschiedliche Verhalten der Polymer-Füllstoff- und Füllstoff-Füllstoff-Netzwerke in den Mischungen bei großen Dehnungen. Ein komplexes Zusammenwirken von Polymer, Füllstoffen und Füllstoffnetzwerk resultiert in sehr unterschiedlichen Kurvenverläufen in den unterschiedlichen Größenordnungsbereichen der Dehnung. Dies ist Gegenstand zahlreicher gesonderter Untersuchungen in der sogenannten „Large Amplitude Shear“ Experimente. [62]

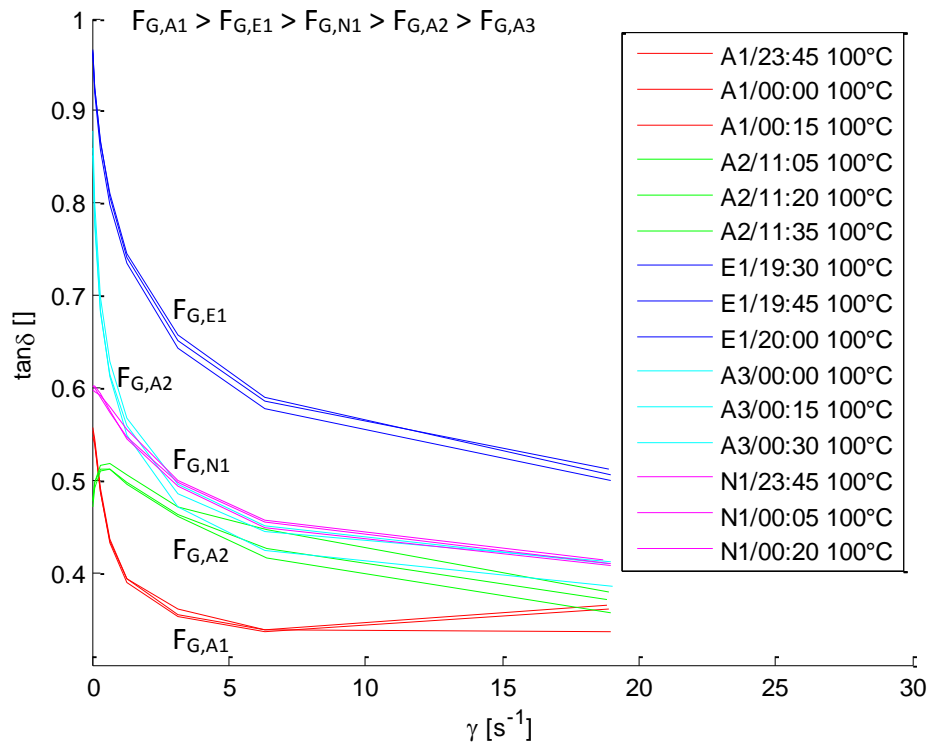


Abbildung 4.8: Verlustwinkel über Scherrate

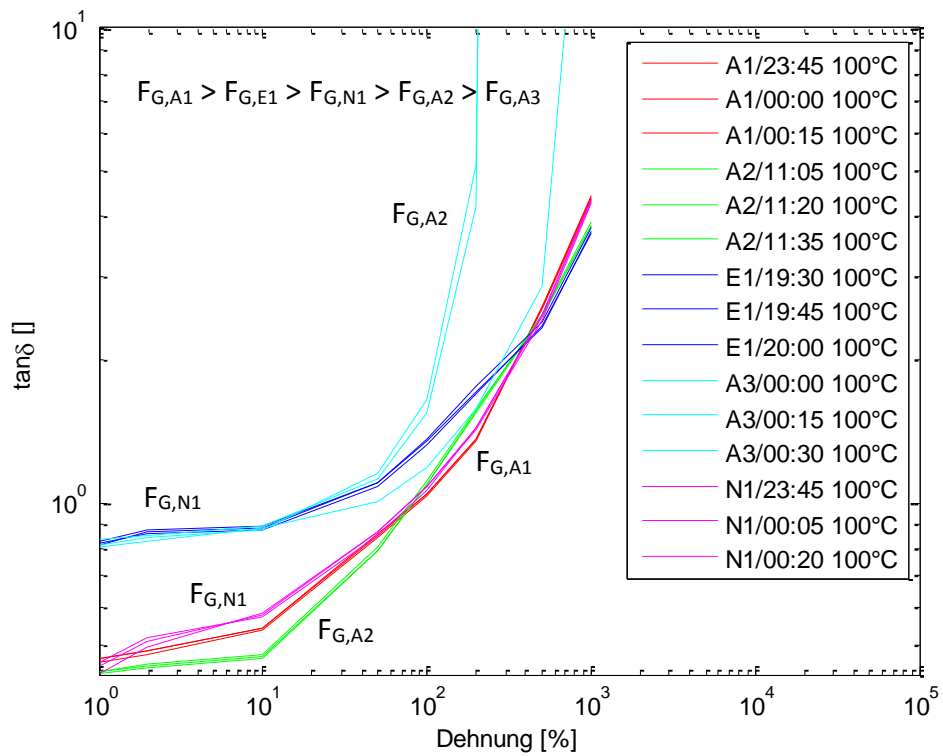


Abbildung 4.9: Verlustwinkel über Dehnung

### 7.1.3 Strangaufweitung

Mit dem in Abschnitt 3.1 beschriebenen Die Swell Tester wurde die Strangaufweitung  $B_0$  der Mischungen gemessen. Für diese Messungen wurde am Hochdruck-Kapillarviskosimeter eine Rundkapillare mit einem Durchmesser von  $D = 1\text{mm}$  und un einer Länge von  $L = 10\text{mm}$  gewählt und jeweils eine scheinbare Scherrate von  $\dot{\gamma}_{ap} = 60\text{s}^{-1}$  eingestellt. Als Messtemperatur wurde die jeweilige Verarbeitungstemperatur gewählt. Durch diese Prüfbedingungen ist gewährleistet, dass die Ergebnisse unter dem Produktionsprozess ähnlichen, vereinheitlichten Bedingungen ermittelt werden und so einen Vergleich der Mischungen untereinander ermöglichen. In Tabelle 7.2 und Abbildung 7.8 sind die Ergebnisse dargestellt, in Anhang C finden sich die Detailergebnisse für die Messungen an den einzelnen Mischungsproben.

Tabelle 7.2: Strangaufweitung  $B_0$  und Standardabweichung  $\sigma$

Mischung	Verstärkender Füllstoff	Gesamtfüllgrad	$B_0$ [%]	$\sigma$ [%]
A1	mittel	sehr hoch	20,4	0,5
A2	sehr hoch	mittel	31,7	0,7
E1	hoch	hoch	20,6	1,2
A3	niedrig	niedrig	90,0	4,1
N1	hoch	hoch	27,1	0,4

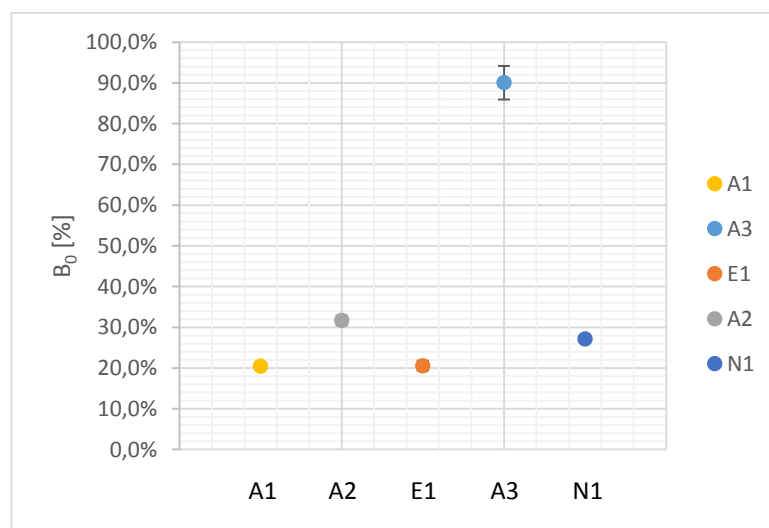


Abbildung 7.8: Strangaufweitung  $B_0$  der untersuchten Mischungen

Stellt man nun die Strangaufweitung  $B_0$  dem Gesamtfüllgrad  $F_G$  der Mischung gegenüber (siehe Abbildung 7.9), kann man für die untersuchten Mischungen einen formalen Zusammenhang der Form

$$B_0 = 1,4326 e^{-3,405 F_G} \quad (7.1)$$



erkennen. Dies entspricht grundsätzlich dem erwarteten Verhalten, dass hochgefüllte Mischungen eine geringere Strangaufweitung zeigen.

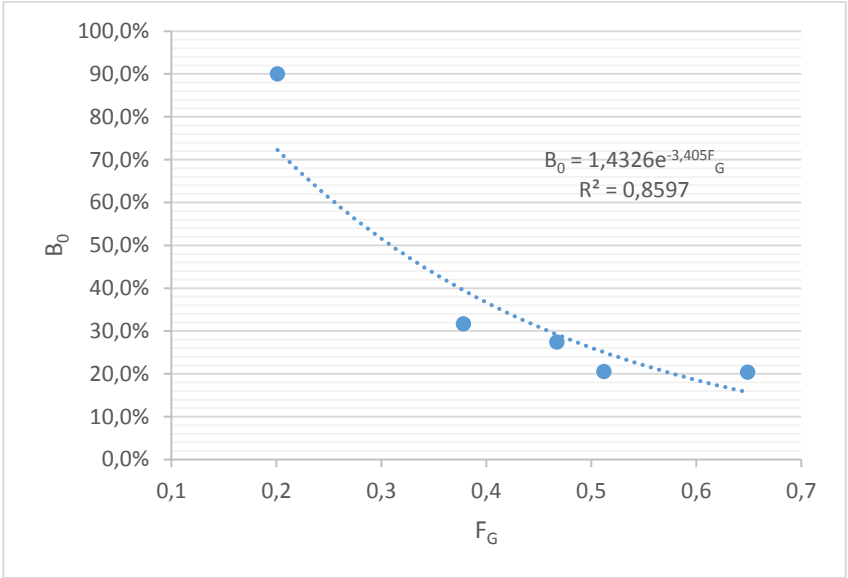


Abbildung 7.9: Abhängigkeit der Strangaufweitung von Gesamtfüllgrad

## 7.2 Prozessparameter

### 7.2.1 Randstreifenbreite

Die Messung der Randstreifenbreite  $b_R$  wurde mit dem optischen Randstreifenmesssystem durchgeführt. Bei konstanter Erzeugnisbreite  $b_0$  wurde daraus zur weiteren Bestimmung des Volumenstroms am Kalanders die Gesamtbreite  $b$  berechnet. Abbildung 7.10 zeigt exemplarisch einen zeitlichen Verlauf verschiedener Prozessparameter. Eine genauere Analyse des Verhältnisses der Prozessparameter zur Erzeugnisdicke und der Volumenströme war aufgrund der im folgenden Abschnitt beschriebenen Einschränkungen nicht durchführbar.

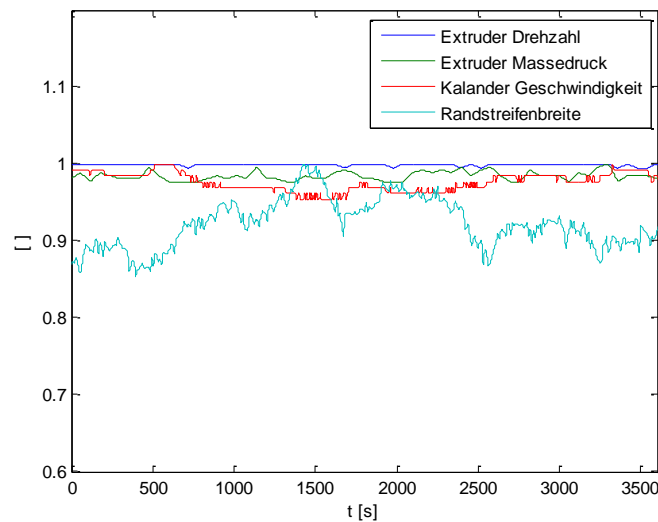


Abbildung 7.10: Extruderdrehzahl  $n$ , Massedruck  $p$ , Kalandergeschwindigkeit  $v_0$ , Randstreifenbreite  $b_R$  für Mischung A2 (Messwerte auf Maximum normiert)

### 7.2.2 Einschränkungen

#### 7.2.2.1 Walzenspalt und Schrägstellung

Wie sich bei der Analyse der Prozessparameter gezeigt hat, stimmt der aufgezeichnete Wert für den Walzenspalt nicht mit der Realität überein. Recherchen bezüglich der Messung und Berechnung haben ergeben, dass das Messsystem weder regelmäßig kalibriert noch gewartet wird. So können sich durch eine fehlerhafte Messung z.B. auch Negativwerte für den Walzenspalt ergeben (siehe Abbildung 7.11). Man kann dies zur Visualisierung durch eine Normierung der Messwerte umgehen, aber da keine Informationen zum zeitlichen Verhalten der Abweichungen der Messwerte vorliegen, empfiehlt es sich für zukünftige Anwendungen eine regelmäßige Wartung und Kalibrierung vorzusehen.

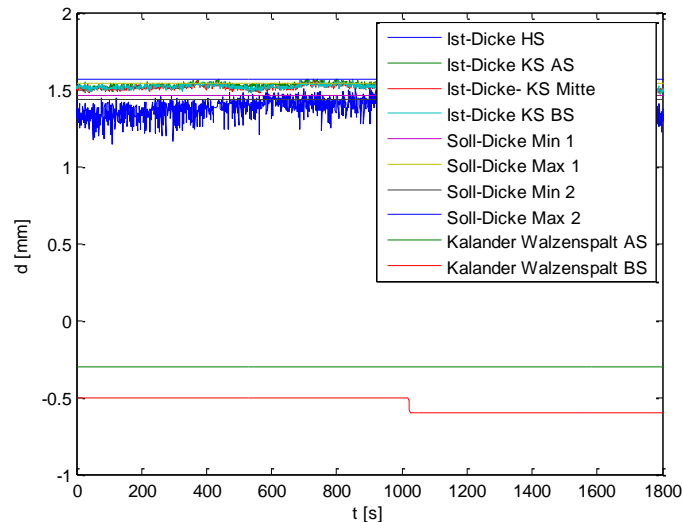


Abbildung 7.11: Negativer Kalanders Walzenspalt AS/BS in den Prozessdaten der Mischung A1

Da die Kautschukbahnen innerhalb enger Toleranzen gefertigt werden sollen, spielt auch die temperaturabhängige Dimensionsänderung der Kalanderswalzen eine Rolle. Es konnte beobachtet werden, dass die Temperierung der Walzen sehr träge erfolgt. Bei großen Temperaturänderungen ist eine Korrektur des Spalts und der Schrägstellung notwendig. Es wird empfohlen die Temperierung zu evaluieren und gegebenenfalls Anpassungen vorzunehmen.

Agrund dieser Einschränkungen am Messsystem des Kalenders, das einen fehlerhaften Wert für den Walzenspalt  $2h_0$  lieferte, konnte das Verhältnis zur Erzeugnisdicke  $2h^*$  nicht betrachtet werden und somit keine maschinenbedingte Strangaufweitung  $B_{OM} = 2h^* / 2h_0$  bestimmt werden.

### 7.2.2.2 Laser-Dickenmessung

Die Laser-Dickenmessung der Erzeugnisdicke direkt nach dem Kalender ist notwendig für die Funktion der automatischen Dickenregelung. Während der Versuchsdurchführung konnte beobachtet werden, dass das System stark schwankende Werte (siehe Abbildung 7.12) lieferte, die automatische Dickenregelung ist in diesem Falle nicht mehr einsatzfähig. Dies erfordert zusätzlichen manuellen Arbeitsaufwand für das Bedienpersonal und kann sich negativ auf die Maßhaltigkeit der Erzeugnisse auswirken. Daher wird empfohlen regelmäßige Kalibrierung und Wartung durch internes Personal einzuplanen.

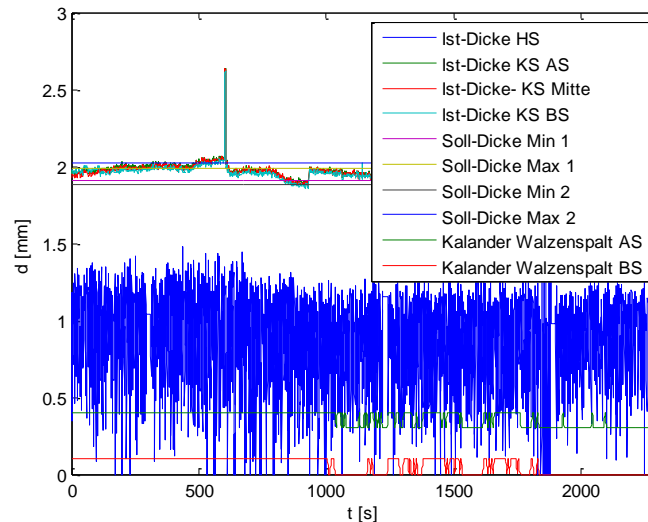


Abbildung 7.12: Schwankung Laser-Dickenmessung (Ist-Dicke HS) in den Prozessdaten der Mischung E1

Zur Analyse des Verarbeitungsverhaltens von Kautschukmischungen, können diese fehlerhaften Messwerte für die Erzeugnisdicke  $2h^*$  nicht herangezogen werden. Dadurch ist weder die Berechnung des Volumenstroms am Kalandrier  $\dot{Q} = 2h^*v_0b$  noch der maschinenbedingten Spritzquellung  $B_{OM} = 2h^* / 2h_0$  möglich.

### 7.2.2.3 Induktive Dickenmessung

Die Induktive Dickenmessung ist notwendig zur kontinuierlichen Überwachung der Erzeugnisdicke und für die Funktion der automatischen Dickenregelung. Die manuelle Ermittlung des Korrekturfaktors für diesen Messwert stellt eine potentielle Fehlerquelle dar. Daher sollte das Messsystem regelmäßig kalibriert werden und ein Anheben der Sensoren vermieden werden. Sensoren mit Rollen aus einem Material mit geringer Haftung und eine Änderung der Vorgehensweise bei Mischungswechsel sind hier mögliche Lösungsansätze.

### 7.2.3 Resultate

Aufgrund der oben angeführten Einschränkungen konnte keine vollständige Analyse der Prozessparameter und deren Zusammenhang mit den Materialeigenschaften mehrerer Proben zu unterschiedlichen Zeitpunkten durchgeführt werden. Der aufgrund der fehlerhaften Messung unphysikalische Wert für den Walzenspalt  $2h_0$  und die extreme Schwankung der Lasermessung für die Erzeugnisdicke  $2h^*$  erlauben weder die Berechnung der maschinenbedingten Strangaufweitung  $B_{OM}$  noch des Volumenstroms  $\dot{Q}$ .

Der Versuch einer Korrelation von einzelnen Prozessparametern und den Mischungseigenschaften hat ebenfalls keine signifikanten Zusammenhänge aufzeigen können. Die Variation der Werte war im untersuchten Zeitrahmen zu gering um eine Aussage zu treffen. Eine einfache Multivarianzanalyse hat keine, für alle untersuchten Mischungen, allgemein gültigen Zusammenhänge gezeigt. In Abbildung 7.13 (Strangaufweitung über komplexem Schubmodul bzw. Speichermodul) und 7.14 (Kalandergerwindigkeit bzw. Walzenspalt über Speichermodul) sind die wenigen scheinbaren linearen Zusammenhänge zwischen Materialkennwerten untereinander bzw. Materialkennwerten und Prozessparametern skizziert. Für diese Analyse wurden ausgehend von den Kurven der oszillationsrheologischen Prüfung (vgl. 7.1.2) Werte der Moduli für eine Scherrate von  $60 \text{ s}^{-1}$  extrapoliert. Jedoch waren vermeintliche Zusammenhänge als solche nur für die Mischungen A1, A2 und E1 vorhanden und weisen auch für diese nur sehr geringe Steigungen entgegengesetzter Vorzeichen auf.

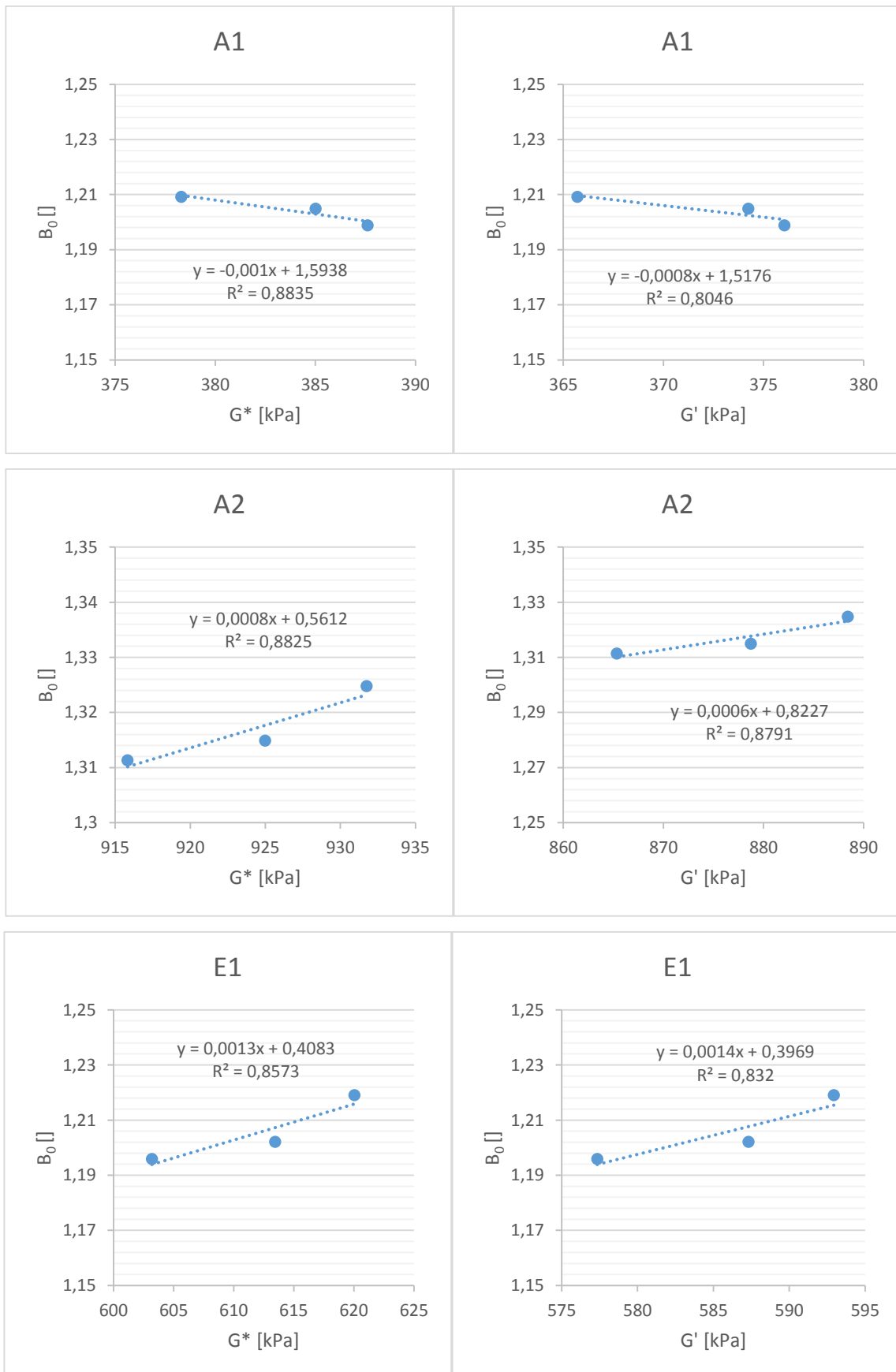


Abbildung 7.13: Strangaufweitung  $B_0$  über komplexem Schubmodul  $G^*$  und Speichermodul  $G'$  für die Mischungen A1, A2 und E1

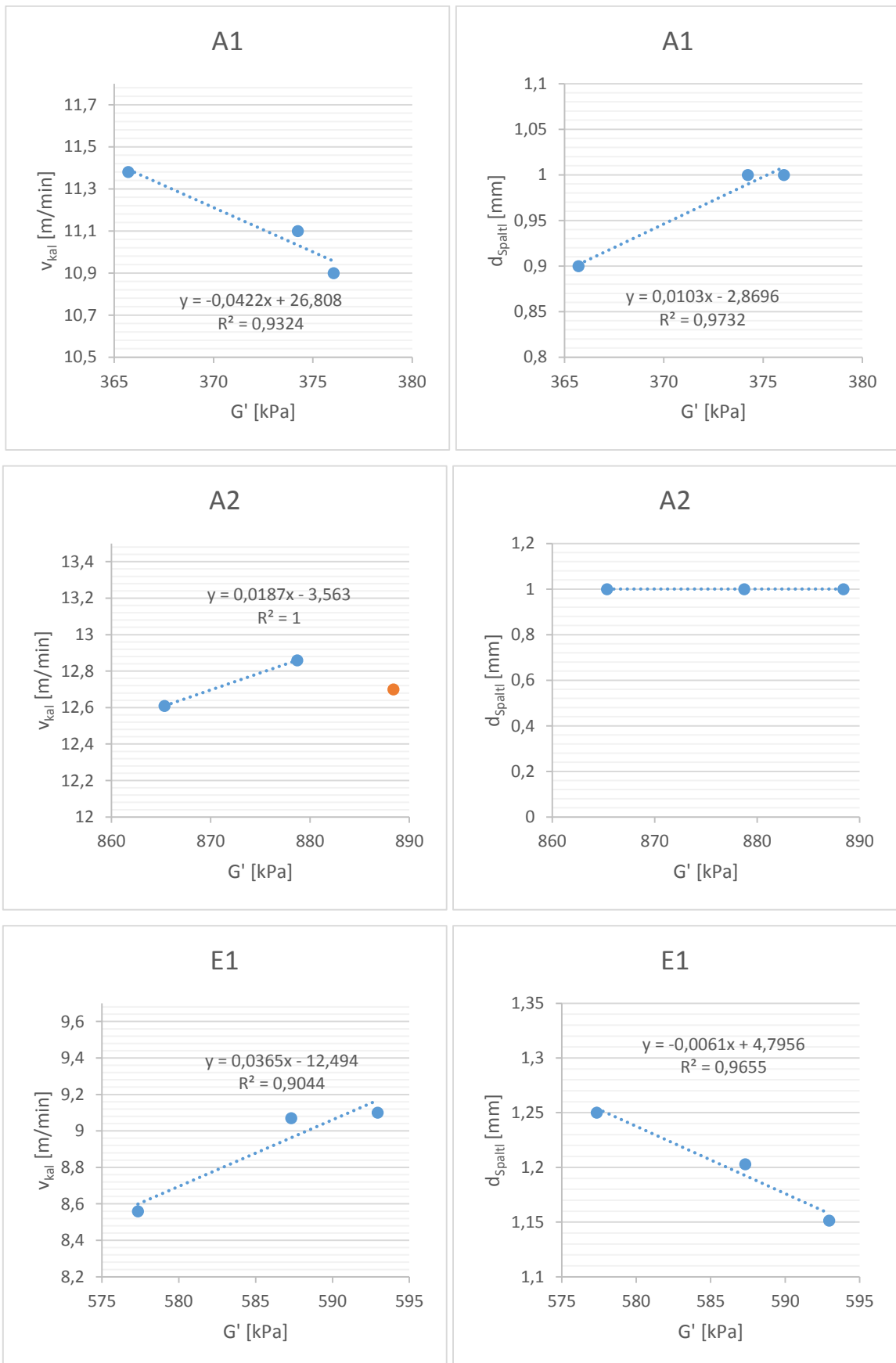


Abbildung 7.14: Kalandergeschwindigkeit  $v_{kal}$  und Walzenspalt  $d_{Spalt}$  über Speichermodul  $G'$  für die Mischungen A1, A2 und E1

## 8. Interpretation der Ergebnisse

Es wurde bereits in Punkt 4.3 verdeutlicht, dass die untersuchten Mischungen ein sehr breites Spektrum an Polymeren, Füllstoffen abdecken, ohne zusätzlich noch auf Mischverfahren eingegangen zu sein. Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, einen Zusammenhang zwischen einer charakteristischen Mischungseigenschaft, die vorrangig direkt zu messen ist, und dem Verarbeitungsverhalten zu finden. So ist einzusehen, dass für bestimmte Kennwerte im Vergleich zu anderen durchgeführten Untersuchungen, die mit sehr eng abgegrenzten Rahmenbedingungen auf grundlegendere Erkenntnisse ausgerichtet sind, nur mäßige Korrelationen gefunden werden konnten, welche sich aber trotz allem entsprechend grundlegender Modelle verhalten.

Es konnte die erwartete Temperaturabhängigkeit der Mooney Viskosität und des komplexen Schubmoduls gezeigt werden, sowie, dass sich diese Abhängigkeit für unterschiedliche Absolutwerte der einzelnen Proben in einem konstanten additiven Wert bei konstanter Temperaturdifferenz während der Messungen manifestiert. So wurden die Mooney- und oszillationsrheologischen Messungen bei jeweils der gleichen Standardtemperatur von 100 °C als aussagekräftige Vergleichswerte verifiziert.

Ausgehend von den vorliegenden Ergebnissen kann man die Charakterisierung der Variationen innerhalb eines bestimmten Mischungstyps (hier die SBR-Mischungen) durchaus auf die zeiteffizientere Messmethoden mit Mooney-Viskosimeter oder Oszillationsrheometer reduzieren und diese zur Qualitätskontrolle oder Prozessstabilisierung durch Anpassung von Regelgrößen zur Kompensation von Variationen der Mischung im Produktionsprozess nutzen.

Stellt man eine Überlegung zur Scher- und Fließsituation in den 3 betrachteten Messgeräten an, so kann man erkennen, dass sich an allen ein ähnlicher Arbeitsbereich einstellen lässt, um eine direkte Vergleichbarkeit herzustellen. Den Ausgangspunkt bildet das Mooney Viskosimeter, da die Messung des ML(1+4) keine freien Parameter zulässt und somit die Randbedingungen bestimmt. Die Mischungsprobe wird hier bei einer sehr geringen Scherrate einer stationären Scherströmung, also einer sehr großen Dehnung unterworfen. Diese Situation lässt sich auch am Visco-Elastograph im sogenannten



„Strain-Sweep“ realisieren, wobei ebendiese einen kleinen Ausschnitt des Verlaufs der Kurve von  $G^*$  (und  $G'$ ,  $G''$ ,  $\tan \delta$ ) darstellt. Das HKV beruht auf dem Prinzip der stationären Scherströmung, jedoch bei hohen Scherraten, die den Verarbeitungsprozessen entsprechen. Möchte man nun zusätzlich eine sehr niedrige Scherrate einstellen, um im gleichen Arbeitsbereich wie oben zu liegen, so müssen niedrige Kolbengeschwindigkeiten, die experimentell noch realisierbar und bei denen Messwerte trotzdem noch aussagekräftig sind, angewendet werden. Das ist mit Messkapillaren großer Durchmesser möglich.

Führt man nun mit einer geeigneten Kapillaren Strangaufweitungsmessungen über einen Scherratenbereich, der sowohl den Arbeitsbereich aller 3 Messgeräte als auch die während der Verarbeitung der Mischung vorherrschenden Bedingungen umfasst, kann man möglicherweise eine Vorhersage für den Zusammenhang zwischen einer einfachen Messung bei Standardbedingungen wie ML(1+4) oder einem Strain-Sweep und einer standardisierten HKV-Messung herstellen. Eine Analyse der Vergleichbarkeit der Messverfahren bei ähnlichen Arbeitspunkten und der maschinenbedingten Strangaufweitung kann Gegenstand zukünftiger Untersuchungen sein.

Trotz der eingangs beschriebenen Einschränkungen durch die komplexe Zusammensetzung der Mischungen ist die Erkenntnis, dass es einen Zusammenhang der Form

$$B_0 = 1,4326 e^{-3,405 F_G}$$

zwischen dem Füllgrad  $F_G$  und der Strangaufweitung  $B_0$  unabhängig von oben erwähnten Variationen in der Mischungszusammensetzung gibt, umso wertvoller. Dieser folgt grundsätzlich dem erwarteten Verhalten einer Abnahme der Strangaufweitung mit steigendem Füllgrad. Mit der gefundenen Abhängigkeit kann man die Größenordnung der Strangaufweitung für verschiedene Mischungstypen abschätzen.

Für die Prozessentwicklung und die grundlegende Definition von Regelgrößen und -faktoren ist es jedoch notwendig, einen Kennwert zur Verfügung zu haben, welcher direkt unter realistischen, dem Prozess ähnlichen Bedingungen, gemessen werden kann und unabhängig von der Mischungszusammensetzung eine Aussage über das Verarbeitungsverhalten ermöglicht. Mit der Strangaufweitung  $B_0$  kann man einen solchen

charakteristischen Kennwert definieren, auf dessen Basis man das Prozessfenster der Key Process Parameters und die beeinflussenden Regelfaktoren für die Rollerhead-Anlage schon während der Prozessentwicklung für eine bestimmte Mischung festlegen kann. So lässt sich ein enges Prozessfenster für die Erzeugnisdicke realisieren und der sogenannte „Dickenantrag“, also der einzustellende Walzenspalt für eine gewünschte Erzeugnisdicke, bestimmen.

Es soll nochmals erwähnt werden, dass aufgrund der fehlerhaften Messwerte an der Rollerhead-Anlage selbst, leider keine genauere Analyse des Zusammenhangs zwischen der gemessenen Strangaufweitung  $B_0$  und der maschinenbedingten Strangaufweitung  $B_{0M}$  möglich war. Die Fehlerquellen konnten identifiziert werden, jedoch nicht die Ursache der Fehler. Sollte dieses Problem aber in Zukunft gelöst werden, können weitere Anstrengungen zur Ableitung eines allgemein gültigen Zusammenhangs betrieben werden. Eine mögliche Vorgehensweise ist im folgenden Kapitel 9 skizziert.

## 9. Outlook

Bei der Rollerhead-Anlage und den verarbeiteten Kautschukmischungen handelt es sich in verfahrenstechnischer sowie in materialwissenschaftlicher Hinsicht um sehr komplexe Systeme. Der Ansatz einer Untersuchung der Beziehung der Strangaufweitungen in Labor und an der RHA bzw. der Volumenströme sollte weiter verfolgt werden. Ausgehend davon, dass sich die Mischungszusammensetzung abgesehen von den typischen Schwankungen durch Polymer, Mischprozess, etc. in ihrer Zusammensetzung nicht ändert, kann man die im Folgenden beschriebene Vorgehensweise zur Bestimmung von Prozessgrenzen und Regelparametern anwenden.

Bei vorgegebener Temperatur wird der Wert der Strangaufweitung für verschiedene Düsengeometrien bei mehreren Scherraten, die innerhalb der in der Produktion erlaubten Prozessgrenzen liegen, gemessen. So kann eine Funktion für die Veränderung des Werts der Strangaufweitung  $B_0$  in Abhängigkeit von Geometriefaktoren – Kapillare bzw. Walzenspalt – und der Scherrate ermittelt werden. Eine geeignete Funktion zur Skalierung von Hochdruck-Kapillarviskosimeter auf die Rollerhead-Anlage kann mit korrekten Werten für die maschinenbedingte Strangaufweitung  $B_{0M}$ , resultierend aus gemessener Erzeugnisdicke und Walzenspalt, gefunden werden. Dabei kann die entwickelte Software mit geringfügigen Modifikationen zur Auswertung der Daten verwendet werden.

Eine mögliche Darstellung einer Ergebnisfunktion ist in Abbildung 9.1 skizziert. Hier wurden die Ergebnisse von Messungen der Strangaufweitung einer EPDM-Mischung am HKV aus [34] als Fläche im dreidimensionalen Raum dargestellt. Auf den Achsen wurden die eingestellte Scherrate, das L/D-Verhältnis der ausgewählten Kapillaren und die gemessene Strangaufweitung  $B_0$  aufgetragen. Die angedeutete Strecke von Punkt A nach Punkt B in Abbildung 9.1 entspricht einer Verringerung des L/D-Verhältnisses von 15 auf 10 bei einer gleichzeitigen Erhöhung der Scherrate von  $100 \text{ s}^{-1}$  auf  $500 \text{ s}^{-1}$ . Dies führt für die in [34] betrachtete EPDM-Mischung zu einem Anstieg der Strangaufweitung  $B_0$  von 25% auf 50%.

In Analogie dazu kann für die RHA Scherrate, Walzenspalt und maschinenbedingte Strangaufweitung  $B_{0M}$  aufgetragen werden. Mit Hilfe solcher Funktionen kann schließlich

ein Zusammenhang untersucht werden und auf dessen Grundlage ein Regelkonzept in Abhängigkeit von Mischungseigenschaften und Prozessparametern entwickelt werden.

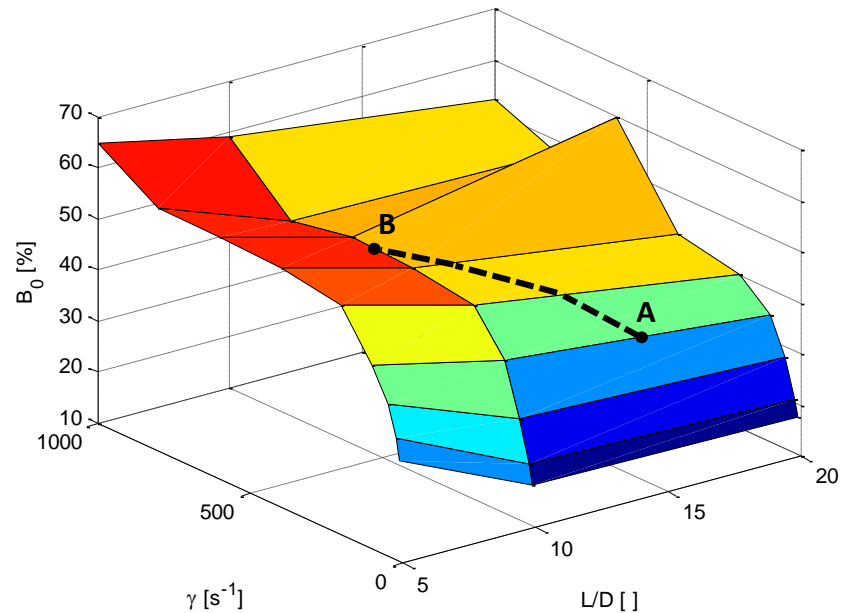


Abbildung 9.1: Strangaufweitung einer EPDM-Mischung über Scherrate und L/D-Verhältnis aufgetragen (Daten aus [34])

Eine Beseitigung der Messfehler an der RHA ist Voraussetzung um weiterführende Untersuchungen voran zu treiben. Dies macht nicht nur eine exaktere quantitative Prozessbeschreibung möglich, sondern hebt auch ein Optimierungspotential im Produktionsbetrieb, da durch regelmäßige Wartung und Kalibrierung der Messsysteme ein funktionierendes Monitoring des Prozesses gewährleistet ist und somit in engeren Grenzen produziert werden kann sowie die Notwendigkeit manueller Korrekturen im laufenden Betrieb vermieden werden können.

## 10. Literatur

- [1] F. Röthemeyer, F. Sommer, Kautschuktechnologie, Carl Hanser Verlag München 2013
- [2] J.L. Leblanc, Rubber-filler interactions and rheological properties in filled compounds, Prog. Polym. Sci. 27 (2002) 627-687
- [3] W. B. Wiegand: Trans. Inst. Rubber Ind. 1, 141 (1925)
- [4] R.I. Tanner, Recoverable elastic strain and swelling ratio, Rheological measurement, London: Chapman & Hall, 1988
- [5] J.L. Leblanc, Insight into elastomer-filler interactions and their role in the processing behaviour of rubber compounds, Prog. Rubber Plast. Technol. 10, 1994, 112-129
- [6] A. R. Payne u. R. E. Whittaker: RCT 44 (1971) 440
- [7] H. Ambacher et al.: KGK 44 (1991) 1111
- [8] J.S. Dick, H. Pawlowski, Applications of the rubber process analyzer in characterizing the effects of silica on uncured and cured compound properties, Rubb. Div. Mtg., ACS, Montral, Canada, 1996
- [9] J-P. Berry, P. J. Cayre: J. Appl. Polym. Sci. 3 (1960), 213
- [10] A.I. Medalia, Effect of carbon black on dynamic properties of rubber vulcanizates, Rubber Chem. Technol. 51, 1987, 437-523
- [11] W. M. Hess & Ch. R. Herd: Carbon Black, Kap. 3 (Ed. J.-B. Donnet) Marcel Dekker Inc., N. Y. (1993)
- [12] J.L. Leblanc, C. Barres, Bound rubber: a key factor in undestanding the rheological properties of carbon black filled rubber compounds, Rub. Div. Mtg., Am. Chem. Soc. Chicago, Illinois, Paper 70, April 13-16, 1999
- [13] N. Vennemann, S. Lüpfer, Mooney-Relaxationsprüfung mit FFT-Analyse – eine neue Methode zur schnellen rheologischen Charakterisierung von Kautschuken und Mischungen, Kautschuk + Gummi, Kunststoffe 44 (1991) 270-282
- [14] M. Mooney, Industr. Eng. Chem. (Anal.) 6 (1934) 147
- [15] DIN 53523
- [16] J. Malac, Mooney viscosity, Mooney elasticity and procesability of raw natural rubber, Journal of Materials Science and Engineering with Advanced Technology, Volume 3, Number 1, 2011, 67-87

- [17] H. Burhin, W. Spreutels, MV2000 Mooney Viscosimeter: Mooney Relaxation Measurements on Raw Polymers and Compounded Rubber Stocks, *Kautschuk + Gummi, Kunststoffe* 43 (1990) 431-436
- [18] R. Hornig, J. Kielmann, Schwingungsrheometrie vs. Hochdruck-Kapillarrheometrie, *GAK* 67 (2014) 708 – 719
- [19] [https://de.wikipedia.org/wiki/Komplexer\\_Schubmodul](https://de.wikipedia.org/wiki/Komplexer_Schubmodul) abgerufen am 11.03.2016
- [20] ISO 6502
- [21] I. Pliskin, Observations of Die Swell behavior of filled elastomers measured automatically with a new „Die Swell Tester“, *Rubber Chemistry and Technology* 46 (1973) p. 1218-1233
- [22] F. Röthemeyer, Entwicklung und Erprobung eines Messgerätes zur Erfassung des Verarbeitungsverhaltens von Kautschukmischungen, *Kautschuk + Gummi, Kunststoffe* 33 (1980) S. 1011-1015
- [23] [ M. Pahl: Rheologie der Rohrströmung; Praktische Rheologie der Kunststoffe, VDI-Verlag, Düsseldorf (1978) 105
- [24] Vorlesungsskriptum Polymere II: Polymerphysik (ETH Zürich, WS 1999/2000)
- [25] W. Ostwald, Über die Geschwindigkeitsfunktion der Viskosität disperser Systeme IV, *Kolloid-Zeitschrift* 36 (1925) 248-250
- [26] A. de Waele, Viscometry and plastometry, *Journal of the Oil and Colour Chemists' Association* 6 (1923) 33-69
- [27] W.-M. Kulicke, Fließverhalten von Stoffen und Stoffgemischen, Hüthig & Wepf, Heidelberg 1986
- [28] E.B. Bagley, End corrections in the capillary flow of polyethylene, *Journal of Applied Physics* 28 (1957) 624-627
- [29] H.W. Müllner, J. Eberhardsteiner, P. Mackenzie-Helnwein, Constitutive characterization of rubber blends by means of capillary-viscometry, *Polymer Testing* (2009) 13-23
- [30] M. Money, Explicit formulas for slip and fluidity, *Journal of Rheology* 2 (1931) 201-222
- [31] C. Jespen, R. Badura, Zur Anwendung der Rabinowitsch Gleichung, *Kautschuk Gummi Kunststoffe* 41 (1988) 400-402
- [32] B. Rabinowitsch, Über die Viskosität und Elastizität von Solen, *Zeitschrift für physikalische Chemie* 145 (1929) 1-26

- [33] H.W. Müllner, A. Wieczorek, H.A. Mang, J. Eberhardsteiner, Back calculation of the entrance pressure of capillary dies by means of measurements with slit dies, *Polymer Testing* 26 (2007) 426-437
- [34] Müllner, J. Eberhardsteiner, W. Fidi, Rheological characterisation of the die swell phenomenon of rubber compounds, *Polymer Testing* 26 (2007), p.1041-1048
- [35] J.R.A. Pearson, Applications of rheology to rubber processing, *Rubber Chemistry and Technology* 41 (1968) 1, 23
- [36] F. Röthemeyer, Gestaltung von Extrusionswerkzeugen unter Berücksichtigung viskoelastischer Effekte, *Kunststoffe* 59, (1969) 333
- [37] F. Röthemeyer, Rheologische und thermodynamische Probleme bei der Verarbeitung von Kautschukmischungen, *Kautschuk + Gummi, Kunststoffe* 27, (1974) 433
- [38] F. Röthemeyer, Untersuchungen des Fließverhaltens von Kautschukmischungen mit einem Kapillar-Viskosimeter, *Kautschuk + Gummi, Kunststoffe* 31, (1978) 495
- [39] J. Meissner, *Kunststoffe*, 61, 9 (1971)
- [40] C. Barus, Isothermals, isopiestic and isometrics relative to viscosity, *Am. J. Sci.* 45 (1893) 87-96
- [41] C.D. Han, *Rheology in Polymer Processing*, Academic Press, New York, 1976
- [42] E.B. Bagley, H.J. Duffey, Recoverable shear strain and the Barus effect in polymer extrusion, *Trans. Soc. Rheol.* 14 (1970) 545-553
- [43] H. Kramer, Untersuchungen zur Spritzquellung von Kautschukmischungen, *Kunststoff und Gummi* 6 (1967), 433-438
- [44] TA Instruments: *Understanding Rheology of Thermoplastic Polymers*
- [45] J.J. Pena, G.M. Guzman, A. Santamaria, Elastic behaviour of polyvinyl chloride melts, *Mater. Chem. Phys.* 9 (1983) 513-521
- [46] Technische Dokumentarion Micro-Epsilon thicknessCONTROL 8305 Profilometer
- [47] E. G. Harms, Ein neuer Extruder für die Kautschukverarbeitung. Entwicklung und modelltheoretische Überprüfung, Dissertation, RWTH Aachen, 1991
- [48] C. Rauwendaal, *Polymer Extrusion*, Hanser Publishers, München 1986
- [49] H.-J. Laake, Berechnung des axialen Druck- und Temperaturprofils in einem Stiftexttruder, *Kautschuk + Gummi, Kunststoffe* 41 (1988) 898-907
- [50] J. M. McKelvey, *Polymer Processing*, John Wiley and Sons, Inc., New York 1962
- [51] G.R. Cotten, Influence of carbon black on processability of rubber stocks, II. Extrusion shrinkage, *Rubber Chem. Techn.* 52, (1979) 187

- [52] <http://www.happy-lab.at/ausstattung> abgerufen am 04.01.2016
- [53] <http://www.arduino.cc/en/Main/ArduinoBoardNano> abgerufen am 04.01.2016
- [54] Technische Dokumentation Osram SFH 4243 IR-Lumineszenzdiode (940 nm)
- [55] Technische Dokumentation Osram SFH 320 Silicon NPN Phototransistor
- [56] <http://www.goettfert.de/produkte/kapillarrheometer/rg-20>
- [57] Technische Dokumentation Sharp Photocoupler PC817
- [58] <http://de.mathworks.com/help/images/ref/edge.html> abgerufen am 11.03.2016
- [59] F. Bohnert, D. Kiesenbauer, Seminar Simulation und Bildanalyse, Universität Ulm, 2003
- [60] <http://de.mathworks.com/help/matlab/ref/interp1.html> abgerufen am 11.03.2016
- [61] <http://de.mathworks.com/help/curvefit/fit.html> abgerufen am 11.03.2016
- [62] K. Hyun, S.H. Kim, K.H. Ahn, S.J. Lee, Large amplitude oscillatory shear as a way to classify the complex fluids, J. Non-Newtonian Fluid Mech. 107 (2002) 51-65



## Anhang A: Detaillerggebnisse Mooney Viskosimeter

In Tabelle A.1 sind die Prüfergebnisse für die Mischung A1 bei der Standardtemperatur von 100 °C und bei der Verarbeitungstemperatur der Mischung von 80 °C aufgelistet. Es wurden die Proben 510, 507 und 515 aus Paletten vor Verarbeitung an der RHA untersucht, sowie Proben aus den Randstreifen mit Entnahmezeitpunkt 23:45 Uhr, 00:00 Uhr und 00:15 Uhr.

Tabelle A.1: Ergebnisse für Mischung A1

Probe	100 °C		80 °C	
	ML(1+4) [ME]	Slope [°]	ML(1+4) [ME]	Slope[°]
510	61,9	0,356	73,4	0,316
507	67,5	0,368	80,7	0,310
515	60,8	0,378	73,3	0,329
"23:45"	57,8	0,391	69,9	0,324
"00:00"	57,0	0,405	68,7	0,340
"00:15"	57,4	0,384	69,3	0,334
<b>Mittelwert</b>	<b>57,4</b>	<b>0,393</b>	<b>69,3</b>	<b>0,333</b>

Die Abbildung A.1 zeigt den Verlauf der Mooney Viskosität über die Prüfzeit für die Proben aus Paletten und Randstreifen bei der Standardtemperatur von 100 °C, die Abbildung A.2 für die Verarbeitungstemperatur von 80 °C. An den Kurvenverläufen kann man den Abbau sowie die Homogenisierung der Mischung durch die Verarbeitung ablesen.

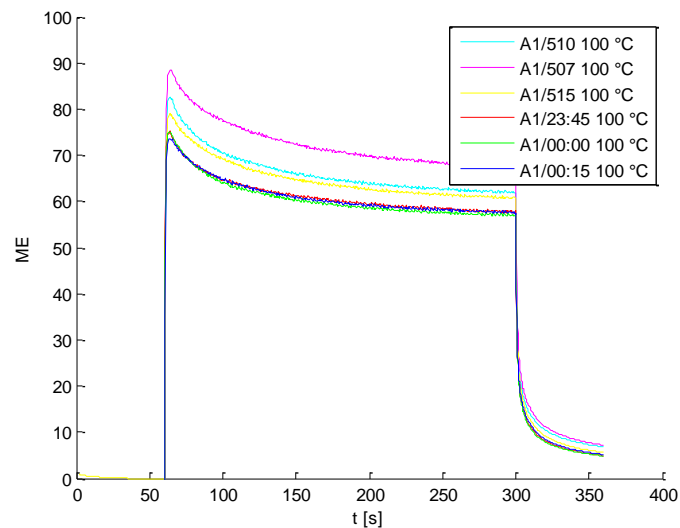


Abbildung A.1: Verlauf der Mooney-Viskosität für Mischung A1 bei 100 °C

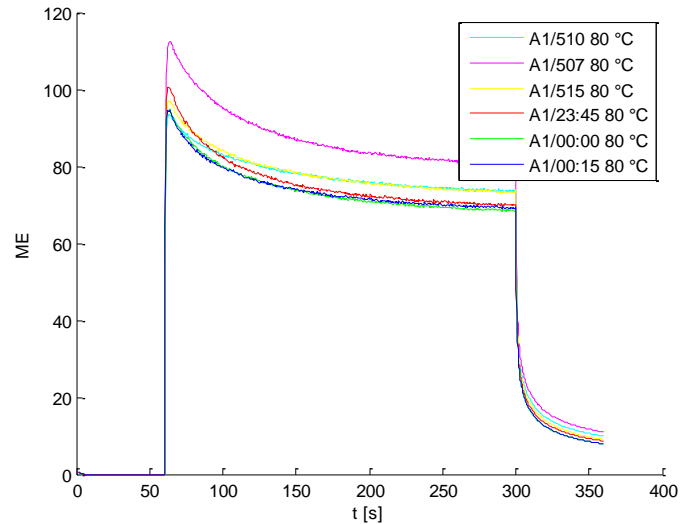


Abbildung A.2: Verlauf der Mooney-Viskosität für Mischung A1 bei 80 °C

Die Abbildung A.3 zeigt den Verlauf der Mooney Viskosität über die Prüfzeit für die Proben aus den Randstreifen bei der Standardtemperatur von 100 °C und bei der Verarbeitungstemperatur von 80 °C. Bedingt durch die Temperaturdifferenz sieht man eine Differenz in der Mooney-Viskosität. In Abbildung A.4 ist die Differenz des  $ML(1+4)$  für alle Proben aus Paletten und Randstreifen aufgetragen, diese liegt quasi-konstant bei 12,15 ME mit einer relativen Standardabweichung von 0,05%.

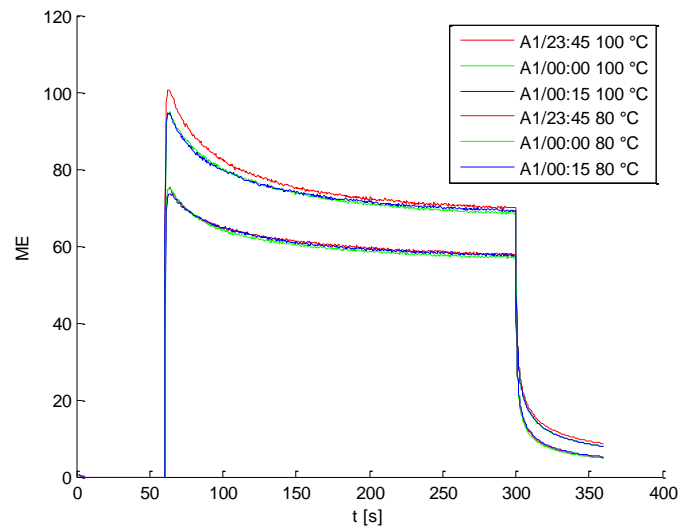


Abbildung A.3: Verlauf der Mooney-Viskosität für Mischung A1 bei 100 °C und 80 °C

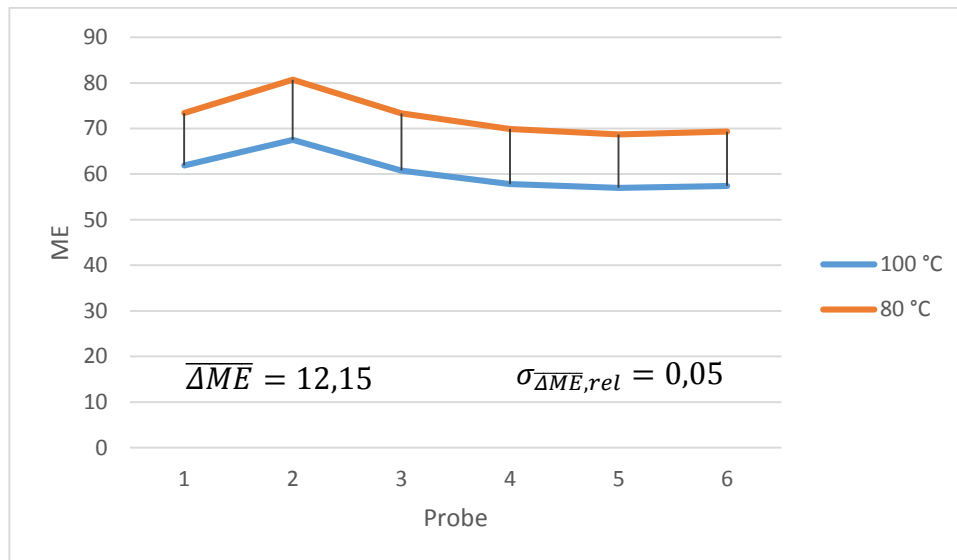


Abbildung A.4: Vergleich des ML(1+4) für Mischung A1 bei 100 °C und 80 °C

In Tabelle A.2 sind die Prüfergebnisse für die Mischung A2 bei der Standardtemperatur von 100 °C und bei der Verarbeitungstemperatur der Mischung von 90 °C aufgelistet. Es wurden die Proben 421, 424 und 420 aus Paletten vor Verarbeitung an der RHA untersucht, sowie Proben aus den Randstreifen mit Entnahmezeitpunkt 11:05 Uhr, 11:20 Uhr und 11:35 Uhr.

Tabelle A.2: Ergebnisse für Mischung A2

Probe	100 °C		90 °C	
	ML(1+4) [ME]	Slope []	ML(1+4) [ME]	Slope []
421	104,9	0,312	117,0	0,294
424	99,0	0,328	111,7	0,297
420	99,8	0,341	111,5	0,313
"11:05"	88,7	0,409	100,8	0,381
"11:20"	88,9	0,389	100,5	0,383
"11:35"	88,8	0,397	101,9	0,375
<b>Mittelwert</b>	<b>88,8</b>	<b>0,398</b>	<b>101,1</b>	<b>0,380</b>

Die Abbildung A.5 zeigt den Verlauf der Mooney Viskosität über die Prüfzeit für die Proben aus Paletten und Randstreifen bei der Standardtemperatur von 100 °C, die Abbildung A.6 für die Verarbeitungstemperatur von 90 °C. An den Kurvenverläufen kann man den Abbau sowie die Homogenisierung der Mischung durch die Verarbeitung ablesen.

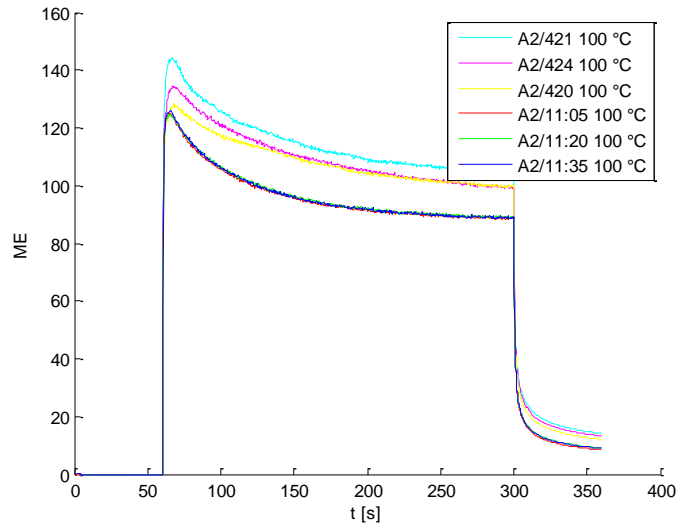


Abbildung A.5: Verlauf der Mooney-Viskosität für Mischung A2 bei 100 °C

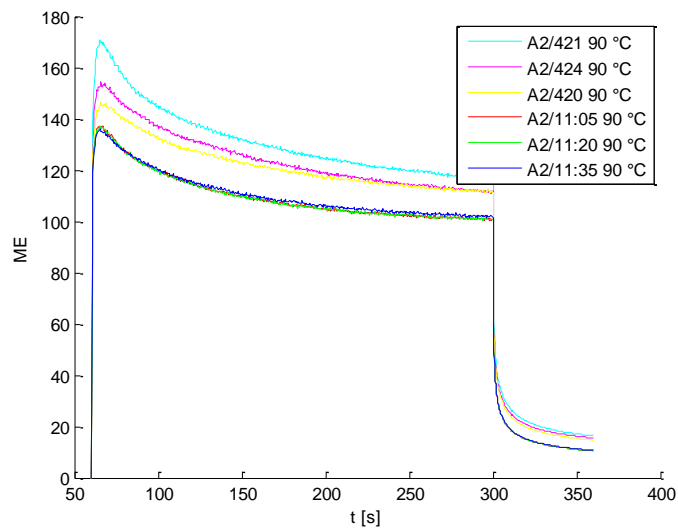


Abbildung A.6: Verlauf der Mooney-Viskosität für Mischung A2 bei 90 °C

Die Abbildung A.7 zeigt den Verlauf der Mooney Viskosität über die Prüfzeit für die Proben aus den Randstreifen bei der Standardtemperatur von 100 °C und bei der Verarbeitungstemperatur von 90 °C. Bedingt durch die Temperaturdifferenz sieht man eine Differenz in der Mooney-Viskosität. In Abbildung A.8 ist die Differenz des ML(1+4) für alle Proben aus Paletten und Randstreifen aufgetragen, diese liegt quasi-konstant bei 12,22 ME mit einer relativen Standardabweichung von 0,05%.

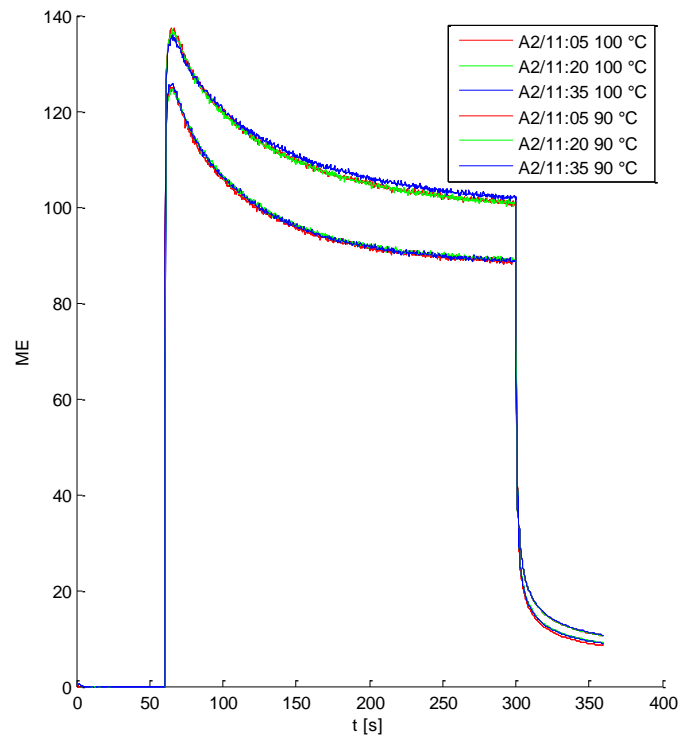


Abbildung A.7: Verlauf der Mooney-Viskosität für Mischung A2 bei 100 °C und 90 °C

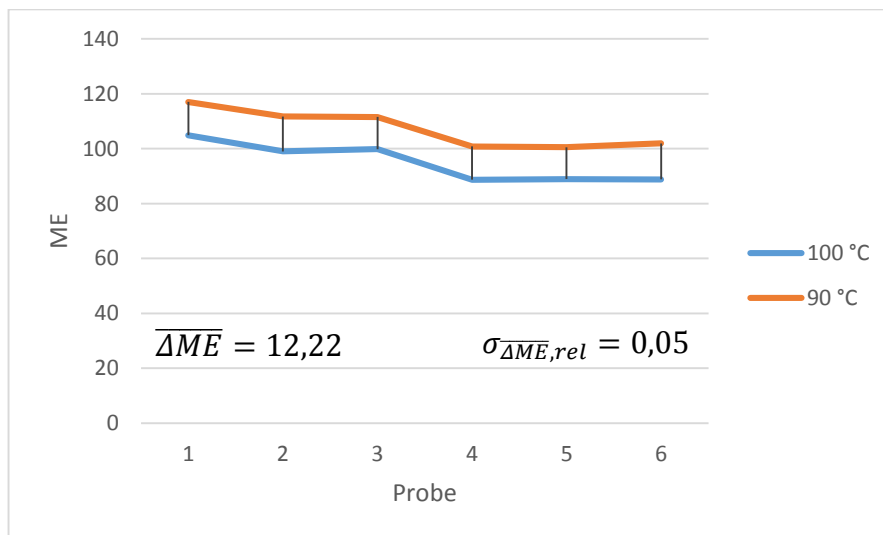


Abbildung A.8: Vergleich des ML(1+4) für Mischung A2 bei 100 °C und 90 °C

In Tabelle A.3 sind die Prüfergebnisse für die Mischung E1 bei der Standardtemperatur von 100 °C und bei der Verarbeitungstemperatur der Mischung von 80 °C aufgelistet. Es wurden Proben aus den Randstreifen mit Entnahmezeitpunkt 19:30 Uhr, 19:45 Uhr und 20:00 Uhr untersucht.

Tabelle A.3: Ergebnisse für Mischung E1

Probe	100 °C		80 °C	
	ML(1+4) [ME]	Slope []	ML(1+4) [ME]	Slope []
"19:30"	59,2	0,451	79,3	0,455
"19:45"	59,2	0,459	79,4	0,453
"20:00"	60,3	0,455	80,6	0,458
<b>Mittelwert</b>	<b>59,6</b>	<b>0,455</b>	<b>79,8</b>	<b>0,455</b>

Die Abbildung A.9 zeigt den Verlauf der Mooney Viskosität über die Prüfzeit für die Proben aus den Randstreifen bei der Standardtemperatur von 100 °C und bei der Verarbeitungstemperatur von 80 °C. Bedingt durch die Temperaturdifferenz sieht man eine Differenz in der Mooney-Viskosität. In Abbildung A.10 ist die Differenz des ML(1+4) für alle Proben aus Paletten und Randstreifen aufgetragen, diese liegt quasi-konstant bei 20,20 ME mit einer relativen Standardabweichung von 0,05%.

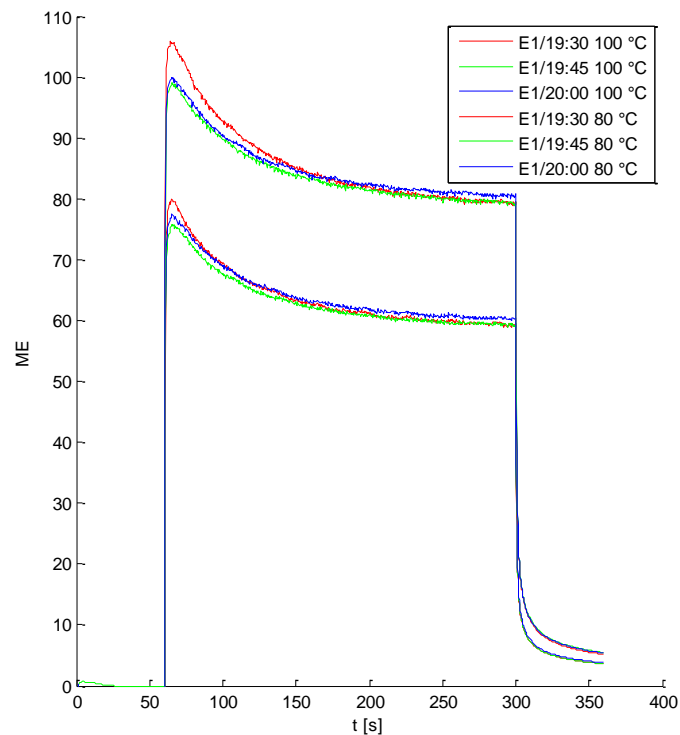


Abbildung A.9: Verlauf der Mooney-Viskosität für Mischung E1 bei 100 °C und 80 °C

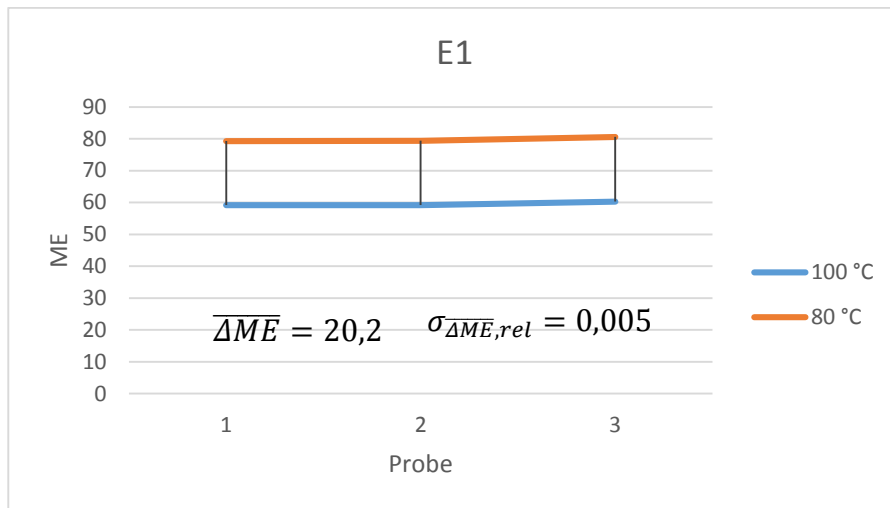


Abbildung A.10: Vergleich des ML(1+4) für Mischung E1 bei 100 °C und 80 °C

In Tabelle A.4 sind die Prüfergebnisse für die Mischung A3 bei der Standardtemperatur von 100 °C aufgelistet. Es wurden Proben aus den Randstreifen mit Entnahmezeitpunkt 00:00 Uhr, 00:15 Uhr und 00:30 Uhr untersucht.

Tabelle A.4: Ergebnisse für Mischung A3

	100 °C	
Probe	ML(1+4) [ME]	Slope []
"00:00"	36,7	0,575
"00:15"	36,2	0,595
"00:30"	35,6	0,601
<b>Mittelwert</b>	<b>36,2</b>	<b>0,590</b>

Die Abbildung A.11 zeigt den Verlauf der Mooney Viskosität über die Prüfzeit für die Proben aus den Randstreifen bei der Standardtemperatur von 100 °C.

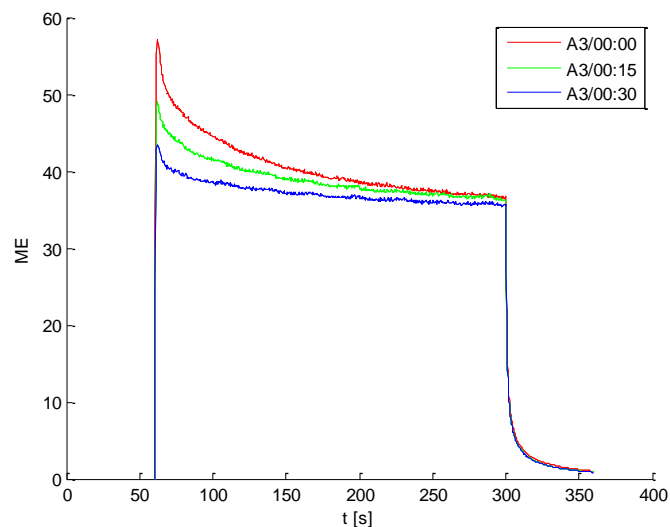


Abbildung A.11: Verlauf der Mooney-Viskosität für Mischung A3 bei 100 °C

In Tabelle A.5 sind die Prüfergebnisse für die Mischung N1 bei der Standardtemperatur von 100 °C aufgelistet. Es wurden Proben aus den Randstreifen mit Entnahmezeitpunkt 23:45 Uhr, 00:05 Uhr und 00:20 Uhr untersucht.

Tabelle A.5: Ergebnisse für Mischung N1

	100 °C	
Probe	ML(1+4) [ME]	Slope [°]
"23:45"	49,4	0,579
"00:05"	51,3	0,558
"00:20"	50,7	0,563
<b>Mittelwert</b>	<b>50,5</b>	<b>0,567</b>

Die Abbildung A.12 zeigt den Verlauf der Mooney Viskosität über die Prüfzeit für die Proben aus den Randstreifen bei der Standardtemperatur von 100 °C.

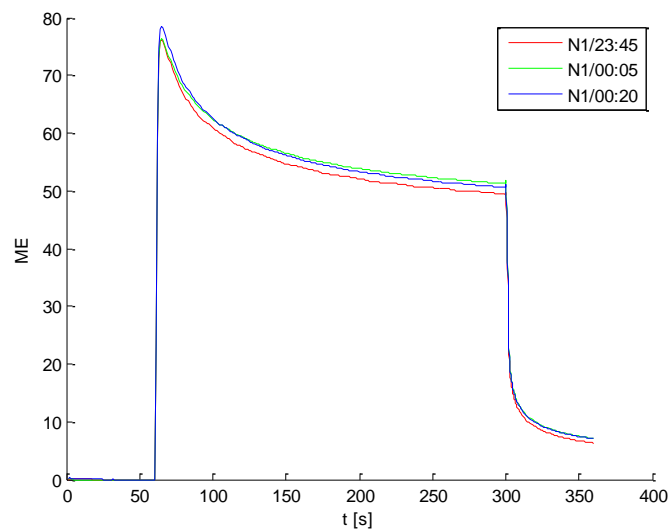


Abbildung A.12: Verlauf der Mooney-Viskosität für Mischung N1 bei 100 °C



## Anhang B: Detailliergebnisse Visco-Elastograph

Die Abbildungen zeigen die Temperaturabhängigkeit des komplexen Schubmoduls  $G^*$  sowie die Homogenität der Proben vor (Proben NN/XX:XX TTT °C) und nach (Proben NN/YYY TTT °C) der Verarbeitung. Allgemein sieht man, dass Speicher- und Verlustanteil  $G'$ ,  $G''$  mit der Temperatur abnehmen, der Verlustwinkel  $\tan\delta$  mit der Temperatur zunimmt. Die Kurven liegen in der Regel nach der Verarbeitung näher beisammen.

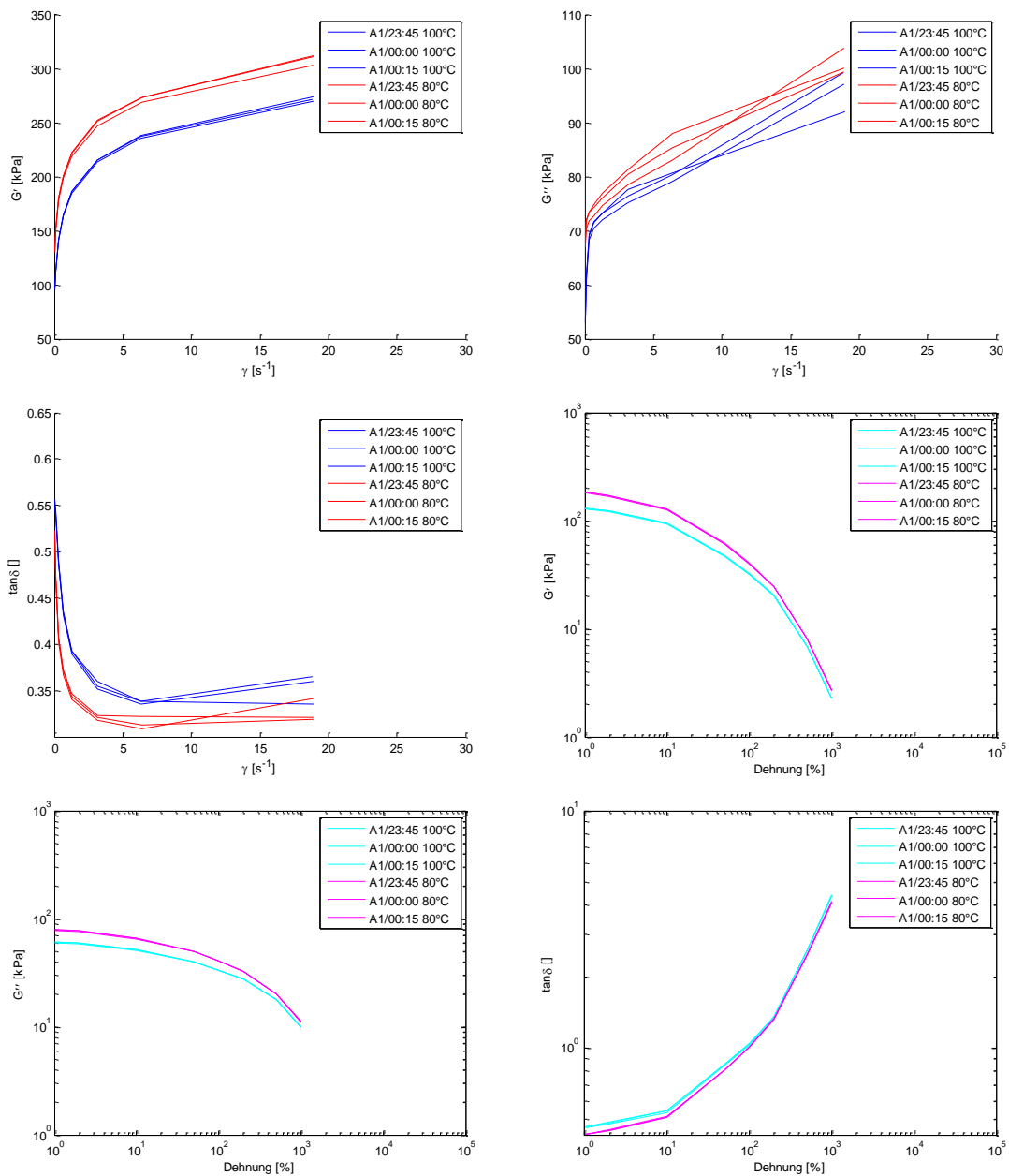


Abbildung B.1: Temperaturabhängigkeit des Moduls von Mischung A1

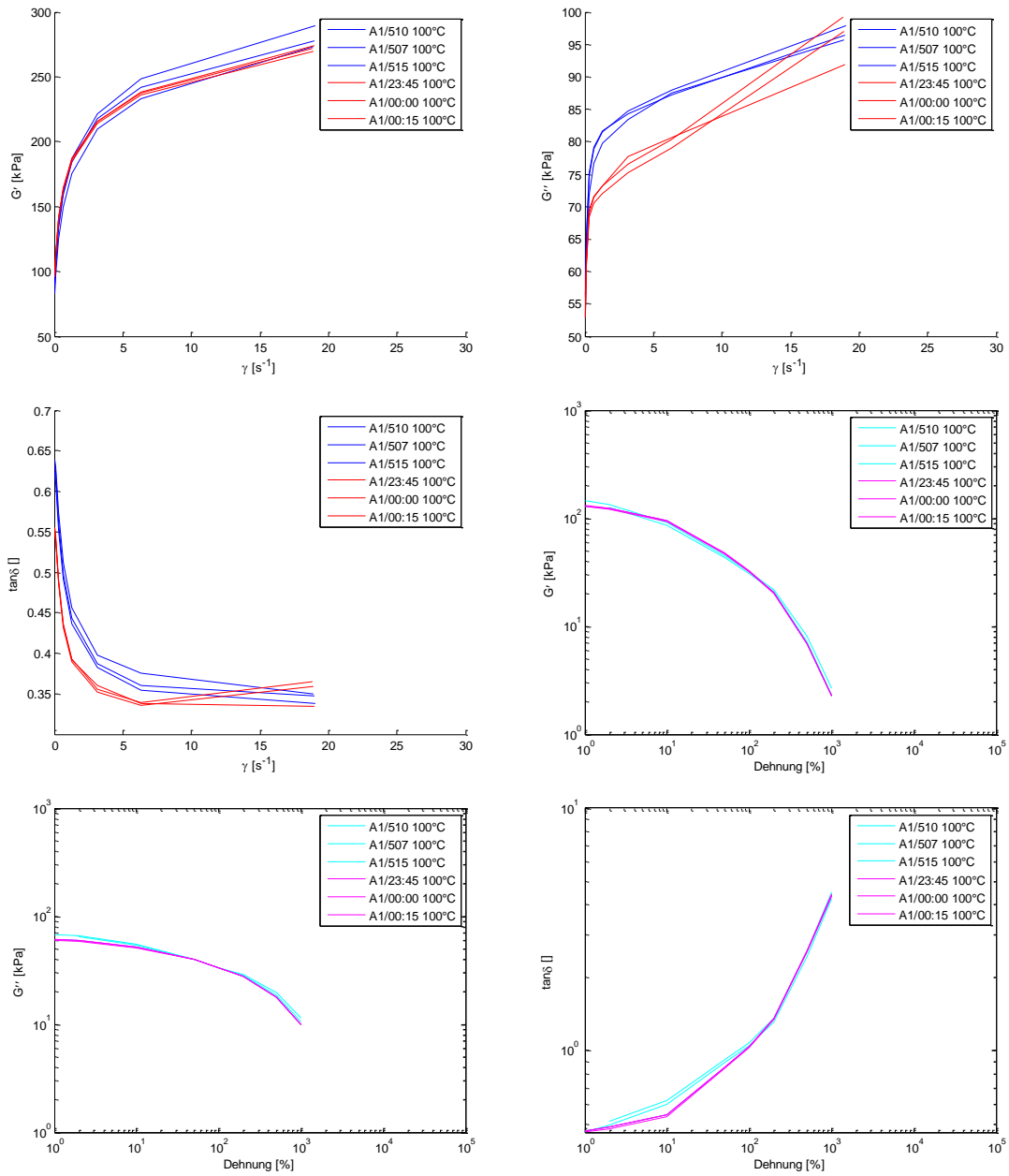


Abbildung B.2: Homogenisierung von Mischung A1

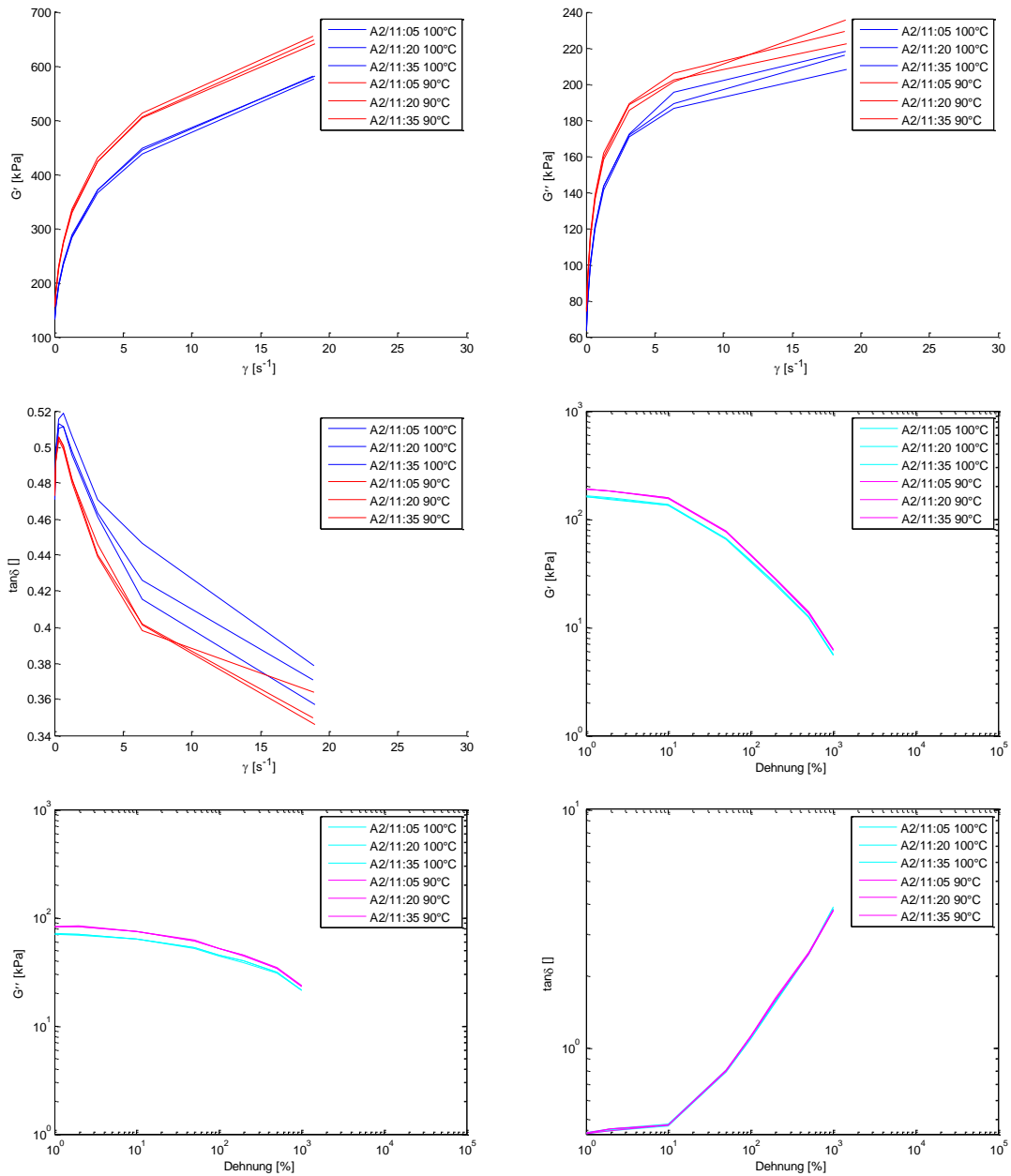


Abbildung B.3: Temperaturabhängigkeit von Mischung A2

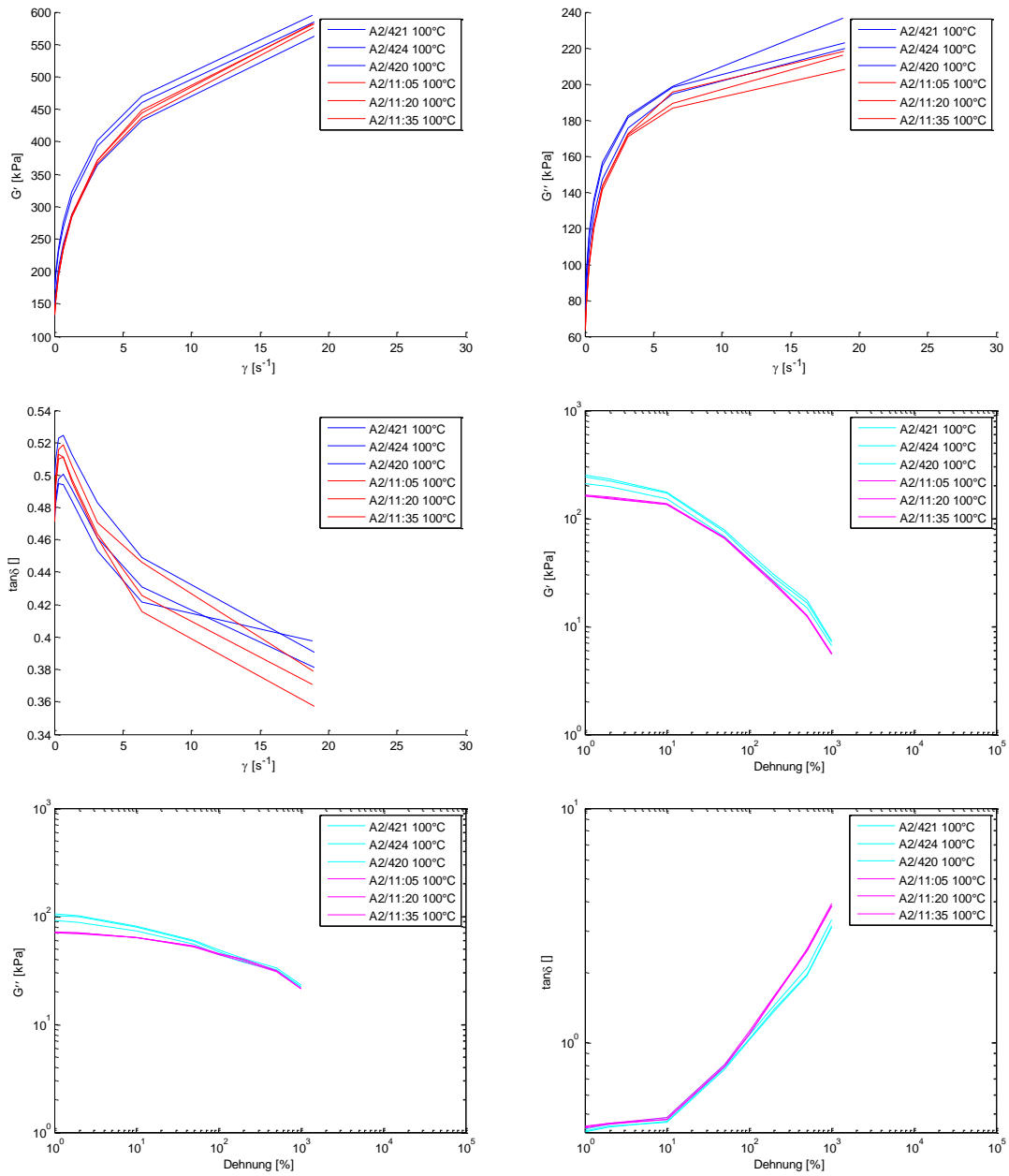


Abbildung B.4: Homogenisierung von Mischung A2

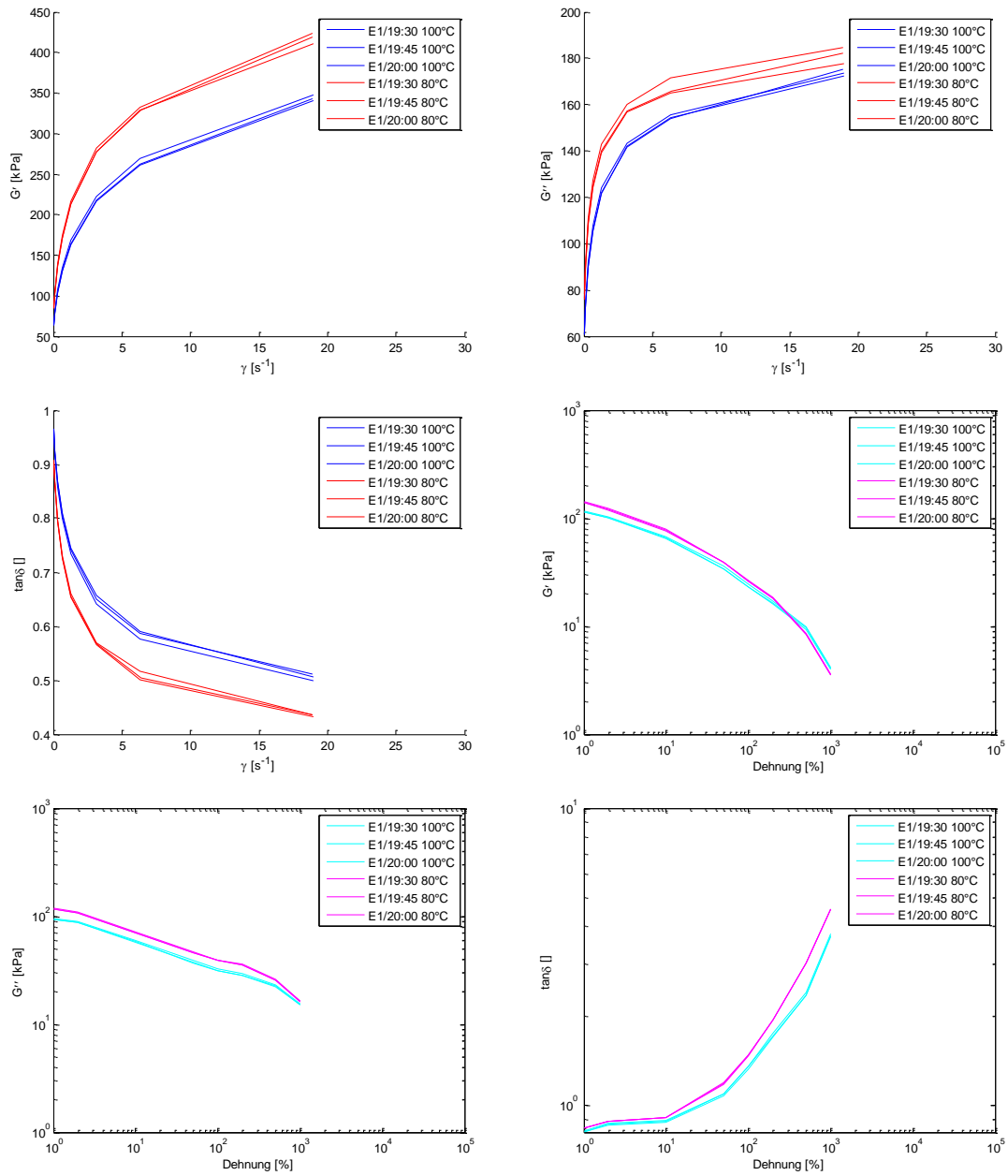


Abbildung B.5: Temperaturabhängigkeit von Mischung E1

## Anhang C: DST Quellcode

```
const int analogInPin0 = A0;
const int analogInPin1 = A1;
const int analogInPin2 = A2;
const int analogInPin3 = A3;
const int analogInPin4 = A4;
const int analogInPin5 = A5;
const int analogInPin6 = A6;
const int analogInPin7 = A7;

unsigned int sensorCalibration[16][8];
unsigned int sensorThresholdSum[8];

int threshold0 = 0;
int threshold1 = 0;
int threshold2 = 0;
int threshold3 = 0;
int threshold4 = 0;
int threshold5 = 0;
int threshold6 = 0;
int threshold7 = 0;

int sensorValue0 = 0;
int sensorValue1 = 0;
int sensorValue2 = 0;
int sensorValue3 = 0;
int sensorValue4 = 0;
int sensorValue5 = 0;
int sensorValue6 = 0;
int sensorValue7 = 0;

unsigned long uppertime = 0;
unsigned long lowertime = 0;
double duration = 0;
double velocity = 0;

// KALIBRIERUNG DER SENSOREN

void setup() {
  pinMode(13, OUTPUT);
  Serial.begin(9600);

  Serial.println("Setup");
  Serial.println("");
  digitalWrite(13, HIGH);
  delay(1000);

  for(int i=0; i<16; i++) {
    digitalWrite(13, LOW);
    sensorCalibration[9][0] = analogRead(analogInPin0);
    sensorCalibration[9][1] = analogRead(analogInPin1);
    sensorCalibration[9][2] = analogRead(analogInPin2);
    sensorCalibration[9][3] = analogRead(analogInPin3);
    sensorCalibration[9][4] = analogRead(analogInPin4);
    sensorCalibration[9][5] = analogRead(analogInPin5);
    sensorCalibration[9][6] = analogRead(analogInPin6);
    sensorCalibration[9][7] = analogRead(analogInPin7);

    Serial.print(sensorCalibration[9][0]);
```

```

Serial.print(" ");
Serial.print(sensorCalibration[9][1]);
Serial.print(" ");
Serial.print(sensorCalibration[9][2]);
Serial.print(" ");
Serial.print(sensorCalibration[9][3]);
Serial.print(" ");
Serial.print(sensorCalibration[9][4]);
Serial.print(" ");
Serial.print(sensorCalibration[9][5]);
Serial.print(" ");
Serial.print(sensorCalibration[9][6]);
Serial.print(" ");
Serial.print(sensorCalibration[9][7]);
Serial.print(" ");
Serial.print(i+1);
Serial.println("/16" );

delay(1000);
digitalWrite(13, HIGH);
}

for(int i=0; i<16; i++) {
  sensorThresholdSum[0] += sensorCalibration[9][0];
  sensorThresholdSum[1] += sensorCalibration[9][1];
  sensorThresholdSum[2] += sensorCalibration[9][2];
  sensorThresholdSum[3] += sensorCalibration[9][3];
  sensorThresholdSum[4] += sensorCalibration[9][4];
  sensorThresholdSum[5] += sensorCalibration[9][5];
  sensorThresholdSum[6] += sensorCalibration[9][6];
  sensorThresholdSum[7] += sensorCalibration[9][7];
}

threshold0 = (sensorThresholdSum[0]/16)-32;
threshold1 = (sensorThresholdSum[1]/16)-32;
threshold2 = (sensorThresholdSum[2]/16)-32;
threshold3 = (sensorThresholdSum[3]/16)-32;
threshold4 = (sensorThresholdSum[4]/16)-32;
threshold5 = (sensorThresholdSum[5]/16)-32;
threshold6 = (sensorThresholdSum[6]/16)-32;
threshold7 = (sensorThresholdSum[7]/16)-32;

Serial.println("");
Serial.println("Thresholds");
Serial.print(threshold0);
Serial.print(" ");
Serial.print(threshold1);
Serial.print(" ");
Serial.print(threshold2);
Serial.print(" ");
Serial.print(threshold3);
Serial.print(" ");
Serial.print(threshold4);
Serial.print(" ");
Serial.print(threshold5);
Serial.print(" ");
Serial.print(threshold6);
Serial.print(" ");
Serial.println(threshold7);
delay(1000);
digitalWrite(13, LOW);
Serial.println("");

```

```

    Serial.print("Ready");
}

// MESSUNG DER STRANGGESCHWINDIGKEIT

void loop() {
    sensorValue0 = analogRead(analogInPin0);
    sensorValue1 = analogRead(analogInPin1);
    sensorValue2 = analogRead(analogInPin2);
    sensorValue3 = analogRead(analogInPin3);

    sensorValue4 = analogRead(analogInPin4);
    sensorValue5 = analogRead(analogInPin5);
    sensorValue6 = analogRead(analogInPin6);
    sensorValue7 = analogRead(analogInPin7);

    if ((sensorValue0 < threshold0 || sensorValue1 < threshold1 ||
sensorValue2 < threshold2 || sensorValue3 < threshold3) && uppertime == 0)
    {
        uppertime = micros();
        digitalWrite(13, HIGH);
        Serial.print("  Measuring");
    }

    if ((sensorValue4 < threshold4 || sensorValue5 < threshold5 ||
sensorValue6 < threshold6 || sensorValue7 < threshold7) && uppertime !=0)
    {
        lowertime = micros();
        digitalWrite(13, LOW);
        Serial.println("  Done");
        delay(1000);
        digitalWrite(13, HIGH);
        duration = (lowertime-uppertime)/1000;
        velocity = 150/(duration/1000);
        Serial.println("");
        Serial.print("Duration: " );
        Serial.print(duration/1000, 3);
        Serial.println(" s" );
        Serial.print("Velocity: " );
        Serial.print(velocity, 3);
        Serial.println(" mms-1" );
        uppertime = 0;
        lowertime = 0;
        delay(5000);
        digitalWrite(13, LOW);
        Serial.println("");
        Serial.print("Ready");
    }
    delay(2);
}

```



## Anhang D: Quellcode optisches Randstreifenmesssystem

```
void setup() {
  pinMode(2, OUTPUT);
  pinMode(3, OUTPUT);
  pinMode(4, OUTPUT);
  pinMode(5, OUTPUT);
  pinMode(13, OUTPUT);
}

void loop() {
  // AUSLÖSEN DER KAMERAS
  digitalWrite(2, HIGH);
  digitalWrite(4, HIGH);
  delay(500);
  digitalWrite(2, LOW);
  digitalWrite(4, LOW);

  // INTERVALL ZWISCHEN AUSLÖSUNGEN
  digitalWrite(13, HIGH);
  delay(9500);
  digitalWrite(13, LOW);
}
```

## Anhang E: MATLAB Quellcode

```
% -----  
% Messung der Randstreifenbreite  
% -----  
  
function [randstreifenbreite] = breitegesamt  
  
% Initialisierung der beiden Teilmessungen  
  
messung1 = [];  
messung2 = [];  
  
% Durchführung der beiden Teilmessungen an den Bilddaten beider Kameras  
  
messung1 = randstreifen;  
messung2 = randstreifen;  
  
%figure  
%plot(messung1(:,2),messung1(:,1),messung2(:,2),messung2(:,1))  
  
% Erstellung des Ergebnisvektors  
  
size=[];  
  
if (messung1(length(messung1),2) >= messung2(length(messung2),2))  
    size = messung1(length(messung1),2);  
else  
    size = messung2(length(messung2),2);  
end  
  
% Angleichung des Intervalls  
  
breitelr = zeros(size,5);  
  
for h=1:size  
    breitelr(h,1)=h;  
end  
  
for i=1:(length(messung1)-1)  
    %if (breitelr(i,2) == 0)  
        k=(messung1(i+1,2)-messung1(i,2));  
        delta=messung1(i+1,1)-messung1(i,1);  
        step=delta/k;  
        for j=1:k  
            breitelr(messung1(i,2)+j,2)=messung1(i,1)+j*step;  
        end  
    %end  
end  
  
for l=1:(length(messung2)-1)  
    %if (breitelr(i,2) == 0)  
        m=(messung2(l+1,2)-messung2(l,2));  
        delta=messung2(l+1,1)-messung2(l,1);  
        step=delta/m;  
        for n=1:m  
            breitelr(messung2(l,2)+n,3)=messung2(l,1)+n*step;  
        end  
    %end  
end  
end
```

```
for p=1:size
    breitlr(p,4)=breitlr(p,2)+breitlr(p,3);
end

% Normierung auf Maximalwert

maximum=max(breitlr(:,4));

for q=1:size
    breitlr(q,5)=breitlr(q,4)/maximum;
end

randstreifenbreite(:,1)=breitlr(:,1);
randstreifenbreite(:,2)=breitlr(:,4);

%figure
%plot(breitlr(:,1),breitlr(:,5))
```

```

% -----
% Einlesen der Mischungsprüfwerte
% -----

function [epl_labdata] = labdata(shear_mean)
scherrate = shear_mean; % mittlere scheinbare Scherrate aus Prozessdaten
%scherrate = 329;
epl_labdata=[];

%prompt = {'Scherrate:'};
%dlg_title = 'Extrapolation';
%num_lines = 1;
%defaultans = {num2str(scherrate)};
%answer = inputdlg(prompt,dlg_title,num_lines,defaultans);
%scherrate=str2double(cell2mat(answer(1,1)));

% -----
% Einlesen der VE Messwerte
% -----

[xls,path]=uigetfile('*.xls');
xlsfile=[path xls];

wb = waitbar(0, 'Importiere VE Messung');

g_star_f = xlsread(xlsfile,'FREQUENCY', 'Q:Q');
waitbar(1/12, wb)
g_i_f = xlsread(xlsfile,'FREQUENCY', 'R:R');
waitbar(2/12, wb)
g_ii_f = xlsread(xlsfile,'FREQUENCY', 'S:S');
waitbar(3/12, wb)
gamma_f = xlsread(xlsfile,'FREQUENCY', 'V:V');
waitbar(4/12, wb)
eta_star_f = xlsread(xlsfile,'FREQUENCY', 'W:W');
waitbar(5/12, wb)
eta_i_f = xlsread(xlsfile,'FREQUENCY', 'X:X');
waitbar(6/12, wb)

g_star_s = xlsread(xlsfile,'STRAIN', 'Q:Q');
waitbar(7/12, wb)
g_i_s = xlsread(xlsfile,'STRAIN', 'R:R');
waitbar(8/12, wb)
g_ii_s = xlsread(xlsfile,'STRAIN', 'S:S');
waitbar(9/12, wb)
gamma_s = xlsread(xlsfile,'STRAIN', 'V:V');
waitbar(10/12, wb)
eta_star_s = xlsread(xlsfile,'STRAIN', 'W:W');
waitbar(11/12, wb)
eta_i_s = xlsread(xlsfile,'STRAIN', 'X:X');
waitbar(12/12, wb)

close(wb)

% -----
% Fit der Fließkurven und Bestimmung von Fließexponent und
% Konsistenzparameter aus VE Messung
% -----

fun_g_star_f = fit(gamma_f, g_star_f, 'power1');
coe_g_star_f = coeffvalues(fun_g_star_f);
epl_g_star_f = coe_g_star_f(1,1)*scherrate^coe_g_star_f(1,2);

```

```

epl_labdata(1,1) = epl_g_star_f;
epl_g_star_f329 = coe_g_star_f(1,1)*329^coe_g_star_f(1,2);
epl_labdata(2,1) = epl_g_star_f329;

fun_g_i_f = fit(gamma_f, g_i_f, 'power1');
coe_g_i_f = coeffvalues(fun_g_i_f);
epl_g_i_f = coe_g_i_f(1,1)*scherrate^coe_g_i_f(1,2);
epl_labdata(1,2) = epl_g_i_f;
epl_g_i_f329 = coe_g_i_f(1,1)*329^coe_g_i_f(1,2);
epl_labdata(2,2) = epl_g_i_f329;

fun_g_ii_f = fit(gamma_f, g_ii_f, 'power1');
coe_g_ii_f = coeffvalues(fun_g_ii_f);
epl_g_ii_f = coe_g_ii_f(1,1)*scherrate^coe_g_ii_f(1,2);
epl_labdata(1,3) = epl_g_ii_f;
epl_g_ii_f329 = coe_g_ii_f(1,1)*329^coe_g_ii_f(1,2);
epl_labdata(2,3) = epl_g_ii_f329;

fun_eta_star_f = fit(gamma_f, eta_star_f, 'power1');
coe_eta_star_f = coeffvalues(fun_eta_star_f);
epl_eta_star_f = coe_eta_star_f(1,1)*scherrate^coe_eta_star_f(1,2);
epl_labdata(1,4) = epl_eta_star_f;
epl_eta_star_f329 = coe_eta_star_f(1,1)*329^coe_eta_star_f(1,2);
epl_labdata(2,4) = epl_eta_star_f329;

fun_eta_i_f = fit(gamma_f, eta_i_f, 'power1');
coe_eta_i_f = coeffvalues(fun_eta_i_f);
epl_eta_i_f = coe_eta_i_f(1,1)*scherrate^coe_eta_i_f(1,2);
epl_labdata(1,5) = epl_eta_i_f;
epl_eta_i_f329 = coe_eta_i_f(1,1)*329^coe_eta_i_f(1,2);
epl_labdata(2,5) = epl_eta_i_f329;

%plot(fun_g_star_f,gamma_f,g_star_f)

fun_g_star_s = fit(gamma_s, g_star_s, 'power1');
coe_g_star_s = coeffvalues(fun_g_star_s);
epl_g_star_s = coe_g_star_s(1,1)*scherrate^coe_g_star_s(1,2);
epl_labdata(3,1) = epl_g_star_s;
epl_g_star_s329 = coe_g_star_s(1,1)*329^coe_g_star_s(1,2);
epl_labdata(4,1) = epl_g_star_s329;

fun_g_i_s = fit(gamma_s, g_i_s, 'power1');
coe_g_i_s = coeffvalues(fun_g_i_s);
epl_g_i_s = coe_g_i_s(1,1)*scherrate^coe_g_i_s(1,2);
epl_labdata(3,2) = epl_g_i_s;
epl_g_i_s329 = coe_g_i_s(1,1)*329^coe_g_i_s(1,2);
epl_labdata(4,2) = epl_g_i_s329;

fun_g_ii_s = fit(gamma_s, g_ii_s, 'power1');
coe_g_ii_s = coeffvalues(fun_g_ii_s);
epl_g_ii_s = coe_g_ii_s(1,1)*scherrate^coe_g_ii_s(1,2);
epl_labdata(3,3) = epl_g_ii_s;
epl_g_ii_s329 = coe_g_ii_s(1,1)*329^coe_g_ii_s(1,2);
epl_labdata(4,3) = epl_g_ii_s329;

fun_eta_star_s = fit(gamma_s, eta_star_s, 'power1');
coe_eta_star_s = coeffvalues(fun_eta_star_s);
epl_eta_star_s = coe_eta_star_s(1,1)*scherrate^coe_eta_star_s(1,2);
epl_labdata(3,4) = epl_eta_star_s;
epl_eta_star_s329 = coe_eta_star_s(1,1)*329^coe_eta_star_s(1,2);
epl_labdata(4,4) = epl_eta_star_s329;

```

```

fun_eta_i_s = fit(gamma_s, eta_i_s, 'power1');
coe_eta_i_s = coeffvalues(fun_eta_i_s);
epl_eta_i_s = coe_eta_i_s(1,1)*scherrate^coe_eta_i_s(1,2);
epl_labdata(3,5) = epl_eta_i_s;
epl_eta_i_s329 = coe_eta_i_s(1,1)*329^coe_eta_i_s(1,2);
epl_labdata(4,5) = epl_eta_i_s329;

% -----
% Eingabe der Mooney und HKV Werte - TBD: Einlesen aus xls-File & HKV n, k
% -----

prompt = {'t in s', 'ML1+4', 'Mooney Slope', 'HKV Viskosität', 'HKV
Viskosität bei 329', ...
'HKV Die swell'};
dlg_title = 'Materialkennwerte';
num_lines = 1;
%defaultans = {num2str(t_von), num2str(t_bis)};
answer = inputdlg(prompt,dlg_title,num_lines); %,defaultans);

entnahme=str2double(cell2mat(answer(1,1)));
epl_labdata(6,6)=entnahme;
ml14=str2double(cell2mat(answer(2,1)));
epl_labdata(5,1)=ml14;
msl=str2double(cell2mat(answer(3,1)));
epl_labdata(5,2)=msl;
eta_hkv=str2double(cell2mat(answer(4,1)));
epl_labdata(5,3)=eta_hkv;
eta_329=str2double(cell2mat(answer(5,1)));
epl_labdata(5,4)=eta_329;
ds=str2double(cell2mat(answer(6,1)));
epl_labdata(5,5)=ds;

```

```

function [exporttable] = randstreifen

% -----
% Auswahl Messbereich (1 Bild in seperatem Ordner)
% -----

ordner = uigetdir; % Dialog für Ordnerauswahl der zu vermessenden
Randstreifen

the_bar = waitbar(0, 'Wähle Messbereich'); % Fortschrittsanzeige

m_datei = dir([ordner '/Bereich/*.JPG']); % Öffnen der Datei für Auswahl
Messbereich
m_name = m_datei(1,1).name;
m_RGB = imread([ordner '/Bereich/' m_name]);
m_GS = rgb2gray(m_RGB); % Bild in Matrix einlesen und konvertieren
m_BW=edge(m_GS,'canny',0.5); % Kantenerkennung
m_dimension = size(m_BW); % Bildgröße

waitbar(0.5, the_bar)

for m_a = 100:100:m_dimension(1,1) % Einblenden der Hilfslinien alle 100
Pixel
    for m_b = 1:m_dimension(1,2)
        m_BW(m_a-1,m_b)=1;
        m_BW(m_a,m_b)=1;
        m_BW(m_a+1,m_b)=1;
    end
end

waitbar(1, the_bar)
close(the_bar)

imshowpair(m_BW,m_GS); % Anzeige übereinandergelegten Bilder: Original &
Bitmap mit Kanten und Hilfslinien

prompt = {'Bildzeile von:','Bildzeile bis:'}; % Auswahl des Messbereiches
anhand der Hilfslinien
dlg_title = 'Auswahl Messbereich';
num_lines = 1;
defaultans = {'500','1100'};
answer = inputdlg(prompt,dlg_title,num_lines,defaultans);
%disp(answer(1,1));
von=str2double(cell2mat(answer(1,1)));
%disp(answer(2,1));
bis=str2double(cell2mat(answer(2,1)));

% -----
% Messung Referenzbreite (1 Bild in seperatem Ordner)
% -----

the_bar = waitbar(0, 'Messe Referenzbreite'); % Fortschrittsanzeige
%r_ordner = uigetdir; % Dialog Ordnerauswahl Referenzlänge
r_datei = dir([ordner '/Referenz/*.JPG']); % Öffnen der Datei für Messung
der Referenzbreite
r_name = r_datei(1,1).name;

%disp(r_datei(1,1).date);

r_RGB = imread([ordner '/Referenz/' r_name]);
r_GS = rgb2gray(r_RGB); % Bild in Matrix einlesen und konvertieren
r_BW=edge(r_GS,'canny',0.5); % Kantenerkennung

```

```

r_dimension = size(r_BW); % Bildgröße

%for r_a = 100:100:r_dimension(1,1)
%   for r_b = 1:r_dimension(1,2)
%       r_BW(r_a-1,r_b)=1;
%       r_BW(r_a,r_b)=1;
%       r_BW(r_a+1,r_b)=1;
%   end
%end

waitbar(0.25, the_bar)
%imshowpair(r_BW,r_GS);

%prompt = {'Bildzeile von:', 'Bildzeile bis:'};
%dlg_title = 'Auswahl Messbereich';
%num_lines = 1;
%defaultans = {'500', '1100'};
%answer = inputdlg(prompt,dlg_title,num_lines,defaultans);
%disp(answer(1,1));
r_von=von; %str2num(cell2mat(answer(1,1)));
%disp(answer(2,1));
r_bis=bis; %str2num(cell2mat(answer(2,1)));

% Messung der Abstände zwischen den Kanten in der Bitmap

r_left=0;
r_right=0;
r_j=[];
r_k=[];
r_l=[];

for r_j = r_von:r_bis % alle Zeilen

    for r_k = 1:r_dimension(1,2) % alle Spalten bis zum linken Rand
        if r_BW(r_j,r_k) == 1
            r_left=r_k;
            r_l=r_k+1;
            break
        end
    end

    for r_m = r_l:r_dimension(1,2) % alle Spalten bis zum rechten Rand
        if r_BW(r_j,r_m) == 1
            r_right=r_m;
            break
        end
    end

    % Ergebnisvektor für alle Bildzeilen

    r_leftborder(r_j-r_von+1)=r_left;
    r_rightborder(r_j-r_von+1)=r_right;
    r_left=0;
    r_right=0;

end

waitbar(0.5, the_bar)

% Fehlerkorrektur

r_medianl=median(r_leftborder);

```



```

r_medianr=median(r_rightborder);

r_bereich=r_bis-r_von+1;

    for r_n = 1:r_bereich
        if (r_medianl-50 < r_leftborder(r_n)) && (r_leftborder(r_n) <
r_medianl+50)
            r_lb(r_n)=r_leftborder(r_n);
        else
            r_lb(r_n)=0;
        end

        if (r_medianr-50 < r_rightborder(r_n)) && (r_rightborder(r_n) <
r_medianr+50)
            r_rb(r_n)=r_rightborder(r_n);
        else
            r_rb(r_n)=0;
        end
    end

r_width=[];

waitbar(0.75, the_bar)

for r_p = 1:r_bereich
    %bu=r_rb(r_p)-r_lb(r_p);
    %if (bu ~= 0)
    %    r_width = [r_width bu];
    %end
    if (r_lb(r_p) ~= 0) && (r_rb(r_p) ~= 0)
        r_width = [r_width r_rb(r_p)-r_lb(r_p)];
    end
end

r_breite=mean(r_width); % mittlere Breite des Referenzstreifens

pixelsize=50/r_breite; % Pixelgröße: Referenzbreite = 50 mm

disp(['Pixelsize ', (num2str(pixelsize)), ' mm']);

waitbar(1, the_bar)
close(the_bar)

% -----
% Messen der Breite
% -----

%ordnerbatch = uigetdir; % Dialog Ordnerauswahl Batchverarbeitung
dateiliste = dir([ordner '/Messung/*.JPG']); % Liste der Dateien in Ordner

%dateiliste = dir('*.jpg'); % Liste der Dateien in Ordner
%dateiliste = dir('/Users/rumsch/Documents/test/*.jpg');
% Code für Referenzlänge Bildbereich
% disp(ordnerbatch);

timestamp=[]; % Initialisierung Vektor Messpunkte
breite=[]; % Initialisierung Vektor Breitenmessungen

tic;
allimages = length(dateiliste);

the_bar = waitbar(0, 'Messe Randstreifenbreite'); % Fortschrittsanzeige

```

```

for i = 1:allimages % für alle Dateien

    dateiname = dateiliste(i,1).name;
    disp(['Image ', num2str(i), '/', num2str(allimages)]);
    % disp(['Verarbeite Datei ' dateiname])
    datetime = dateiliste(i,1).date; % Timestamp auslesen
    timestamp = [timestamp; datetime];

    RGB = imread([ordner '/Messung/' dateiname]);
    GS = rgb2gray(RGB); % Bild in Matrix einlesen und konvertieren

    BW=edge(GS,'canny',0.5); % Kantenerkennung

    dimension = size(BW); % Bildgröße
    % disp(dimension);

    % Messung der Abstände zwischen den Kanten in der Bitmap

    leftborder=[];
    rightborder=[];
    left=0;
    right=0;

    j=[];
    k=[];
    l=[];
    m=[];

    for j = von:bis % alle Zeilen

        for k = 1:dimension(1,2) % alle Spalten bis zum linken Rand
            if BW(j,k) == 1
                left=k;
                l=k+1;
                break
            end
        end

        for m = 1:dimension(1,2) % alle Spalten bis zum rechten Rand
            if BW(j,m) == 1
                right=m;
                break
            end
        end

        % Ergebnisvektor

        leftborder(j-von+1)=left;
        rightborder(j-von+1)=right;
        left=0;
        right=0;

    end

    % Fehlerkorrektur

    medianl=median(leftborder);
    medianr=median(rightborder);

    bereich=bis-von+1;

```

```

for n = 1:bereich
    if (medianl-50 < leftborder(n)) && (leftborder(n) < medianl+50)
        lb(n)=leftborder(n);
    else
        lb(n)=0;
    end

    if (medianr-50 < rightborder(n)) && (rightborder(n) < medianr+50)
        rb(n)=rightborder(n);
    else
        rb(n)=0;
    end
end

width=[];

for p = 1:bereich
    if (lb(p) ~= 0) && (rb(p) ~= 0)
        width = [width; rb(p)-lb(p)];
    end
end

% mittlere Breite des Randstreifens für Messpunkt

% imshowpair(BW,GS);
mwidth = mean(width);
realwidth = mwidth*pixelsize;
breite = [breite; realwidth];

%if breite == 0
%    disp(['Breite = 0 bei ' dateiname])
%end

waitbar(i/allimages, the_bar)

end

close(the_bar)

the_bar = waitbar(0, 'Datenaufbereitung');

% Fehlerkorrektur

breitemed=[];

for med = 1:allimages
    if (isnan(breite(med)))
        continue
    else
        breitemed = [breitemed; breite(med)];
    end
end

breitemedian = median(breitemed);

finalebreite=[];

for x = 1:allimages
    if (20 < breite(x)) %(breitemedian-25 < breite(x)) && (breite(x) <
breitemedian+25)
        finalebreite(x) = breite(x);
    else

```

```

        finalebreite(x) = NaN;
    end
end

waitbar(0.25, the_bar)

% Umrechnung Timestamp auf s nach Startzeitpunkt

%ts_seconds=[];
zeitachse=[];

init_ts_seconds = str2double(timestamp(1,20)) +
10*str2double(timestamp(1,19)) ...
    + 60*str2double(timestamp(1,17)) + 600*str2double(timestamp(1,16)) ...
    + 3600*str2double(timestamp(1,14)) + 36000*str2double(timestamp(1,13));
%disp(ts_seconds);

for y = 1:allimages
    ts_seconds = str2double(timestamp(y,20)) +
10*str2double(timestamp(y,19)) ...
    + 60*str2double(timestamp(y,17)) + 600*str2double(timestamp(y,16)) ...
    + 3600*str2double(timestamp(y,14)) + 36000*str2double(timestamp(y,13));

if (ts_seconds-init_ts_seconds < 0)
    zeitachse = [zeitachse ts_seconds-init_ts_seconds+86400];
else
    zeitachse = [zeitachse ts_seconds-init_ts_seconds];
end
end

waitbar(0.5, the_bar)

% Erstellung einer kontinuierlichen Messreihe durch lineare Interpolation
für fehlerhafte Werte

gapsfilled=zeros(1,allimages);

for z = 1:allimages
    if (isnan(finalebreite(z)) && (gapsfilled(z) == 0))
        %disp(z);
        %gapsfilled(z)=444;
        gap=0;
        %if (z ~= allimages)
            while (isnan(finalebreite(z+gap)))
                %disp(z+gap);
                gap=gap+1;
                if ((z+gap-1) == allimages)
                    break
                end
            end
        end
        %end
        if (z==1)
            finalebreite(1)=finalebreite(1+gap);
            gapsfilled(1)=finalebreite(1);
        else
            if ((z+gap-1) ~= allimages)
                gap_value = finalebreite(z+gap) - finalebreite(z-1);
            else
                for d = 1:gap
                    gapsfilled(z+d-1) = gapsfilled(z-1);
                end
            end
        end
    end
end

```

```

end
%gapsfilled(z)=gap_value;
if ((z ~= 1) && ((z+gap-1) ~= allimages))
    gapstep = gap_value/(gap+1);
    for c = 1:gap
        gapsfilled(z+c-1) = gapsfilled(z+c-2) + gapstep;
    end
end

else
    if (gapsfilled(z) == 0)
        gapsfilled(z)=finalebreite(z);
    end
end
end

waitbar(0.75, the_bar)
%figure
%plot(zeitachse,gapsfilled)

% Übergabe der Funktionswerte

exporttable=[];

for w = 1:allimages
    exporttable(w,1)=gapsfilled(w);
    exporttable(w,2)=zeitachse(w);
end

% xlswrite('messwerte.xls', exporttable);
waitbar(1, the_bar)
close(the_bar)

toc;

```

```

% -----
% Einlesen der Prozessdaten von der RHA
% -----

function [ext_v_machine, ext_rpm, ext_p, ext_masse_t, ext_strom, ...
        ext_tko, ext_tku, ext_tzyl1, ext_tzyl2, kal_v, kal_spalt_as, ...
        kal_spalt_bs, kal_schr_as, kal_schr_bs, d_hs_akt, d_dist_ks_as, ...
        d_dist_ks_m, d_dist_ks_bs, d_soll_min1, d_soll_max1, d_soll_min2, ...
        d_soll_max2] = rhadaten

[xls,path]=uigetfile('*.xlsx');
xlsfile=[path xls];

tic;

wb = waitbar(0, 'Lese RHA Daten: Maschinengeschwindigkeit');

% -----
% Extruder
% -----

ext_v_machine_nl = xlsread(xlsfile,'C:D');
for i=1:length(ext_v_machine_nl)
    ext_v_machine_nl(i,3)=(ext_v_machine_nl(i,1)-
ext_v_machine_nl(1,1))*86400;
end
ref_ext_v_machine =
zeros(int16(ext_v_machine_nl(length(ext_v_machine_nl),3)),1);
for a = 1:int64(ext_v_machine_nl(length(ext_v_machine_nl),3))
    ref_ext_v_machine(a)=a;
end
ext_v_machine =
interp1(ext_v_machine_nl(:,3),ext_v_machine_nl(:,2),ref_ext_v_machine);
ext_v_machine(:,2)=ref_ext_v_machine;
%ext_v_machine_max=max(ext_v_machine(:,2));

waitbar(1/22, wb, 'Lese RHA Daten: Extruder Drehzahl')

ext_rpm_nl = xlsread(xlsfile,'E:F');
for i=1:length(ext_rpm_nl)
    ext_rpm_nl(i,3)=(ext_rpm_nl(i,1)-ext_rpm_nl(1,1))*86400;
end
ref_ext_rpm = zeros(int16(ext_rpm_nl(length(ext_rpm_nl),3)),1);
for a = 1:int64(ext_rpm_nl(length(ext_rpm_nl),3))
    ref_ext_rpm(a)=a;
end
ext_rpm = interp1(ext_rpm_nl(:,3),ext_rpm_nl(:,2),ref_ext_rpm);
ext_rpm(:,2)=ref_ext_rpm;
%ext_rpm_max=max(ext_rpm(:,2));

waitbar(2/22, wb, 'Lese RHA Daten: Extruder Massedruck')

ext_p_nl = xlsread(xlsfile,'G:H');
for i=1:length(ext_p_nl)
    ext_p_nl(i,3)=(ext_p_nl(i,1)-ext_p_nl(1,1))*86400;
end
ref_ext_p = zeros(int16(ext_p_nl(length(ext_p_nl),3)),1);
for a = 1:int16(ext_p_nl(length(ext_p_nl),3))
    ref_ext_p(a)=a;
end
ext_p = interp1(ext_p_nl(:,3),ext_p_nl(:,2),ref_ext_p);
ext_p(:,2)=ref_ext_p;

```

```

%ext_p_max=max(ext_p(:,2));

waitbar(3/22, wb, 'Lese RHA Daten: Extruder Massetemperatur')

ext_masse_t_nl = xlsread(xlsfile,'I:J');
for i=1:length(ext_masse_t_nl)
    ext_masse_t_nl(i,3)=(ext_masse_t_nl(i,1)-ext_masse_t_nl(1,1))*86400;
end
ref_ext_masse_t = zeros(int16(ext_masse_t_nl(length(ext_masse_t_nl),3)),1);
for a = 1:int16(ext_masse_t_nl(length(ext_masse_t_nl),3))
    ref_ext_masse_t(a)=a;
end
ext_masse_t =
interp1(ext_masse_t_nl(:,3),ext_masse_t_nl(:,2),ref_ext_masse_t);
ext_masse_t(:,2)=ref_ext_masse_t;
%ext_masse_t_max=max(ext_masse_t(:,2));

waitbar(4/22, wb, 'Lese RHA Daten: Extruderstrom')

ext_strom_nl = xlsread(xlsfile,'K:L');
for i=1:length(ext_strom_nl)
    ext_strom_nl(i,3)=(ext_strom_nl(i,1)-ext_strom_nl(1,1))*86400;
end
ref_ext_strom = zeros(int16(ext_strom_nl(length(ext_strom_nl),3)),1);
for a = 1:int16(ext_strom_nl(length(ext_strom_nl),3))
    ref_ext_strom(a)=a;
end
ext_strom = interp1(ext_strom_nl(:,3),ext_strom_nl(:,2),ref_ext_strom);
ext_strom(:,2)=ref_ext_strom;
%ext_strom_max=max(ext_strom(:,2));

waitbar(5/22, wb, 'Lese RHA Daten: Extruder Temperatur Kopf oben')

ext_tko_nl = xlsread(xlsfile,'M:N');
for i=1:length(ext_tko_nl)
    ext_tko_nl(i,3)=(ext_tko_nl(i,1)-ext_tko_nl(1,1))*86400;
end
ref_ext_tko = zeros(int16(ext_tko_nl(length(ext_tko_nl),3)),1);
for a = 1:int16(ext_tko_nl(length(ext_tko_nl),3))
    ref_ext_tko(a)=a;
end
ext_tko = interp1(ext_tko_nl(:,3),ext_tko_nl(:,2),ref_ext_tko);
ext_tko(:,2)=ref_ext_tko;
%ext_tko_max=max(ext_tko(:,2));

waitbar(6/22, wb, 'Lese RHA Daten: Extruder Temperatur Kopf unten')

ext_tku_nl = xlsread(xlsfile,'O:P');
for i=1:length(ext_tku_nl)
    ext_tku_nl(i,3)=(ext_tku_nl(i,1)-ext_tku_nl(1,1))*86400;
end
ref_ext_tku = zeros(int16(ext_tku_nl(length(ext_tku_nl),3)),1);
for a = 1:int16(ext_tku_nl(length(ext_tku_nl),3))
    ref_ext_tku(a)=a;
end
ext_tku = interp1(ext_tku_nl(:,3),ext_tku_nl(:,2),ref_ext_tku);
ext_tku(:,2)=ref_ext_tku;
%ext_tku_max=max(ext_tku(:,2));

waitbar(7/22, wb, 'Lese RHA Daten: Extruder Temperatur Zylinderzone 1')

ext_tzyl1_nl = xlsread(xlsfile,'Q:R');

```

```

for i=1:length(ext_tzyl1_n1)
    ext_tzyl1_n1(i,3)=(ext_tzyl1_n1(i,1)-ext_tzyl1_n1(1,1))*86400;
end
ref_ext_tzyl1 = zeros(int16(ext_tzyl1_n1(length(ext_tzyl1_n1),3)),1);
for a = 1:int16(ext_tzyl1_n1(length(ext_tzyl1_n1),3))
    ref_ext_tzyl1(a)=a;
end
ext_tzyl1 = interp1(ext_tzyl1_n1(:,3),ext_tzyl1_n1(:,2),ref_ext_tzyl1);
ext_tzyl1(:,2)=ref_ext_tzyl1;
%ext_tzyl1_max=max(ext_tzyl1(:,2));

waitbar(8/22, wb, 'Lese RHA Daten: Extruder Temperatur Zylinderzone 2')

ext_tzyl2_n1 = xlsread(xlsfile,'S:T');
for i=1:length(ext_tzyl2_n1)
    ext_tzyl2_n1(i,3)=(ext_tzyl2_n1(i,1)-ext_tzyl2_n1(1,1))*86400;
end
ref_ext_tzyl2 = zeros(int16(ext_tzyl2_n1(length(ext_tzyl2_n1),3)),1);
for a = 1:int16(ext_tzyl2_n1(length(ext_tzyl2_n1),3))
    ref_ext_tzyl2(a)=a;
end
ext_tzyl2 = interp1(ext_tzyl2_n1(:,3),ext_tzyl2_n1(:,2),ref_ext_tzyl2);
ext_tzyl2(:,2)=ref_ext_tzyl2;
%ext_tzyl2_max=max(ext_tzyl2(:,2));

waitbar(9/22, wb, 'Lese RHA Daten: Kalender Geschwindigkeit')

% -----
% Kalender
% -----

kal_v_n1 = xlsread(xlsfile,'U:V');
for i=1:length(kal_v_n1)
    kal_v_n1(i,3)=(kal_v_n1(i,1)-kal_v_n1(1,1))*86400;
end
ref_kal_v = zeros(int16(kal_v_n1(length(kal_v_n1),3)),1);
for a = 1:int16(kal_v_n1(length(kal_v_n1),3))
    ref_kal_v(a)=a;
end
kal_v = interp1(kal_v_n1(:,3),kal_v_n1(:,2),ref_kal_v);
kal_v(:,2)=ref_kal_v;
%kal_v_max=max(kal_v(:,2));

waitbar(10/22, wb, 'Lese RHA Daten: Kalender Walzenspalt AS')

kal_spalt_as_n1 = xlsread(xlsfile,'W:X');
for i=1:length(kal_spalt_as_n1)
    kal_spalt_as_n1(i,3)=(kal_spalt_as_n1(i,1)-kal_spalt_as_n1(1,1))*86400;
end
ref_kal_spalt_as =
zeros(int16(kal_spalt_as_n1(length(kal_spalt_as_n1),3)),1);
for a = 1:int16(kal_spalt_as_n1(length(kal_spalt_as_n1),3))
    ref_kal_spalt_as(a)=a;
end
kal_spalt_as =
interp1(kal_spalt_as_n1(:,3),kal_spalt_as_n1(:,2),ref_kal_spalt_as);
kal_spalt_as(:,2)=ref_kal_spalt_as;
%kal_spalt_as_max=max(kal_spalt_as(:,2));

waitbar(11/22, wb, 'Lese RHA Daten: Kalender Walzenspalt BS')

kal_spalt_bs_n1 = xlsread(xlsfile,'Y:Z');

```



```

for i=1:length(kal_spalt_bs_nl)
    kal_spalt_bs_nl(i,3)=(kal_spalt_bs_nl(i,1)-kal_spalt_bs_nl(1,1))*86400;
end
ref_kal_spalt_bs =
zeros(int16(kal_spalt_bs_nl(length(kal_spalt_bs_nl),3)),1);
for a = 1:int16(kal_spalt_bs_nl(length(kal_spalt_bs_nl),3))
    ref_kal_spalt_bs(a)=a;
end
kal_spalt_bs =
interp1(kal_spalt_bs_nl(:,3),kal_spalt_bs_nl(:,2),ref_kal_spalt_bs);
kal_spalt_bs(:,2)=ref_kal_spalt_bs;
%kal_spalt_bs_max=max(kal_spalt_bs(:,2));

waitbar(12/22, wb, 'Lese RHA Daten: Kalender Schrägverstellung AS')

kal_schr_as_nl = xlsread(xlsfile,'AA:AB');
for i=1:length(kal_schr_as_nl)
    kal_schr_as_nl(i,3)=(kal_schr_as_nl(i,1)-kal_schr_as_nl(1,1))*86400;
end
ref_kal_schr_as = zeros(int16(kal_schr_as_nl(length(kal_schr_as_nl),3)),1);
for a = 1:int16(kal_schr_as_nl(length(kal_schr_as_nl),3))
    ref_kal_schr_as(a)=a;
end
kal_schr_as =
interp1(kal_schr_as_nl(:,3),kal_schr_as_nl(:,2),ref_kal_schr_as);
kal_schr_as(:,2)=ref_kal_schr_as;
%kal_schr_as_max=max(kal_schr_as(:,2));

waitbar(13/22, wb, 'Lese RHA Daten: Kalender Schrägverstellung BS')

kal_schr_bs_nl = xlsread(xlsfile,'AC:AD');
for i=1:length(kal_schr_bs_nl)
    kal_schr_bs_nl(i,3)=(kal_schr_bs_nl(i,1)-kal_schr_bs_nl(1,1))*86400;
end
ref_kal_schr_bs = zeros(int16(kal_schr_bs_nl(length(kal_schr_bs_nl),3)),1);
for a = 1:int16(kal_schr_bs_nl(length(kal_schr_bs_nl),3))
    ref_kal_schr_bs(a)=a;
end
kal_schr_bs =
interp1(kal_schr_bs_nl(:,3),kal_schr_bs_nl(:,2),ref_kal_schr_bs);
kal_schr_bs(:,2)=ref_kal_schr_bs;
%kal_schr_bs_max=max(kal_schr_bs(:,2));

waitbar(14/22, wb, 'Lese RHA Daten: Kalender Ist-Dicke HS')

% -----
% Dicke
% -----

d_hs_akt = xlsread(xlsfile,'AI:AJ');
for i=1:length(d_hs_akt)
    d_hs_akt(i,3)=(d_hs_akt(i,1)-d_hs_akt(1,1))*86400;
end
%d_hs_akt_max=max(d_hs_akt(:,2));

waitbar(15/22, wb, 'Lese RHA Daten: Kalender Ist-Dicke KS AS')

d_ist_ks_as = xlsread(xlsfile,'AQ:AR');
for i=1:length(d_ist_ks_as)
    d_ist_ks_as(i,3)=(d_ist_ks_as(i,1)-d_ist_ks_as(1,1))*86400;
end
%d_ist_ks_as_max=max(d_ist_ks_as(:,2));

```

```

waitbar(16/22, wb, 'Lese RHA Daten: Kalender Ist-Dicke KS Mitte')

d_ist_ks_m = xlsread(xlsfile, 'AS:AT');
for i=1:length(d_ist_ks_m)
    d_ist_ks_m(i,3)=(d_ist_ks_m(i,1)-d_ist_ks_m(1,1))*86400;
end
%d_ist_ks_m_max=max(d_ist_ks_m(:,2));

waitbar(17/22, wb, 'Lese RHA Daten: Kalender Ist-Dicke KS BS')

d_ist_ks_bs = xlsread(xlsfile, 'AU:AV');
for i=1:length(d_ist_ks_bs)
    d_ist_ks_bs(i,3)=(d_ist_ks_bs(i,1)-d_ist_ks_bs(1,1))*86400;
end
%d_ist_ks_bs_max=max(d_ist_ks_bs(:,2));

waitbar(18/22, wb, 'Lese RHA Daten: Kalender Soll-Dicke Min 1')

d_soll_min1_n1 = xlsread(xlsfile, 'AY:AZ');
for i=1:length(d_soll_min1_n1)
    d_soll_min1_n1(i,3)=(d_soll_min1_n1(i,1)-d_soll_min1_n1(1,1))*86400;
end
ref_d_soll_min1 = zeros(int16(d_soll_min1_n1(length(d_soll_min1_n1),3)),1);
for a = 1:int16(d_soll_min1_n1(length(d_soll_min1_n1),3))
    ref_d_soll_min1(a)=a;
end
d_soll_min1 =
interp1(d_soll_min1_n1(:,3),d_soll_min1_n1(:,2),ref_d_soll_min1);
d_soll_min1(:,2)=ref_d_soll_min1;
%d_soll_min1_max=max(d_soll_min1(:,2));

waitbar(19/22, wb, 'Lese RHA Daten: Kalender Soll-Dicke Max 1')

d_soll_max1_n1 = xlsread(xlsfile, 'BA:BB');
for i=1:length(d_soll_max1_n1)
    d_soll_max1_n1(i,3)=(d_soll_max1_n1(i,1)-d_soll_max1_n1(1,1))*86400;
end
ref_d_soll_max1 = zeros(int16(d_soll_max1_n1(length(d_soll_max1_n1),3)),1);
for a = 1:int16(d_soll_max1_n1(length(d_soll_max1_n1),3))
    ref_d_soll_max1(a)=a;
end
d_soll_max1 =
interp1(d_soll_max1_n1(:,3),d_soll_max1_n1(:,2),ref_d_soll_max1);
d_soll_max1(:,2)=ref_d_soll_max1;
%d_soll_max1_max=max(d_soll_max1(:,2));

waitbar(20/22, wb, 'Lese RHA Daten: Kalender Soll-Dicke Min 2')

d_soll_min2_n1 = xlsread(xlsfile, 'BC:BD');
for i=1:length(d_soll_min2_n1)
    d_soll_min2_n1(i,3)=(d_soll_min2_n1(i,1)-d_soll_min2_n1(1,1))*86400;
end
ref_d_soll_min2 = zeros(int16(d_soll_min2_n1(length(d_soll_min2_n1),3)),1);
for a = 1:int16(d_soll_min2_n1(length(d_soll_min2_n1),3))
    ref_d_soll_min2(a)=a;
end
d_soll_min2 =
interp1(d_soll_min2_n1(:,3),d_soll_min2_n1(:,2),ref_d_soll_min2);
d_soll_min2(:,2)=ref_d_soll_min2;
%d_soll_min2_max=max(d_soll_min2(:,2));

```

```

waitbar(21/22, wb, 'Lese RHA Daten: Kalender Soll-Dicke Max 2')

d_soll_max2_n1 = xlsread(xlsfile, 'BE:BF');
for i=1:length(d_soll_max2_n1)
    d_soll_max2_n1(i,3)=(d_soll_max2_n1(i,1)-d_soll_max2_n1(1,1))*86400;
end
ref_d_soll_max2 = zeros(int16(d_soll_max2_n1(length(d_soll_max2_n1),3)),1);
for a = 1:int16(d_soll_max2_n1(length(d_soll_max2_n1),3))
    ref_d_soll_max2(a)=a;
end
d_soll_max2 =
interp1(d_soll_max2_n1(:,3),d_soll_max2_n1(:,2),ref_d_soll_max2);
d_soll_max2(:,2)=ref_d_soll_max2;
%d_soll_max2_max=max(d_soll_max2(:,2));

waitbar(22/22, wb)

close(wb)

%figure
%plot(ext_v_machine(:,3),ext_v_machine(:,2)/ext_v_machine_max, ...
%     ext_rpm(:,3),ext_rpm(:,2)/ext_rpm_max, ...
%     ext_p(:,3),ext_p(:,2)/ext_p_max)

toc;

```

```

% -----
% GUI zur Zusammenführung, Verwaltung und grafischen Aufbereitung der von
% Prozessdaten und Werkstoff-Prüfwerten
% -----

function varargout = rollerhead(varargin)
gui_Singleton = 1;
gui_State = struct('gui_Name',       mfilename, ...
                  'gui_Singleton',   gui_Singleton, ...
                  'gui_OpeningFcn',  @rollerhead_OpeningFcn, ...
                  'gui_OutputFcn',  @rollerhead_OutputFcn, ...
                  'gui_LayoutFcn',   [], ...
                  'gui_Callback',    []);
if nargin && ischar(varargin{1})
    gui_State.gui_Callback = str2func(varargin{1});
end

if nargout
    [varargout{1:nargout}] = gui_mainfcn(gui_State, varargin{:});
else
    gui_mainfcn(gui_State, varargin{:});
end

% -----
% Initialisierung der globalen Variablen
% -----

function rollerhead_OpeningFcn(hObject, eventdata, handles, varargin)

global ext_v_machine_gui
global ext_rpm_gui
global ext_p_gui
global ext_masse_t_gui
global ext_strom_gui
global ext_tko_gui
global ext_tku_gui
global ext_tzyl1_gui
global ext_tzyl2_gui
global kal_v_gui
global kal_spalt_as_gui
global kal_spalt_bs_gui
global kal_schr_as_gui
global kal_schr_bs_gui
global d_hs_akt_gui
global d_ist_ks_as_gui
global d_ist_ks_m_gui
global d_ist_ks_bs_gui
global d_soll_min1_gui
global d_soll_max1_gui
global d_soll_min2_gui
global d_soll_max2_gui
global randstreifenbreite_gui
global shear_mean
global labordaten
global durchsatz
global temp_mean

ext_v_machine_gui = [];
ext_rpm_gui = [];
ext_p_gui = [];
ext_masse_t_gui = [];

```

```

ext_strom_gui = [];
ext_tko_gui = [];
ext_tku_gui = [];
ext_tzyl1_gui = [];
ext_tzyl2_gui = [];
kal_v_gui = [];
kal_spalt_as_gui = [];
kal_spalt_bs_gui = [];
kal_schr_as_gui = [];
kal_schr_bs_gui = [];
d_hs_akt_gui = [];
d_ist_ks_as_gui = [];
d_ist_ks_m_gui = [];
d_ist_ks_bs_gui = [];
d_soll_min1_gui = [];
d_soll_max1_gui = [];
d_soll_min2_gui = [];
d_soll_max2_gui = [];
randstreifenbreite_gui = [];
shear_mean = 0;
labordaten = zeros(6);
durchsatz = [];
temp_mean = 0;

handles.output = hObject;

function varargout = rollerhead_OutputFcn(hObject, eventdata, handles)
varargout{1} = handles.output;

% -----
% Import der Prozessdaten von der RHA
% -----

function rhadaten_Callback(hObject, eventdata, handles)

global ext_v_machine_gui
global ext_rpm_gui
global ext_p_gui
global ext_masse_t_gui
global ext_strom_gui
global ext_tko_gui
global ext_tku_gui
global ext_tzyl1_gui
global ext_tzyl2_gui
global kal_v_gui
global kal_spalt_as_gui
global kal_spalt_bs_gui
global kal_schr_as_gui
global kal_schr_bs_gui
global d_hs_akt_gui
global d_ist_ks_as_gui
global d_ist_ks_m_gui
global d_ist_ks_bs_gui
global d_soll_min1_gui
global d_soll_max1_gui
global d_soll_min2_gui
global d_soll_max2_gui

[ext_v_machine_gui, ext_rpm_gui, ext_p_gui, ext_masse_t_gui, ...
 ext_strom_gui, ext_tko_gui, ext_tku_gui, ext_tzyl1_gui, ...
 ext_tzyl2_gui, kal_v_gui, kal_spalt_as_gui, kal_spalt_bs_gui, ...
 kal_schr_as_gui, kal_schr_bs_gui, d_hs_akt_gui, d_ist_ks_as_gui, ...

```

```

    d_ist_ks_m_gui, d_ist_ks_bs_gui, d_soll_min1_gui, ...
    d_soll_max1_gui, d_soll_min2_gui, d_soll_max2_gui] = rhadaten;

% -----
% Einlesen der tatsächliche Erzeugnisbreite
% -----

function randstreifen_Callback(hObject, eventdata, handles)

global randstreifenbreite_gui

randstreifenbreite_gui = breitegesamt;

% -----
% Auswahl der Daten zur Anzeige
% -----

function popupmenu1_Callback(hObject, eventdata, handles)

global ext_v_machine_gui
global ext_rpm_gui
global ext_p_gui
global ext_masse_t_gui
global ext_strom_gui
global ext_tko_gui
global ext_tku_gui
global ext_tzyl1_gui
global ext_tzyl2_gui
global kal_v_gui
global kal_spalt_as_gui
global kal_spalt_bs_gui
global kal_schr_as_gui
global kal_schr_bs_gui
global d_hs_akt_gui
global d_ist_ks_as_gui
global d_ist_ks_m_gui
global d_ist_ks_bs_gui
global d_soll_min1_gui
global d_soll_max1_gui
global d_soll_min2_gui
global d_soll_max2_gui
global randstreifenbreite_gui
global shear_mean
global scherrate
global labordaten
global durchsatz

axes(handles.axes3);

str = get(hObject, 'String');
val = get(hObject, 'Value');
switch str{val};
case 'Temperaturen'
    cla(handles.axes3)
    hold on
    plot(ext_masse_t_gui(:,2), ext_masse_t_gui(:,1), ...
        ext_tko_gui(:,2), ext_tko_gui(:,1), ...
        ext_tku_gui(:,2), ext_tku_gui(:,1), ...
        ext_tzyl1_gui(:,2), ext_tzyl1_gui(:,1), ...
        ext_tzyl2_gui(:,2), ext_tzyl2_gui(:,1), 'LineWidth', 2)
    legend ('Massetemperatur', 'T Kopf oben', 'T Kopf unten', ...
        'T Zylinderzone 1', 'T Zylinderzone 2')

```

```

title('Temperaturen','FontSize',16,'FontWeight','bold')
xlabel('t [s]','FontSize',16,'FontWeight','bold')
ylabel('T [°C]','FontSize',16,'FontWeight','bold')
hold off

case 'Dicke und Walzenspalt'
cla(handles.axes3)
plot(d_hs_akt_gui(:,3),d_hs_akt_gui(:,2), ...
     d_ist_ks_as_gui(:,3),d_ist_ks_as_gui(:,2), ...
     d_ist_ks_m_gui(:,3),d_ist_ks_m_gui(:,2), ...
     d_ist_ks_bs_gui(:,3),d_ist_ks_bs_gui(:,2), ...
     d_soll_min1_gui(:,2),d_soll_min1_gui(:,1), ...
     d_soll_max1_gui(:,2),d_soll_max1_gui(:,1), ...
     d_soll_min2_gui(:,2),d_soll_min2_gui(:,1), ...
     d_soll_max2_gui(:,2),d_soll_max2_gui(:,1), ...
     kal_spalt_as_gui(:,2),kal_spalt_as_gui(:,1), ...
     kal_spalt_bs_gui(:,2),kal_spalt_bs_gui(:,1), 'LineWidth', 2)% , ...
     %kal_schr_as_gui(:,2),kal_schr_as_gui(:,1), ...
     %kal_schr_bs_gui(:,2),kal_schr_bs_gui(:,1))
legend('Ist-Dicke HS', 'Ist-Dicke KS AS', 'Ist-Dicke- KS Mitte', ...
      'Ist-Dicke KS BS', 'Soll-Dicke Min 1', 'Soll-Dicke Max 1', ...
      'Soll-Dicke Min 2', 'Soll-Dicke Max 2', 'Kalender Walzenspalt AS',
      ...
      'Kalender Walzenspalt BS')%, 'Kalender Schrägverstellung AS', ...
      %'Kalender Schrägverstellung BS')
title('Dicke und Walzenspalt','FontSize',16,'FontWeight','bold')
xlabel('t [s]','FontSize',16,'FontWeight','bold')
ylabel('d [mm]','FontSize',16,'FontWeight','bold')

case 'Prozess'
cla(handles.axes3)
plot(...
%ext_v_machine_gui(:,2),ext_v_machine_gui(:,1)/max(ext_v_machine_gui(:,1)),
...
     ext_rpm_gui(:,2),ext_rpm_gui(:,1)/max(ext_rpm_gui(:,1)), ...
     ext_p_gui(:,2),ext_p_gui(:,1)/max(ext_p_gui(:,1)), ...
     kal_v_gui(:,2),kal_v_gui(:,1)/max(kal_v_gui(:,1)), ...

randstreifenbreite_gui(:,1),randstreifenbreite_gui(:,2)/max(randstreifenbre
ite_gui(:,2)), ...
     'LineWidth', 2)
ylim([0.5 1.1])
legend(... %'Maschinengeschwindigkeit', ...
      'Extruder Drehzahl', ...
      'Extruder Massedruck','Kalender Geschwindigkeit', ...
      'Randstreifenbreite')
title('Prozess','FontSize',16,'FontWeight','bold')
xlabel('t [s]','FontSize',16,'FontWeight','bold')
ylabel('[]','FontSize',16,'FontWeight','bold')

case 'Scherrate'
cla(handles.axes3)
scherrate = shear(kal_v_gui, kal_spalt_as_gui, ...
kal_spalt_bs_gui);
%a = 1;
>windowSize = 50;
%b = (1/windowSize)*ones(1,windowSize);
%scherrate_filter = filter(b, a, scherrate(:,1));
plot(scherrate(:,2), scherrate(:,1), 'LineWidth', 2)% , durchsatz(:,8),
durchsatz(:,5), ...
     %durchsatz(:,8), durchsatz(:,6), durchsatz(:,8), durchsatz(:,7))

```

```

        legend ('Scherrate Walzenspalt','Scherrate Extruder 2 Platten Modell',
...
        'Scherrate Extruder Mittel/Kanalhöhe 1', 'Scherrate Extruder
Mittel/Kanalhöhe 2')
        title('Scherrate','FontSize',16,'FontWeight','bold')
        xlabel('t [s]','FontSize',16,'FontWeight','bold')
        ylabel('\gamma\prime [s^-1]','FontSize',16,'FontWeight','bold')

case 'Labordaten'
    cla(handles.axes3)
    for i=1:size(labordaten, 3)
        ld(i,1)=labordaten(5,1,i);
        ld(i,2)=labordaten(5,2,i);
        ld(i,3)=labordaten(5,3,i);
        ld(i,4)=labordaten(5,4,i);
        ld(i,5)=labordaten(5,5,i);
        ld(i,6)=labordaten(6,6,i);
    end
    hold on
    plot(ld(:,6),ld(:,1)/max(ld(:,1)),'LineStyle','-
','Marker','o','Color','c')
    plot(ld(:,6),ld(:,2)/max(ld(:,2)),'LineStyle','-
','Marker','+','Color','m')
    plot(ld(:,6),ld(:,3)/max(ld(:,3)),'LineStyle','-
','Marker','*','Color','r')
    plot(ld(:,6),ld(:,4)/max(ld(:,4)),'LineStyle','-
','Marker','x','Color','g')
    plot(ld(:,6),ld(:,5)/max(ld(:,5)),'LineStyle','-
','Marker','s','Color','b')
    xlim([0 scherrate(size(scherrate,1),2)])
    ylim([0.5 1.1])
    legend('ML1+4','Mooney Slope', 'HKV Viskosität', ...
        'HKV Viskosität bei 329','HKV Die swell')
    title('Labordaten','FontSize',16,'FontWeight','bold')
    xlabel('t [s]','FontSize',16,'FontWeight','bold')
    ylabel('[]','FontSize',16,'FontWeight','bold')
    hold off

case 'Volumenstrom'
    cla(handles.axes3)

    plot (durchsatz(:,8), durchsatz(:,1), ...%durchsatz(:,8),
durchsatz(:,2), ...
        durchsatz(:,8), durchsatz(:,3), 'LineWidth', 2)% , durchsatz(:,8),
durchsatz(:,4))
    legend ('Volumenstrom Kalander', ... %'Volumenstrom Kalander 1+Slope',
...
        'Volumenstrom Extruder')% Röthemeyer')%, 'Volumenstrom Extruder
Paper')
    title('Volumenstrom','FontSize',16,'FontWeight','bold')
    xlabel('t [s]','FontSize',16,'FontWeight','bold')
    ylabel('Q\prime [cm^3s^-1]','FontSize',16,'FontWeight','bold')

end

guidata(hObject,handles)

function popupmenu1_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)

```



```

if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'),
get(0,'defaultUiControlBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end

% -----
% Speichern der Daten
% -----

function savebutton_Callback(hObject, eventdata, handles)

global ext_v_machine_gui
global ext_rpm_gui
global ext_p_gui
global ext_masse_t_gui
global ext_strom_gui
global ext_tko_gui
global ext_tku_gui
global ext_tzyl1_gui
global ext_tzyl2_gui
global kal_v_gui
global kal_spalt_as_gui
global kal_spalt_bs_gui
global kal_schr_as_gui
global kal_schr_bs_gui
global d_hs_akt_gui
global d_ist_ks_as_gui
global d_ist_ks_m_gui
global d_ist_ks_bs_gui
global d_soll_min1_gui
global d_soll_max1_gui
global d_soll_min2_gui
global d_soll_max2_gui
global randstreifenbreite_gui
global shear_mean
global labordaten
global durchsatz
global temp_mean

[savefile,savepath]=uiputfile('*.mat');
savename=[savepath savefile];

save(savename, 'ext_v_machine_gui', 'ext_rpm_gui', 'ext_p_gui', ...
    'ext_masse_t_gui', 'ext_strom_gui', 'ext_tko_gui', 'ext_tku_gui', ...
    'ext_tzyl1_gui', 'ext_tzyl2_gui', 'kal_v_gui', 'kal_spalt_as_gui', ...
    'kal_spalt_bs_gui', 'kal_schr_as_gui', 'kal_schr_bs_gui',
'd_hs_akt_gui', ...
    'd_ist_ks_as_gui', 'd_ist_ks_m_gui', 'd_ist_ks_bs_gui',
'd_soll_min1_gui', ...
    'd_soll_max1_gui', 'd_soll_min2_gui', 'd_soll_max2_gui', ...

'randstreifenbreite_gui','shear_mean','labordaten','durchsatz','temp_mean')
;

% -----
% Laden der Daten
% -----

function loadbutton_Callback(hObject, eventdata, handles)

global ext_v_machine_gui
global ext_rpm_gui

```

```

global ext_p_gui
global ext_masse_t_gui
global ext_strom_gui
global ext_tko_gui
global ext_tku_gui
global ext_tzyl1_gui
global ext_tzyl2_gui
global kal_v_gui
global kal_spalt_as_gui
global kal_spalt_bs_gui
global kal_schr_as_gui
global kal_schr_bs_gui
global d_hs_akt_gui
global d_ist_ks_as_gui
global d_ist_ks_m_gui
global d_ist_ks_bs_gui
global d_soll_min1_gui
global d_soll_max1_gui
global d_soll_min2_gui
global d_soll_max2_gui
global randstreifenbreite_gui
global shear_mean
global labordaten
global durchsatz
global temp_mean

[loadfile,loadpath]=uigetfile('*.mat');
loadname=[loadpath loadfile];

load(loadname, 'randstreifenbreite_gui', 'ext_v_machine_gui',
'ext_rpm_gui', 'ext_p_gui', ...
    'ext_masse_t_gui', 'ext_strom_gui', 'ext_tko_gui', 'ext_tku_gui', ...
    'ext_tzyl1_gui', 'ext_tzyl2_gui', 'kal_v_gui', 'kal_spalt_as_gui', ...
    'kal_spalt_bs_gui', 'kal_schr_as_gui', 'kal_schr_bs_gui',
'd_hs_akt_gui', ...
    'd_ist_ks_as_gui', 'd_ist_ks_m_gui', 'd_ist_ks_bs_gui',
'd_soll_min1_gui', ...
    'd_soll_max1_gui', 'd_soll_min2_gui', 'd_soll_max2_gui', ...
    'randstreifenbreite_gui','shear_mean','labordaten', 'durchsatz',
'temp_mean');

handles.defaultEdit2String = loadfile;

set(handles.edit2,'String',handles.defaultEdit2String)

guidata(hObject,handles);

handles.defaultEdit1String = num2str(shear_mean);

set(handles.edit1,'String',handles.defaultEdit1String)

guidata(hObject,handles);

handles.defaultEdit3String = num2str(temp_mean);

set(handles.edit3,'String',handles.defaultEdit3String)

guidata(hObject,handles);

% -----
% Berechnung der mittleren scheinbaren Scherrate am Kalendar

```

```

% -----

function mid_shear_Callback(hObject, eventdata, handles)

global kal_v_gui
global kal_spalt_as_gui
global kal_spalt_bs_gui

global scherrate
global shear_mean

shear_sum=0;
shear_mean=0;

scherrate = shear(kal_v_gui, kal_spalt_as_gui, ...
    kal_spalt_bs_gui);

t_von = scherrate (1,2);
t_bis = scherrate (length(scherrate(:,2)),2);

prompt = {'t von:', 't bis:'};
dlg_title = 'Intervall';
num_lines = 1;
defaultans = {num2str(t_von), num2str(t_bis)};
answer = inputdlg(prompt,dlg_title,num_lines,defaultans);
t_von=str2double(cell2mat(answer(1,1)));

t_bis=str2double(cell2mat(answer(2,1)));

for g = t_von:t_bis
    shear_sum = shear_sum + scherrate(g,1);
end

shear_mean = shear_sum / (t_bis - t_von);

handles.defaultEdit1String = num2str(shear_mean);

set(handles.edit1, 'String', handles.defaultEdit1String)

guidata(hObject, handles);

h = msgbox({num2str(shear_mean)}, 'Mittlere Scherrate' , 'help');

% -----
% Import der Werkstoff-Prüfwerte
% -----

% --- Executes on button press in labordaten.
function labordaten_Callback(hObject, eventdata, handles)

global labordaten
global shear_mean

epl_labdata = [];

prompt = {'Anzahl Files:'};
dlg_title = 'VE';
num_lines = 1;
defaultans = {'3'};
answer = inputdlg(prompt,dlg_title,num_lines,defaultans);
files=str2double(cell2mat(answer(1,1)));

```

```

for n=1:files
    epl_labdata(:,:,n) = labdata(shear_mean);
end

for i=1:6
    for j=1:6
        mean_epl_labdata(i,j) = mean(epl_labdata(i,j,:));
    end
end

test = zeros(6);

if (labordaten(:,:,1) == test)
    labordaten(:,:,1) = mean_epl_labdata;
else
    ind = size(labordaten, 3);
    labordaten(:,:,ind+1) = mean_epl_labdata;
end

function edit1_Callback(hObject, eventdata, handles)

function edit1_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'),
get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end

function edit2_Callback(hObject, eventdata, handles)

function edit2_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'),
get(0,'defaultUicontrolBackgroundColor'))
    set(hObject,'BackgroundColor','white');
end

% -----
% Berechnung des Volumenstromes
% -----

function pushbutton7_Callback(hObject, eventdata, handles)

global kal_v_gui
global kal_spalt_as_gui
global kal_spalt_bs_gui
global ext_rpm_gui
global ext_p_gui
global d_hs_akt_gui
global randstreifenbreite_gui

global labordaten

global durchsatz

prompt = {'Erzeugnisbreite:'};
dlg_title = '[mm]';
num_lines = 1;
answer = inputdlg(prompt,dlg_title,num_lines);
erzeugnisbreite=str2double(cell2mat(answer(1,1)));

for i=1:size(labordaten, 3)

```

```

timeindex = int16(labordaten(6,6,i));
%disp(timeindex)

rpm = ext_rpm_gui(timeindex,1);
visk = labordaten(5,4,i);
pres = ext_p_gui(timeindex,1);
dick = d_hs_akt_gui(timeindex,2);
walzspal =
(kal_spalt_as_gui(timeindex,1)+kal_spalt_bs_gui(timeindex,1))/2;
vkal = kal_v_gui(timeindex,1);
brei = erzeugnisbreite+randstreifenbreite_gui(timeindex,2);
slope = labordaten(5,2,i);
time = labordaten(6,6,i);

durchsatz(i,:) = volumenstrom(rpm, visk, pres, dick, walzspal, vkal,
brei, ...
slope, time);
end

% -----
% Berechnung der mittleren Massetemperatur
% -----

function pushbutton8_Callback(hObject, eventdata, handles)

global ext_masse_t_gui

global temp_sum
global temp_mean

temp_sum = 0;
temp_mean = 0;

t_von = ext_masse_t_gui (1,2);
t_bis = ext_masse_t_gui (length(ext_masse_t_gui(:,2)),2);

for t=t_von:t_bis
temp_sum = temp_sum + ext_masse_t_gui(t,1);
end

temp_mean = temp_sum / (t_bis - t_von);

handles.defaultEdit3String = num2str(temp_mean);

set(handles.edit3,'String',handles.defaultEdit3String)

guidata(hObject,handles);

function edit3_Callback(hObject, eventdata, handles)

function edit3_CreateFcn(hObject, eventdata, handles)
if ispc && isequal(get(hObject,'BackgroundColor'),
get(0,'defaultUiControlBackgroundColor'))
set(hObject,'BackgroundColor','white');
end

```

```

% -----
% Berechnung der scheinbaren Scherrate im Kalanderspalt
% -----

function [scherrate] = shear (kal_v_gui, kal_spalt_as_gui, ...
    kal_spalt_bs_gui)

laenge = [];
kal_ms = [];
scherrate = [];

if (length(kal_v_gui(:,2)) < length(kal_spalt_as_gui(:,2)))
    laenge = length(kal_v_gui(:,2));
else
    laenge = length(kal_spalt_as_gui(:,2));
end
for i = 1:laenge
    kal_ms(i) = kal_v_gui(i,1) / 60;
    kal_spalt(i) = (kal_spalt_as_gui(i,1) + kal_spalt_bs_gui(i,1)) / 2000;
    scherrate(i,2) = i;
    scherrate(i,1) = kal_ms(i) / kal_spalt(i);
end

%plot (scherrate(:,2), scherrate(:,1))
%legend ('Scherrate Walzenspalt')

```

```

% -----
% Modellberechnung für Volumenstrom in Extruder und Kalandr
% -----

function [durchsatz] = volumenstrom(rpm, visk, pres, dick, walzspal, ...
    vkal, brei, slope, time)

Qpunktst = 0; % Volumenstrom Extruder [cm3s-1]
u0 = 0; % Umfangsgeschwindigkeit [cms-1]
u0z = 0; % Geschwindigkeitskomponente parallel zum Schneckensteg
[cms-1]
u0x = 0; % Geschwindigkeitskomponente senkrecht zum Schneckensteg
[cms-1]
B = 0; % Kanalbreite [cm]
D = 20; % Schneckendurchmesser [cm] CONST
L = 267; % Schneckenlänge [cm] CONST
phi = 0.65; % Steigungswinkel [rad] CONST
H = 4.5; % Kanalhöhe [cm] CONST
delta = 0.2; % Schneckenspiel [cm] CONST
s0 = 1.2/cos(phi); % Stegbreite [cm] CONST
m0 = 2; % Gangzahl [] CONST

V = ((H*L)/(sin(phi)))*(pi*(D-H)*sin(phi)-(m0*s0));
% freies Schneckenvolumen
tquer = 0; % mittlere Verweilzeit

n = rpm/60; % OOO Drehzahl [s-1]
etaquer = 0; % Mittlere Viskosität im Schneckenkanal [bars]
eta = visk; % OOO Gemessene scheinbare Viskosität bei einer
% scheinbaren Scherrate von 329 s-1 [Pas]

p = pres; % OOO Druck [bar]

fs = 0; % Korrekturfaktor Leckströmung Schleppströmung
fd = 0; % Korrekturfaktor Leckströmung Druckströmung

ms = 0; % Korrekturfaktor Durchsatzminderung 2D-Kanal Schleppströmung
md = 0; % Korrekturfaktor Durchsatzminderung 2D-Kanal Druckströmung

fg = 0; % Korrekturfaktor

alpha = 0; % Geometriefaktor
beta = 0; % Geometriefaktor

gamma = 0; % mittlere Scherrate 2 Platten Modell

gammaxQ = [];
gammazQ = [];
gammayQ = []; % mittlere Scherrate über Kanalhöhe Volumenstrom 1
gammaQ = 0;

gammaxV = [];
gammazV = [];
gammayV = []; % mittlere Scherrate über Kanalhöhe Volumenstrom 2
gammaV = 0;

y = 0; % Koordinate Kanalhöhe

u0 = pi*D*n;
u0z = u0*cos(phi);
u0x = u0*sin(phi);

```

```

B = ((pi*(D-2*delta)*sin(phi))/m0)-s0;
fs = (1-(delta/H))^2;
fd = 1+(((delta/H)^3)*(B/(s0*sin(phi)*cos(phi))));

ms = 1-0.5*(H/B);
md = 1-0.6*(H/B);

etaquer = (eta/2465)*(H/(pi*D*n))^(2/3);

fg = 1-2*(delta/D)-((s0*m0)/(pi*D*sin(phi)));

alpha = ((pi^2*D^2*H*sin(phi)*cos(phi))/2)*fg*fs*ms;
beta = ((pi*D*H^3*sin(phi)^2)/(12*L))*fg*fd*md;

Qpunkttext = alpha*n-beta*(p/etaquer);
tquer = V/Qpunkttext;

Vpunkttext = 0; % Volumenstrom Extruder (ALTERNATIV)
fS = 0; % Formfaktor Schleppströmung
fD = 0; % Formfaktor Druckströmung

fS = 1.011-0.679*(H/B)+0.191*(H/B)^2-0.019*0.019*(H/B)^3;
fD = 1.015-0.796*(H/B)+0.232*(H/B)^2-0.019*0.023*(H/B)^3;

Vpunkttext = m0*( ((B*H)/2)*fS*u0z-((B*H^3)/(12*etaquer))*fD*(p/L) );

% Profil der scheinbaren Scherrate über Kanalhöhe (pro mm)
gamma = u0z/H;

for i=1:45
    y = H/45*i;
    gammaxQ(i,1) = y;
    gammaxQ(i,2) = 6*(u0x/H^2)*y-2*(u0x/H);
    gammazQ(i,1) = y;
    gammazQ(i,2) = (u0z/H)*(1+(1/2-(Qpunkttext/(u0z*B*H)))*(12*(y/H)-6));
    gammayQ(i,1) = y;
    gammayQ(i,2) = sqrt(gammaxQ(i,2)^2+gammazQ(i,2)^2);
end

gammaQ = mean(gammayQ(:,2));

for i=1:45
    y = H/45*i;
    gammaxV(i,1) = y;
    gammaxV(i,2) = 6*(u0x/H^2)*y-2*(u0x/H);
    gammazV(i,1) = y;
    gammazV(i,2) = (u0z/H)*(1+(1/2-(Vpunkttext/(u0z*B*H)))*(12*(y/H)-6));
    gammayV(i,1) = y;
    gammayV(i,2) = sqrt(gammaxV(i,2)^2+gammazV(i,2)^2);
end

gammaV = mean(gammayV(:,2));

Qpunktkal = 0; % Volumenstrom Kalanders B0=h*/h0 [cm3s-1]
hstern = dick/2*0.001; % ½ Gemessene Erzeugnisdicke (HS) [m]
B0 = dick/walzspal; % Die swell []
v0 = vkal/60; % Kalandergeschwindigkeit [ms-1]
b = breit*0.001; % Erzeugnisbreite [m]

Qpunktkal = (2*hstern)*v0*b*1000000;

```



```
Vpunktkal = 0; % Volumenstrom Kalander [cm3s-1]
Vpunktkal = ((2*hstern)/sqrt(dieswell))*v0*b*1000000;

durchsatz(1) = Qpunktkal;
durchsatz(2) = Vpunktkal;
durchsatz(3) = Qpunkttext;
durchsatz(4) = Vpunkttext;
durchsatz(5) = gamma;
durchsatz(6) = gammaQ;
durchsatz(7) = gammaV;
durchsatz(8) = time;
```