

Auf die Mischung kommt es an

Gummiprodukte werden durch Vulkanisation von Kautschukmischungen hergestellt, die Füllstoffe, Vernetzungsmittel und Hilfsstoffe enthalten. Eine gute Durchmischung der Komponenten bildet in diesem Prozess die Grundlage für hochwertige Endprodukte. Bisher konnte die Qualität einer Mischung erst am Ende des Mischprozesses beurteilt werden, wenn eine Steuerung und Verbesserung des Ergebnisses nicht mehr möglich ist. Deshalb müssen immer wieder Fehlchargen als Abfall entsorgt werden. Mit einem neuen Online-Messverfahren kann der Dispersionsgrad rußhaltiger Mischungen erstmals prozessintegriert bestimmt werden. Eine umweltentlastende Steuerung des Prozesses wird möglich.



Naturkautschuk

Gängige Verfahren zur Bestimmung des Endpunktes eines Mischvorgangs vertrauen auf Erfahrung und bedienen sich bei bekannten Rezepturen anderer Hilfsgrößen, wie Mischzeit, Temperatur oder Energieeintrag. Mit zahlreichen Versuchen werden die notwendigen Kenngrößen ermittelt, dennoch sind die Ergebnisse nicht immer reproduzierbar und die Mischungsqualität nicht optimal. Das liegt einerseits an der Inhomogenität der eingesetzten Rohstoffe, andererseits aber auch an der Komplexität des Prozesses.

Gummi ist ein Massenprodukt. Bei einem weltweiten Kautschukeinsatz von jährlich über 15 Millionen Tonnen entfallen allein zwei Drittel auf die Produktion von Autoreifen. Ruß ist bei der Gummierstellung nach wie vor der wichtigste Füllstoff und wird, außer in Reifen, auch in zahlreichen anderen Produkten eingesetzt. Ruß erhöht die Festigkeit und Flexibilität der Vulkanisate.

Aus einer Steigerung der Produktausbeute in der Gummierstellung resultieren deutliche Umweltentlastun-

gen, verbunden mit den wirtschaftlichen Vorteilen einer verbesserten Produktion. Deshalb konzentrierten sich die Forscher der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg auf eine Optimierung des Produktionsprozesses durch die Entwicklung eines Online-Messverfahrens. Sie griffen in diesem vom BMBF geförderten Forschungsvorhaben gemeinsam mit ihrem industriellen Partner Polymer-Technik Elbe die Idee auf, die Güte der Durchmischung rußhaltiger Kautschukmischungen anhand ihrer elektrischen Leitfähigkeit zu identifizieren. Ein Zusammenhang zwischen der Leitfähigkeit einer Mischung und dem Dispersionsgrad, also der Verteilung der enthaltenen Rußpartikel, war zwar seit längerem bekannt, ein praxistaugliches Messverfahren aber noch nicht verfügbar. Diese Lücke konnte das Forschungsvorhaben schließen.

Im Rahmen des Projektes wurde zunächst im Labor geklärt, welche Zusammenhänge zwischen der elektrischen Leitfähigkeit und dem Dispersionsgrad der rußhaltigen Kautschukmischung bestehen. Bereits erste Leitfähigkeitsmessungen an den gemeinsam mit dem industriellen Partner ausgewählten Mischungen zeigten eine charakteristische Kurve. Die Leitfähigkeit erreicht bereits am Beginn ein Maximum, geht bei zunehmender Durchmischung stark zurück und steigt anschließend wieder auf ein relatives Maximum. Im weiteren Verlauf sinkt sie wieder kontinuierlich. Parallel durchgeführte Untersuchungen der Kautschukmischungen zeigten, dass diese drei Punkte der Kurve eindeutige Hinweise auf unterschiedliche Stadien der Rußdispersion geben. Dieser reproduzierbare Zusammenhang bestätigte sich in weiteren Testreihen, in denen die anlagentechnischen Parameter variiert wurden. Verursacht durch „Kurzschlüsse“ erreichte die Leitfähigkeitskurve das erste Maximum stets zu Beginn des Mischens. Als Grund ermittelten die Forscher die Ausbildung von zusammenhängenden stromleitenden Rußagglomeraten in dem noch wenig durchmischten Kautschuk.

**Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg
Institut für Werkstoffwissenschaft**

Prof. Dr.-Ing. Hans-Joachim Radusch
Geusaer Straße
06217 Merseburg
Telefon +49 (0) 34 61 / 46 27 91
Telefax +49 (0) 34 61 / 46 38 91
E-Mail hans-joachim.radusch@iw.uni-halle.de

■ Polymer-Technik Elbe GmbH

Das folgende Minimum weist auf eine beginnende, aber noch schlechte Durchmischung hin. Zwar hat der Kautschuk die großen Rußaggregat voneinander getrennt, das poröse Rußaggregat wird jedoch noch nicht von den Kautschukmolekülen durchdrungen. Da Kautschuk dann als Isolator zwischen den Rußteilen wirkt, leitet die Mischung den Strom nur sehr schlecht.

Besonders interessant ist das folgende relative Maximum der elektrischen Leitfähigkeit, das bei einem viel weiter fortgeschrittenen Mischprozess erreicht wird. Die Rußparti-



Laborknetter im Institut für Werkstoffwissenschaften

kel sind dann bereits so weit in die Kautschukmatrix eingearbeitet, dass trotz der isolierenden Wirkung des Kautschuks zwischen den fein verteilten Rußagglomeraten elektrische Wechselwirkungen auftreten. Dieser Zeitpunkt wird als Black Incorporation Time bezeichnet. Schreitet der Mischvorgang noch weiter voran, werden die Rußagglomerate weiter zerkleinert und noch besser dispergiert. In der Folge sinkt die elektrische Leitfähigkeit wieder. Dieser Verlauf ist für jede Kautschukmischung charakteristisch. Anhand der ermittelten Messwerte der abflachenden Leitfähigkeitskurve ist eine genaue Aussage über den aktuellen Dispersionsgrad des Rußes und somit auch der anderen Mischungsbestandteile möglich. Die Forscher fanden ein Verfahren, mit dem der Mischprozess erstmals online überwacht und die Produktion optimal gesteuert werden kann.

Für die spätere Praxiseinführung im industriellen Maßstab waren die Untersuchungen zum Bau einer widerstandsfähigen Sensorik für die kontinuierliche Leitfähigkeits-

messung von großer Bedeutung. In der Vergangenheit waren die Messgeräte nicht robust genug, außerdem fehlten die Kenntnisse über ihre optimale Anordnung in der Knetkammer. Die Grundlagen für die Lösung dieses Problems ermittelten die Forscher im Labor an einem so genannten Innenmischer, bei dem in der Knetkammer zwei Rotoren das Aufgabegut durchmischen. Eine Vielzahl von Voruntersuchungen, Versuchen und Optimierungsschritten führte schließlich zum Erfolg. Die verwendete Kombination aus einem Online-Messfühler für Leitfähigkeit und Temperatur und seiner Anordnung in der Knetkammer widersteht den mechanischen Belastungen und liefert in hohem Maße zuverlässige Messergebnisse. Damit ist eine große Hürde auf dem Weg zu einer kontinuierlichen Messung überwunden. Zurzeit wird unter

Die Online-Messung erlaubt eine genaue Steuerung des Mischprozesses. An Hand eines charakteristischen Profils des zeitlichen Mischverlaufes ist es jederzeit möglich, den Zustand der Füllstoffdispersion zu erkennen und regulierend einzugreifen. Verschwendete Ressourcen für Fehlchargen gehören dann der Vergangenheit an.

Anwendung der gewonnenen Erkenntnisse bei Polymer-Technik Elbe ein Sensor für den industriellen Einsatz entwickelt.

Für Forschung und Praxis bringt diese Neuentwicklung viele Vorteile mit sich. War es bisher bei der Entwicklung neuer Rezepturen oder bei schwankenden Rohstoffqualitäten notwendig, in zahlreichen Einzelversuchen die optimalen Verarbeitungsweisen zu ermitteln, lassen sich jetzt die Versuchsreihen auf ein Minimum reduzieren. Mit der Erforschung der grundlegenden Zusammenhänge können jetzt charakteristische Leitfähigkeitskurven der Mischungen aufgenommen und Detailuntersuchungen zielgenau ausgewählt werden. Im späteren industriellen Einsatz wird es durch die prozessintegrierte Messung möglich, Fehlchargen nahezu vollständig zu vermeiden. Und davon profitiert auch die Umwelt, da Rohstoffe und Energie eingespart und Abfälle vermieden werden können.