

Jarosław Frydel

**Einfluss der Verfahrensparameter
auf Gaseinschlüsse
in kalandrierten Kautschukbahnen**



Cuvillier Verlag Göttingen
Internationaler wissenschaftlicher Fachverlag

**Einfluss der Verfahrensparameter auf Gaseinschlüsse
in kalandrierten Kautschukbahnen**

Von der Fakultät für Maschinenbau
der Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor-Ingenieur

genehmigte Dissertation

von

M.Sc. Jarosław Frydel
geboren am 12. Mai 1978 in Oppeln

2009

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

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

1. Aufl. - Göttingen : Cuvillier, 2009

Zugl.: Hannover, Univ., Diss., 2009

978-3-86955-080-0

Titelbild: Materialführung in einem Vierwalzen-Kalander in schematischer Darstellung

1. Referent:	Prof. Dr.-Ing. Dr. h.c. Dieter Mewes
2. Referentin:	Prof. Dr.-Ing. Andrea Luke
Vorsitzender der Prüfungskommission:	Prof. Dr.-Ing. Lothar Schulze
Gutachterin und wissenschaftliche Betreuung:	Dr.-Ing. Sabine Luther

Tag der Promotion: 22. Juli 2009

© CUVILLIER VERLAG, Göttingen 2009

Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen

Telefon: 0551-54724-0

Telefax: 0551-54724-21

www.cuvillier.de

Alle Rechte vorbehalten. Ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages ist es nicht gestattet, das Buch oder Teile daraus auf fotomechanischem Weg (Fotokopie, Mikrokopie) zu vervielfältigen.

1. Auflage, 2009

Gedruckt auf säurefreiem Papier

978-3-86955-080-0

VORWORT

Diese Dissertation entstand während meiner Arbeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Deutschen Institut für Kautschuktechnologie e.V. in Hannover.

Mein herzlichster Dank gilt meinem Doktorvater, Herrn Professor Dr.-Ing. Dr. h.c. Dieter Mewes und Frau Dr.-Ing. Sabine Luther für die wissenschaftliche Anregung, großzügige Förderung und Betreuung dieser Arbeit.

Frau Professor Dr.-Ing. Andrea Luke und Herrn Professor Dr.-Ing. Lothar Schulze danke ich für das freundliche Interesse, das sie als Koreferentin und Prüfungsvorsitzender meiner Arbeit entgegengebracht haben.

Ebenso spreche ich Herrn Professor Dr. Robert. H. Schuster als Leiter des Instituts meinen herzlichen Dank aus. Das von ihm geschaffene Arbeitsumfeld und die mir gewährten Freiräume für die Durchführung des Forschungsprojekts waren wesentlich für das Gelingen meiner Arbeit.

Ein großer Dank gilt allen Kolleginnen und Kollegen am Institut für die wertvollen Diskussionen, gute Zusammenarbeit und das freundschaftliche Arbeitsklima, die die Arbeit prägten. Ein besonderer Dank gilt Rainer Klauke und Dr. Harald Geisler für kritisches Korrekturlesen und wertvolle Hinweise zu meiner Arbeit. Ebenso Juliane Fritzsche, Cristian Oprisoni, Mircea Doniga-Crivat, Stefan Robin, Ulrike Assmann und Hagen Lorenz standen mir in fachlichen, organisatorischen und menschlichen Dingen stets zur Seite, wofür ich mich an dieser Stelle bedanken möchte.

Experimentelle Ergebnisse wären ohne den tatkräftigen Einsatz des Technikums mit den Herren Klaus Klie, Ludwig Hücker, Frank Stebner, Joachim Heier und Jürgen Hamann kaum möglich gewesen. Vielen Dank.

Meinen Eltern Bogusława und Wojciech Frydel danke ich für die Unterstützung in allen Lebenslagen. Besonders dankbar bin ich außerdem für Rat, Tat und Geduld mit denen mir meine Frau Andżelika jederzeit zur Seite stand.

Der Firma Vredestein Banden BV (Enschede, Niederlande), insbesondere Herrn Dr.-Ing. Gerard Nijman, möchte ich mich für die großzügige Bereitstellung der Versuchsmischungen bedanken. Der Deutschen Kautschuk-Gesellschaft und der Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen Otto von Guericke e.V. danke ich für die Förderung des Forschungsvorhabens.

KURZFASSUNG

Für das Ausformen von Polymerschmelzen zu Platten, Folien und endlosen Bahnen werden in der Kautschuk- und Kunststoffindustrie häufig Kalander eingesetzt. Die auf diese Weise erzeugten Kunststoff- oder Kautschukerzeugnisse weisen sehr enge Dicken- und Breitentoleranzen sowie eine sehr hohe Oberflächengüte auf. Trotz einer hohen Präzision der Kalanderanlagen lassen sich Materialfehlstellen in Form von Gaseinschlüssen innerhalb der kalandrierten Bahnen nicht vermeiden.

In der vorliegenden Arbeit wird der Zusammenhang zwischen dem Geschwindigkeitsfeld im Kalanderspalt und dem Auftreten von Gaseinschlüssen in den kalandrierten Bahnen sowie die Bewegung von Gasblasen im Knet des Zulaufbereichs des Kalanderspaltes visualisiert. Hierzu werden die Fließeigenschaften der Kautschukmischung, das Druckfeld im Kalanderspalt in Abhängigkeit der Beschickungsart und die Prozessparameter Walzenumfangsgeschwindigkeit, Walzentemperatur, Spalthöhe, Friktion und Lageneinstellung des Keils unter Berücksichtigung der Höhe des Knets variiert. Die rheologischen Eigenschaften der Kautschukmischungen werden durch Zugabe von Altgummipartikeln beeinflusst. Die Anzahl, die Größe der Querschnittsfläche, die Position sowie die Form der Gaseinschlüsse in den kalandrierten Kautschukbahnen werden mit Hilfe der Digitalen Radiographie gemessen. Diese ermöglicht das Visualisieren des im Material eingeschlossenen Gases entlang der gesamten Kalanderlinie. Die Geschwindigkeitsfelder werden im Kalanderspalt mit Hilfe einer zweifarbigem Mischung visualisiert. Rückschlüsse auf die Bewegung von Gaseinschlüssen im Knet werden über die Bewegung von Styroporkugeln und Glaskugeln gezogen. Die Messung erfolgt mit Hilfe der Röntgentomographie.

Stichwörter:

Kalandrieren, Kalander, Kautschukbahnen, Gaseinschlüsse, Gasblasen, Gasgehalt, maximaler Spaltdruck, Digitale Radiographie, Röntgentomographie, Altgummipartikeln, Knet, Keil, Strömungsfeld

ABSTRACT

The process of transforming a polymer melt into films and sheets by squeezing it between multiple pairs of counter rotating rolls is termed calendering. The quality of the calendered sheets is determined by the three-dimensional flow field in the gap between the two rolls which is set by process parameters. Characteristics of calendered products are the high quality of the surface finish and the narrow tolerances regarding the thickness. In spite of the high standard of state-of-the-art calendering machines, the occurrence of material defects in form of gas entrapments cannot be avoided.

In this thesis, the focus is on the experimental investigation of the dependencies of the flow field in the roll gap on the occurrence of gas bubbles. Furthermore the flow of gas bubbles in the material bank during calendering of typical rubber compounds is of major interest. In order to investigate the behaviour of the bubbles the viscosity of the compound and the pressure field in dependence of process parameters like speed and temperature of the rolls, the roll gap clearance, the friction number as well as the position of the wedge in the roll gap is varied. The way of the calender feeding and the size of the material bank are also taken into consideration as well as the change of the viscosity of the material via the addition of ground rubber particles. Dimensions, number, space distribution and shape of bubbles in the calendered rubber sheets are analysed using digital radiography. For a better understanding of the flow field in the gap between two rolls, flow patterns of the polymer melt and the gas bubbles in the material bank as well as in the calender gap are visualised. The visualisation is realized by means of colored rubber compounds. Conclusions about the flow of the gas bubbles in the material bank are based on investigations on the flow of expanded polystyrene beads. The position of these particles is investigated by means of computed tomography.

Keywords:

calender, calendering, rubber sheets, gas entrapments, gas bubbles, gas level, maximum gap pressure, Digital Radiography, X-ray tomography, ground rubber, suspension, material bank, wedge, flow field

INHALTSVERZEICHNIS

Kurzfassung	II
Abstract	III
Inhaltsverzeichnis	V
Formelzeichen	IX
1 Einleitung.....	1
2 Problemstellung und Ziele der Arbeit.....	3
3 Stand der Forschung.....	7
3.1 Strömungsfeld im Kalanderspalt – theoretische Arbeiten	7
3.2 Strömungsfeld im Kalanderspalt – experimentelle Arbeiten.....	10
3.2.1 Spannungsfeld	10
3.2.2 Fließvorgänge im Kalanderspalt	11
3.3 Qualität der Kautschukbahn	13
3.3.1 Mischen im Walzenspalt	14
3.3.2 Oberflächengüte kalandrierter Erzeugnisse.....	15
3.3.3 Gaseinschlüsse in kalandrierten Erzeugnissen	16
3.4 Bewegung von Blasen im Kalanderspalt.....	17
4 Experimenteller Aufbau und Messtechnik.....	19
4.1 Kalandерlinie.....	19
4.2 Vierwalzen-F-Kalander	21
4.2.1 Druckmessung	22
4.2.2 Keilförmige Einbauten	22
4.2.3 Messung der Knethöhe.....	24
4.2.4 Visualisieren der Strömungsfelder	25
4.2.5 Visualisieren der Blasenbewegung im Knet	28
4.3 Berechnung der Strömungsfelder im Kalanderspalt.....	28
4.4 Stoffeigenschaften der eingesetzten Kautschukmischungen	33
4.4.1 Bereitstellen der Kautschukmischungen	35

4.4.2	Bereitstellen der Suspensionen	36
4.5	Prüfverfahren zur Vorhersage der Verarbeitungseigenschaften	37
4.5.1	Vulkametrische Eigenschaften	37
4.5.2	Rheologische Eigenschaften	37
4.5.3	Messung der Viskoelastizität	40
4.5.4	Messung von Dichte und Gasgehalt	41
4.5.5	Zugversuch.....	42
4.6	Visualisieren von Gaseinschlüssen	42
4.6.1	Röntgenstrahlung	43
4.6.2	Digitale Radiographie	44
4.6.3	Röntgentomographie.....	45
4.6.4	Der Röntgentomograph.....	46
4.6.5	Messen der Gaseinschlüsse.....	47
5	Experimentelle Ergebnisse	51
5.1	Verarbeitungstechnisches Verhalten der Kautschukmischungen	53
5.1.1	Vernetzung.....	54
5.1.2	Viskosität	55
5.1.3	Viskoelastizität.....	59
5.1.4	Quasistatische mechanische Eigenschaften	60
5.2	Druckfeld im Kalanderspalt	61
5.2.1	Einfluss der Kalandersbeschildigung.....	61
5.2.2	Einfluss der Walzenspalhöhe.....	62
5.2.3	Einfluss der Viskosität	63
5.2.4	Einfluss der Spalthöhe des Fütterspalts	67
5.2.5	Einfluss der Walzenumfangsgeschwindigkeit	68
5.2.6	Einfluss der Friktion	70
5.2.7	Einfluss der Lageneinstellung des Keils.....	73
5.2.8	Einfluss der Kneithöhe.....	76
5.3	Gasgehalt in kalandrierten Bahnen als Funktion der Prozessparameter	78
5.3.1	Einfluss der Verarbeitungsschritte.....	79
5.3.2	Höhe des Walzenspalts	82
5.3.3	Viskosität der Kautschukmischungen.....	86
5.3.4	Umfangsgeschwindigkeit der Walzen	89

5.3.5	Friktion im Walzenspalt	91
5.3.6	Einstellung des Keils	92
5.3.7	Position der Gaseinschlüsse in der Bahn.....	94
5.4	Zeitabhängige Strömungsfelder im Kalanderspalt	95
5.5	Transport der Gasblasen im Kalanderspalt.....	105
6	Diskussion der Ergebnisse.....	109
6.1.1	Druckfelder im Kalanderspalt	109
6.1.2	Kalandrieren ohne Gaseinschlüsse	115
7	Zusammenfassung und Ausblick.....	117
	Literaturverzeichnis	121

FORMELZEICHEN

Lateinische Symbole

<u>Symbol</u>	<u>Einheit</u>	<u>Bedeutung</u>
a	kg/kg	Massenanteil
A	m ²	Querschnittsfläche
A	%	Amplitude
A _G *	-	bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse
b	m	Bahnbreite
b*	-	bezogene Breite der Bahn
B	-	Quellungsfaktor
B	m	Breite
c _s	Gew.%	Konzentration
c _v	m ³ /m ³	Volumenkonzentration
d	m	Durchmesser eines Partikels
D	m	Durchmesser der Walze
<u>D</u>	s ⁻¹	Deformationsgeschwindigkeitstensor
f	Hz	Frequenz
f	-	Friktion
F	N	Kraft
g	m/s ²	Erdbeschleunigung
G*	Pa	komplexer Modul
G'	Pa	Speichermodul
G''	Pa	Verlustmodul
h	m	Höhe
h ₀ *	-	bezogene Höhe des Fütterspalts
h _A *	-	bezogene Bahndicke
h ₀	m	Hälfte der Höhe des engsten Walzenspalts
h _A	m	Hälfte der Höhe der ausströmenden Bahn
h _E	m	Hälfte der Höhe der einströmenden Bahn
h _G	%	Häufigkeit

h_{KK}	m	Lageneinstellung des Keils
H	m	Hälfte der Höhe des Knets
I	J/m^2	Intensität
K	$Pa\ s^n$	Konsistenzfaktor des Fließgesetzes von Ostwald-de-Waele
L	m	Länge
n	-	Fließexponent des Fließgesetzes von Ostwald-de-Waele
n	min^{-1}	Drehzahl
n_G	-	Anzahl der Gaseinschlüsse
n_G^*	$1/m^2$	Konzentration der Gaseinschlüsse
p	Pa	Druck
\dot{Q}	m^3/s	Massenstromdichte
R	m	Radius
S	Nm	Drehmoment
T	$^{\circ}C$	Temperatur
t	s	Zeit
TC_i	s	Vulkanisationszeit
u	m/s	Geschwindigkeit
U	m/min	Umfangsgeschwindigkeit der Walze
v	m/s	Geschwindigkeit
\dot{V}	m^3/s	Volumenstrom
V	-	Volumenanteil
x_G	%	Gasanteil
x, y, z	m	Kartesische Koordinate

Griechische Symbole

<u>Symbol</u>	<u>Einheit</u>	<u>Bedeutung</u>
Λ	-	Formfaktor
Π	-	dimensionsloser Druck
ϕ	$^{\circ}$	Winkel
ε	%	Reißdehnung

$\dot{\gamma}$	s^{-1}	Schergeschwindigkeit
η	Pa s	Viskosität
λ	-	dimensionslose kartesische Koordinate
λ_{Mindex}	-	Mischindex
μ	1/m	linearer Röntgenschwächungskoeffizient
μ^*	m^2/kg	Massenschwächungskoeffizient
ρ	kg/m^3	Dichte
σ	Pa	Zugfestigkeit
σ	N/m	Oberflächenenergie
$tg\delta$	-	Verlustfaktor
τ	Pa	Schubspannung
$\underline{\underline{\omega}}$	s^{-1}	Drehgeschwindigkeitstensor
ξ	-	dimensionslose kartesische Koordinate

Indices

<u>Symbol</u>	<u>Bedeutung</u>
0	Bezugsgröße
1..100	Umsatzzeit
1..4	Walzenindex
12	Walze 1 und 2
23	Walze 2 und 3
34	Walze 3 und 4
A	Austrittsquerschnitt
A	auslaufende Bahn
B	engster Querschnitt
B	Beschleunigungsspannung
Bahn	Bahn
Dehn	Dehnströmung
E	einlaufende Bahn
E	Einlaufstelle Schmelze - Knet

F	Fließschneide
Fl	Flüssigkeit
FP	Feststoffplatte
G	Gaseinschluss
gesamt	gesamt
gew	gewogener Mittelwert
Ist	Ist-Wert
K	Partikel
K	Kautschuk
L	Luft
m	mittel
max	maximal
med	Medianwert
min	minimal
N	Newtonsch
nN	nicht-Newtonsch
P	Prüfling
polar	polarer Anteil
SP	Styropor
S	Stagnationspunkt
Scher	Scherströmung
Soll	Soll-Wert
Susp	Suspension
U	Umfang
U	Umgebung
V	Verweilzeit
W	Einlaufstelle Knet - Walze
W	Wand
W _i	Walze
x, y, z	in Richtung der kartesischen Koordinate

1 EINLEITUNG

Das Kalandrieren ist ein formgebendes Verarbeitungsverfahren. Mit diesem werden hochviskose Polymere, wie z.B. Kautschukmischungen oder Kunststoffe, im Spalt zwischen zwei temperierbaren, koaxial angeordneten und gegensinnig rotierenden Walzen zu endlosen Folien, Bahnen oder Platten ausgeformt. Neben dem Extrudieren und dem Spritzgießen gehört das Kalandrieren zu den wichtigsten Ausformverfahren in der Polymerindustrie. Die wichtigsten Qualitätsmerkmale kalandrierter Erzeugnisse sind deren genaue Abmaße, deren Oberflächengüte und die fehlerfreie Struktur bezüglich des Nichtvorhandenseins von Gaseinschlüssen. Je nach Einsatzgebiet existieren unterschiedliche Bauformen des Kalanders, welche sich durch Anzahl und Anordnung einzelner Walzen unterscheiden.

Die kalandrierten Kautschukprodukte oder -halbzeuge werden vor allem in der Kraftfahrzeug-Industrie (Reifenteile, Spezialdichtungen), dem Schiffbau (Rettungsinseln und -rutschen), der Schutzbekleidung (Chemikalienschutzanzüge), im Anlagenbau (Kompensatoren, Gasometerblasen, Großmembrane), im Umwelt- und Katastrophenschutz (Hebekissen, Auffangbehälter, Absperrblasen) sowie im Transport (Prozessbänder) angewendet. Die jeweiligen Anwendungen stellen sehr hohe Anforderungen an die Güte der kalandrierten Produkte.

Die Qualität kalandrierter Erzeugnisse hängt vom Strömungsfeld zwischen den gegensinnig rotierenden Walzen ab. Das Strömungsfeld steht in direktem Zusammenhang mit der Temperatur und dem Durchmesser der Walzen, deren Umfangsgeschwindigkeit, der Spalthöhe und der Friktions-Zahl. Des Weiteren sind die Größe und Form des Knets für das Strömungsfeld maßgeblich. Von Bedeutung sind auch die rheologischen Eigenschaften der zu kalandrierenden Polymermasse, die durch Art und Menge der Mischungsbestandteile sowie durch die Mischungsgüte festgelegt sind. Die Spaltkorrektur-Maßnahmen wie Bombierung der Walzen, deren Gegenbiegung oder ihre axiale Verschränkung werden zur Einhaltung der geforderten Dickentoleranzen angewandt.

Die Kenntnis des Einflusses der verfahrenstechnischen Parameter auf das Strömungsfeld im Kalanderspalt ermöglicht das Dimensionieren des Kalanders und das genaue Einstellen der Abmessungen und der weiteren Qualitätsmerkmale von kalandrierten Kautschukerzeugnissen. Aufgrund der Tatsache, dass Geschwindigkeits-, Druck- und Temperaturfelder nur mit aufwendigen Methoden, nämlich durch Messungen im Kalanderspalt zu ermitteln sind, existieren nur wenige experimentelle Ergebnisse zum Kalandrieren von Kautschukmischungen.

Dadurch, dass die vorhandenen Berechnungsmodelle für Druck-, Temperatur- und Strömungsfelder auf dem Kalandrieren von Kunststoffen basieren, weisen sie somit für Kautschuk eine gewisse Ungenauigkeit auf. Daher werden in vielen Fällen die Prozessparameter für das Kalandrieren von Kautschukmischungen durch Erfahrungswerte festgelegt oder auf empirischem Wege gewonnen und optimiert.

2 PROBLEMSTELLUNG UND ZIELE DER ARBEIT

Für die Herstellung von plattenförmigen Kautschukerzeugnissen wird der Einsatz von Kalandern empfohlen [1 – 11]. Je nach Anwendung weisen die kalandrierten Kautschukprodukte oder -halbzeuge unterschiedliche Dicken auf. Oberhalb bestimmter Dicken ist in kalandrierten Kautschukerzeugnissen, je nach Kautschukmischung, mit Gaseinschlüssen zu rechnen. Diese Gaseinschlüsse führen zu Inhomogenitäten in der Materialstruktur der kalandrierten Erzeugnisse. Diese können vor allem beim kontinuierlichen Vulkanisieren, das dem Kalandrieren direkt nachgeschaltet ist, Materialfehler verursachen.



Bild 2.1: Beispiel für Oberflächendefekte und Gaseinschlüsse

Um den Einfluss der Verfahrensparameter auf die Eigenschaften der kalandrierten Erzeugnisse zu untersuchen, ist es notwendig, die Geschwindigkeits-, Temperatur- und Druckprofile im Kalanderspalt zu kennen. Hierbei wird auf Ergebnisse, die auf theoretischem Wege erzielt wurden, zurückgegriffen, da sich diese Profile nur durch sehr aufwändige Verfahren messen lassen. Ein Grund hierfür ist der selbst für eine Kalandrieranlage recht hohe Investitionsaufwand und im Gegenzug, die geringe Anwendung des Kalandrierens in wenigen Unternehmen der Gummiindustrie. Die meisten bekannten theoretischen Überlegungen basieren auf Untersuchungen zum Kalandrieren von Kunststofffolien, da der Einfluss der Strukturviskosität und der elastischen Effekte die Modellbildung für die Kautschukverarbeitung erschweren.

Der Einfluss der Verfahrensparameter auf das Entstehen von Gaseinschlüssen in kalandrierten Kautschukbahnen ist auf Grund der fehlenden zuverlässigen Messtechnik bisher wenig systematisch untersucht. Deswegen erfolgt die Auswahl von Prozessparametern zum Vermeiden von Gaseinschlüssen auf empirischen Wegen. Die konzipierten experimentellen Forschungsarbeiten gehen von der Hypothese aus, dass die im Knet befindlichen Gaseinschlüsse vor dem

engsten Kalanderspalt verbleiben, solange sie von der geförderten Kautschukmischung nicht durch den Bereich des Druckmaximums transportiert werden.

In der vorliegenden Arbeit wird der Einfluss der folgenden Verfahrensparameter auf das Druckfeld und die Häufigkeit sowie Eigenschaften der Gaseinschlüsse während des Kalandrierens von Kautschuken gemessen und visualisiert: die Umfangsgeschwindigkeit und Temperatur der Kalandrierwalzen sowie die Spalthöhe und die Friktions-Zahl. Dabei werden die Kneithöhe und die Beschickung der Kalandrierwalzen berücksichtigt. Es werden Kautschukmischungen mit unterschiedlichen rheologischen Eigenschaften angewendet. Zusätzlich wird der Einfluss der Lageneinstellung eines Keils im Walzenspalt auf das Druckfeld gemessen. Die Messung des Druckprofils erfolgt im Kalanderspalt mit Hilfe der in die Walzenkörper eingebauten Piezo-Druckaufnehmer.

Des Weiteren werden Verfahren zu Erhöhung des Druckmaximums erprobt, welche von Heckel, Arnold und Graab [13] beschrieben sind. Dazu werden der fließfähigen Kautschukmischung ein Kautschukgranulat oder zerkleinerte und vulkanisierte Altgummipartikel beigemischt, bevor sie in den Kalanderspalt eintreten. Ihr Gewichtsanteil und die Partikelgrößen werden variiert. Wesentlich ist, dass die Altgummipartikel vor Eintritt in den engsten Walzenspalt mit der zu kalandrierenden Kautschukmischung eine Suspension in Form einer homogenen Mischung bilden.

Für das Visualisieren der Gaseinschlüsse, die in den kalandrierten Kautschukbahnen und im Knet auftreten, wird zunächst eine neue Messtechnik entwickelt und deren Einsatz beschrieben. Die Messungen basieren auf der Intensitätsschwächung von Röntgenstrahlung. Es wird die Anzahl, die Größenverteilung, die Form sowie die Position der Gaseinschlüsse gemessen. Die Bewegung der Gaseinschlüsse wird im Knet mit Hilfe von Styropor- und Glaskugeln gekennzeichnet. In Abhängigkeit der Prozessparameter werden die Verweilzeit, die Stromlinien im Knet, sowie die Verformung der Styroporkugeln gemessen. Die Strömungsfelder werden im Kalanderspalt mit Hilfe einer zweifarbigen Mischung visualisiert.

Die experimentellen Ergebnisse werden für die physikalisch begründete Modellbildung eingesetzt. Hierdurch wird die Vorhersage der Strömungsfelder im Kalanderspalt und damit der Eigenschaften der kalandrierten Kautschukbahnen ermöglicht. Die gewonnenen Ergebnisse können auch zur Verbesserung der betrieblichen und konstruktionsbedingten Parameter des

Kalanders sowie für die Simulation der Strömung zwischen den Kalanderswalzen verwendet werden.

3 STAND DER FORSCHUNG

Die Geschichte des Kalandrierens beginnt im Jahre 1836, als eine Maschine mit dem Namen Kalandrier (griech. Kyllindros = Zylinder, Walze; frz. calandrier = Rollen) von Chaffee patentiert wurde [14]. Die Entwicklung der Kalandrieranlagen ist stark mit der Entstehung der Automobilindustrie, im 20. Jahrhundert, verbunden. Der Grund dafür sind die Forderungen nach engeren Toleranzen bei der Automobilreifenherstellung sowie größeren Produktionsgeschwindigkeiten. Im Weiteren spielt die sich rasch entwickelnde Kunststoffindustrie eine sehr wichtige Rolle, insbesondere durch die Verarbeitung sehr großer Mengen an Weich- und Hart-PVC zu Folien und Platten [3, 19].

Der Kalandrierprozess läuft wie folgt ab: dem Kalandrier wird eine erwärmte und fließfähige Kautschukmischung über den ersten Spalt zugeführt. Durch Passieren mehrerer sich in Förderrichtung verjüngender Spalte, die aus jeweils einem Walzenpaar gebildet werden, entsteht aus der Kautschukmasse eine flächige Kautschukbahn, die eine hochwertige Oberflächengüte aufweist. Das Strömungsfeld setzt sich im Walzenspalt aus einer Schlepplströmung mit einer überlagerten Druckströmung zusammen. Die Mischung haftet an den Walzenoberflächen und wird in Richtung des engsten Spalts gefördert. Der Druck steigt innerhalb der Kautschukmasse in Förderrichtung. Kurz vor dem engsten Walzenspalt stellt sich ein Druckmaximum ein. Nach Passieren des engsten Walzenspalts löst sich die Kautschukmasse als kalandrierte Bahn oder Platte von den Walzenoberflächen ab. Vor dem Ort des Druckmaximums kommt es, aufgrund des sich in Förderrichtung einstellenden Druckgradienten, zur Rückströmung und zur Bildung eines Knets, innerhalb dessen das Strömungsfeld zirkuliert [1].

3.1 Strömungsfeld im Kalandrierspalt – theoretische Arbeiten

Die ersten theoretischen Betrachtungen über die Vorgänge im Walzenspalt wurden von Archidivilli [20, 21] im Jahre 1938 basierend auf den Vereinfachungen der Schmierfilmtheorie, durchgeführt. Wegen der Annahme, dass der Ablösepunkt der kalandrierten Kautschukbahn an der engsten Stelle des Spalts liegt, ergeben sich für das Druckprofil und das Druckmaximum nur Näherungswerte.

In den 50er Jahren wurde die Theorie von Ardichvilli von Gaskell revidiert [22]. Die Annahme, dass die Folienauslaufdicke im Verhältnis zur Spaltweite immer größer als eins ist, führt zur Verbesserung der Vorhersage von Geschwindigkeitsfeldern im Kalanderspalt. Gaskell zeigt, dass das Druckmaximum und der Ablösepunkt symmetrisch zum engsten Spalt sind. Des Weiteren wird das Kalandersmodell unter Anwendung von Rechenverfahren mit bipolaren Koordinaten von Finston [23] erarbeitet. Seine Arbeit führt jedoch zu keinen wesentlichen Verbesserungen des Modells.

Im Jahre 1962 veröffentlicht McKelvey [26] ein Modell auf Basis des Gaskellschen-Modells für Newtonsches Fließen und macht den ersten Schritt für die Beschreibung des nicht-Newton'schen Fließens nach dem Fließgesetz von Ostwald-de-Waele. Das Gaskellsche-Modell wurde von Paslay [27] sowie Tokita und White [18] für strukturviskoses Fließen erweitert. Polymere zeigen neben strukturviskosem häufig auch ein viskoelastisches Fließen. Daher berichtet Chong [28] in seiner experimentell-analytischen Arbeit über Ableitungen der Kalanders Theorie mit Hilfe verschiedener Fließgesetze.

Brazinsky, Cosway, Valle, Clark Jones und Story [30] erhalten analytische Lösungen für das Strömungsfeld. Sie verwenden das Fließgesetz von Ostwald-de-Waele, um das Strömungsfeld des strukturviskosen Mediums zu beschreiben. In der Arbeit wird festgestellt, dass die Höhen kalandrierter Bahnen aus nicht-Newton'schen Flüssigkeiten von der Höhe des Eintrittsquerschnitts abhängig sind. Die Höhe der kalandrierten Bahn hängt zusätzlich vom Exponenten des Fließgesetzes ab. Weitere Autoren verwenden alternative Fließgesetze zum Beschreiben des strukturviskosen Fließverhaltens. Reher und Grader [31] berechnen das Druckfeld mit Hilfe des Herschel-Bulkley Fließgesetzes. Alston und Astill [32] beschreiben Lösungen unter Anwendung des Fließgesetzes nach Prantel-Eyring. Die Forscher berechnen die Höhe der kalandrierten Bahn in Abhängigkeit der Höhe des Eintrittsquerschnitts und verschiedener Prozessparameter. Dabei stellen sie im Gegensatz zu Brazinsky fest, dass die Höhe der kalandrierten Bahn von der Umfangsgeschwindigkeit der Walzen abhängig ist.

Seeger und Reher [38] berechnen das Drehmoment, die Antriebsleistung und den Spaltdruck in Abhängigkeit der Spalthöhe und der Umfangsgeschwindigkeit der Walzen für kreidegefüllte PVC-Mischungen. Agassant und Avenas [39] erweitern diese Berechnungen für ein nicht-isothermes Fließen und vergleichen die berechneten und gemessenen Werte. In beiden Arbeiten wird das Fließen von Polymeren mit strukturviskosem Fließverhalten nach dem Fließgesetz von Ostwald-de-Waele berechnet. Eine Zusammenfassung der bisherigen theoretischen Arbeiten zum Strömungsfeld im Kalanders für strukturviskose Fluide gibt Middleman [40].

Vlachopoulos und Hrymak [42] berechnen, basierend auf den Überlegungen von Gaskell, das Geschwindigkeits- und Druckprofil sowie die Bahndicke und das Drehmoment für ein isothermes strukturviskoses Fließen im Kalanderspalt mit und ohne Berücksichtigen der Haftung an der Walzenoberfläche. Für PVC stimmen die theoretischen und die experimentellen Ergebnisse unter der Annahme, dass keine Haftung an den Walzenoberflächen vorhanden ist, überein. Seeger, Schnabel und Reher [43] berechnen mehrdimensionale Geschwindigkeits- und Spannungsfelder im Kalanderspalt mit Hilfe der Finite-Elemente-Methode. Ausgehend vom mathematischen Modell zur Beschreibung des Strömungsfelds im Kalanderspalt berechnen Kohlert, Seeger, Schulze und Reher [10] die dissipative Erwärmung in strukturviskosen Fluiden mit dem Fließgesetz von Ostwald-de-Waele. Die gemessenen und die berechneten Temperaturen zeigen eine gute Übereinstimmung. Das Temperatur- und Druckprofil im Kalanderspalt für ein viskoelastisches Fluid wird von Yu, Lee und Lee [44] mit dem Stoffgesetz von Maxwell berechnet. Die Autoren stellen fest, dass die Temperatur des Materials für unterschiedlich schnell rotierende Walzen viel höher ist, als beim Gleichlauf.

Die Annahme von Gaskell [22], dass die Strömung im Walzenspalt symmetrisch zur Mittelebene durch den engsten Spalt mit der Normalen senkrecht zu den Walzenachsen sei, wird von Agassant und Espy [45] revidiert. Die Autoren berechnen mit Hilfe der Finite Element Methode zwei nichtsymmetrische Wirbelgebiete. Die Ergebnisse stimmen mit experimentell gewonnenen Daten für PVC überein. Mitsoulis, Vlachopoulos und Mirza [46] berechnen ein zweidimensionales nichtisothermes Strömungsfeld im Kalanderspalt unter Berücksichtigung freier Oberfläche des Knets ohne Annahmen der Schmierfilmtheorie. Die Forscher vergleichen die Ergebnisse ihrer Berechnungen mit denen der bekannten Schmierfilmtheorie. Sie stellen fest, dass die Ergebnisse mit den bisher bekannten experimentellen Daten von Unkrüer [5] und Bourgeois [8] bezüglich der Bildung von asymmetrischen Wirbeln im Knet relativ gut übereinstimmen. Lipp [47] berechnet die 1. Normalspannungsdifferenz für das Geschwindigkeitsfeld im Kalanderspalt mit Hilfe des Maxwell-Modells. Daud [48] diskutiert die Abhängigkeit des Verhältnisses zwischen der Höhe des Eintrittsquerschnitts und der Dicke der kalandrierten Bahn in Abhängigkeit der Verfahrensparameter für ein asymmetrisches Walzenpaar. Er stellt fest, dass das Verhältnis zwischen der Höhe des Eintrittsquerschnitts und der Dicke der kalandrierten Bahn eine Funktion des Verhältnisses der Walzenumfangsgeschwindigkeiten und des Fließindexes ist. Eine ausführliche Berechnung des Temperatur-, Geschwindigkeits- und Druckfeldes von Polymeren im Kalanderspalt wird von Gruber [50] durchgeführt. Um das Fließen im Kalanderspalt zu beschreiben, wird das Fließgesetz von

Vinogradov verwendet. Der Einfluss der unterschiedlichen verfahrenstechnischen Parameter auf das Strömungsfeld im Kalanderspalt wird erläutert.

Yao und Manas-Zloczower [52] berechnen das nichtisotherme Strömungsfeld mit den Vereinfachungen der Gaskellschen Theorie für strukturviskose Fluide mit Hilfe der Finite Elemente Methode, mit der Berücksichtigung der Form des Knets im Spalt zwischen zwei gegensinnig rotierenden Walzen. Klostermann und Mewes [53] berechnen mit Hilfe der Finite Elemente Methode und der Boundary Element Methode die Geschwindigkeits-, Temperatur- und Spannungsfelder im Kalanderspalt für strukturviskose Polyisobutylenschmelzen. Diese berechneten Geschwindigkeitsfelder für eine stationäre, nichtisotherme und nicht-Newtonsche Strömung stimmen mit den experimentellen Ergebnissen überein.

Mit den Vereinfachungen der Schmierfilmtheorie berechnen Levine, Corvalan, Campanella und Okos [57] die seitliche Ausdehnung der kalandrierten strukturviskosen Masse. Die Autoren stellen fest, dass mit schmal und höher einlaufenden Massestreifen, die Ausdehnung in Richtung der Walzenachsen zunimmt. Die berechneten Werte stimmen für PVC basierte Polymerschmelzen mit den Messergebnissen überein. Luther [58] berechnet mit dem kommerziell erhältlichen Programm „Polyflow“ das dreidimensionale Strömungsfeld im Kalanderspalt unter Berücksichtigung der freien Oberfläche des Knets in Abhängigkeit der Verfahrensparameter für Newtonsche und strukturviskose Fluide.

3.2 Strömungsfeld im Kalanderspalt – experimentelle Arbeiten

Aufgrund des erschwerten messtechnischen Zugangs zum Spalt zwischen zwei gegensinnig rotierenden Walzen, liegen nur wenige experimentelle Ergebnisse zum Strömungsfeld im Kalanderspalt vor. Diese sind notwendig, um die Berechnungen zu validieren.

3.2.1 Spannungsfeld

Das Gaskellsche-Modell des Druckfeldes wird von Bergen und Scott [24] angewandt und die Ergebnisse mit experimentellen Daten für gefüllte und ungefüllte Kunststoffschmelzen entlang der Walzenoberflächen verglichen. Die experimentellen Ergebnisse stimmen mit den

berechneten Werten nur für ungefüllte Kunststoffe überein. Bergen und Scott zeigen, dass der Druckverlauf von der Spalthöhe abhängt.

Unkrüer [5], Vlachopoulos und Hrymak [42] publizieren experimentelle Daten für den Druckverlauf im Walzenspalt für das Kalandrieren von PS- und PVC-Hart-Folien. Unkrüer [5] misst zusätzlich die Druckprofile in axialer Richtung der Walzen. Kohlert [2] untersucht den Einfluss der keilförmigen Einbauten auf die Strömung im Walzenspalt. Der Autor publiziert die qualitativen Ergebnisse bezüglich des Druckfelds in Walzrichtung im Kalanderspalt ohne und mit Keil unter Berücksichtigung der unterschiedlichen Keilformen. Die Einführung eines Keils wird von einer wesentlichen Verlängerung des Knets und einer Spaltdruckerhöhung begleitet.

Von Bose [54] misst auf optischem Wege das Spannungsfeld in der Strömung viskoelastischer Polymere innerhalb des Walzenspalts und vergleicht seine Ergebnisse mit berechneten Werten. In den experimentellen Untersuchungen werden die für die Kalanderspaltströmung typischen Parameter wie Drehzahl, Abstand der Walzen sowie die Friktion, variiert. Riest [55] berechnet die Hauptnormalspannungen, die mit Messwerten von v. Bose übereinstimmen. Der Autor berechnet zusätzlich das dreidimensionale Spannungsfeld für Newtonsche Fluide, allerdings ohne den Knet zu berücksichtigen. Riest entwickelt eine Konstruktionsumgebung, mit welcher ein integriertes Gestalten der Kalandervalzen möglich ist. Mit Hilfe der Konstruktionsumgebung, die auf kommerziell erhältlichen CAD Programmen, CFX4 und ANSYS basiert, lassen sich das Druckfeld und die resultierende Deformation der Walzen berechnen. Die Ergebnisse der Berechnungen führen zur Modifikation der Gestalt der Walzen, so dass eine den Walzenspalt verlassende Bahn eine konstante Dicke aufweist.

Seeger und Reher [38] berechnen die Kräfte auf die Walzenachsen und die Drehmomente während des Kalandrierens von PVC und vergleichen diese mit experimentellen Ergebnissen von Agassant und Avenas [39].

3.2.2 Fließvorgänge im Kalanderspalt

Die Polymerbahn, die vom ersten Kalanderspalt, den sog. Fütterspalt gefördert wird, gelangt infolge Haftens an der Walzenoberfläche zwangsläufig in den nächsten Spalt. Es gibt ständig ein Materialüberschuss, der infolge des einlaufenden Materials vorhanden ist. Dieser Überschuss hat die Form einer Spindel mit einer von der Walzenmitte zum Rand hin abnehmenden

Höhe und wird als Knet bezeichnet. Im Knet wird das einlaufende Material über die Breite des Spalts verteilt, vermischt und homogenisiert. Der vorhandene Materialüberschuss führt zum Ausgleichen der auftretenden Schwankungen der Bahndicke.

Unkrüer [5] publiziert neben den experimentellen Ergebnissen bezüglich des Druckverlaufs die Strömungsfelder im Walzenspalt für das Kalandrieren von PS- und PVC-Hart-Folien. Die Stromlinien werden durch Einführung von unterschiedlich gefärbten Schichten aus PVC-Schmelzen sichtbar gemacht. Der Autor beobachtet innerhalb des Knets drei Wirbelgebiete. Die Größe und Lage dieser Wirbel hängen von den Verfahrensparametern sowie von den Stoffwerten der zu kalandrierenden PVC-Schmelze ab. Diese Beobachtungen werden von Hatzmann, Herner und Müller [61] bestätigt. Die Forscher berichten, dass das von Unkrüer beobachtete Strömungsbild im Knet für andere Polymerschmelzen mit viskoelastischem Verhalten auch unter verschiedenen Verfahrensparametern verallgemeinert werden kann. Die Entstehung der Wirbel im Knet ist durch die entgegengesetzt wirkenden Druck- und Schleppströmungen bedingt. Laut Unkrüer besteht die kalandrierte Polymerbahn aus zwei Schichten. Eine Schicht der auslaufenden Bahn wird aus den über den Wirbel umgelenkten Schichten der in den Spalt geförderten Polymerschmelzen gebildet. Die andere Bahnschicht besteht aus den nicht umgelenkten Schichten der in den Walzenspalt geförderten Polymerschmelzen. Die Höhe der neuen Bahnschichten beträgt 40 bis 60 % der Höhe der kalandrierten Polymerbahn und ist von den Verfahrensparametern sowie den Stoffdaten der Schmelze abhängig. Die Entstehung der Schichten ist in Kapitel 4.3 beschrieben. Des Weiteren stellt Unkrüer fest, dass die Materialbewegung im Knet in Transportrichtung der Walzen sowie in Walzenachsrichtung stattfindet. Die Polymerschmelze wird innerhalb des Knets auf spiralförmigen Bahnen zu den Knetenden, in Walzenachsrichtung hin gefördert. Die Wirbelgebiete seitlich im Knet werden stets kleiner. Diese Ergebnisse bestätigen das von Luther [58] berechnete dreidimensionale Strömungsfeld im Kalanderspalt.

Weitere Autoren wie Bourgeois und Agassant [8], Agassant und Espy [45] und Gärtner [63] untersuchen die Strömungsvorgänge im Kalanderspalt für PVC unter Berücksichtigung von verschiedenen Verfahrensparametern. Kohlert [2, 9] publiziert eine qualitative Darstellung der Strömungsvorgänge im Kalanderspalt mit keilförmigen Einrichtungen unterschiedlicher Form.

3.3 Qualität der Kautschukbahn

Die Aufgabe der Kalandieranlage besteht darin, in Dicke und Breite maßhaltige Polymerbahnen mit einer sehr hohen Oberflächengüte herzustellen. Die Güte der kalandrierten Polymerbahnen ist ein Qualitätsmerkmal des Kalandrierens, daher ist es von besonderem Interesse, die Einflussparameter zu kennen. Elden und Swan [41] nennen als Ursachen für das Entstehen von Oberflächendefekten folgende Punkte:

- Mangelnde Rezeptur der zu verarbeitenden Polymermasse.
- Fehler während der Mischungsherstellung.
- Inkorrektes Führen des Kalanderverfahrens.

Im ersten Fall sind die Defekte sehr schnell an der Bahnoberfläche in Form von unterschiedlich großen Inhomogenitäten zu erkennen. Im extremen Fall führt die mangelhafte Rezeptur zum Zerreißen der Polymerbahn direkt nachdem sie den Walzenspalt verlässt. Eine Fehldosierung von Weichmachern (vor allem Öle) führt dazu, dass entweder zu viel oder zu wenig Adhäsion der Polymermasse an Walzenoberfläche existiert. Eine Mischung mit einer zu hohen Konzentration an Weichmacher ergibt für gleiche Prozessparameter eine dünnere kalandrierte Bahn als die gleiche Mischung mit einer niedrigeren Konzentration an Weichmacher.

Des Weiteren bestimmt die Mischgüte der zu kalandrierenden Mischung die visuelle Qualität kalandrierter Polymerbahnen. Fehlende Dispersion und Distribution der Bestandteile sowie thermische Inhomogenität der Polymermasse führen zu Verarbeitungsproblemen und im Endeffekt zu Oberflächendefekten.

Aufgrund der Fehler in der Prozessführung kann es im Walzenspalt zur thermischen Schädigung der verarbeiteten Polymermasse kommen. Diese werden als Unregelmäßigkeiten in der Struktur und der Farbe der Oberfläche sichtbar. Die hohen Scherungen, besonders in der Nähe der Walzenoberflächen, führen zur Energiedissipation und Temperaturerhöhung des Materials im Walzenspalt [50, 63]. Zusätzlich wird frisch einlaufendes Material mit dem schon einer länger andauernden thermischen und mechanischen Beanspruchung ausgesetzten und im Knet gescherten Material gemischt. Dies kann schnell zur Unregelmäßigkeiten in der Knetgröße und zu Instabilitäten in der Strömung führen.

3.3.1 Mischen im Walzenspalt

Das Verteilen und ggf. das Zerteilen mindestens einer Komponente in einer anderen wird als Mischen bezeichnet. Hierbei müssen sich die Komponenten in ihren chemischen und physikalischen Eigenschaften unterscheiden. Das Mischen von zwei Flüssigkeiten oder eines Feststoffs in einer Flüssigkeit wird durch folgende Vorgänge beschrieben.

Werden die beiden Komponente durch Einleiten von äußeren Kräften miteinander vermischt, ohne jedoch die Größe der Partikeln zu verändern, so liegt distributives Mischen vor. Die Güte des distributiven Mischens wird durch die gleichmäßige Verteilung der zu vermischenden Komponenten bewertet [98].

Während des dispersiven Mischens wird die Größe der Füllstoffagglomerate reduziert. Der Grund dafür sind die im Strömungsfeld entstehenden Kräfte, die auf die Oberfläche der Agglomerate wirken und die Schub- und Normalspannungen innerhalb der Agglomerate verursachen. Übersteigen diese die innerhalb der Agglomerate vorhandenen Kohäsionskräfte, wird das Füllstoffagglomerat zerteilt [92, 93, 100]. Mit der Berechnung von Normal- und Schubspannungen während des Mischens von Feststoffen und Polymeren befassen sich zahlreiche Forscher [94 – 96]. Laut Tadmor [97] ist bei gleicher Deformationsgeschwindigkeit die Separationskraft zwischen zwei Partikeln in einer ebenen Dehnströmung doppelt so groß, wie in einer einfachen Scherströmung. Dispersives Mischen von nicht ineinander löslichen Polymeren wird von Taylor [85], Rumscheidt und Mason [86], Grace [87], Elmendorp [88] und Bentley und Leal [89] untersucht. Das dispersive Mischen derartigen Polymere hat stetige Verkleinerung der Tropfengröße zur Folge. Zur Beschreibung des Mischvorgangs wird die Tropfengröße und die Verteilung der Tropfen aus der zu dispergierenden Komponente verwendet. Ähnlich dem Mischen von Feststoffen und Polymeren, werden die Deformation und der Zerfall der Tropfen im Strömungsfeld durch die Schub- und Normalspannungen und die aus den Oberflächenspannungen resultierenden kohäsiven Kräfte verursacht. Des Weiteren wird festgestellt, dass der Zerfall von Tropfen in einer ebenen Dehnströmung viel leichter erfolgt als in einer einfachen Scherströmung.

Während des Mischens deformierbarer Substanzen, wie z.B. viskoelastischer Flüssigkeiten, werden die Materialsichten gedehnt, d.h. der Abstand zwischen den Schichten und ihre Dicken werden geringer. Die einzelnen Komponenten liegen jedoch nicht miteinander vermischt vor, wie beim distributiven Mischvorgang. Sie haben durch die Deformation ihre gemeinsame Oberfläche vergrößert und ihre Abstände reduziert [26, 99].

Die oben genannten Mischvorgänge können während der Kautschukverarbeitung im Innenmischer, Extruder, Walzwerk oder Kalandrierer auftreten.

Manas-Zloczower, Nir und Tadmor [91] untersuchen das dispersive Mischen von Feststoffpartikeln und Polymeren im Strömungsfeld zwischen zwei gegensinnig rotierenden Walzen. Die Autoren stellen fest, dass der Anteil der aufgebrochenen Agglomerate mit zunehmender Spalthöhe sinkt und mit zunehmender Umfangsgeschwindigkeit und Friktions-Zahl der Walzen steigt. Yao und Manas-Zloczower [52] berechnen ein zweidimensionales isothermes Strömungsfeld für strukturviskose Fluide (Ostwald-de-Waele) im Spalt zwischen zwei gegensinnig rotierenden Walzen mit der Berücksichtigung der Knetform und der Mischeffizienz. Als Ergebnis dieser Arbeit kann festgehalten werden, dass die Strömung innerhalb des Knets durch eine sehr niedrige Mischeffizienz gekennzeichnet ist. Ausgenommen sind hier Materialschichten nahe den Walzenoberflächen. Es wird zusätzlich festgestellt, dass das Mischen im Kalandrierspalt mit zunehmender Friktions-Zahl der Walzen nicht verbessert wird.

Luther [58] berechnet das dreidimensionale Strömungsfeld unter Berücksichtigung der freien Oberfläche des Knets zwischen zwei gegensinnig rotierenden Walzen für strukturviskose Fluide. Sie bewertet die dispersive und die distributive Vermischung mit dem von Wang und Manas-Zloczower [90] entwickelten Mischindex. Aus diesen Berechnungen folgt, dass sich im Bereich der Symmetrieebene, zwischen den Walzen und innerhalb des engsten Spalts, ein Bereich mit einem hohen Anteil an Dehnströmung befindet. Entlang der Walzenoberflächen handelt es sich um eine reine Scherströmung. Innerhalb des Knets ist vorwiegend eine Rotationsströmung vorhanden. Dieser Bereich trägt nicht zum dispersiven Mischen bei.

3.3.2 Oberflächengüte kalandrierter Erzeugnisse

Zum ersten Mal beschreibt Chong [28] das von ihm beobachtete ungleichförmige innere Spannungsmuster, das durch ein instabiles Fließfeld im Knet verursacht wird. Dieses ist an der Oberfläche der kalandrierten Kunststoffolie in Form von Adern [28] erkennbar. Viele Autoren bezeichnen diese Fließstrukturen auch als „Nerv“, wie z.B. Chong [28], Röthemeyer [1], „Mattheit“ Bourgeois und Agassant [8] oder als „shark skin“, wie z.B. Verney, Niviere, Genillon [62] sowie als „V-förmige Strukturen“, wie z.B. Hatzmann, Herner, Müller [61]. Chong stellt fest, dass diese Fließstrukturen nach dem Überschreiten eines Grenzwerts des Spaltdrucks entstehen. Er erkennt Ähnlichkeiten zwischen dem Auftreten von Spannungsmus-

tern oberhalb eines bestimmten Spaltdrucks und dem Schmelzebruch nach Überschreiten einer Grenzschergerwindigkeit in Kapillarrheometern. Chong nennt neben der Temperatur der Walzen sowie der Walzenumfangsgeschwindigkeit auch die Größe des Knets und seine Rotationsbewegung als Einflussgrößen auf die Güte der Bahnoberfläche.

Bourgeois und Agassant [8] untersuchen das Entstehen von V-förmigen Fließlinien an der Oberfläche der kalandrierten Kunststofffolien. Als ein Grund für das Entstehen von Fließlinien wird die instabile Strömung im Knet genannt. Die Wirbel innerhalb des Knets rotieren mit unterschiedlicher Geschwindigkeit. In periodischen Abständen kann es zum raschen Ausströmen des Materials aus dem vor allem größten Wirbel oder zum Austausch des Materials zwischen den Wirbeln kommen.

3.3.3 Gaseinschlüsse in kalandrierten Erzeugnissen

In kalandrierten Halbprodukten können Fehlstellen, die durch in der Polymermasse eingeschlossene Gasblasen entstehen. Diese Fehlstellen können in anschließenden Verarbeitungsschritten, z.B. kontinuierlichen Vulkanisationsverfahren, zur Perforation der Kautschukbahn führen. Das Problem ist seit Entwicklung des Kalanderverfahrens bekannt. Finston [23] und Lee [44] berechnen das Temperaturfeld im Kalanderspalt und korrelieren das Entstehen von Gaseinschlüssen mit Temperaturmaxima in der Polymermasse in der Nähe der Walzenoberfläche. Chong [28] stellt fest, dass das Kalandrieren mit möglichst hohem Spaltdruck bei niedriger Walzenumfangsgeschwindigkeit für eine Reduktion der Gaseinschlüsse in der Kunststoffolie von Bedeutung ist.

Bourgeois and Agassant [8] finden einen Zusammenhang zwischen dem Auftreten von Gaseinschlüssen im Knet und in kalandrierten PVC-Bahnen. Des Weiteren stellen die Autoren fest, dass die Menge eingeschlossener Gasblasen mit dem maximalen Druck zusammenhängt. Nachdem ein bestimmter maximaler Spaltdruck erreicht wird, sind die Gaseinschlüsse in kalandrierten Kunststoffbahnen nicht mehr detektierbar. Verney, Niviere, Genillon und May [62] erwähnen als mögliche Ursache für das Auftreten von Gasblasen in kalandrierten Polypropylen-Folien eine schlechte Beschickung des Kalanderspalts.

Kohlert [2] untersucht die Mechanismen der Eindringung von Gaseinschlüssen in kalandrierte Halbfabrikate. Mögliche Ursachen für die Entstehung von Gaseinschlüssen können Feuchtigkeit, Gasblasen im den Ausgangsmaterial und die Materialzuführung in den ersten Spalt des

Kalanders sein. Fellenberg [12] berichtet über die positive Einwirkung des Vakuums auf das Entgasen der Kautschukmischungen im Walzwerk. Des Weiteren stellt Kohlert fest, dass für kleine Spalthöhen weniger Gaseinschlüsse durch den Spalt transportiert werden. Zahlreiche Versuche weisen auf die Bedeutung des Druckes für die Abscheidung von Gaseinschlüssen hin. Folgende Prozessparameter werden empfohlen, um Gaseinschlüsse zu vermeiden: minimale Umfangsgeschwindigkeit der Walzen und minimale Temperatur oder maximale Umfangsgeschwindigkeit der Walzen und maximale Temperatur. Kohlert [9] untersucht den Einfluss von keilförmigen Einrichtungen, die vor dem Walzenspalt eingebaut werden, auf die Eigenschaften kalandrierter Polymerbahnen. Die Anwendung der Keile führt zur Verbesserung der Homogenität ausgeformter Polymerbahnen und zur besseren Entgasung des Materials. Dies wird durch die Verlängerung der Deformationszone und die Intensivierung des Mischeffektes erreicht. Der maximale Druck wird vergrößert, was den Entgasungseffekt im sog. Keilspalt, eine Zone zwischen Keil und Walze, verbessert. Röthemeyer [1] weist darauf hin, dass die Höhe des maximalen Drucks im Kalanderspalt eine sehr wichtige Rolle im blasenfreien Kalandrieren von Kautschuken spielt. Kennzeichnend für die genannten Arbeiten ist, dass die Messung der Gaseinschlüsse in kalandrierten Erzeugnissen überwiegend auf optischem Weg erfolgt, was mit gewissen Ungenauigkeiten verbunden ist.

In der Kautschukverarbeitung werden zum Vermeiden von Gaseinschlüssen folgende praxisnahe Lösungen eingesetzt: Eine dicke Bahn wird aus mehreren blasenfreien dünnen Bahnen im Dublierverfahren hergestellt [1, 3, 11, 101]. Darüber hinaus wird der Kalanderspalt mit einer Kautschukmischung aus einem Extruder mit Breitspritzkopf beschickt. Der Extruder ist dabei mit einer Vakuumzone zur Entgasung der Mischung ausgestattet. Mit dieser sog. Roller-Head Anlage können Kautschukbahnen bis 20 mm blasenfrei hergestellt werden [101 – 104].

3.4 Bewegung von Blasen im Kalanderspalt

Die Strömung einer Kautschukmasse durch einen Kalanderspalt kann mit der Strömung viskoelastischer Flüssigkeit durch einen sich verengenden Kanalquerschnitt verglichen werden, Kärmer und Reher [105]. In einer derartigen konvergenten Düsenströmung werden folgende Effekte beobachtet: Sind die Massen-, Auftriebs- und Widerstandskräfte vor der Düsenöffnung in einem Gleichgewicht, kann eine suspendierte Gasblase oder starre Kugel

plötzlich stehen bleiben, Uebler [106] und Metzner [107]. Ein anderer Effekt wurde von Giesekus [108, 109], Boger und Walters [110] gemessen. Gasblasen oder feinkörnige fluoreszierende Pigmente wandern beim Strömen von viskoelastischen Flüssigkeiten unter bestimmten Bedingungen aus der Primärströmung in den Sekundärströmungsbereich, der sich seitlich vor der Düse bildet. Die Ursache dafür sind Normalspannungen, welche im Scherströmungsfeld viskoelastischer Flüssigkeiten entstehen. Sie bewirken, dass sich der Druck im Strömungsfeld sowohl mit dem Abstand von der Düse, als auch senkrecht dazu ändert. Aufgrund von Unsymmetrien bei der Umströmung von suspendierten Partikeln wirken relativ kleine Kräfte quer zur Strömungsrichtung. Diese Kräfte reichen aus, um die Partikeln aus der Primärströmung in die Sekundärströmung zu tragen. Die in der Primärströmung suspendierten Gasblasen oder Glaskugeln werden im Zirkulationsbereich abscheiden.

Kohlert [2] beschreibt analog die Bewegung von Gasblasen während des Kalandrierens von Polymerschmelzen. Die Gaseinschlüsse, die mit der Kautschukmasse in Richtung eines Kalanderspalt fließen, werden aufgrund der Schleppströmung zunächst gegen den Druckgradienten in Richtung des Kalanderspalt transportiert. Vor dem engsten Querschnitt wandern sie jedoch, unter der Wirkung von sich im Geschwindigkeitsfeld der Scherströmung einstellenden Normalspannungen, quer zu den Strombahnen zur Spaltmitte. Hier gelangen sie in das Rückströmungsgebiet und werden zur Oberfläche des Knets zurückgefördert. Dort besteht die Möglichkeit, dass sie infolge der Spannung in der Oberflächenschicht des Materials in dem Knet zerplatzen.

Kohlert [2] gibt an, dass die Bildung der Gaseinschlüsse in den vorgelagerten Verarbeitungsschritten Mischen und Walzen geschehen kann. Kohlert [9], Kohlert und Reher [111] beschreiben die Bewegung von Gasblasen im Kalanderspalt mit und ohne Einbau eines Keils.

4 EXPERIMENTELLER AUFBAU UND MESSTECHNIK

4.1 Kalandrierlinie

Eine Kautschukmischung, welche aus Polymer, Füllstoff und weiteren unterschiedlichen Zusatzstoffen besteht, wird dem Fütterspalt des Kalanders zugeführt und in nachfolgenden Walzenspalten zu einer Platte bzw. einer Bahn ausgeformt. Die Zusammensetzung der Mischung sowie die am Kalandrierer eingestellten Verfahrensparameter bestimmen die Qualität der hergestellten Erzeugnisse.

Der Kalandrierer selbst ist, als allein stehende Verarbeitungsmaschine, d.h. ohne vor- und nachgeschaltete Geräte, nicht produktionsfähig. Diese Geräte, die Materialien für das Beschicken des Kalanders vorbereiten und die Erzeugnisse nach dem Kalandrierprozess weiteren Bearbeitungsschritten zuführen, bilden mit dem Kalandrierer eine Kalandrierlinie.

In der vorliegenden Arbeit werden zwei Kalandrierlinien angewendet. Eine Linie ist mit einer diskontinuierlichen Beschickung ausgestattet, die zweite wird kontinuierlich betrieben.

Im ersten Fall werden Kautschukmischungen bzw. Kautschuksuspensionen in einem Innenmischer hergestellt. Anschließend werden sie am Walzwerk homogenisiert und in eine Rolle ausgeformt. Diese Rolle wird, wie in Bild 4.1 dargestellt, dem Kalandrierer per Hand zugeführt. Die Phase des Mischens entfällt, wenn die Fertigmischungen in Form von Fütterstreifen geliefert werden.

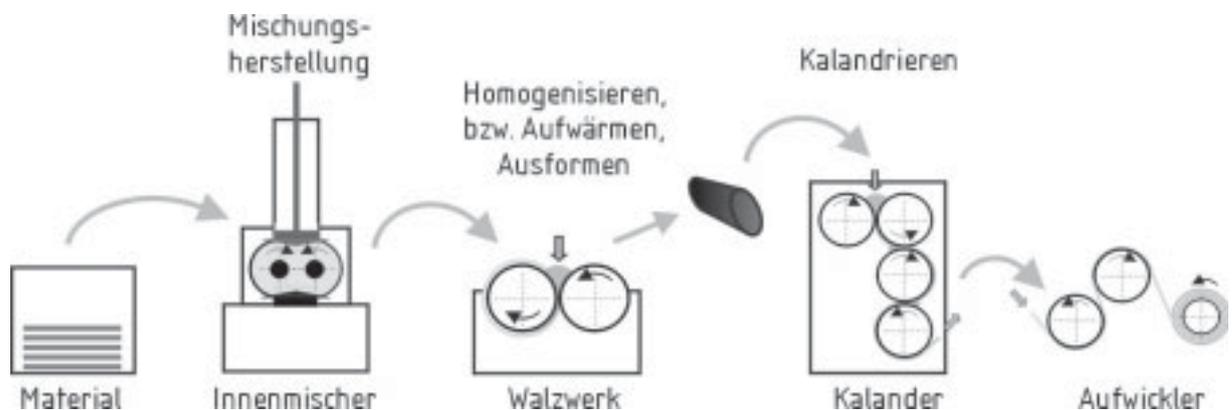
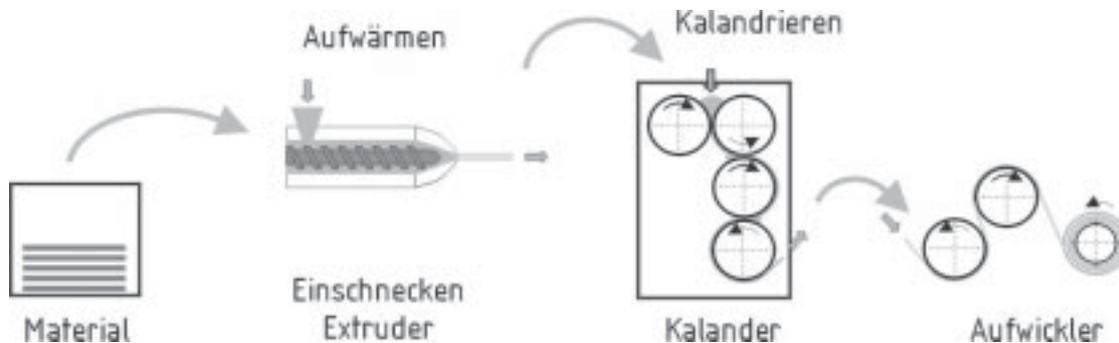


Bild 4.1: Kalandrierlinie mit diskontinuierlichem Beschicken der Kalandrierwalzen

In der in [Bild 4.2](#) dargestellten Kalandrierlinie wird zum Aufwärmen der Fertigmischung ein Extruder eingesetzt, aus dem die Mischung kontinuierlich den Kalandrierwalzen zugeführt wird.



[Bild 4.2](#): Kalandrierlinie mit kontinuierlichem Beschicken der Kalandrierwalzen

Für die vorliegende Arbeit wird ein Innenmischer der Firma Werner & Pfleider GK5E verwendet. Sein Mischkammervolumen beträgt 5 Liter. Die Knetelemente sind ineinandergreifend und weisen eine PES-3-Geometrie auf.

Das Homogenisieren bzw. Aufwärmen und das nachfolgende Ausformen der Kautschukmasse in eine Rolle erfolgen an einem Walzwerk der Firma Berstorff. Der Durchmesser der Walzen beträgt 250 mm, die Walzenlänge 500 mm. Die Drehzahl der Walzen kann zwischen 1 und 25 min^{-1} variiert werden.

Für die kontinuierliche Beschickung des Kalandriers wird ein Einschnecken-Stiftextruder der Firma Krupp KGS 60/14 eingesetzt. Er ermöglicht das stufenlose Einstellen des Massenstroms bis maximal 200 kg/h. Das Extrudat wird mit Hilfe eines Förderbands zum Kalandrier transportiert.

Die drei Maschinen sind als Bestandteile der Versuchsanlage in [Bild 4.3](#) fotografisch dargestellt.



[Bild 4.3](#): Bestandteile der verwendeten Kalandrierlinien

4.2 Vierwalzen-F-Kalander

Das Kernstück der Versuchsanlage ist der Laborkalander KQF 200 der Firma Troester, Bild 4.4. Es handelt sich um einen Vierwalzen-Kalander mit Walzen in F-Anordnung. Der Durchmesser der Walzen beträgt $D = 200$ mm, die Breite $B = 450$ mm. Die Walzenumfangsgeschwindigkeit kann im Bereich von 1,5 bis 20 m/min stufenlos und für jede Walze separat variiert werden. Dies ermöglicht auch eine stufenlose Einstellung der Friktion zwischen benachbarten Walzen. Die Kalanderspaltweite zwischen Walzenpaaren kann ab 0,3 mm und ihre Temperatur zwischen 20 bis 200 °C eingestellt werden. Die Walzentemperierung erfolgt mit Öl als Heizmedium. Dieses fließt durch periphere Bohrungen in unmittelbarer Nähe des Walzenmantels. Auf diese Weise werden eine schnelle Reaktion auf Veränderungen der Temperatur sowie annähernd gleiche Temperaturverhältnisse über die gesamte Walzenbreite gewährleistet.

Die zweite Kalanderwalze ist mit drei Druckaufnehmern versehen. Sie befinden sich in der antriebsseitigen Walzenhälfte in einem Abstand von je 70 mm auf einer gemeinsamen Mantellinie des Walzenkörpers. Die Versuchsanlage ist mit einem digitalen Messdatenerfassungssystem ausgerüstet.

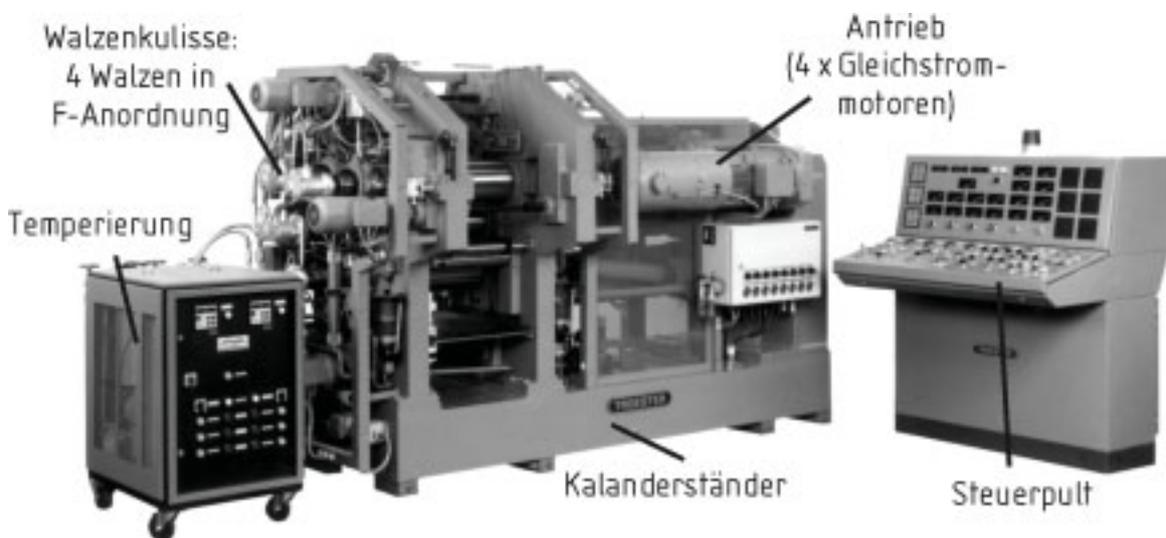


Bild 4.4: Das Kernstück der Versuchsanlage: der Vierwalzen-F-Kalander Troester KQF 200

4.2.1 Druckmessung

Im ersten und zweiten Walzenspalt des Vierwalzen-Kalanders werden die zeitlichen Verläufe der während der Verarbeitung auftretenden Normaldrücke durch Piezo-Druckaufnehmer gemessen. Diese Druckaufnehmer sind bündig mit der Walzenoberfläche im Körper der zweiten Kalandervalze eingebaut. Die Anordnung der Sensoren ist in Bild 4.5 abgebildet. In der Position der zweiten Walze bei 114° , vgl. Bild 4.5, wird das Drucksignal auf den Anfangswert zurückgesetzt. Die Messung beginnt im zweiten Walzenspalt, zwischen den Walzen 2 und 3. Das Druckprofil liegt im zweiten Spalt zwischen 150° und 185° . Anschließend wird das Druckprofil im ersten Walzenspalt, zwischen den Walzen 1 und 2 gemessen. Es liegt zwischen 70° und 95° .

Für die Wandlung des analogen Signals in ein digitales wird das Abtasttheorem nach Nyquist-Shannon [71] und nach Beck und Płaskowski [72] berücksichtigt und erfüllt. Es ergibt sich eine Messgenauigkeit von $2,5 \cdot 10^{-4}$ m/s für eine Abtastfrequenz von 120Hz. Die Messgenauigkeit der Druckaufnehmer beträgt $\pm 2 \cdot 10^5$ Pa.

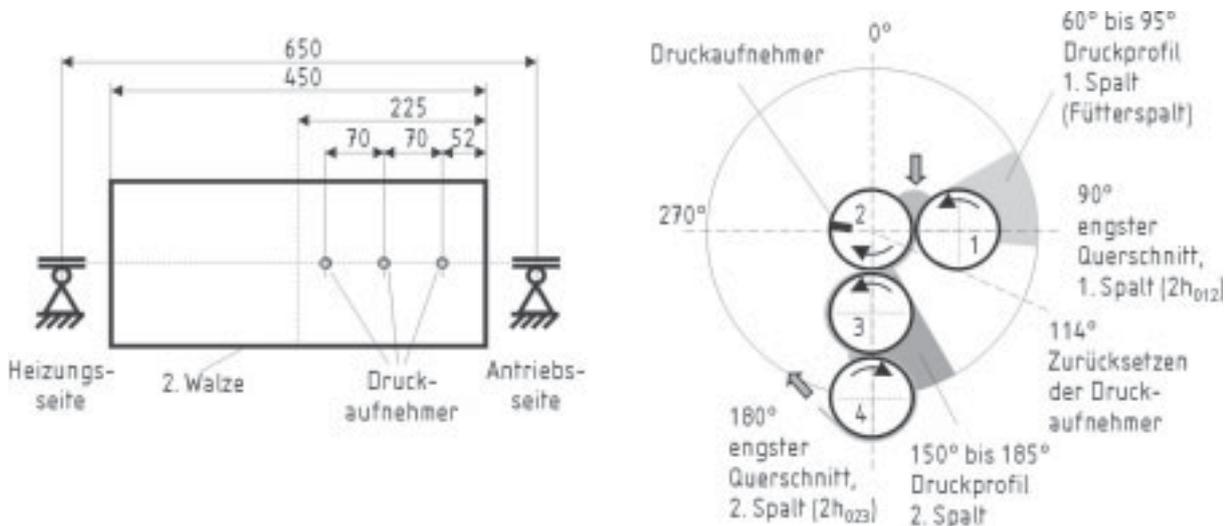


Bild 4.5: Anordnung der Druckaufnehmer in der zweiten Kalandervalze und ein Schnitt durch den Kalanderspalt und die Messbereiche der Druckaufnehmer

4.2.2 Keilförmige Einbauten

Die größte Wirkung der Walzen auf polymere Materialien wird während des Mischens am Walzwerk in der Nähe des engsten Walzenquerschnittes realisiert. In diesem Bereich werden

die größten Scherspannungen erreicht. Im Bereich der zirkulierenden Strömung, die auch als Knet bezeichnet wird, sind die Geschwindigkeitsgradienten sehr klein. Dies führt zu einer geringen Intensität der Materialvermischung in diesem Gebiet und somit zu längeren Verarbeitungszeiten, die jedoch von der Friktion beeinflusst werden. Nach Röthemeyer [1], Kohlert [2] und Fellenberg [12] besteht alternativ die Möglichkeit, den Knet mit Hilfe eines Keiles in das Gebiet hoher Schergeschwindigkeiten in Walzenspaltnähe zu verschieben, und die Vermischung so zu verbessern.

Im Gegensatz zum Walzen, läuft das Material beim Kalandrieren nur einmal durch den Walzenspalt. Die Aufgabe des Kalanders besteht darin, die Kautschukmischung in eine endlose Bahn auszuformen. Die durchgeführten Untersuchungen zeigen, dass das Anwenden des Keils die Entgasung und Dickenstabilität der kalandrierten Kautschukbahnen verbessert. Die Entgasung der Mischung wird durch intensiveres Vermischen im Knet bewirkt. Während der Nutzung des Keils hängt die Dickenstabilität der kalandrierten Kautschukerzeugnisse von der Länge des, zwischen der Walzoberfläche und der Keiloberfläche, zirkulierenden Bereiches ab. Dies verringert im Gegensatz zum Kalandrieren ohne Keil auch den Einfluss der ungleichmäßigen Beschickung des Kalanderspalt. Die Einführung eines Keils wird von einer wesentlichen Spaltdruckerhöhung begleitet. Entsprechende Vorrichtungen, Keilformen und weiterführende Untersuchungen sind von Kohlert dargestellt [2, 9, 10].

Die für vorliegende Arbeit verwendete keilförmige Einrichtung besteht aus einer Haltevorrichtung, einem Arbeitskeil und einem Abstand-Reguliermechanismus. Verwendet wird ein einseitiger Keil, dessen zweite Oberfläche auf der unteren Walze gleitet. Der Keil hat eine konvexe Geometrie. Die Krümmung entspricht einem Kreis mit einem Durchmesser von 300 mm. Der zu variierende Prozessparameter ist der Abstand h_{KK} zwischen der Keil- und der Walzenoberfläche. Die Temperatur des Keils im Betrieb entspricht der Temperatur der Walzen. Die schematische Darstellung des Keils und die geometrische Form des Kalanderspalt sind in Bild 4.6 dargestellt.

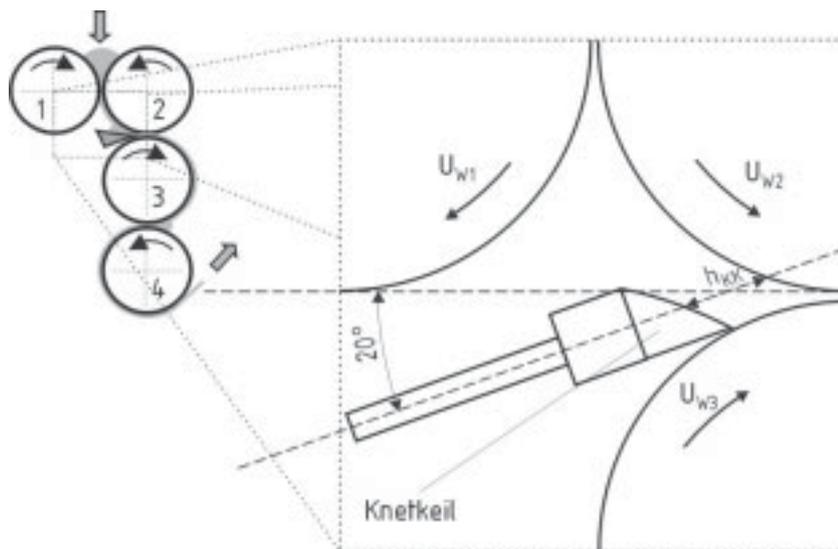


Bild 4.6: Knetkeil und geometrische Form des Kalanderspalt

4.2.3 Messung der Knethöhe

Die Höhe des Knets wird als der Ort definiert, an welchem der Raum zwischen zwei gegenseitig rotierenden Walzen zum ersten Mal vollständig mit polymerem Material gefüllt ist. Erst ab dieser Stelle wird die Strömung mit steigendem Druck in die Richtung des engsten Querschnittes begleitet, vgl. Bild 5.1. Die Höhe des Knets kann anhand des Druckprofils im Walzenspalt bestimmt werden.

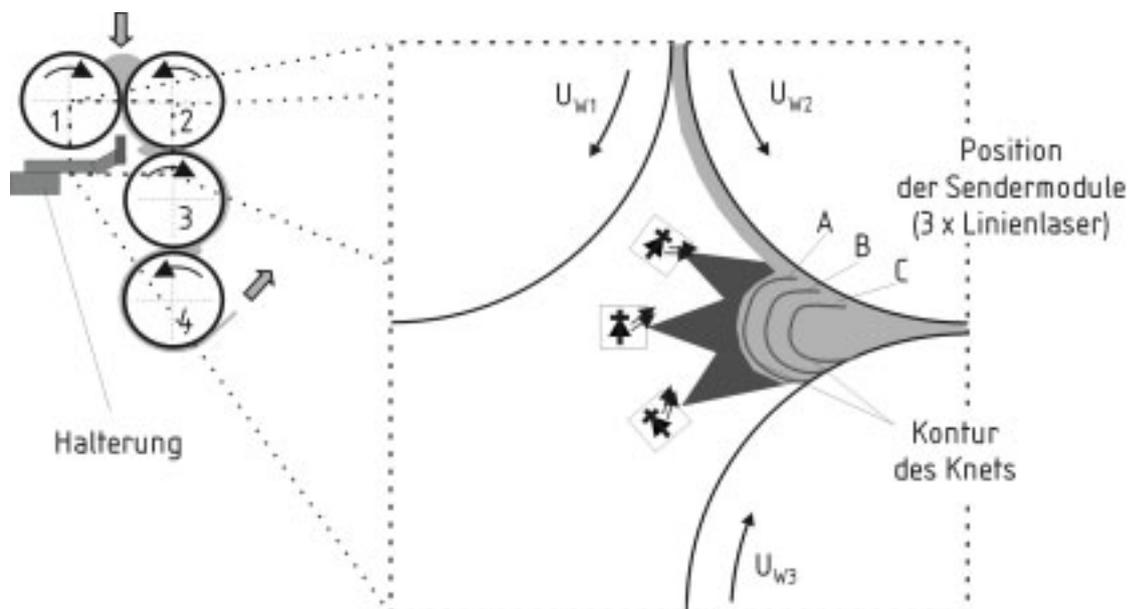


Bild 4.7: Messprinzip: Optische Bestimmung der Knethöhe

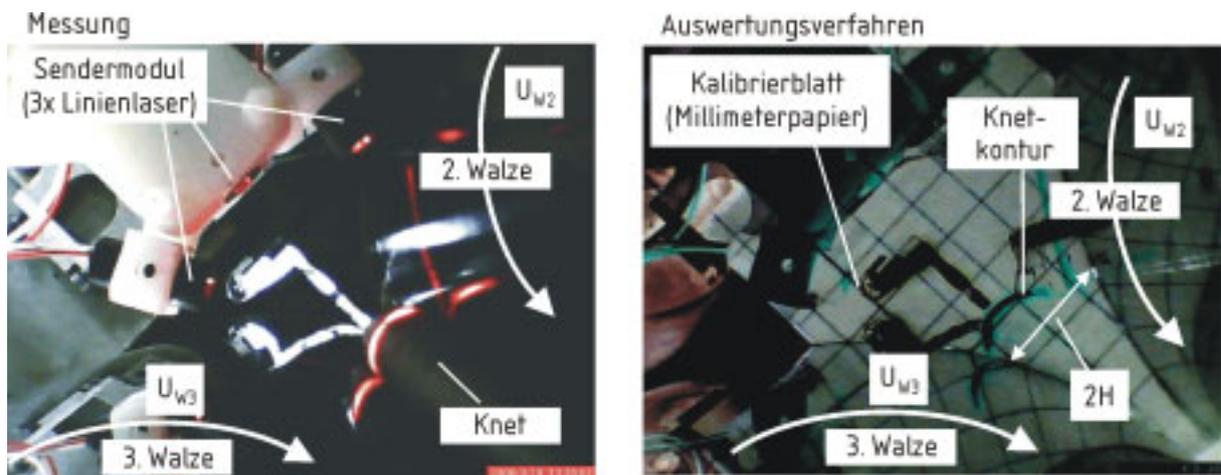


Bild 4.8: Bestimmung der Höhe des Knets, ein Beispiel für eine Messungsdurchführung und ein Auswertungsverfahren

Alternativ wird die Knethöhe optisch gemessen. Das Messprinzip ist in [Bild 4.7](#) dargestellt. Es basiert darauf, dass der Knet von der Mitte seitlich kommend, eine Krümmung aufweist. Wird der Knet senkrecht zur Strömungsrichtung mit Hilfe einer Laserdiode punktuell beleuchtet, kann dieser Punkt seitlich detektiert werden. Um die gesamte Form des Knets abzutasten, wird anstelle der Laserdiode ein aus drei Linienlasern bestehendes Sendermodul verwendet. Die Realisierung der Messtechnik sowie die Konturen des Knets an verschiedenen Laserpositionen sind qualitativ in [Bild 4.7](#) dargestellt. Um den Vergleich zwischen verschiedenen Messmethoden zu ermöglichen, besteht die Möglichkeit die Sendermodule genau gegenüber den Drucksensoren einzubauen.

Die Genauigkeit der Messung beträgt ± 1 mm. Es besteht außerdem die Möglichkeit, die Knetkontur zu erfassen. Ein Beispiel einer Messung sowie ein Auswertungsverfahren sind in [Bild 4.8](#) zusammengefasst.

4.2.4 Visualisieren der Strömungsfelder

Die Strömungsvorgänge im Knet und im Kalanderspalt werden von Unkrüer [5] für hart-PVC und PS dargestellt. Unkrüer bringt einen eingefärbten, 3 mm breiten plastizierten Streifen in die dem Walzenspalt zugeführte, plastische Bahn ein. Durch die Variation der Einlaufzeit des Farbstreifens kann die Entstehung und der Verlauf der im Walzenspalt bzw. in Knet auftretenden Strömungen verfolgt werden. Zu diesem Zweck wird, nach Einlauf der Farbe in den

Knet, das Walzwerk angehalten, die im Walzenspalt befindliche PVC- bzw. PS-Schmelze abgekühlt, dem Spalt entnommen und in Walz- und Breitrichtung zerlegt. Auf diese Weise kann eine qualitative Aussage über die Fließverhältnisse in beiden Richtungen gemacht werden.

In der vorliegenden Arbeit werden die Strömungsvorgänge im Knet und im Walzenspalt für Kautschukschmelzen sichtbar gemacht. Anstelle des Einspritzens eines eingefärbten Streifens, werden jedoch zweifarbige vorgefertigte Bahnen verwendet. Dafür wird ca. 4,5 kg einer hellen Kautschukmischung im Innenmischer hergestellt. Die Kautschukmasse wird in zwei gleiche Hälften geteilt. Anschließend wird jeder Hälfte am Walzwerk ein weißer (Titanium Dioxid) bzw. roter (Microlen Red) pigmentartiger Farbstoff zugemischt. Damit wird die Voraussetzung erfüllt, dass die unterschiedlich gefärbten Materialien gleiche Materialeigenschaften haben. Aus diesen Materialien werden am Kalandrierer 0,8 mm dicke Kautschukbahnen ausgeformt. Diese werden in folgenden Varianten zusammen (ohne Klebstoff) genetzt:

Die Streifen-Variante: Zwei Kautschukbahnen gleicher Farbe werden miteinander verbunden. In eine dieser Schichten wird ein andersfarbiger Streifen hinzugefügt. Die Variante entspricht, näherungsweise dem Unkrüerschen Experiment [5]. Diese Variante ist in Bild 4.9 dargestellt.

Die vollfarbige Variante: Die Kautschukbahn entsteht aus zwei andersfarbigen Teilen. Jeder Teil entsteht jeweils aus zwei dünnen Bahnen, vgl. Bild 4.9.

Jede dieser Variante besteht in Längsrichtung aus zwei Teilen. Die Länge des ersten Teils beträgt ca. 4 m. Dieses Material reicht für ca. 2 min (für $U_w = 1,8$ m/min) Kalandrieren. Diese Zeit ist für die Stabilisation der Strömung im Kalanderspalt nötig. Anschließend kommt der andersfarbige Teil, dessen Länge je nach der gewünschten Einlaufzeit variiert wird.

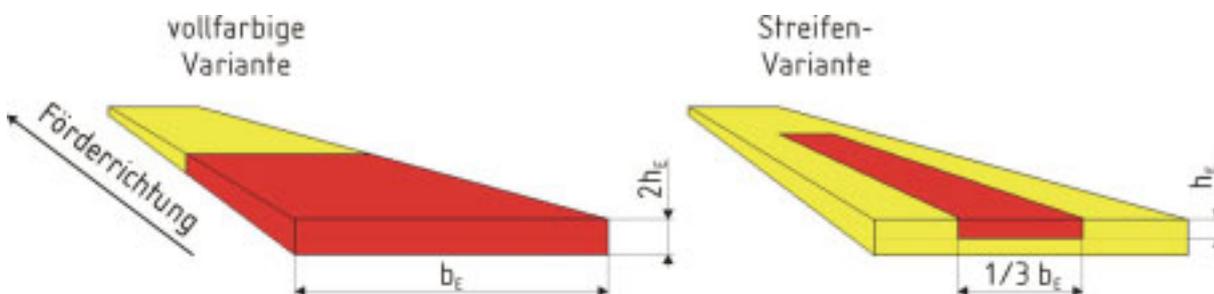


Bild 4.9: Die Fertigungsvarianten der zweifarbigen Kautschukbahnen zur Sichtbarmachung der Strömungsvorgänge im Kalanderspalt

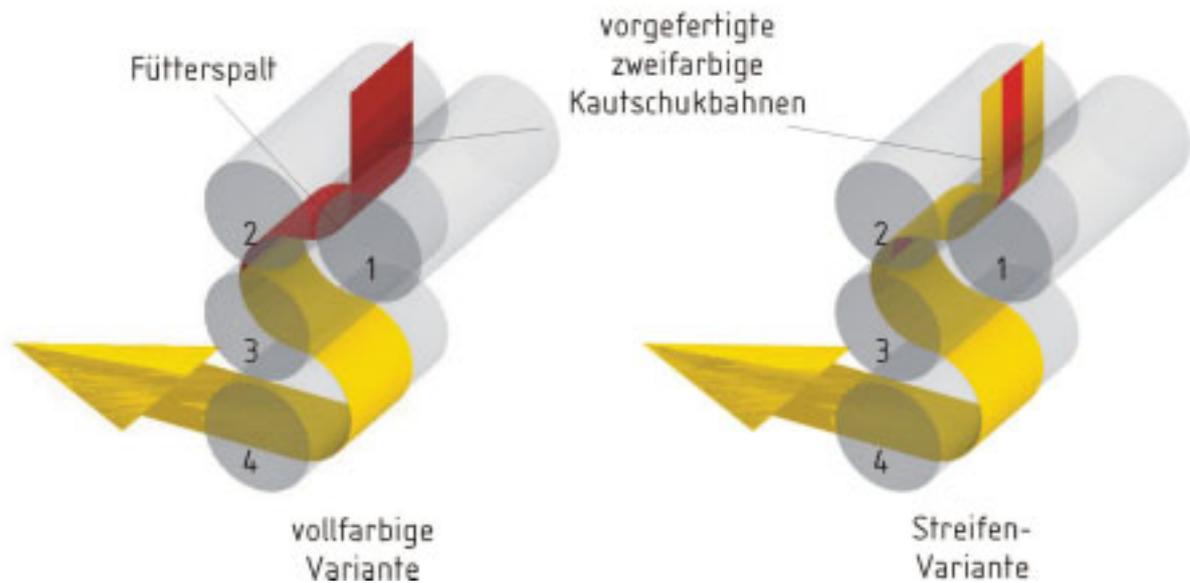


Bild 4.10: Materialführungsvarianten der Kautschukbahnen zur Sichtbarmachung der Strömungsvorgänge im Kalanderspalt

Die auf diese Weise vorgefertigten farbigen Kautschukbahnen weisen eine Dicke von 1,6 bis 1,8 mm auf. Sie werden nach dem Aufwärmen dem Fütterspalt zugeführt. Die Temperatur der vorgefertigten und dem Kalanderspalt zugeführten Bahn entspricht der Walzentemperatur. Die Fütterspalthöhe beträgt $2h_{012} = 1,3$ mm, somit werden die farbigen Bahnen zusätzlich zusammengedrückt aber nicht vermischt. Vor dem Fütterspalt bildet sich kein Knet. Die Walzenspalthöhe im Kalanderspalt, indem das Strömungsfeld untersucht wird, beträgt $2h_{023} = 0,8$ mm.

Im Fall der Streifen-Variante befindet sich der rote Streifen vor dem Walzenspalt zwischen den Walzen 2 und 3 auf der Außenseite (Knetseite). Die Innenseite bleibt in Kontakt mit der Walzenoberfläche der Walze 2, vgl. [Bild 4.10](#). Nach der gewünschten Einlaufzeit wird der Kalanderspalt angehalten und die zwischen den Walzen 2 und 3 befindliche Kautschukmasse - der Knet mit einem Teil der ein- sowie auslaufenden Bahn - wird entnommen. Diese wird anschließend in der Förderichtung und Axialrichtung zerlegt und auf Fließverhältnisse untersucht.

4.2.5 Visualisieren der Blasenbewegung im Knet

In der vorliegenden Arbeit wird die Bewegung von Gasblasen im Walzenspalt mit Hilfe von Styropor- und Glaskugeln visualisiert. Der Durchmesser der Styroporkugeln beträgt 1 bis 1,5 mm. Der Durchmesser der Glaskugeln entspricht 0,5 mm. Die Kugeln werden in die Kautschukbahn an der Walze 3 an der Stelle 270° , vgl. [Bild 4.5](#), hin zugegeben. Eine Styroporkugel wird in einem ausgestanzten Loch in der einlaufenden Bahn eingebracht, das sich in mittlerer Höhenlage befindet. Der erste Knet wird nach ca. 2,5 s Einlaufzeit aus dem Walzenspalt entfernt. Der Kalandrierer wird hierzu angehalten. Dieser Vorgang wird im Verlauf weiterer Messreihen mit der Einlaufzeitvariation wiederholt. Die Position der Styropor- bzw. Glaskugeln im Knet wird mit Hilfe der Röntgentomographie abgebildet.

Für die Messung der Verweilzeit der Styroporkugeln im Knet wird die Fließzeit der Kugeln zwischen dem Punkt 270° der Walze 3 und dem Punkt 90° der Walze 4 gemessen. Für die eingestellte Umfangsgeschwindigkeit der Walzen mit 1,8 m/min beträgt die Sollzeit für die berücksichtigte Strecke ca. 10 s.

4.3 Berechnung der Strömungsfelder im Kalanderspalt

Die einlaufende Kautschukmischung haftet an den gegensinnig rotierenden Walzenoberflächen und wird in Richtung des engsten Spaltquerschnitts transportiert. Wegen des sich verengenden Spalts steigt der Druck innerhalb der Mischung in Transportrichtung entlang der Walzenoberfläche an. Der Spaltdruck erreicht sein Maximum kurz vor dem engsten Querschnitt. Nach Passieren des engsten Spaltquerschnitts löst sich die kalandrierte Kautschukbahn von den Walzen, wobei der Umgebungsdruck erreicht wird. In der Umgebung der Symmetrieebene der Walzen folgt die Mischung dem Druckgradienten und strömt entgegen der Förderrichtung. Auf diese Weise entsteht im Einzugsbereich der Walzen ein zirkulierender Strömungsbereich, welcher als Knet bezeichnet wird.

Die Qualität der kalandrierten Kautschukerzeugnisse, hinsichtlich Maßhaltigkeit, Oberflächenbeschaffenheit, Blasenfreiheit, Schrumpftneigung etc. ist vom Strömungsfeld im Walzen- bzw. Kalanderspalt abhängig. Das Strömungsfeld wird sowohl durch rheologische Eigenschaften der Kautschukmasse, als auch durch prozesstechnologische Parameter beeinflusst.

Mit Hilfe der Schmierfilmtheorie lässt sich das Strömungsfeld zwischen zwei gegenseitig rotierenden Walzen für Fluide mit Newtonschem und nicht-Newtonschem Fließverhalten berechnen [22, 24, 26, 33, 34, 60]. Die folgenden Annahmen müssen getroffen werden:

- das Fließverhalten ist durch die Potenzformel von Ostwald-de-Weale beschreibbar,
- die Strömung ist stationär,
- die Strömung ist isotherm,
- die Wandhaftung ist erfüllt,
- Trägheitskräfte sind vernachlässigbar,
- keine Fluidbewegung in senkrechter Richtung zu den Walzenoberflächen,
- die Strömung ist zweidimensional, d.h. in Achsrichtung unendlich ausgedehnt,
- der Kalandrier ist mechanisch vollkommen starr,
- die Walzen sind symmetrisch und gleich groß,
- der Walzenspalt ist vollständig mit der Kautschukmasse gefüllt.

Die Geschwindigkeits- und Druckprofile werden ausführlich von McKelvey [26] und Ostwald [60] hergeleitet und erläutert. Eine schematische Darstellung des eindimensionalen Geschwindigkeitsfeldes ist in Bild 4.11 dargestellt.

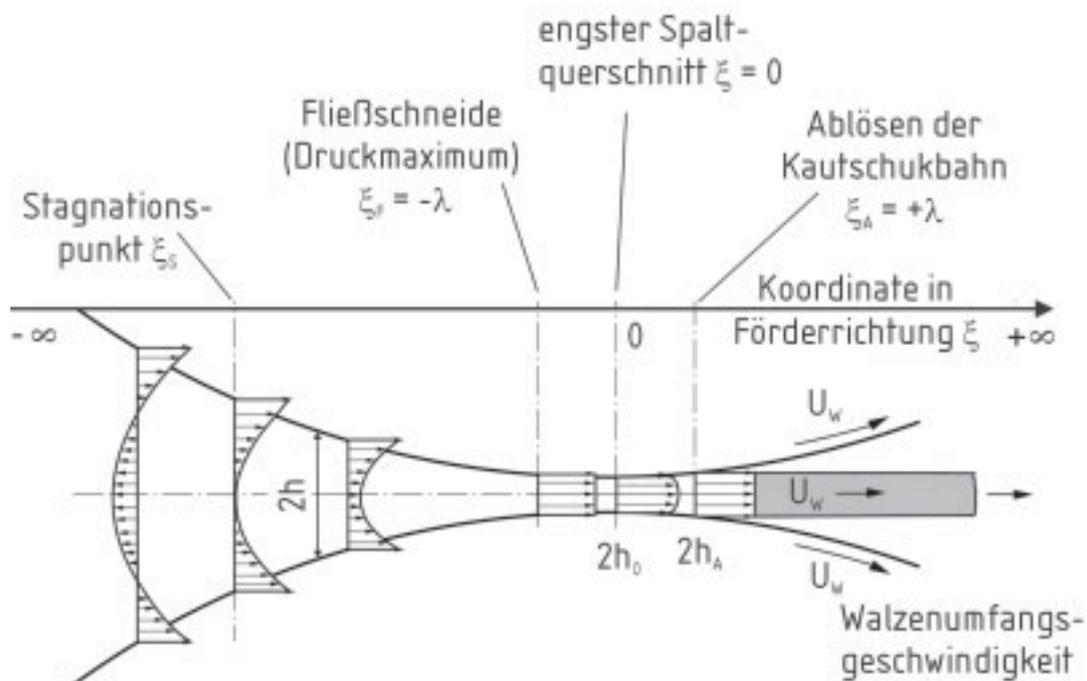


Bild 4.11: Geschwindigkeitsverteilung im Walzenspalt eines Kalenders nach McKelvey

Die dimensionslosen Koordinaten sind in Förderrichtung wie folgt definiert:

$$\xi = \frac{x}{\sqrt{Dh_0}} . \quad (4.1)$$

Hierbei ist D der Durchmesser der Walzen. x und y sind die Koordinaten des kartesischen Bezugssystems, das seinen Ursprung in der Mitte des engsten Walzenspalts hat (für $\xi = 0$), vgl. Bild 4.11. Die Höhe h ist die mit x veränderliche halbe Walzenspalthöhe, h_0 ist die halbe Spalthöhe an der engsten Stelle zwischen benachbarten Walzen und h_A ist die halbe Spalthöhe an der Stelle, an welcher die kalandrierte Bahn von der Walzen abgelöst wird.

Nach dem Berechnungsmodell von McKelvey [26] liegen an den Stellen $\xi = -\lambda$ und $\xi = +\lambda$ ebene Fließfronten vor. Für $\xi > -\infty$ bis $\xi = +\lambda$ geht die konkave Fließfront in eine konvexe über. An der Stelle $\xi_F = -\lambda$ hat auch der Druck sein Maximum und fällt kontinuierlich zur Abgangskoordinate $\xi_A = +\lambda$ hin ab. Dieser Druckgradient zwischen $-\lambda$ und $+\lambda$ ist für das konvexe Geschwindigkeitsprofil verantwortlich. Die an der Abgangskoordinate $\xi_A = +\lambda$ ablaufende, kalandrierte Kautschukbahn ist somit auch ohne elastische Effekte stets dicker als der engste Walzenspalt. Die Abgangskoordinate $\xi_A = +\lambda$ hat einen wesentlichen Einfluss auf den Druckaufbau und das Durchsatzverhalten. Laut Osswald [60] führt eine Verdopplung der $+\lambda$ zur Vergrößerung des Druckes um den Faktor acht. Die Abgangskoordinate kann, laut McKelvey [26] und Röthemeyer [1], nur mit aufwändigen Methoden gemessen werden. Erfahrungswerte, nach Röthemeyer, variieren von 0,3 bis 0,5.

Nach McKelvey wird die Abgangskoordinate wie folgt berechnet:

$$\xi_A = +\lambda = \sqrt{\frac{h_A}{h_0} - 1} . \quad (4.2)$$

Ähnlich wird die Abgangskoordinate von Röthemeyer [1] definiert. Neben der Viskosität wird das Verarbeitungsverhalten von Kautschukmischungen maßgeblich von der Elastizität geprägt. Beim stationären Fließen macht sich die Elastizität als Quellen des Materials hinter Extrusionswerkzeugen oder Kalanderspaltan bemerkbar. Nach Röthemeyer [82] ist die im Rheometer gemessene Querschnittsvergrößerung nach dem Verlassen der Kapillare ein Maß für das Quellen:

$$B_0 = A / A_0 \quad (4.3)$$

wobei A der Querschnitt des Extrudats und A_0 der Querschnitt der Kapillare ist.

Die Abgangskoordinate wird wie folgt berechnet:

$$\lambda = \sqrt{\frac{2h_A}{2h_0\sqrt{B_0}} - 1} . \quad (4.4)$$

Eine andere Methode basiert auf Durchsatzmessungen, Röthemeyer [1]:

$$\dot{Q} = 2 h_0 U b (1 + \lambda^2) \quad (4.5)$$

wobei U die Umfangsgeschwindigkeit der Walzen und b die Breite der kalandrierten Bahn ist. Dieser Durchsatz besteht aus einem Schleppströmungsanteil ($2 h_0 b U$) und einem Druckströmungsanteil ($2 h_0 b U \lambda^2$). Der Wert λ^2 ist ein Maß für das durch Druckströmung bedingte „Überfahren“ des engsten Walzenspalts. Für $\lambda = 0,4$ wird eine 16%-ige und für $\lambda = 0,5$ eine 25%-ige Durchsatzsteigerung durch die Druckströmung gemessen. Röthemeyer berichtet über keinen signifikanten Einfluss der Umfangsgeschwindigkeit der Walzen oder Walzenspalteneinstellung auf den Wert der Abgangsordinate.

Von der Fliebscheide ($\xi = -\lambda$) in Richtung des Zulaufbereichs ($\xi > -\infty$) werden die Mittengeschwindigkeiten (in der Symmetrieebene der Walzen) stetig kleiner. Dies wird durch den gegen die Walzenförderrichtung wirkenden Druckgradienten bedingt. Am Stagnationspunkt wird die Mittengeschwindigkeit schließlich Null. In Richtung des Zulaufbereichs wird die Geschwindigkeit sogar negativ. Im Zulaufbereich bildet sich der charakteristische Knet. Im Knet wird die Mischung zusätzlich gemischt, geschert und geknetet [2].

Es wurde von Unkrüer [5] festgestellt, dass in jedem Knet jeweils die Seite, die sog. Unterseite der einlaufenden Bahn, die im Kontakt mit der Walzenoberfläche ist, den Walzenspalt unverändert passiert, während die andere Seite der einlaufenden Kautschukbahn, die sog. Oberseite, schichtenweise abgetragen wird. Auf diese Weise wird in jedem Walzenspalt jeweils eine Oberfläche der Kautschukbahn neu gebildet. So wird die Qualität der Kautschukbahn maßgeblich durch die Ausbildung des Knets mitbestimmt. Die Höhe der Unterseite wird von Unkrüer abgeschätzt und beträgt von 40 % bis 50 % der Höhe der kalandrierten Bahn, vgl. Bild 4.12.

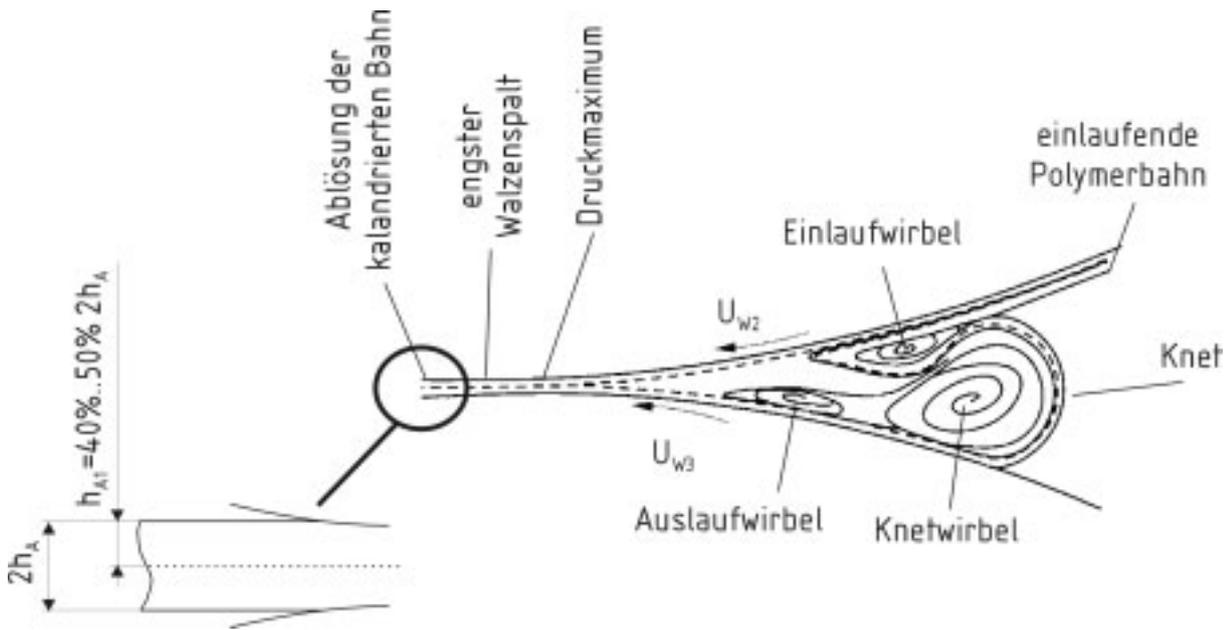


Bild 4.12: Strömungsfeld im Walzenspalt mit Schichtenbildung in der kalandrierten Bahn nach Unkrüer

Mit den Annahmen der Schmierfilmtheorie lässt sich die Impulsbilanz wie folgt beschreiben:

$$\frac{\partial p}{\partial x} = \frac{\partial \tau_{xy}}{\partial y} \quad (4.6)$$

Des Weiteren wird die Schubspannung wie folgt berechnet:

$$\partial \tau_{xy} = K \left| \frac{\partial u_x}{\partial y} \right|^{n-1} \frac{\partial u_x}{\partial y} \quad (4.7)$$

wobei K der Konsistenzfaktor, n der Fließexponent des Fließgesetzes von Ostwald-de-Weale und u_x die Geschwindigkeitsanteil in x -Richtung ist. Geschwindigkeitsprofil: Für eine Region für $\xi < +\lambda$ ist der Geschwindigkeitsgradient positiv und es ergibt sich die Geschwindigkeit:

$$u_x = U + \frac{1}{n/(1+n)} \left(\frac{1}{K} \frac{dp}{dx} \right)^{1/n} \left[y^{n/(1+n)} - h^{n/(1+n)}(x) \right] \quad (4.8)$$

Für eine Region mit $\xi > -\lambda$ ergibt sich:

$$u_x = U - \frac{1}{n/(1+n)} \left(-\frac{1}{K} \frac{dp}{dx} \right)^{1/n} \left[y^{n/(1+n)} - h^{n/(1+n)}(x) \right] \quad (4.9)$$

wobei p der Druck im Walzenspalt ist.

Nach der Integration der lokalen Geschwindigkeiten Gl. (4.8) und Gl. (4.9) über die Spalthöhe und die Berechnung der Massenbilanz zwischen Ein- und Austrittsquerschnitt ergibt sich das Druckprofil zu:

$$\frac{d\Pi}{d\xi} = -\left(\frac{2n+1}{n}\right)^n \sqrt{\frac{2R}{h_0}} \frac{(\lambda^2 - \xi^2) |\lambda^2 - \xi^2|^{n-1}}{(1 + \xi^2)^{2n+1}}. \quad (4.10)$$

Π ist ein dimensionsloser Druck:

$$\Pi = \frac{p}{K} \left(\frac{h_0}{U}\right)^n. \quad (4.11)$$

Die Integration von Gl. (4.10) ergibt:

$$\Pi = \sqrt{\frac{2R}{h_0}} \left(\frac{2n+1}{n}\right)^n \int_{-\lambda_0}^{\lambda_0} \frac{(\lambda_0^2 - \xi^2)^n}{(1 + \xi^2)^{2n+1}} d\xi \quad (4.12)$$

wobei λ_0 die Stelle ist, an der das Integral zu Null wird.

$$\int_{-\infty}^{\lambda_0} \frac{(\lambda_0^2 - \xi^2) |\lambda_0^2 - \xi^2|^{n-1}}{(1 + \xi^2)^{2n+1}} = 0. \quad (4.13)$$

Zusammenfassend wird das Druckprofil wie folgt berechnet:

$$p = K \sqrt{\frac{D}{h_0}} \left(\frac{U}{h_0}\right)^n \Pi \quad (4.14)$$

wobei sich der dimensionslose Druck Π aus der Gleichung:

$$\Pi = \left(\frac{2n+1}{n}\right)^n \int_{-\infty}^{\lambda_0} \frac{(\lambda_0^2 - \xi^2) |\lambda_0^2 - \xi^2|^{n-1}}{(1 + \xi^2)^{2n+1}} \quad (4.15)$$

berechnen lässt. Anhand der Gl. (4.15) lässt sich zeigen, dass der Fließexponent, der als ein Maß für die Abweichung des Fließverhaltens der Kautschukmischung vom Newtonschen Verhalten ist, einen großen Einfluss auf den Druckaufbau hat. Damit wird sowohl das Druckprofil, als auch die Druckhöhe beeinflusst.

4.4 Stoffeigenschaften der eingesetzten Kautschukmischungen

Für die experimentellen Untersuchungen zum Gasgehalt kalandrierter Kautschukbahnen sowie zur Blasenbewegung in Knet werden die Mischungen M1, M2 und M3 eingesetzt. Diese werden zur Fertigung von Reifenteilen verwendet und beinhalten neben Kautschuk auch Füllstoffe, Alterungsschutzmittel, Vernetzungschemikalien, Weichmacher und Verarbeitungs-

hilfsmittel. Weil die Mischungen M1, M2 und M3 in Form von Streifen (sog. Fütterstreifen) zugeliefert wurden, wird ihre Fließfähigkeit durch eine Aufwärmphase, die am Walzwerk bzw. am Einschneckenextruder (sog. Fütterextruder) erfolgt, gewährleistet.

Zum Visualisieren von Strömungsvorgängen im Walzenspalt wird für jeweils eine Mischung eine zweifarbige Variante benötigt. Weil rußhaltige Kautschukmischungen, wie M1, M2 und M3, sich mit gängigen Pigmenten nicht färben lassen, werden speziell zu Untersuchungszwecken Mischungen mit einem hellen Füllstoff – silanisierte Kieselsäure oder Kreide – hergestellt. Die Rezepturen der auf diese Weise hergestellten Mischungen M4, M5 sowie M6 basieren auf praxisnahen Mischungen, sind aber von Vernetzungskemikalien befreit. Die Herstellung dieser Mischungen erfolgt in einem 5-Liter Innenmischer (Werner & Pfleiderer GK5E).

Die Mischungsbezeichnungen, die Polymere und die Füllstoffe sowie deren Anwendungsbe- reich sind in Tabelle 4.1 zusammengefasst.

Tabelle 4.1: Zusammensetzung und Bezeichnung der verwendeten Mischungen; Styrol-Butadien-Kautschuk (SBR), Lösung-SBR (SSBR), Chlor-Butyl-Kautschuk (CIIR), Natur-Kautschuk (NR), Polybutadien-Kautschuk (BR), Etylen-Propylen-Kautschuk (EPDM), Altgummipartikeln (AGP)

Mischungs- bezeichnung	Polymer	Füllstoff	Anwendung	Dichte ρ [kg/m³]
M1	NR/BR/SBR	Ruß	Pkw-Reifen	1143
M2	CIIR/NR	Ruß	Pkw-Reifen	1238
M3	EPDM	Ruß	Agrar-Reifen	1094
M4	EPDM	silanisierte Kieselsäure	Experiment	1072
M5	SBR/NR	Kreide	Experiment	1204
M6	SBR/BR	silanisierte Kieselsäure	Experiment	1194
AGP	SBR/NR	Ruß	Bodenbelege	1158

Die Mischungen M1 und M2 sind durch ihre gute Haftung an den Walzen sowie gute Kalandrierbarkeit gekennzeichnet, wobei die Mischung M2 bei relativ hohen Temperaturen verarbeitet wird [65]. Die beiden EPDM-Mischungen M3 und M4 sind gut zu kalandrieren: es resultieren ansprechend glatte Oberflächen und gute Dimensionsstabilität. Die EPDM-Mischungen, mit sehr geringem Kautschukgehalt, tendieren während des Kalandrierens zum „Beuteln“, da sie in relativ geringem Maße an Walzen kleben.

Der in der Mischung M5 enthaltene SBR-Kautschuk garantiert relativ gute Klebrigkeit an Walzenfläche, die durch Zugabe von NR-Kautschuk noch verbessert wird. Die Mischung M6 besteht aus SBR- und BR-Kautschuk, was die Haftung an der Walzen begünstigt [1, 64].

Zwecks Viskositätserhöhung werden in den Mischungen M1 und M2 Partikeln aus zerkleinertem Altgummi (AGP) dispergiert, s Bild 4.13. Ein Gemisch aus Flüssigphase, hier Kautschukmischung, und aus Partikeln, hier Altgummipartikeln, gilt als eine Suspension. Die verwendeten Altgummipartikeln werden durch Kaltmahlen der Laufflächen von alten LKW-Reifen hergestellt. Daher sind sie kostengünstig und einfach verfügbar. Die Zusammensetzung der Altgummipartikeln wird mittels Thermogravimetrischer Analyse nach DIN 51005 [69] durchgeführt. Die Partikeln bestehen aus ca. 74 phr (part per hundred of rubber) Naturkautschuk (NR), 26 phr Styrol-Butadien-Kautschuk (SBR) und 50 phr Ruß. Daher ist ihre Zusammensetzung der Mischung M1 sehr ähnlich.

4.4.1 Bereitstellen der Kautschukmischungen

Die Mischungen M1, M2 sowie M3 werden als Fütterstreifen eingesetzt. Bevor sie dem Kalanders zugeführt werden, müssen sie fließfähig gemacht werden. Dieses erfolgt durch Aufwärmen am Walzwerk oder am Fütterextruder.

Am Walzwerk beträgt die Aufwärmphase für die Walzentemperatur von 70 °C und 4,5 kg Kautschukmischung ca. 10 min. Dabei beträgt die Walzenspaltöffnung 4,5 mm und die Walzendrehzahl 10 min⁻¹. Nach dem Erwärmen wird die Kautschukmischung als Rolle ausgeformt. Anschließend wird mit dieser Rolle (sog. Puppe) der Kalanders beschickt. Die Beschickung des Kalanders erfolgt im Fütterspalt zwischen den Walzen 1 und 2. Die Temperatur der erwärmten Kautschukrolle beträgt 80 °C ± 5 °C.

Alternativ lässt sich die Kautschukmischung im Extruder aufwärmen und der Kalanders danach mit dem Extrudat beschicken. Dieses Extrudat mit dem Durchmesser von 2 cm, wird vom Extruder mit Hilfe eines Förderbands zum Fütterspalt des Kalanders transportiert. Die Temperatur des Extrudats vor dem Fütterspalt beträgt 80 °C ± 5 °C.

4.4.2 Bereitstellen der Suspensionen

Für die experimentellen Untersuchungen werden fünf verschiedene Größenklassen (0,1 bis 1,0 mm) der Partikeln aus Altgummi in Konzentrationen zwischen 1 und 16 Gew.% dem Kautschuk beigemischt. Die verwendeten Partikelgrößen sind mittels Siebanalyse ermittelt. Die Herstellung der Suspensionen erfolgt aus den Altgummipartikeln und den Kautschukmischungen M1 und M2 im 5 Liter Innenmischer. Das Walzwerk und der Extruder sind aus folgenden Gründen zur Herstellung der Suspensionen ungeeignet: Oberhalb ca. 8 Gew.% Anteil der Altgummipartikeln in der Suspension haftet diese nicht mehr an der Walze. Somit ist das Mischen nicht mehr möglich. Das Einmischen der Altgummipartikeln mit dem Extruder wird schon oberhalb 4 Gew.% abgebrochen. Die Altgummipartikeln stauen sich im Beschickungsschacht und werden nicht mehr durch die Schnecke eingezogen.

Die erforderliche Menge an Altgummipartikeln wird dem Kautschuk bei der Mischkammertemperatur von 40°C und der Schaufeldrehzahl von 40 min⁻¹ zugemischt. Die Mischzeit beträgt eine Minute. Anschließend wird die gefertigte Suspension am Walzwerk gekühlt und zusätzlich homogenisiert. Die weitere Verarbeitung zur Kalandersbeschickung geschieht den reinen Kautschukmischungen ähnlich, s. Kapitel 4.4.1.

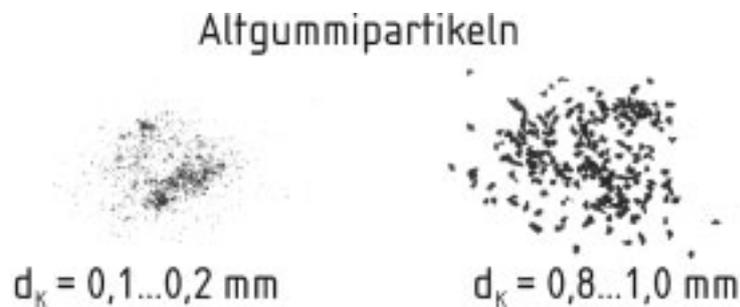


Bild 4.13: Foto der verwendeten Altgummipartikeln

4.5 Prüfverfahren zur Vorhersage der Verarbeitungseigenschaften

4.5.1 Vulkametrische Eigenschaften

In den vulkametrischen Untersuchungen wird ein Probekörper aus einer vernetzbaren Kautschukmischung mit konstanter Temperatur einer definierten periodischen Deformation ausgesetzt, DIN 53529 [66]. Während der Messung vulkanisiert das Material. Es wird das Drehmoment für isotherme Bedingungen gemessen. Der Verlauf des Drehmoments als Funktion der Zeit wird als Vulkameterkurve oder Vernetzungsisotherme bezeichnet. Mit dem Prüfverfahren wird die Veränderung der mechanischen Eigenschaften während der Vulkanisation gemessen, was Rückschlüsse auf den Verlauf des Vulkanisationsprozesses ermöglicht.

Die Zeit bis zum Beginn der Vernetzungsreaktion (Drehmomentanstieg) wird als Inkubationszeit bezeichnet. Sie umfasst sowohl apparatbedingte Aufheizvorgänge als auch vorgelagerte chemische Reaktionen. Die Zeit wird aus dem Schnittpunkt der Tangente des Wendepunktes der Vulkameterkurve und der Minimalkraft S_{\min} ermittelt. Als Anvulkanisationszeit (Scorchtime) wird die Zeit TC_5 bezeichnet, die einem Umsatz der Vernetzungsreaktion von 5 % entspricht. Nach Beendigung der Reaktion erreicht die Vulkanisationsisotherme einen Endwert S_{\max} , falls keine konkurrierenden Reaktionen und kein thermischer Abbau (Reversion) stattfinden. Die Zeit, zu der der Wert S_{\max} erreicht wird, entspricht einem Umsatz der Vernetzungsreaktion von 100%. Die Vernetzungsisotherme wird mit einem Rheometer des Typs MDR 2000 ermittelt.

4.5.2 Rheologische Eigenschaften

Die Polymere werden in flüssigem bzw. plastischem Zustand verarbeitet. Dafür ist eine ausreichende Fließfähigkeit nötig. Diese lässt sich durch die Viskosität bzw. die Viskositätsfunktion beschreiben. Für stationäre Fließvorgänge ist die Viskosität von der Temperatur und der Schergeschwindigkeit abhängig. Sie nimmt mit steigender Schergeschwindigkeit ab. Ein derartiges Fließverhalten wird als strukturviskos bezeichnet.

Mit Hilfe des Scherscheiben-Viskosimeters MV 2000 E erfolgt die Viskositäts-Prüfung nach Mooney, DIN 53523 [67]. Dabei wird die Viskosität in Abhängigkeit der Temperatur für die konstante Schergeschwindigkeit $1,56 \text{ s}^{-1}$ gemessen. Eine Metallscheibe, die vollkommen von der Prüfschubstanz umgeben ist, rotiert in einer geschlossenen und beheizten Prüfkammer. Ein am Rotor gemessenes Drehmoment dient als Maß für die Mooney-Viskosität der Probe, wobei 100 Mooney-Einheiten (MU) einem Drehmoment von 8,29 Nm entsprechen. Das Ergebnis der Messung wird in der Form $ML(1+4) 100 \text{ }^\circ\text{C}$ angegeben. Dabei steht M für Mooney-Viskosität und L für „large rotor“. Die Ziffern bezeichnen die Zeitintervalle der Messung. Bis zum Start der Rotordrehung wird eine Minute temperiert. Nach vier Minuten Rotordrehung wird die Mooney-Viskosität gemessen. Üblicherweise wird die Messung bei $100 \text{ }^\circ\text{C}$ durchgeführt.

Eine verarbeitungsnahe Charakterisierung des Fließverhaltens von Polymerschmelzen bzw. Polymermischungen wird mit Hochdruckkapillarrheometern durchgeführt. Ein viskoses Medium wird mit einem konstanten Volumenstrom durch eine Kapillare gedrückt. Diese Kapillare kann unterschiedliche geometrische Querschnitte, wie Schlitz- oder Rundlochdüsen, aufweisen. Die Messgrößen am Hochdruckkapillarrheometer sind die Druckdifferenz vor der Kapillare bzw. über die Länge der Kapillare und das pro Zeiteinheit durch die Kapillare hindurchströmende Volumen. Im Gegensatz zum Mooney-Viskosimeter wird die Viskositätsfunktion in einem weiten Schergeschwindigkeitsbereich gemessen. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wird ein Hochdruckkapillarrheometer „Rheograph 6000“ der Firma Göttfert verwendet.

Zur Beschreibung des strukturviskosen Verhaltens von untersuchten Kautschukmischungen wird das Stoffgesetz von Ostwald und de Waele

$$\dot{\gamma} = -du_x / dr = (\tau / K)^{1/n} \quad (4.16)$$

gewählt. Dafür werden folgende Annahmen getroffen: in der Kapillare mit konstantem Querschnitt erfolgt eine laminare, stationäre, ausgebildete und isotherme Strömung eines inkompressiblen Fluids. Die Geschwindigkeit ist an der Wand gleich Null (Wandhaftung).

Aus den am Hochdruckkapillarrheometer gemessenen Größen steht neben dem Druckabfall auch der Volumenstrom

$$\dot{V} = \int_0^R 2\pi r u_x(r) dr \quad (4.17)$$

zur Verfügung. Durch partielle Integration, unter Wandhaftungsbedingung, mit

$$dr = \frac{R}{\tau_w} d\tau \quad (4.18)$$

und mit Gl. (4.16) folgt aus Gl. (4.17):

$$\dot{V} = \frac{\pi R^3}{\tau_w^3} \int_0^{\tau_w} \tau^2 \dot{\gamma} d\tau . \quad (4.19)$$

Gl. (4.19) wird zur Berechnung einer unbekanntenen Fließfunktion des in Kapillarrheometer strömenden Fluids angewendet. Für den Sonderfall, dass das Fließgesetz durch den sog. Potenzansatz, gemäß Gl. (4.16) angenähert werden kann, schlägt Schümmer [81] ein vereinfachtes Auswerteverfahren vor. Dazu vergleicht er die für den Rohrquerschnitt berechneten Gradienten des Geschwindigkeitsprofils eines dem Potenzansatz folgenden strukturviskosen Fluids

$$\dot{\gamma}_{nN} = -\frac{du_x}{dr} = \frac{\dot{V}}{\pi R^3} \left(3 + \frac{1}{n} \right) \left(\frac{r}{R} \right)^{1/n} \quad (4.20)$$

mit dem eines Newtonschen Fluids

$$\dot{\gamma}_N = -\frac{du_x}{dr} = \frac{4\dot{V}}{\pi R^3} \frac{r}{R} . \quad (4.21)$$

Für den Radius stimmen die Schergeschwindigkeiten überein, vgl. Bild 4.14 und es gilt:

$$\dot{\gamma}_N(r_s) = \dot{\gamma}_{nN}(r_s) . \quad (4.22)$$

Daraus ergibt sich mit Gl. (4.20) - (4.21):

$$\frac{r_s}{R} = \left(\frac{4n}{3n+1} \right)^{\frac{n}{1-n}} . \quad (4.23)$$

Für Fluide mit $n = 0,15 \dots 1,2$ ergibt sich $r_s / R = 0,85 \dots 0,78$. Schümmer setzt näherungsweise

$$\frac{r_s}{R} = \frac{\pi}{4} . \quad (4.24)$$

Die Fließkurve wird durch folgenden Zusammenhang berechnet:

$$\eta = \frac{\tau_{rep}}{\dot{\gamma}_{rep}} . \quad (4.25)$$

Mit Gl. (4.24) folgt für die Schergeschwindigkeit:

$$\dot{\gamma}_{\text{rep}} = \frac{\dot{V}}{R^3} \quad (4.26)$$

und für die Schubspannung:

$$\tau_{\text{rep}} = \tau_w \frac{\pi}{4}. \quad (4.27)$$

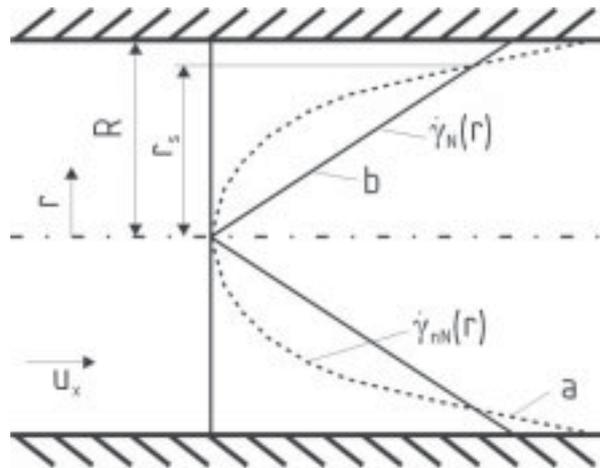


Bild 4.14: Berechnung der Schergeschwindigkeit nach Schümmer. a nicht-Newtonsche Flüssigkeit, b repräsentative Newtonsche Flüssigkeit

4.5.3 Messung der Viskoelastizität

Kautschukmischungen gehören, wie alle Polymerwerkstoffe zur Gruppe der viskoelastischen Stoffe. Deren Verformungsverhalten lässt sich sowohl durch elastische als auch viskose Gesetzmäßigkeiten beschreiben. Wird die Deformationsenergie während einer Verformung gespeichert und nach Entlastung wieder vollständig zurück gewonnen, so wird diese Verformung als rein elastisch bezeichnet. Der Zyklus verläuft reversibel. Bei viskosen Verformungen hingegen wird die geleistete Arbeit in Wärme umgewandelt. Die viskosen Mechanismen bewirken eine starke Zeit- und Temperaturabhängigkeit der gemessenen Stoffdaten. Die elastischen und viskosen Beiträge zur Verformung können, je nach Verformungsgeschwindigkeit und Temperatur, unterschiedlich hoch sein [83].

Wird eine Polymerprobe mit einer periodischen Verformung der Frequenz $f = \omega / 2\pi$ belastet, kommt es wegen der dämpfenden Wirkung der viskosen Komponente zu einer Phasenverschiebung zwischen Spannung und Dehnung. Die Phasenverschiebung lässt sich formal mit

Einführung eines komplexen Modulus G^* beschreiben, der aus einem realen und einem imaginären Teil besteht:

$$G^* = G' + iG'' . \quad (4.28)$$

Der reale Modul G' ist ein Maß für die elastisch gespeicherte Energie und wird auch als Speichermodul genannt. Der Verlustmodul G'' ist ein Maß für die dissipierte Energie. Die Abhängigkeit der beiden Modulen von der Frequenz der periodischen Verformung sowie der Temperatur wird ausführlich von Röthemeyer [1] erläutert. Es lässt sich zeigen, dass der Speichermodul G' der Polymere mit steigender Deformationsgeschwindigkeit zunimmt. Das Material wird härter bzw. festkörperähnlicher. Der Wert des Verlustmoduls G'' weist ein Maximum auf und nimmt sowohl bei kleinen als auch bei großen Deformationsgeschwindigkeiten kleine Werte an. Das Material stellt eine Flüssigkeit dar.

Frequenz und Temperatur haben einen gegenläufigen Einfluss auf die viskoelastischen Eigenschaften. Ein Anstieg der Temperatur erzeugt die gleichen Veränderungen, wie die Verringerung der Frequenz. Der Zusammenhang, nach Williams, Landel und Ferry bekannt auch als die WLF-Gleichung [84], wird für die Bestimmung viskoelastischer Kenngrößen in einem breiten Frequenzbereich angewendet, obwohl an Prüfmaschinen nur ein beschränkter Frequenzbereich möglich ist.

In der vorliegenden Arbeit wird die Analyse der viskoelastischen Eigenschaften der verwendeten Kautschukmischungen mit Hilfe des Testgerätes ARES (Advanced Rheometer Expansion System) durchgeführt. Dazu wird eine unvulkanisierte Materialprobe (auch ohne Vernetzungschemikalien) mit Hilfe eines Platte-Platte-Systems vermessen.

4.5.4 Messung von Dichte und Gasgehalt

Der Gasgehalt kann in einer Materialprobe durch die Messung der Dichte bestimmt werden, wenn die Dichte des Materials ohne darin eingeschlossene Gasblasen bekannt ist. Zur Messung der Dichte einer Materialprobe ρ_P wird das Auftriebsverfahren nach DIN 53479 [68] angewendet.

Der Gasgehalt in der Materialprobe wird wie folgt berechnet:

$$x_G = \frac{\rho_K - \rho_P}{\rho_K - \rho_L} \cdot 100\% . \quad (4.29)$$

Hierbei steht ρ_K für die Dichte der Materialprobe ohne Gaseinschlüsse, ρ_L für die Luftdichte und ρ_P für die Dichte der Probe mit Gaseinschlüssen.

Für die Dichtemessung der kalandrierten Kautschukbahnen wird eine Anlage verwendet, die Untersuchungen von Proben bis zu 2 kg ermöglicht. Der Normprüfzustand entspricht der Umgebungstemperatur $T_U = 23 \text{ °C}$ und dem Umgebungsdruck $p_U = 1 \text{ bar}$. Als Dichte der Kautschukmischung ohne Gaseinschlüsse ρ_K wird die Dichte aus dem Datenblatt der Mischung verwendet.

4.5.5 Zugversuch

Die Zugprüfung dient zur Ermittlung der Reißfestigkeit, der Reißdehnung und der Spannungswerte an nicht vorbelasteten Proben. Bei der Zugprüfung werden die Probekörper unter konstanter Dehngeschwindigkeit bis zum Riss gedehnt und die dafür benötigte Kraft- und Längenänderung aufgezeichnet. Die Prüfmaschinen für die Zugprüfung sind in DIN 51221 [70] spezifiziert. Die Normen lassen Prüfkörper verschiedener Abmessungen zu. Die Probekörper, Stäbe S1, S2 und S3, werden entweder aus Prüfplatten vorgeschriebener Dicke ausgestanzt oder den Fertigteilen entnommen.

Zugfestigkeit: Die Zugfestigkeit σ_{\max} ist der Quotient aus der im Augenblick des Reißens gemessenen Höchstkraft F_{\max} und dem Anfangsquerschnitt A_0 des Probekörpers.

Reißdehnung: Die Reißdehnung ε_R ist der Quotient aus der im Augenblick des Reißens gemessenen Längenänderung $L_R - L_0$ und der ursprünglichen Messlänge L_0 des Probekörpers.

Die Zugprüfung ist eine der verbreitetsten Prüfungen zur Charakterisierung von Elastomeren. Anhand der vollständigen Spannungs-Dehnungs-Kurve lässt sich das Werkstoffverhalten unter Zugbeanspruchung beurteilen.

4.6 Visualisieren von Gaseinschlüssen

Bisher erfolgt die Auswertung der Anzahl der Gaseinschlüsse in kalandrierten Kautschukbahnen [2, 8, 28, 62] visuell.

Die in der vorliegenden Arbeit verwendete Messmethode zur Visualisierung von Gaseinschlüssen beruht auf der Durchstrahlung der kalandrierten Probe mit kurzwelliger Röntgen-

strahlung. Der Vorteil dieser Methode liegt vor allem darin, dass die visuell nicht erkennbaren Gaseinschlüsse im Inneren der Kautschukbahn detektiert werden können. Die weiteren Vorteile sind die sehr hohe Genauigkeit der Messung und die zerstörungsfreie Prüfung des Messobjekts.

Für das hier anstehende Messen und Visualisieren von Gaseinschlüssen in der Kautschukmasse an verschiedenen Stellen der Kalandrierlinie wird ein industrieller Röntgentomograph eingesetzt.

4.6.1 Röntgenstrahlung

Röntgenstrahlung ist eine energiereiche elektromagnetische Strahlung mit einer Wellenlänge zwischen 10^{-8} und 10^{-13} m. Sie wird in einer Röntgenröhre erzeugt. Eine Röntgenröhre besteht aus einer Glühwendel als Kathode und einer Anode aus einem Metall hoher Ordnungszahl. Anode und Kathode befinden sich in einem evakuierten Glaskolben. Die Glühwendel emittiert Elektronen, welche durch das zwischen Kathode und Anode angelegte Spannungsfeld in Richtung der Anode beschleunigt werden. Beim Auftreffen der Elektronen auf die Anode entstehen Photonen unterschiedlicher Wellenlänge bzw. Energie. Die Energie der Photonen ist proportional zur Beschleunigungsspannung [74 - 76].

Die vom Fokus einer Röntgenröhre ausgehende Strahlung wird, abhängig von der lokalen Dichte der im zu untersuchenden Messobjekt eingelagerten Strukturen, unterschiedlich abgeschwächt. Die Intensitätsänderung des eingestrahnten Photonenstrahls ist proportional zu der Weglänge x im absorbierenden Material, dessen Dichte ρ und dem wellenlängenspezifischen Schwächungskoeffizienten μ^* . Die Abschwächung der monochromatischen Strahlung durch ein homogenes Objekt entspricht dem exponentiellen Schwächungsgesetz nach Lambert-Beer:

$$I(x) = I_0 e^{-(\mu^* \rho x)}. \quad (4.30)$$

Der Massenschwächungskoeffizient ist wie folgt definiert:

$$\mu^* = \frac{\mu}{\rho}. \quad (4.31)$$

Der lineare Schwächungskoeffizient μ ist von der Energie der Röntgenstrahlung und von der chemischen Zusammensetzung des durchstrahlten Materials abhängig. Der Massenschwä-

chungskoeffizient einer homogenen Mischung lässt sich aus den Massenschwächungskoeffizienten ihrer Komponenten i mit den jeweiligen Massenanteilen a_i gewichtet berechnen [78]. Es gilt

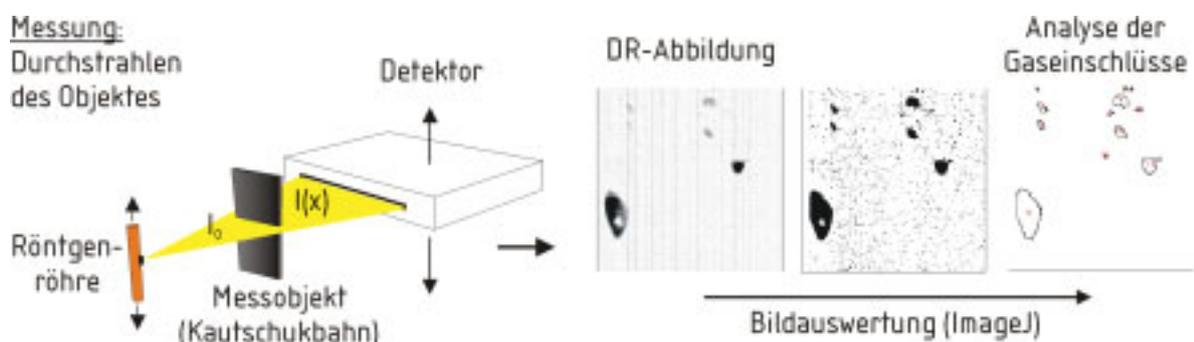
$$\frac{\mu}{\rho} = \sum_i a_i \left(\frac{\mu}{\rho} \right)_i. \quad (4.32)$$

4.6.2 Digitale Radiographie

Die Digitale Radiographie beruht auf dem Prinzip der herkömmlichen Radiographie (Röntgendurchstrahlung). Für eine Projektionsmessung wird ein Messobjekt aus genau einer Richtung durchstrahlt. Die durch das Objekt geschwächte Intensität der Strahlung wird gemessen. Die Projektion auf einen Film oder auf digital messende Detektoren liefert Informationen über die Strukturen, die sich bezüglich ihrer Eigenschaft Röntgenstrahlung zu absorbieren unterscheiden. Der Messwert an einem Punkt der radiographischen Abbildung entspricht der integralen Schwächung entlang des Strahlweges

$$I(x) = I_0 e^{-\int_0^x \mu^* \rho dx} \quad (4.33)$$

und wird meist in Form eines Grauwertes dargestellt. Das Prinzip der digitalen Radiographie ist in [Bild 4.15](#) dargestellt [73]. Für eine Röntgenprojektionsmessung (DR) wird das Objekt nicht gedreht. Röntgenquelle und Detektor bewegen sich stattdessen gleichzeitig vertikal in eine Richtung, wobei die Projektionsmessung zeilenweise durchgeführt wird.



[Bild 4.15](#): Prinzip der Digitalen Radiographie

Dem Prinzip der Radiographie zufolge, ist eine konventionelle Röntgenabbildung immer eine Überlagerungsabbildung, d. h. alle Strukturen entlang des Aufnahmestrahls (vom Fokus der Röntgenröhre zum Empfänger) tragen zur Schwächung der Strahlungsintensität bei. Das dreidimensionale Messobjekt wird zweidimensional als Projektion abgebildet, wobei ein Teil der Information verloren geht. Objekte, die hintereinander im Strahlengang liegen, sind in der gemessenen Projektion überlagert. Ihre exakte Position kann nachträglich nicht bestimmt werden.

4.6.3 Röntgentomographie

Ein Messverfahren, mit dessen Hilfe ein Schnittbild erzeugt wird, ohne das Messobjekt zu zerstören, wird als Tomographie (griech. „tomos“ = Schnitt) bezeichnet. Die Röntgentomographie ist von Hounsfield [77] im Jahr 1973 erfunden worden. Dank ihrer Anwendung in der Medizin ist sie heute die am weitesten verbreitete tomographische Messtechnik.

Das Prinzip der Messung besteht darin, dass ein Messobjekt von verschiedenen Seiten von einem fächerförmigen Röntgenstrahl durchstrahlt wird. Die Abschwächung des Strahls wird mit einem Detektor gemessen. Aus der Vielzahl der so entstehenden Projektionen wird mit Hilfe geeigneter mathematischer Algorithmen ein zweidimensionaler Schnitt (Tomogramm) durch das Messobjekt rekonstruiert (vgl. [Bild 4.16](#)). Jeder Punkt der Schnittebene enthält Informationen über den lokalen Schwächungskoeffizient des Materials, die als Grauwerte dargestellt sind. Da der Schwächungskoeffizient für viele Materialien näherungsweise zu deren Dichte proportional ist, visualisiert ein Röntgentomogramm näherungsweise die Dichteverteilung in einem Objektquerschnitt [78]. Für eine dreidimensionale Darstellung eines Objektes werden parallele Schnittbilder in regelmäßigen Abständen gemessen und zu einem dreidimensionalen Datensatz zusammengefügt [79].

Die Röntgentomographie ist eine sehr genaue, aber, im Vergleich zu den DR-Verfahren, zeitaufwändige Messmethode.

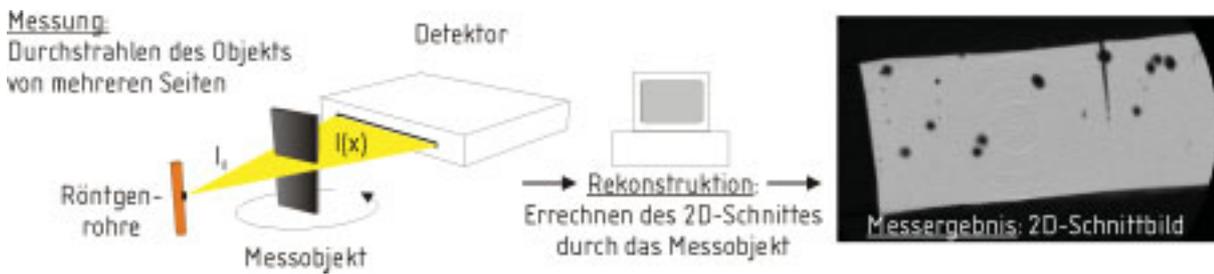


Bild 4.16: Prinzip der Röntgentomographie

4.6.4 Der Röntgentomograph

Zum Visualisieren von Gaseinschlüssen in kalandrierten Kautschukbahnen und im Knet wird ein industrieller Röntgentomograph ACTIS 600/420 der Firma Bio-Imaging Research verwendet, vgl. Bild 4.17. In der Röntgenröhre wird die Röntgenstrahlung erzeugt. Diese wird mit Hilfe einer Schlitzblende bis auf einen flachen Fächerstrahl ausgeblendet. Der Strahl durchdringt das auf dem Objektstisch positionierte Messobjekt. Die Intensität der durch das Messobjekt geschwächten Strahlung wird vom digitalen Detektor gemessen. Durch eine weitere Schlitzblende vor dem Detektor wird die Dicke der Schicht festgelegt. Über diese Schicht werden Absorptionseigenschaften des Objekts gemittelt gemessen.

Die während der Untersuchung von Kautschukproben eingestellte Belichtungszeit pro Projektion beträgt etwa 400 ms. Eine Röntgenprojektion mit 800 Bildzeilen für 400 mm Objekthöhe benötigt beispielsweise 320 s. Ein Schnittbild mit 1000 Projektionen wird nach ca. 400 s Messzeit erzeugt. Die Abbildung der Kautschukprobe wird bei einer Beschleunigungsspannung von 120 kV und einem Anodenstrom von 10 mA aufgenommen. Als Filter der Röntgenstrahlung wurde eine 0,5 mm dicke Aluminiumplatte verwendet. Diese Einstellungen werden auf experimentellem Wege gewonnen und werden sowohl für das DR- als auch für das röntgentomographische Verfahren verwendet.



Röntgenquelle	
max. Beschleunigungsspannung $U_{B,max}$	420 kV
maximaler Röhrenstrom	5,3 mA für $U_{B,max}$
Detektor	
Anzahl der Einzeldetektoren	1024 in einer Zeile
Einzeldetektor Pitch	0,385 mm

Bild 4.17: Technische Spezifikationen des Röntgentomographen ACTIS 600/420

4.6.5 Messen der Gaseinschlüsse

Da die Gaseinschlüsse in einer kalandrierten Kautschukbahn selten hintereinander im Strahlengang liegen, wird zu deren Visualisierung die Digitale Radiographie erprobt und angewendet. Beim Interpretieren von DR-Abbildungen tritt jedoch ein Problem auf: In den meisten Fällen ist an der Stelle, an der ein Gaseinschluss auftritt, die absolute Bahndicke kleiner, als in der umgebenden Bahn ohne Gaseinschlüsse. Eine dünnere Materialschicht lässt mehr Strahlung durch, der Gaseinschluss wird sich in der DR-Abbildung deutlich von der vollen Kautschukbahn unterscheiden. Den gleichen Effekt wird auch eine dünnere Materialschicht verursachen, die z.B. durch Unregelmäßigkeiten der Objektoberfläche entstanden ist. Auch kann ein Gaseinschluss die Materialschicht spalten, so dass die absolute Materialdicke unverändert bleibt, dadurch ist der Gaseinschluss nicht zu erkennen.

Um die störenden Effekte zu vermeiden, wird in dieser Arbeit eine Lösung vorgeschlagen, die auf der Immersion der ungleichmäßig dicken Kautschukbahn in einer Flüssigkeit mit einem ähnlichen Schwächungskoeffizienten und eine der Kautschukmischung vergleichbaren Dichte beruht.

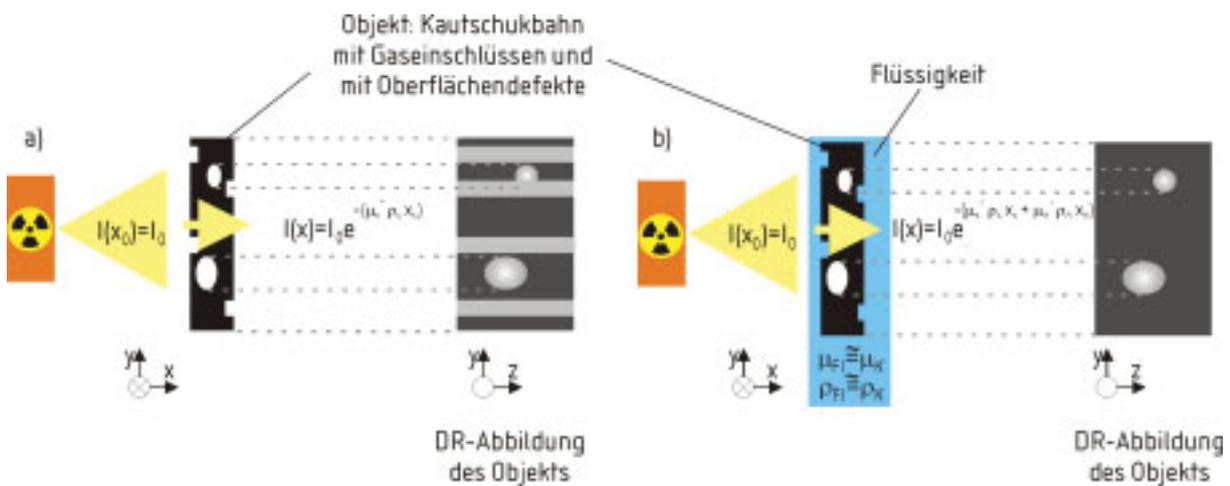


Bild 4.18: Prinzip der Messmethode zum Abbilden von den Kautschukbahnen, a) Die Kautschukbahn enthält außer Gaseinschlüssen auch Oberflächendefekte, b) Abbilden von Kautschukbahnen ohne den störenden Einfluss von Oberflächendefekten

Werden mehrere Schichten jeweils homogener Materialien, beispielsweise die Kautschukbahn (Index K) und die Flüssigkeit (Index FL), durchgestrahlt, so ergibt sich die geschwächte Intensität

$$I(x) = I_0 e^{-\left(\mu_K^* \rho_K x_K + \mu_{FL}^* \rho_{FL} x_{FL}\right)} \quad (4.34)$$

Werden die Bedingungen:

$$\mu_{FL} \cong \mu_K \quad (4.35)$$

und

$$\rho_{FL} \cong \rho_K \quad (4.36)$$

erfüllt, so werden nur die Gaseinschlüsse in der Röntgenabbildung der Kautschukbahn beobachtet, vgl. [Bild 4.18](#),

$$I(x) = I_0 e^{-\left(\mu_K^* \rho_K x_K\right)} \quad (4.37)$$

Die zu untersuchenden Kautschukproben werden während der Durchstrahlung in eine Natriumchloridlösung eingetaucht. Die Dichte der Natriumchloridlösung wird der Dichte der zu untersuchenden Kautschukmasse, mit Berücksichtigung der Löslichkeit des Natriumchlorids im Wasser, angepasst. Der Behälter besteht aus Polymethylmethacrylat mit der Wanddicke 5 mm, welche die Röntgenstrahlen nur geringfügig abschwächt.

Aus einer Kautschukbahn werden Proben mit der Länge von jeweils 0,4 m ausgeschnitten. Eine Kautschukprobe wird in unvulkanisiertem Zustand auf einen Rahmen gespannt, in die Natriumchloridlösung eingetaucht und zwischen Röntgenröhre und Detektor positioniert. Aufgrund der Abmessungen der Detektorzellen (0,4 x 0,4 mm) lassen sich, mit der verwendeten Anlage und den bestehenden Dichteunterschieden zwischen Gas und Kautschukmischung, Strukturen von mindestens 0,4 mm auflösen. Mit der Bildauswertungsmethode lässt sich nicht unterscheiden, ob der einzelne Pixel Informationen über einen sehr kleinen Gaseinschluss beinhaltet oder ob es auf Rauschen zurückzuführen ist. Deshalb wird erst eine Gruppe von Pixeln ab einem bestimmten Grauwerteunterschied, der mindestens einer Luftschichtdicke von 0,1 mm entspricht, erfasst. Die Anzahl der Grauwerte eines Gaseinschlusses mit der Dicke von 1 mm wird zuvor als Referenz gemessen. Ein Gaseinschluss wird ausgewertet, wenn eine Gruppe von mindestens 6 Pixeln den Schwellenwert überschreitet. Dies entspricht einem flächenäquivalenten Durchmesser von 1,11 mm. Für die Auswertung der Bilder wird das Programm ImageJ [80] verwendet. Der Algorithmus zum Bearbeiten der DR-Abbildungen wird erarbeitet. Die diesem Algorithmus zugrunde liegenden Bearbeitungsschritte sind in Bild 4.15 dargestellt.

Mit Hilfe der DR-Methode werden Informationen über die Anzahl, Fläche, Position und Form (Aspektverhältnis) der Gaseinschlüsse in einer kalandrierten Kautschukbahn gewonnen. Sie werden genutzt, um die Anzahl der Gaseinschlüsse pro Fläche, die bezogene Fläche der Gaseinschlüsse, die Größenverteilung, die Positionsverteilung in der Bahnbreite, sowie die Form zu berechnen.

Die Anzahl der Gaseinschlüsse pro Fläche der Kautschukbahn ist wie folgt definiert:

$$n_G^* = \frac{n_G}{A_{\text{Bahn}}} \quad (4.38)$$

wobei n_G die Anzahl der Gaseinschlüsse in der untersuchten Kautschukprobe und A_{Bahn} deren Querschnittsfläche darstellen. Die bezogene Fläche der Gaseinschlüsse A_G^* entspricht

$$A_G^* = \frac{A_{G,\text{gesamt}}}{A_{\text{Bahn}}} \quad (4.39)$$

wobei $A_{G,\text{gesamt}}$ der Wert für die gesamte Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse in der untersuchten Kautschukbahn ist.

Die Form (das Aspectverhältnis) der Gaseinschlüsse wird wie folgt definiert:

$$\Lambda_G = 4\pi \frac{A_G}{\sqrt{U_G}} \quad (4.40)$$

A_G entspricht hierbei der Querschnittsfläche und U_G dem Umfang eines Gaseinschlusses. Der Wert des Formfaktors $\Lambda_G = 1$ entspricht einem kreisförmigen Gaseinschluss. Wenn der Formfaktor einem Wert $\Lambda_G = 0$ zustrebt, ist der Gaseinschluss länglich bzw. ellipsenförmig.

Der mit der Auftriebsmethode gemessene Gasgehalt der kalandrierten Kautschukbahnen und die bezogene Fläche der Gaseinschlüsse sowie deren Anzahl sind als Funktion der Spalthöhe $2h_{023}$ in Bild 4.19 dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die Anzahl der Gaseinschlüsse mit steigender Spalthöhe zunimmt. Dies Ergebnis stimmt mit den Ergebnissen von Bourgeois und Agassant [8] überein. Die Werte des Gasgehalts x_G sowie der bezogenen Fläche der Gaseinschlüsse A_G^* stimmen tendenziell überein. Die beiden Parameter nehmen mit steigender Walzenspalthöhe zu. Die Untersuchung des Gasgehalts mit Hilfe der Röntgenmesstechnik hat den Vorteil gegenüber der klassischen Auftriebsmethode, dass zusätzlich die Form, die Anzahl, die Querschnittsfläche und die Positions- sowie die Größenverteilung mit bestimmt werden.

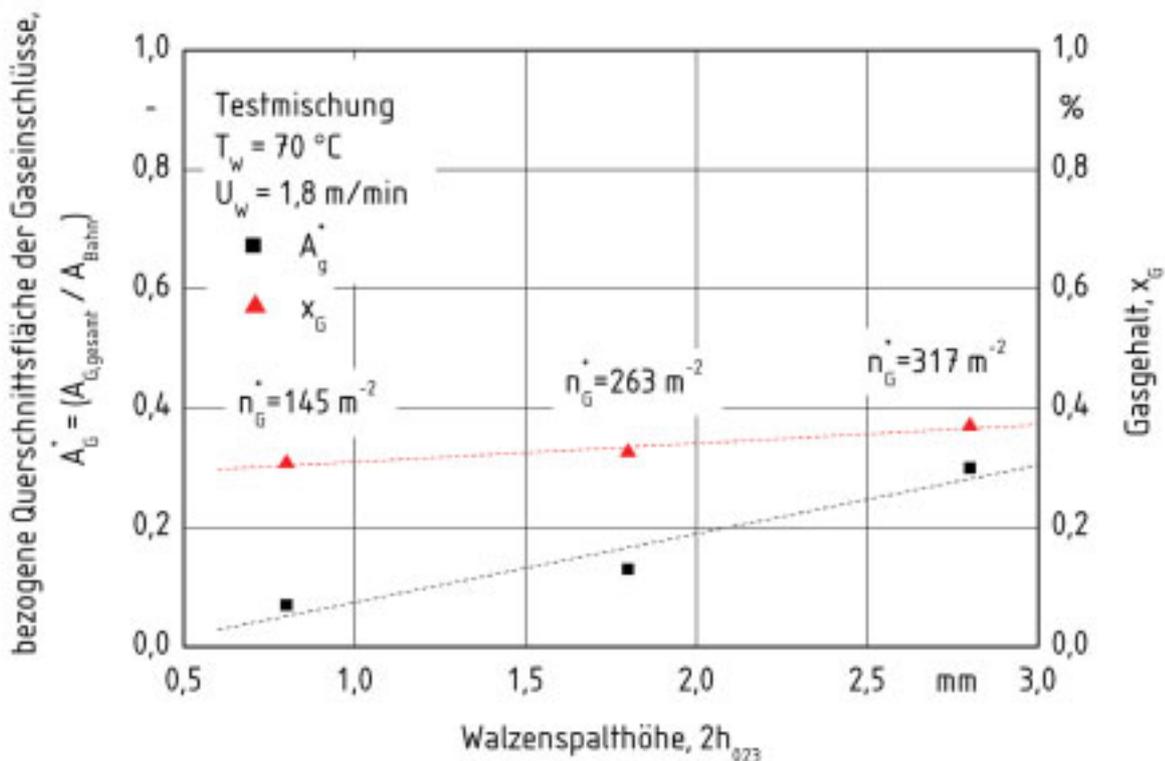


Bild 4.19: Gasgehalt und bezogene Querschnittsfläche sowie Anzahl der Gaseinschlüsse pro Fläche der Gaseinschlüsse als Funktion der Walzenspalthöhe

5 EXPERIMENTELLE ERGEBNISSE

Die Eigenschaften und die Qualität der kalandrierten Kautschukbahnen hängen von den verfahrenstechnischen Parametern, die das Strömungsfeld im Kalanderspalt beeinflussen, sowie von Zusammensetzung und Herstellung der zu kalandrierenden Mischungen ab. Darüber hinaus wird die Qualität der Kautschukbahnen von den verarbeitungstechnischen Eigenschaften der Mischung beeinflusst.

Die folgenden verarbeitungstechnischen Eigenschaften der verwendeten Mischungen werden in der Arbeit berücksichtigt: Die Haftung an der Walzenoberfläche, die Vulkanisationseigenschaften, die Viskosität, die Viskoelastizität sowie die mechanischen Eigenschaften der Vulkanisate.

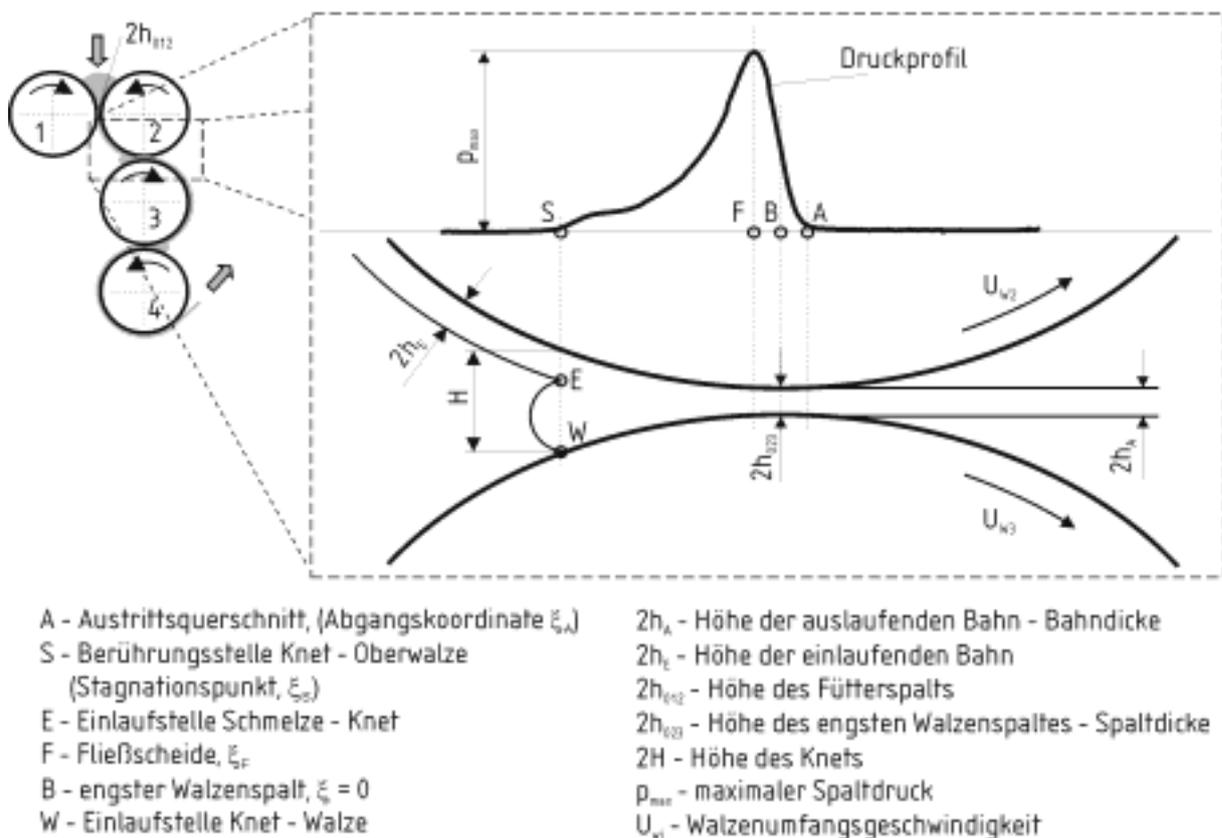


Bild 5.1: Druckverlauf (schematisch) und geometrische Verhältnisse im Walzenspalt in verwendetem Vier-Walzen-F-Kalender

In der vorliegenden Arbeit wird der Einfluss der Verfahrensparameter auf das Strömungsfeld im Kalanderspalt unter Berücksichtigung der Kneithöhe gemessen. Darüber hinaus wird der

Gasanteil in den kalandrierten Kautschukbahnen sowie die Bewegung von Gaseinschlüssen im Walzenspalt gemessen.

Hierfür werden die Walzenspaltweite, die Walzenumfangsgeschwindigkeit, die Walzentemperatur, die Spaltweite des Fütterspalts, die Friktions-Zahl, sowie die Mischungstypen und die Beschickungsart des Kalanders variiert. Außerdem werden die rheologischen Eigenschaften der Mischungen durch Zugabe von Altgummipartikeln verschiedener Größe und Mengenan- teil verändert.

Die verwendeten geometrischen Bezeichnungen sind in Bild 5.1 dargestellt. $2h_{012}$ bedeutet die Höhe des Kalandrierwalzenspaltes, der mit frischem Material beschickt wird (sog. Fütterspalt). Die Höhe des engsten Walzenspaltes ist durch $2h_{023}$ und die Knethöhe durch $2H$ gekennzeichnet. Die Dicke der, in den Walzenspalt zwischen den Walzen 2 und 3 einlaufenden Kautschukbahn wird als $2h_E$ und der auslaufenden als $2h_A$ bezeichnet. Der Durchmesser der vier Kalandrierwalzen D_i ist gleich und wird in Folgendem als D gekennzeichnet. Die Umfangsgeschwindigkeit der Walzen U_1 und U_2 ist konstant. Die Walzen 3 und 4 drehen sich mit stets gleicher oder größerer Umfangsgeschwindigkeit als die Walze 2. Sind alle Umfangsgeschwindigkeiten der Walzen gleich groß, so werden diese als U_W gekennzeichnet. Nach Unkrüer [5] und Luther [58] ist die Knethöhe $2H$ als Höhe des Querschnittes zwischen den Walzen 2 und 3, d.h. zwischen der Einlaufstelle: Schmelze – Knet und der Einlaufstelle: Knet – Walze, definiert. Die Temperatur der Walzen T_{W_i} ist für alle Walzen gleich und wird als T_W bezeichnet. Die Temperatur der Kautschukbahn, welche in den Walzenspalt zwischen Walzen 2 und 3 einläuft wird als T_E und die der auslaufenden als T_A gekennzeichnet. Die Breite kalandrierter Kautschukbahnen wird entsprechend als b_E und b_A bezeichnet.

Es werden folgende Kennzahlen definiert:

- die bezogene Fütterspalthöhe:

$$h_0^* = h_{023} / h_{012} \quad (5.1)$$

- die bezogene Bahndicke:

$$h_A^* = h_A / h_{023} \quad (5.2)$$

- die bezogene Breite der Kautschukbahn:

$$b^* = b_E / b_F \quad (5.3)$$

wobei die Breite b_F dem Abstand zwischen den Materialführungsbaken vor dem Walzenspalt zwischen den Walzen 1 und 2 entspricht.

5.1 Verarbeitungstechnisches Verhalten der Kautschukmischungen

Die kalandrierte Kautschukmasse haftet an den Walzenoberflächen und wird in Richtung des engsten Walzenspalts transportiert. Ein Maß für die Haftung ist die Benetzbarkeit der Walzenoberflächen, die aus Stahl bestehen, mit der Kautschukmischung. Oberflächen höherer Oberflächenenergie werden leicht durch Flüssigkeiten mit geringerer Oberflächenenergie benetzt. Die Oberflächenenergie der Walzen des verfügbaren Kalanders wird an der polierten Oberfläche gemessen. Die Walzenoberfläche, die in unmittelbarem Kontakt mit der zu kalandrierenden Mischung steht, weist eine Oberflächenenergie von 20-30 mN/m auf. In Tabelle 5.1 sind die Oberflächenenergien und deren polarer Anteil für die verwendeten Mischungen angegeben. Die Oberflächenenergien der Kautschukmischungen sind stets geringer als die der Walzenoberflächen.

Owens und Wendt [112] berechnen die Oberflächenenergie als Summe aus dispersem und polarem Anteil. Beim Kontakt von zwei Flüssigkeiten oder einer Flüssigkeit mit einem Festkörper kommt es an der Phasengrenze zur Wechselwirkung zwischen den beiden polaren und den dispersen Anteilen der Oberflächenenergie. Die Benetzbarkeit zwischen zwei im Kontakt stehenden Phasen ist am besten bei gleichem polarem Anteil gewährleistet. Der polare Anteil des Stahls beträgt $\sigma_{\text{polar}} = 4 \div 5$ mN/m. Daher gilt die Oberfläche des Stahls als eine polare Oberfläche, die durch Flüssigkeiten mit einem ähnlichen oder größeren polaren Anteil bevorzugt wird. Die Mischungen M3, M4, mit einem geringeren polaren Anteil, gelten als unpolare Mischungen. Diese können eine geringere Haftung während des Kalandrierens aufweisen, und neigen, wie in Kapitel 4.4 diskutiert, zum „Beuteln“.

Tabelle 5.1: Die Oberflächenenergie und deren polarer Anteil der untersuchten Mischungen

Mischungsbezeichnung	σ [mN/m]	σ_{polar} [mN/m]	Mischungs- Bezeichnung	σ [mN/m]	σ_{polar} [mN/m]
M1	15,41	7,86	M4	21,70	0,45
M2	23,83	11,97	M5	19,93	4,91
M3	13,04	0,95	M6	17,82	1,45

5.1.1 Vernetzung

Die am Kalandar aus den Suspensionen hergestellten Kautschukbahnen werden vulkanisiert und ihre mechanischen Eigenschaften gemessen. Die Dauer eines Vulkanisationsverfahrens wird durch die Vulkanisationszeit TC_{90} beschrieben und nach DIN 53529 [66] gemessen. Die ist eine Funktion der Temperatur und der Konzentration der reagierenden Stoffe und wird durch die Reaktionskinetik beschrieben [1]. Daher wird kein Einfluss der Größe der Altgummipartikeln auf die Vernetzung der Mischungen M1 und M2 in den entsprechenden Suspensionen festgestellt. Die Anvulkanisationszeiten TC_5 werden nicht signifikant verändert. Für die Prüftemperatur von $T = 100\text{ °C}$ ist die Anvulkanisationszeit der beiden verwendeten Mischungen stets länger als 60 min, was eine problemlose Viskositätsmessung mittels Hochdruckkapillarrheometers garantiert. In Bild 5.2 ist die Vernetzungsdichte und Vulkanisationszeit in Abhängigkeit der Konzentration der Altgummipartikeln in den untersuchten Suspensionen dargestellt. Die Vernetzungsdichte ist ein Maß für den Vernetzungsgrad und wird anhand der Drehmomentdifferenz $S_{\text{Max}} - S_{\text{Min}}$ berechnet. Im Vergleich zu den Mischungen M1 und M2 führt die steigende Konzentration der Altgummipartikeln in deren Suspensionen zum Senken der Drehmomentdifferenz, die sich über das steigende Minimaldrehmoment S_{Min} erklärt. Eine Verringerung des Mischungsanteils in einer Suspension verkürzt tendenziell die Vulkanisationszeit TC_{90} . Die Mischungen M4, M5 und M6 enthalten keine Vernetzungsmikalien. Daher liegen keine Ergebnisse aus der Vulkameterprüfung vor.

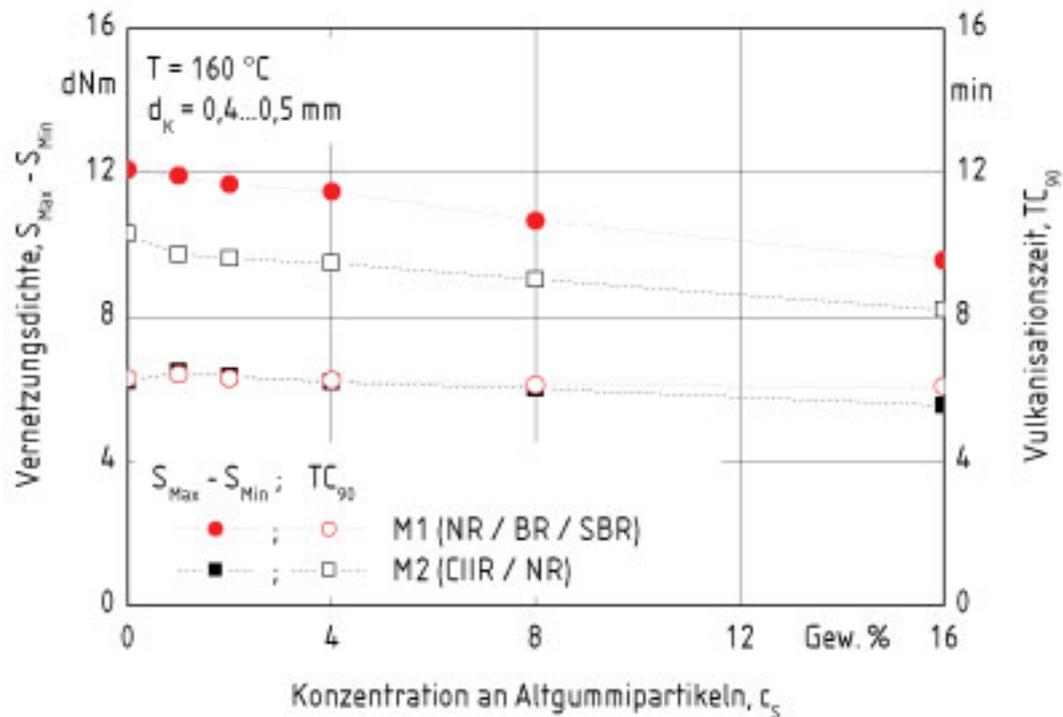


Bild 5.2: Vernetzungsdichte und Vulkanisationszeit in Abhängigkeit der Konzentration an Altgummipartikeln in den Mischungen M1 und M2 und deren Suspensionen

5.1.2 Viskosität

Die sich im Strömungsfeld des Walzenspalts einstellenden Schergeschwindigkeiten sind von den Prozessparametern abhängig. Da die untersuchten Kautschukmischungen kein Newtonsches Fließverhalten aufweisen, beeinflusst die Schergeschwindigkeit deren Viskosität. Daher ist die Kenntnis der Fließgesetze des Materials - die Abhängigkeit der Viskosität von der Schergeschwindigkeit - für die Vorhersage des verarbeitungstechnischen Verhaltens von Bedeutung.

Die Mooney-Viskosität dient als die erste Näherung für Vorhersage der Verarbeitbarkeit des Materials, obwohl sie mit konstanter Schergeschwindigkeit gemessen wird. In Bild 5.3 sind die Ergebnisse der Mooney-Viskositätsprüfung, nach DIN 53523 [67], für die Mischungen M1 und M2 und deren Suspensionen als Funktion der Konzentration der Altgummipartikeln mit deren Größe als Parameter dargestellt. Die Materialprobe für diese Prüfung wird nach dem Aufwärmen des Materials unmittelbar vor dem Kalandrieren entnommen. Damit wird der Zustand des Materials direkt vor dem Beschicken des Kalanders gemessen. Für beide Ma-

terialien steigt die Mooney-Viskosität annähernd linear mit der Konzentration an Altgummi-
partikeln. Ein Einfluss der Partikelgröße auf die Mooney-Viskositäten der Suspensionen ist
im Rahmen des Messfehlers ± 2 ME nicht erkennbar. Die Mooney-Viskositäten ML(1+4)100
der Mischungen M4, M5 und M6 betragen 35,4 ME, 44,4 ME bzw. 62,1 ME.

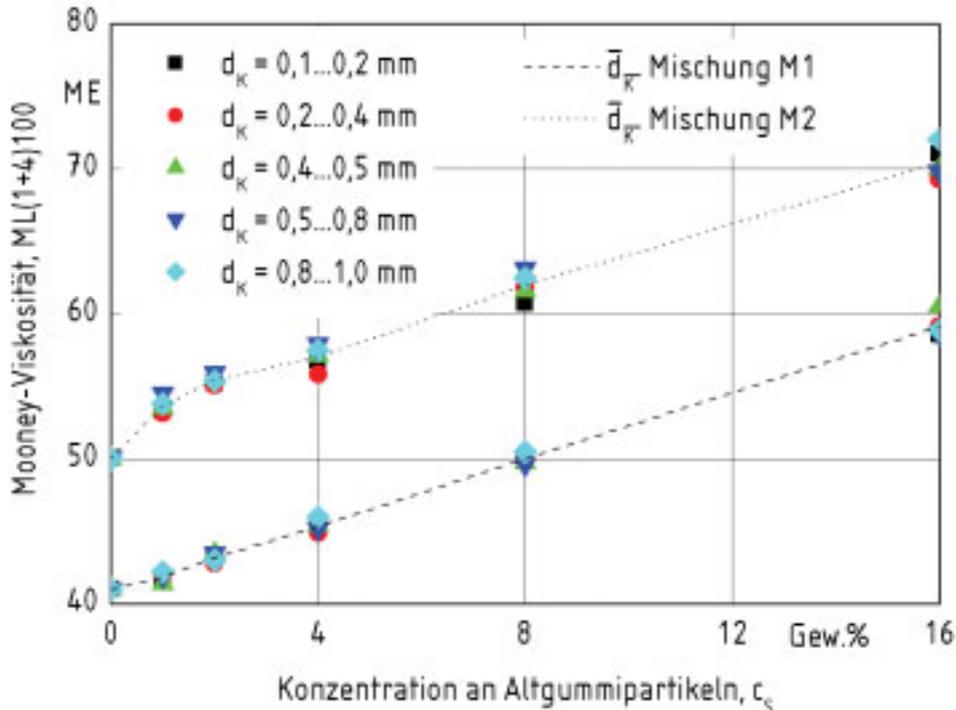


Bild 5.3: Mooney-Viskosität der Mischungen M1 und M2 und deren Suspensionen in Abhängigkeit der Konzentration an Altgummi-Partikeln mit der Partikelgröße als Parameter

In **Bild 5.4** ist die Abhängigkeit der Viskosität der Mischungen von der Schergeschwindigkeit angegeben. Die Fließkurven haben in doppelt logarithmischer Auftragung einen linearen Verlauf in untersuchtem Bereich der Schergeschwindigkeit von $\dot{\gamma} = 0,1 \dots 1000 \text{ s}^{-1}$. Daher wird für die mathematische Beschreibung des Fließverhaltens der für nicht-Newtonsche Flüssigkeiten geeignete Potenzsatz von Ostwald und de Waele gewählt. In **Bild 5.5** ist der Konsistenzfaktor und der Fließexponent der Mischung M1 in Abhängigkeit der Konzentration der Altgummi-Partikeln mit der Partikelgröße als Parameter dargestellt. Der Konsistenzfaktor der untersuchten Suspensionen und somit auch deren Viskosität wachsen mit steigender Konzentration der Altgummi-Partikeln an. Durch Zugabe von Altgummi-Partikeln wird der Fließindex einer Suspension im Vergleich zu dem der reinen Mischung verringert. Somit werden die strukturviskosen Eigenschaften des Materials verstärkt [1]. Die Variation der Größe der Altgummi-Partikeln hat einen geringen Einfluss auf den Konsistenzfaktor und den Fließexponent einer Suspension, deshalb werden jeweils für eine Konzentration der

einer Suspension, deshalb werden jeweils für eine Konzentration der Altgummipartikeln die Mittelwerte berechnet. Diese Ergebnisse sind für die Mischung M2 in qualitativer Form repräsentativ. Der Fließexponent K und der Fließindex n der Mischungen sind für die verwendeten Versuchstemperaturen in Tabelle 5.2 angegeben.

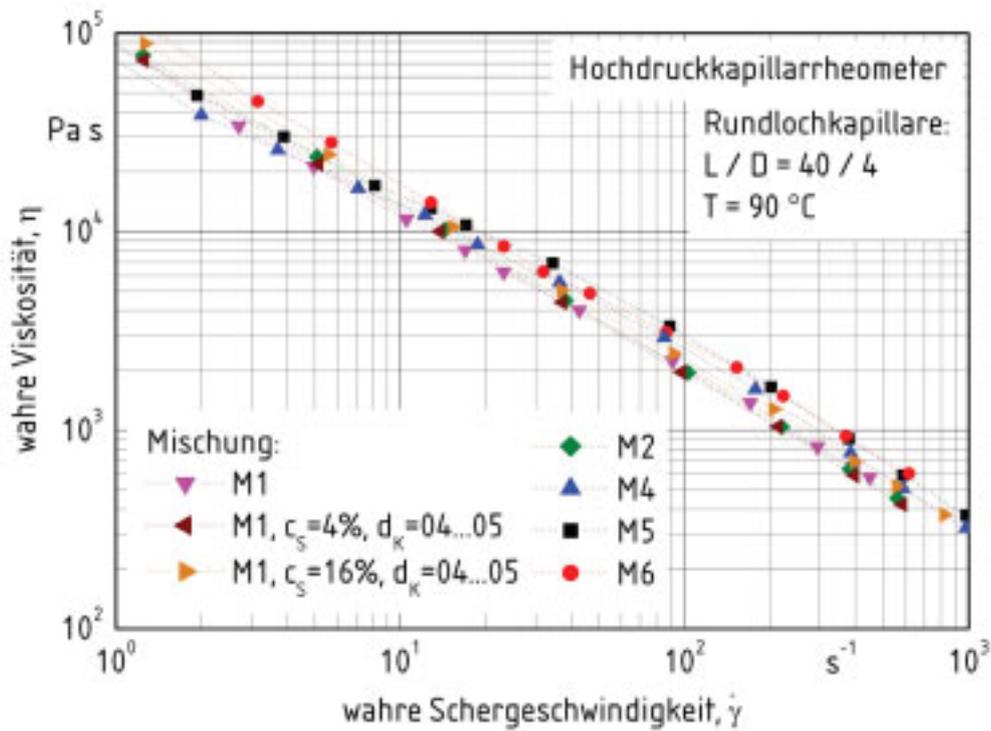


Bild 5.4: Viskosität der verfügbaren Mischungen in Abhängigkeit der Schergeschwindigkeit

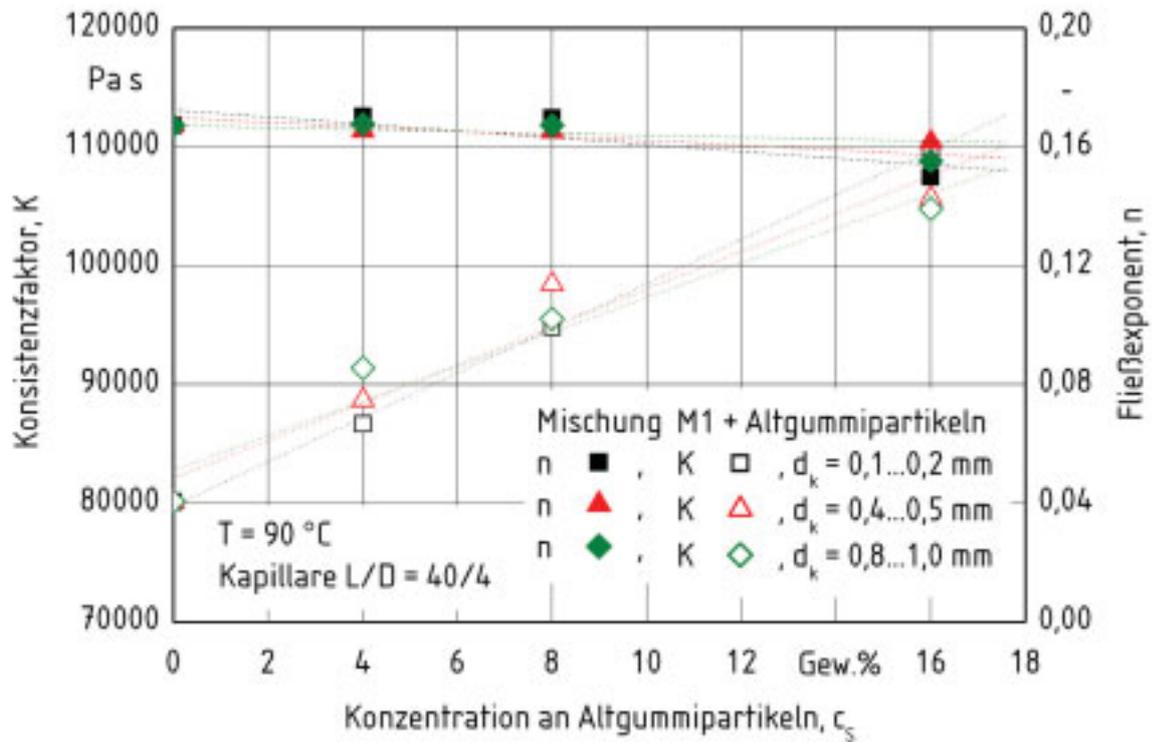


Bild 5.5: Konsistenzfaktor K und Fließindex n der Suspensionen in Abhängigkeit der Konzentration der Altgummipartikeln mit den Partikeldurchmesser als Parameter, Mischung M1

Tabelle 5.2: Konsistenzfaktoren und Fließexponenten nach Ostwald und de Waele für die untersuchten Mischungen

Mischungsbezeichnung	K [Pa s ⁿ]				n [-]
	50	70	80	90	
Temperatur, T [°C]					
M1	125807	101767	-	80132	0,167
M1 + 4% AGP	139603	112927	-	88919	0,168
M1 + 8% AGP	151124	122246	-	96257	0,167
M1 + 16% AGP	167620	135591	-	106764	0,155
M2	151101	119562	-	94143	0,162
M2 + 4% AGP 0,4...0,5	172500	129630	-	102071	0,153
M2 + 8% AGP 0,4...0,5	183342	137778	-	108486	0,151
M2 + 16% AGP 0,4...0,5	198760	149364	-	117610	0,150
M3	-	-	91432	80865	0,211
M4	-	-	86338	76716	0,230
M5	-	-	97496	91601	0,225
M6	-	-	128510	121737	0,174

5.1.3 Viskoelastizität

Der Verlustfaktor $\text{tg}\delta$ beschreibt das Verhältnis zwischen dem Verlustmodul G'' und dem Speichermodul G' :

$$\text{tg}\delta = G'' / G' . \quad (5.4)$$

Ist das Verhältnis gleich $\text{tg}\delta = 1$, weist die untersuchte Flüssigkeit in etwa gleiche viskose und elastische Eigenschaften auf. Mit steigenden elastischen Eigenschaften nimmt die elastische Komponente G' zu und das Verhältnis $\text{tg}\delta$ wird kleiner als 1. Für Flüssigkeiten mit überwiegend viskosen Anteilen wird das Verhältnis größer als 1. In Bild 5.6 ist der Verlustfaktor der Mischungen M4, M5 und M6 in Abhängigkeit der Frequenz dargestellt. Die untersuchten Mischungen weisen im gemessenen Frequenzbereich elastische Eigenschaften mit geringen viskosen Anteilen auf. Der Frequenzbereich von 10 bis 1000 Hz entspricht dem Schergeschwindigkeitsbereich, der während des Kalandrierens im Kalanderspalt anzutreffen ist. In diesem Schergeschwindigkeitsbereich ist die viskose Komponente G'' der Mischungen M4, M5 und M6 niedriger als die elastische Komponente G' . Dabei hat die Mischung M5 den kleinsten viskosen Anteil und die Mischung M6 den größten. Die viskoelastischen Eigenschaften der Mischungen M1, M2 und M3 werden wegen ihres Gehalts an Vernetzungsmikalien nicht untersucht, da während der Messung die Gefahr der Anvernetzung besteht.

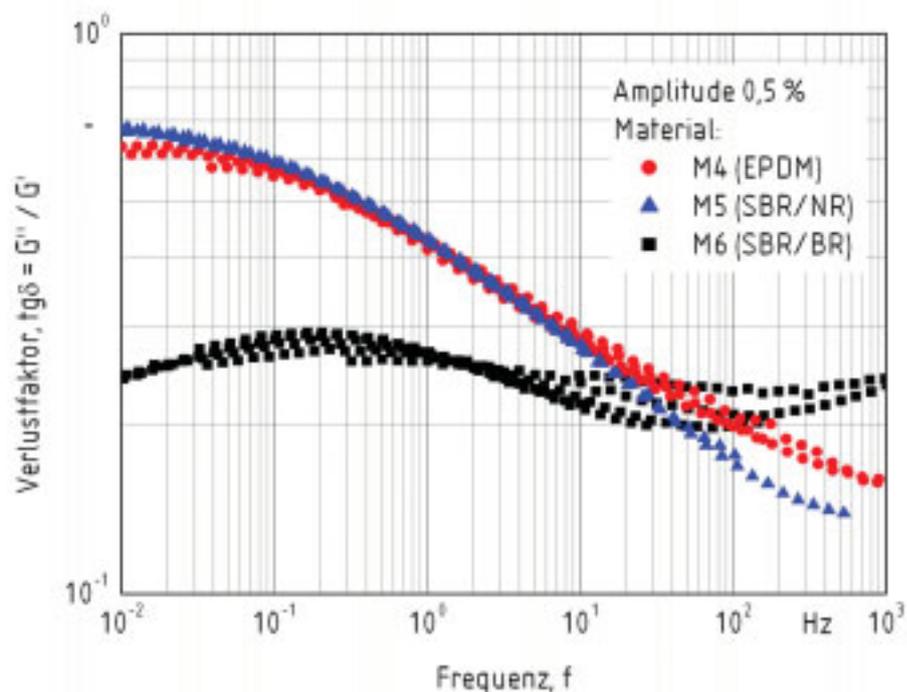


Bild 5.6: Verlustfaktor der Mischung M4, M5 und M6 in Abhängigkeit der Frequenz

5.1.4 Quasistatische mechanische Eigenschaften

Das Werkstoffverhalten wird unter Zugbeanspruchung mittels des Zugdehnungsversuches nach DIN 51221 [70] beurteilt und in Abhängigkeit der Konzentration an Altgummipartikeln in Bild 5.7 dargestellt. Die Reißfestigkeit und die Reißdehnung der Mischung M1 sind stets größer als die ihrer Suspensionen. Die Altgummipartikeln wirken hier als ein inaktiver Füllstoff. Im Querschnitt einer Zugdehnungsprobe (Zugstab S2) ist mit steigender Menge an Altgummipartikeln eine abnehmende Elastomermatrix vorhanden. Diese führt zur Verringerung der Dehnungseigenschaften. Dieses Verhalten beobachten auch Heckel, Arnold und Graab [13] im Rahmen ihrer experimentellen Arbeiten.

Im Gegensatz zu ihren Beobachtungen, ist der Abfall der Reißfestigkeit und der Reißdehnung schon oberhalb der Konzentration an Altgummipartikeln von $c_s = 1$ Gew.% zu erkennen. Er fällt jeweils ca. 10% geringer aus als in den mechanischen Eigenschaften der Mischung M1.

Der Einfluss der Größe der Altgummipartikeln auf mechanische Eigenschaften des Materials ist zu erkennen. Das Steigern der Partikelgröße in Suspensionen mit konstanter Konzentration an Altgummipartikeln führt zum Senken der Reißfestigkeit und der Reißdehnung der hergestellten Zugdehnungsproben. Die in Bild 5.7 dargestellten Ergebnisse sind qualitativ auch für Suspensionen repräsentativ, die auf Basis der Mischung M2 hergestellt sind.

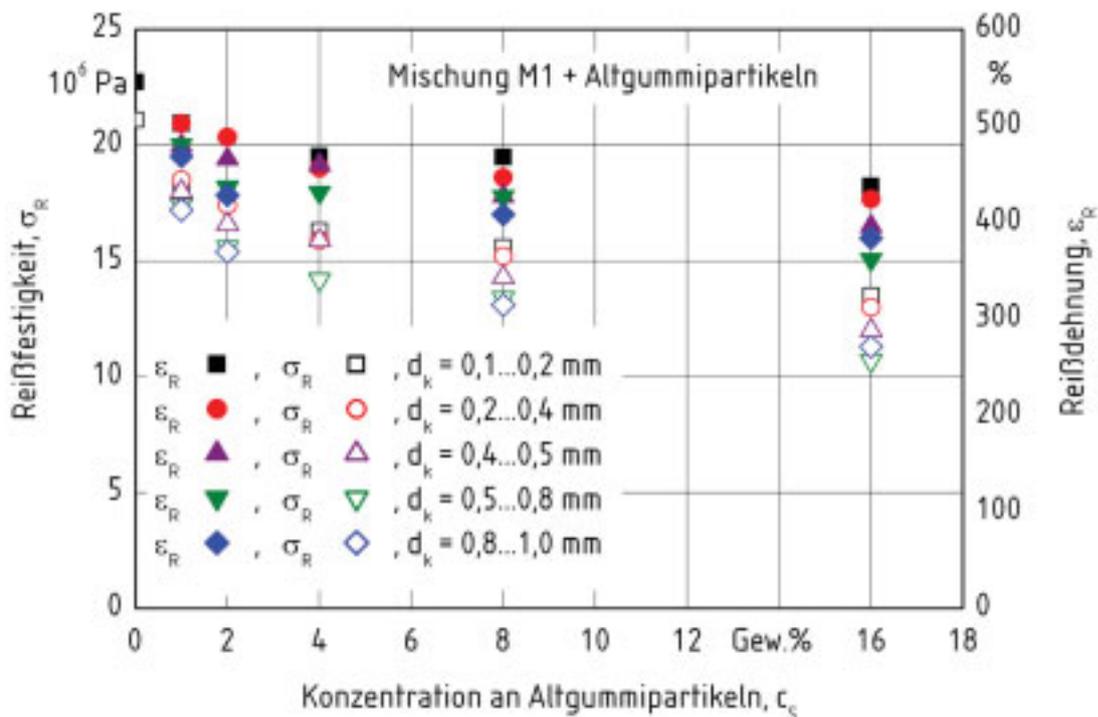


Bild 5.7: Reißdehnung und Reißfestigkeit in Abhängigkeit der Konzentration an Altgummipartikeln mit der Partikelgröße als Parameter, Mischung M1 (NR/BR/SBR)

5.2 Druckfeld im Kalanderspalt

Das sich im Walzenspalt einstellende Druckfeld ist von den Verfahrensparametern abhängig. Die Anzahl der Gaseinschlüsse und die Oberflächengüte der kalandrierten Bahn hängen vom maximalen Druck im Walzenspalt ab. Dies wurde von Bourgeois und Agassant [8] für das Kalandrieren von PVC-Folien beobachtet. In Folgendem wird der Zusammenhang zwischen dem Druckfeld und dem Einschluss von Gasblasen während des Kalandrierens von Kautschuk gemessen.

5.2.1 Einfluss der Kalandersbeschildung

Die zu kalandrierenden Kautschukmischungen werden, wie in Kapitel 4.4 beschrieben, nach unterschiedlichen Verfahren erwärmt und dem Kalander zugeführt. Röthemeyer [1], Kopsch [3] und Kohlert [9] weisen darauf hin, dass die Art der Kalanderswalzenbeschildung einen Einfluss auf die Qualität der Kautschukerzeugnisse hat. In Bild 5.8 ist der maximale Druck im Kalanderspalt für die Mischungen M1 und M2 in Abhängigkeit der Spalthöhe $2h_{023}$, mit der Beschickungsart des Kalanders als Parameter dargestellt. Der maximale Druck ist im Kalanderspalt von der Beschickungsart des Kalanders unabhängig.

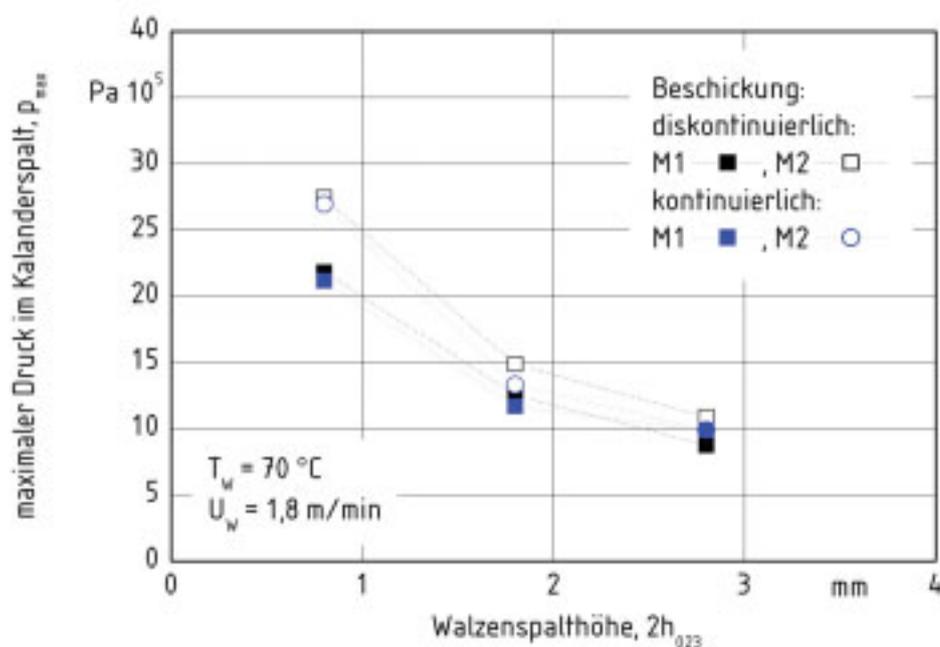


Bild 5.8: Maximaler Spaltdruck in Abhängigkeit der Spalthöhe mit der Beschickungsart des Kalanders als Parameter

5.2.2 Einfluss der Walzenspalthöhe

Die Höhe des Walzenspalts im Kalandrierer bestimmt die gewünschte Dicke kalandrierter Kautschukbahnen. In [Bild 5.9](#) sind die maximalen Drücke der Mischungen M1 und M2 in Abhängigkeit der Spalthöhe $2h_{023}$ und der Walzentemperatur T_W als Parameter angegeben. Für konstant eingestellte Verfahrensparameter wird der Einfluss der Walzenspalthöhe $2h_{023}$ auf das Druckmaximum sowie auf das gesamte Druckprofil deutlich. Der maximale Druck wird im Kalenderspalt durch die Viskosität der im Walzenspalt befindlichen Mischung beeinflusst. Daher ist für die gleiche Walzenspalthöhe, aufgrund des Viskositätsunterschieds, der maximale Spaltdruck für die Mischung M2 stets höher als für die Mischung M1.

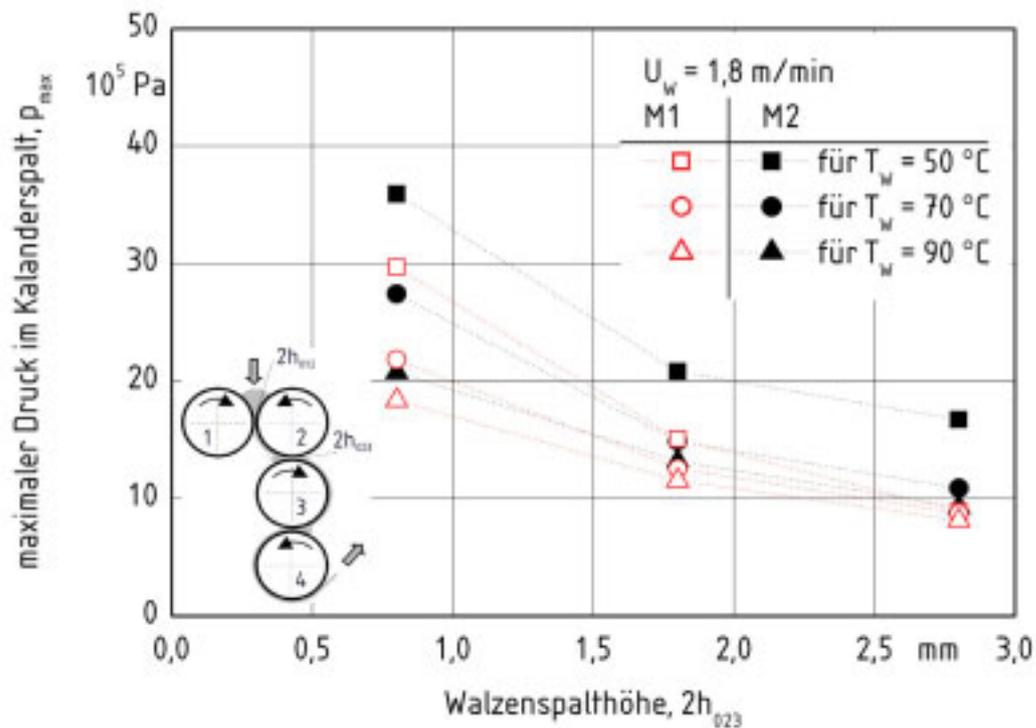


Bild 5.9: Maximaler Druck in Abhängigkeit der Spalthöhe mit der Walzentemperatur als Parameter, Mischung M1 und M2

In [Bild 5.10](#) sind die Druckprofile der Mischung M1 für die Walzentemperatur von $T_W = 70\text{ °C}$ und die Walzenumfangsgeschwindigkeit von $U_W = 1,8\text{ m/min}$ mit der Spalthöhe $2h_{023}$ als Parameter dargestellt. Die Profile sind über dem Drehwinkel in Förderrichtung der Walze 2 aufgetragen. Der Winkel $\phi = 180\text{ °}$ entspricht der engsten Stelle zwischen den Walzen 2 und 3 (vgl. [Bild 4.5](#)). Die Verringerung der Spalthöhe und gleichzeitig die Steigung des maximalen Spaltdruckes führen zur Verschiebung des Druckmaximums in Richtung des engsten Walzenspaltquerschnitts. Somit bewirkt die Verringerung der Walzenspalthöhe von

$2h_{023} = 1,8$ mm auf $0,3$ mm die Verschiebung um 3 mm in die Richtung des engsten Walzenspalts. Qualitative ähnliche Ergebnisse erzielt Unkrüer [5] während des Kalandrierens von Folien aus Hart-PVC. Die Vergrößerung der Spalthöhe $2h_{023}$ bei konstanter bezogener Spalthöhe $h_0^* = 0,8$ führt zur Vergrößerung der Knethöhe. Der Spaltdruck wirkt länger auf das zu kalandrierende Material.

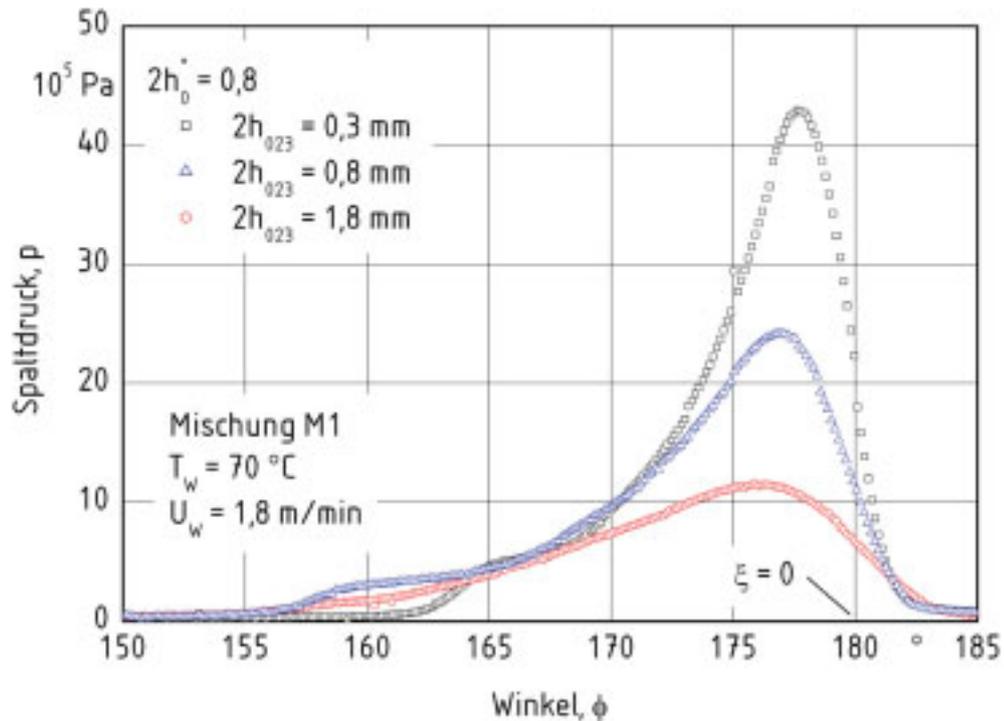


Bild 5.10: Druckprofile in Walzrichtung für verschiedene Walzenspalthöhe für die konstante bezogene Spalthöhe h_0^*

5.2.3 Einfluss der Viskosität

Das Einmischen von Altgummipartikeln in die Mischungen M1 und M2 führt, im Vergleich zur reinen Mischung, zum Anstieg der Viskosität der Suspension. Eine Mischung wird dementsprechend mit steigender Konzentration der beigemischten Partikeln, viskoser, vgl. [Tabelle 5.2](#). In [Bild 5.11](#) sind die maximalen Spaltdrücke in Abhängigkeit der Konzentration an Altgummipartikeln in der Mischung M1 mit der Spalthöhe $2h_{023}$ als Parameter dargestellt.

Der maximale Druck im Walzenspalt steigt infolge erhöhter Suspensionsviskosität an. Das Beimischen von Altgummipartikeln führt zur Steigerung des maximalen Spaltdrucks um ma-

ximal 20%, gegenüber der Mischung M1 und deren Suspension mit der Konzentration $c_s = 16$ Gew.% an Altgummipartikeln. Ähnlich den gemessenen Viskositäten hat die Größe der Altgummipartikeln keinen signifikanten Einfluss auf den Spaltdruck.

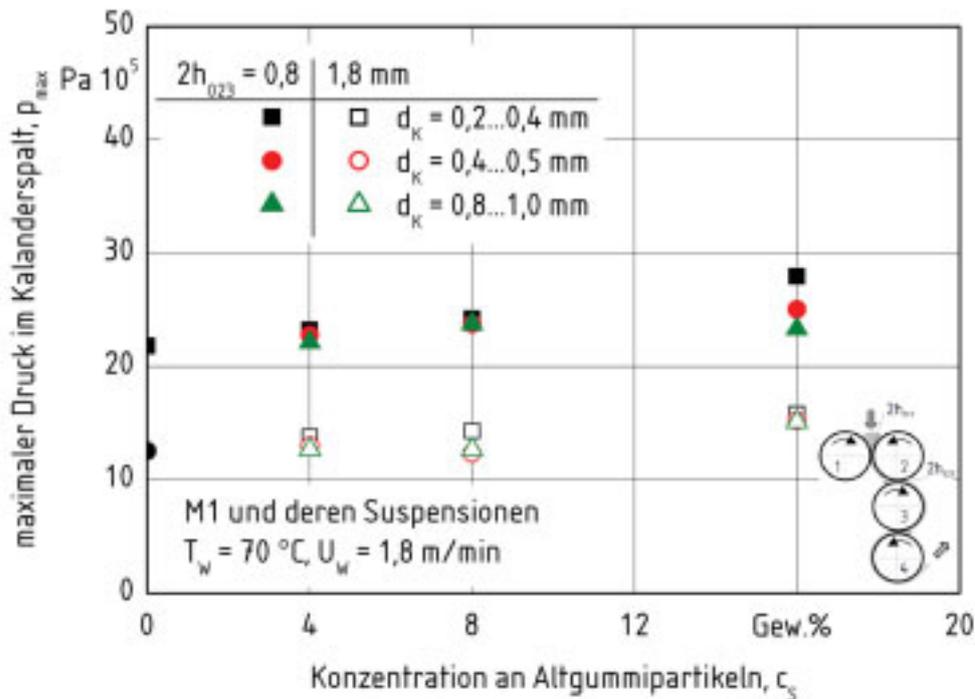


Bild 5.11: Maximaler Spaltdruck in Abhängigkeit der Konzentration an Altgummipartikeln mit der Walzenspalthöhe und Größe der Partikeln als Parameter, Mischung M1

In **Bild 5.12** sind die dimensionslosen Koordinaten des Stagnationspunkts sowie der Fließschneide für die Mischung M1 und deren Suspensionen dargestellt. Mit erhöhter Viskosität einer Suspension verschiebt sich die Koordinate der Fließschneide sowie die des Stagnationspunkts vom engsten Walzenspalt entgegen der Richtung der mittleren Strömungsgeschwindigkeit.

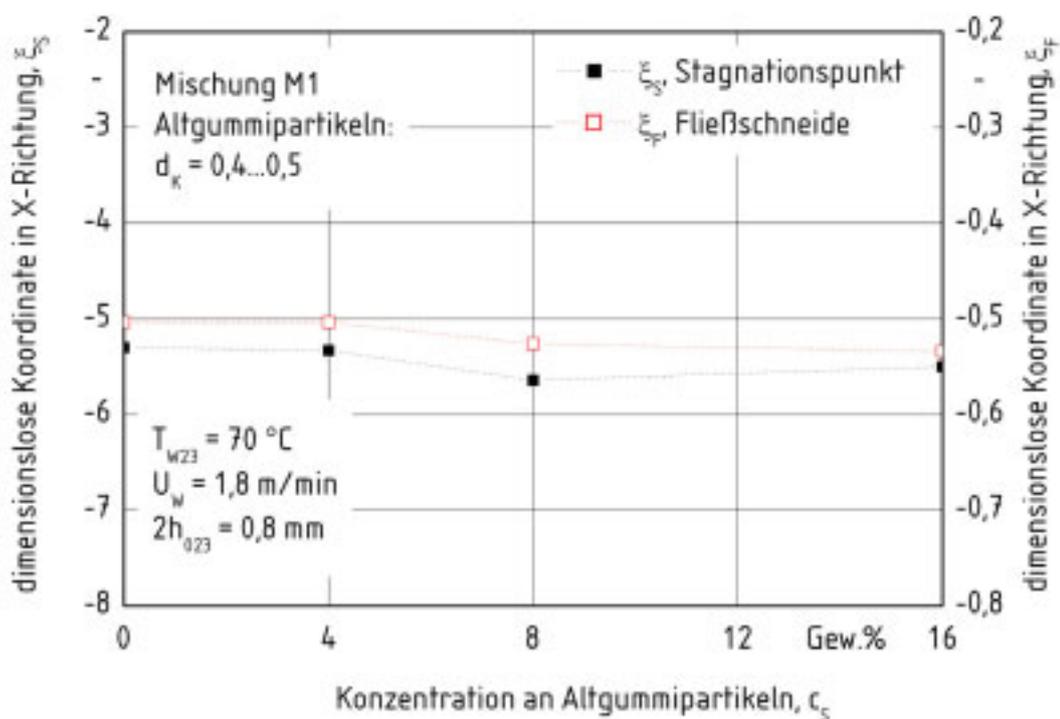


Bild 5.12: Dimensionslose Koordinaten des Abgangspunktes, der Fließschneide und des Stagnationspunkts als Funktion der Konzentration an Altgummipartikeln in der Suspensionen der Mischung M1

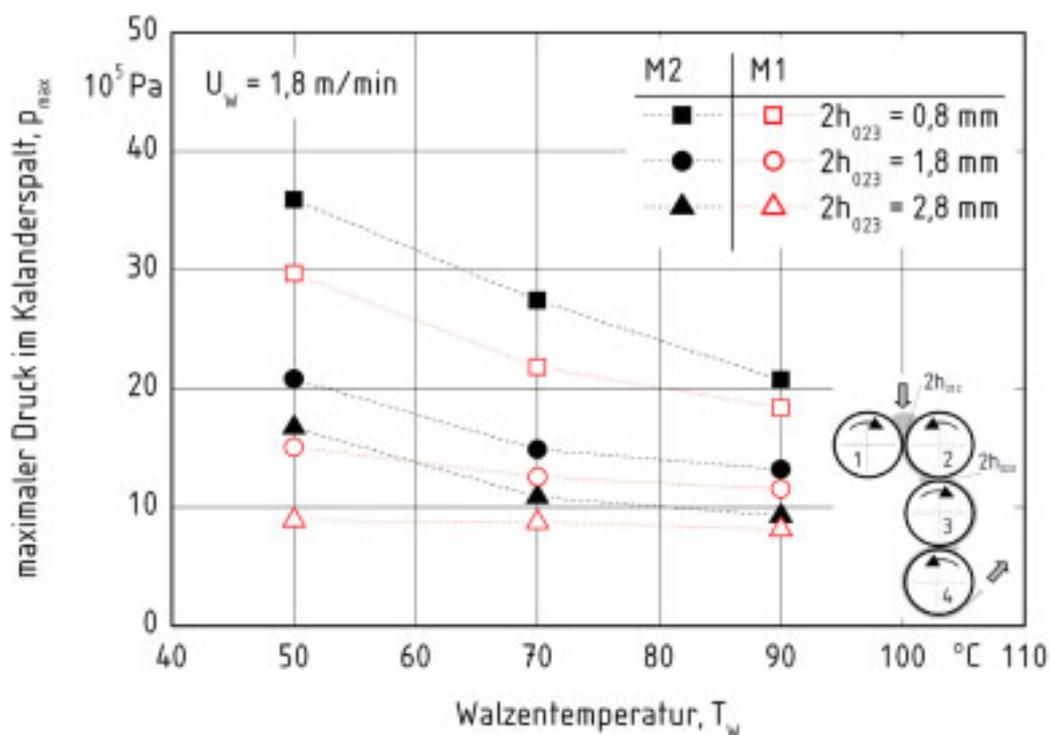
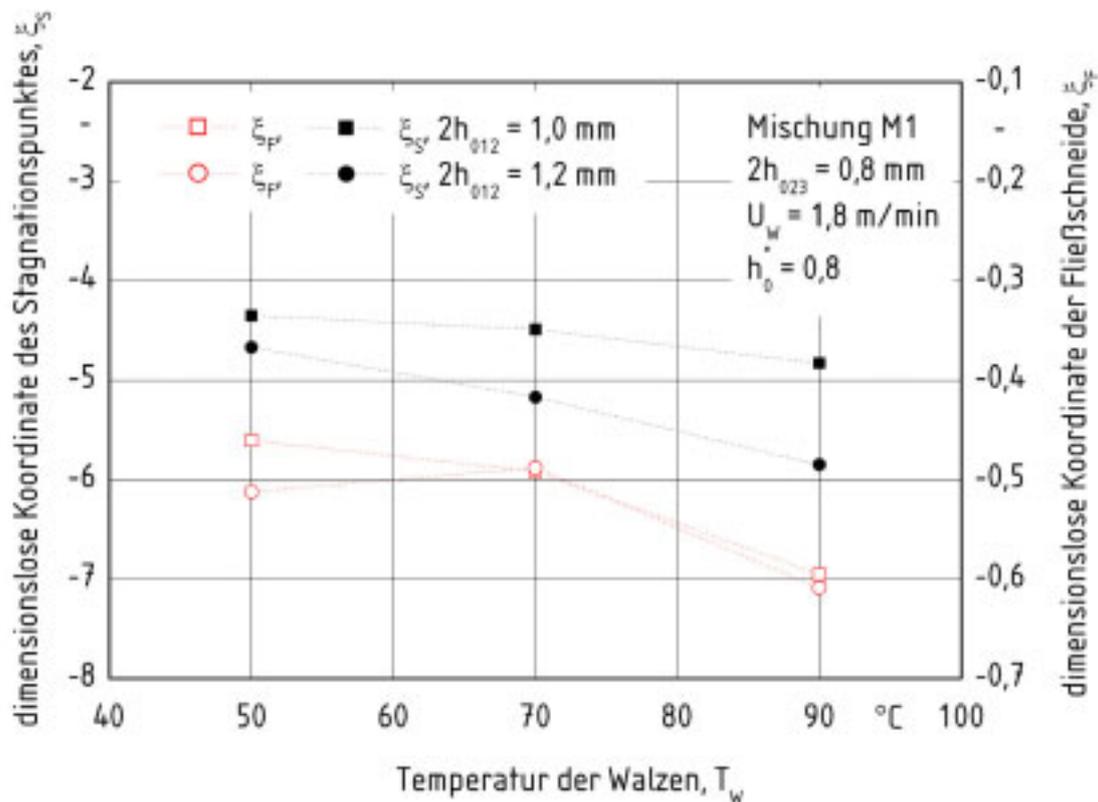


Bild 5.13: Maximaler Spaltdruck in Abhängigkeit der Walzentemperatur mit der Walzen-spalthöhe als Parameter, Mischung M1 und M2

Die Walzentemperatur ist ein Verfahrensparameter, der die Qualität der kalandrierten Kautschukbahnen, z.B. Fremdklebrigkeit, infolge der Viskositätsänderung [1] beeinflusst. In [Bild 5.13](#) sind die maximalen Spaltdrücke der Mischungen M1 und M2 in Abhängigkeit der Walzentemperatur mit der Spalthöhe als Parameter dargestellt. Die Umfangsgeschwindigkeit der Walzen beträgt $U_w = 1,8$ m/min und ist konstant. Die Steigung der Walzentemperatur führt zur Reduktion der Viskosität der Kautschukmischungen. Dem zufolge sinkt der maximale Spaltdruck annähernd linear.

Gleichzeitig wird das Druckmaximum vom engsten Walzenspalt entgegen der Strömungsrichtung verschoben, so dass der Betrag der dimensionslosen Koordinate der Fließschneide ξ_F mit steigender Temperatur der Walzen T_w zunimmt. Dieser Zusammenhang ist in [Bild 5.14](#) zu erkennen. Die Änderung der Temperatur von $T_w = 50$ °C auf 90 °C (für $h_{012} = 1,0$ mm) führt zur Verschiebung der Fließschneide von $\xi_F = -0,46$ auf $\xi_F = -0,59$, was der Verschiebung des Druckmaximums um 1,13 mm in die Richtung des Einzugsbereiches der Walzen entspricht. Der Betrag der Koordinate des Stagnationspunktes nimmt ebenfalls zu, so dass die Knethöhe mit der steigenden Walzentemperatur ansteigt. Dies wird im Kapitel 5.2.8 erläutert.



[Bild 5.14](#): Dimensionslose Koordinaten des Abgangspunktes, der Fließschneide und des Stagnationspunktes als Funktion der Temperatur der Walzen mit der Spalthöhe $2h_{023} = 0,8$ mm, Mischung M1

Die Änderung der Konzentration an Altgummipartikeln von $c_S = 0$ Gew.% auf 16 Gew.% in der Mischung M1 bewirkt eine ähnliche Steigung der Viskosität, wie die Verringerung der Walzentemperatur von $T_W = 90^\circ\text{C}$ auf 50°C , vgl. Tabelle 5.2. Wobei die Variation der Walzentemperatur hier deutlicher auf die Änderung des Spaltdruckes wirkt, als das Einmischen von Altgummipartikeln.

5.2.4 Einfluss der Spalthöhe des Fütterspalts

Die Einstellung der Spalthöhe des Fütterspalts zusammen mit der Breite der Materialführungsbacken sowie der Umfangsgeschwindigkeit der Walzen bestimmt den Massenstrom im Kalander. In Bild 5.15 sind die dimensionslosen Koordinaten des Stagnationspunktes ξ_S und der Fließschneide ξ_F in Abhängigkeit der bezogenen Fütterspalthöhe h_0^* dargestellt. Die Koordinate des Stagnationspunktes wird für eine konstante Spalthöhe $2h_{023}$ mit steigender Höhe des Fütterspalts vom engsten Spalt weg verschoben. Die Knethöhe wächst. Gleichzeitig tritt eine tendenzielle Verschiebung der dimensionslosen Koordinate der Fließschneide in die Richtung des Einzugsbereiches der Kalandervalzen auf.

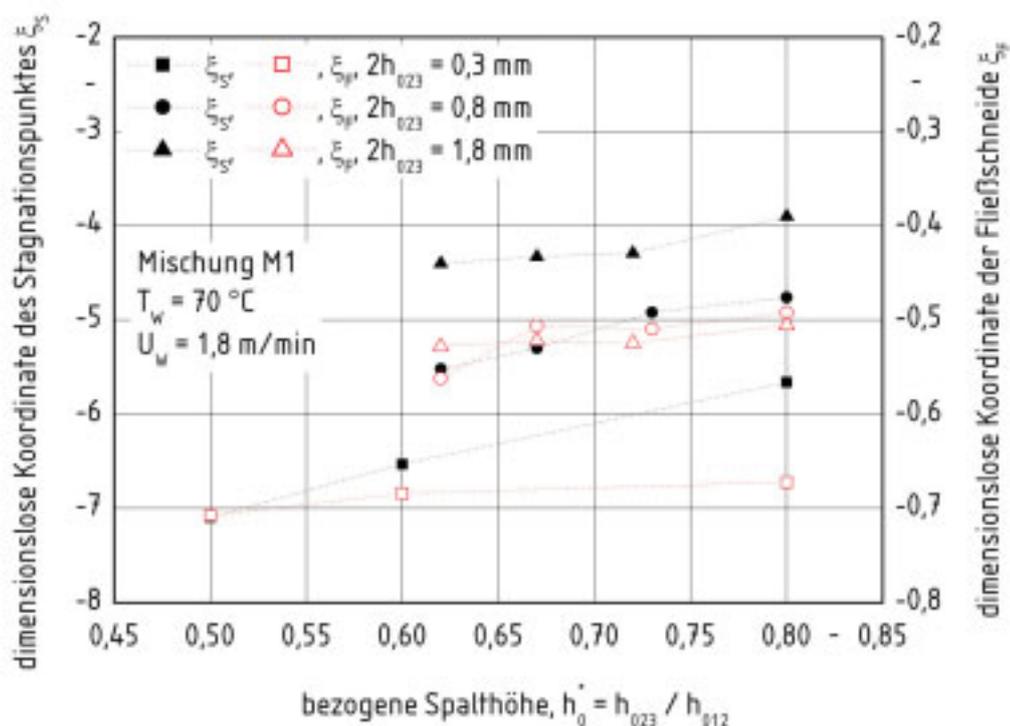


Bild 5.15: Dimensionslose Koordinate des Stagnationspunktes und der Fließschneide in Abhängigkeit der bezogenen Spalthöhe

In Bild 5.16 ist der maximale Spaltdruck p_{\max} im Spalt zwischen den Walzen 2 und 3 in Abhängigkeit der bezogenen Spalthöhe mit der Walzenspalthöhe als Parameter dargestellt. Mit zunehmender Knethöhe nimmt der maximale Spaltdruck ab. Ein starker Einfluss ist für die Walzenspalthöhe $2h_{023} = 0,3 \text{ mm}$ zu erkennen. Vermutlich ist die Gesamtabkühlung für große Kneten geringer als für kleinere und dadurch ist die Viskosität der Kautschukmasse niedriger. Die niedrig viskosen Mischungen werden mit kleineren Drücken ausgeformt.

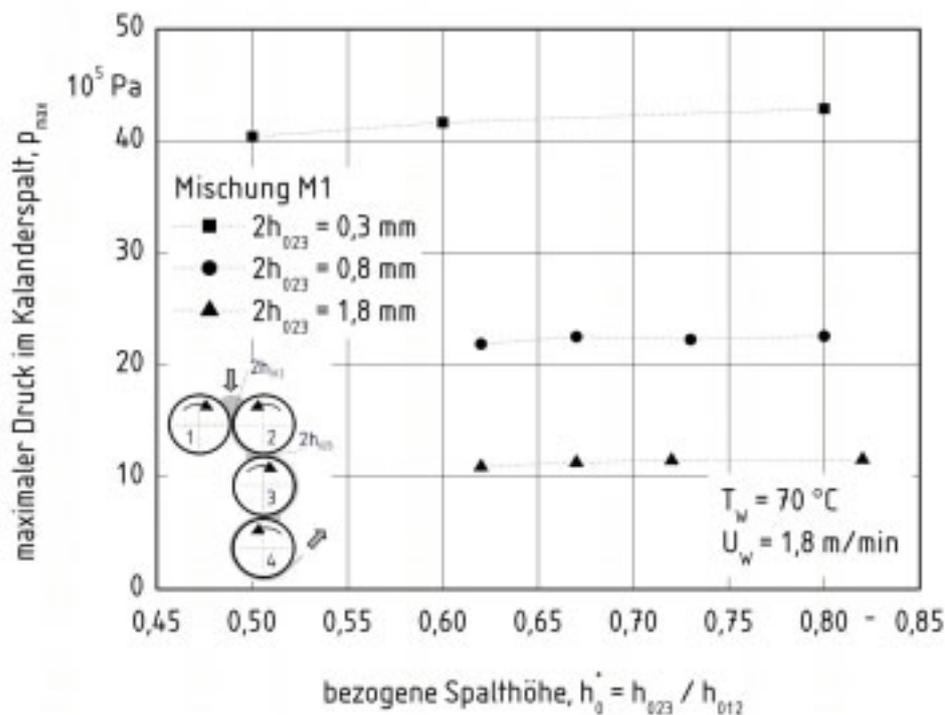


Bild 5.16: Maximaler Spaltdruck in Abhängigkeit der bezogenen Spalthöhe mit der Walzenspalthöhe als Parameter

5.2.5 Einfluss der Walzenumfangsgeschwindigkeit

Die Produktionskapazität eines Kalenders wird durch die Walzengeschwindigkeit bestimmt. Die Erhöhung der Walzenumfangsgeschwindigkeit bewirkt, infolge der Schererwärmung, auch eine erhöhte Energiedissipation. Diese führt zur Steigerung der Temperatur in der Kautschukmasse im Kalenderspalt, was sehr oft einen negativen Einfluss auf die Qualität kalandrierter Kautschukbahnen hat [1-3].

In Bild 5.17 sind die maximalen Spaltdrücke der Mischungen M1 und M2 in Abhängigkeit der Walzenumfangsgeschwindigkeit mit der Spalthöhe als Parameter dargestellt. Die Tempe-

ratur der Walzen bleibt konstant und beträgt $T_w = 70 \text{ }^\circ\text{C}$. Der maximale Druck im Kalanderspalt nimmt mit steigender Walzenumfangsgeschwindigkeit zu. Der Viskositätsunterschied zwischen beiden Mischungen trägt dazu bei, dass die maximalen Drücke für die Mischung M2 stets höher sind als für die Mischung M1.

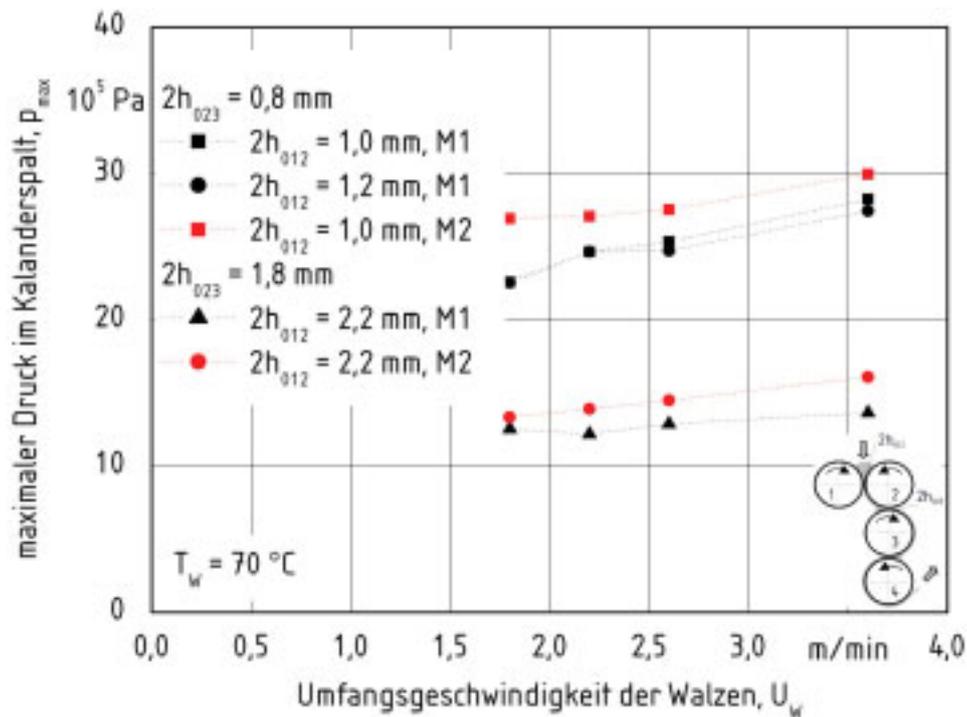


Bild 5.17: Maximaler Druck in Abhängigkeit der Walzenumfangsgeschwindigkeit mit der Walzenspalhöhe als Parameter, Mischung M1 und M2

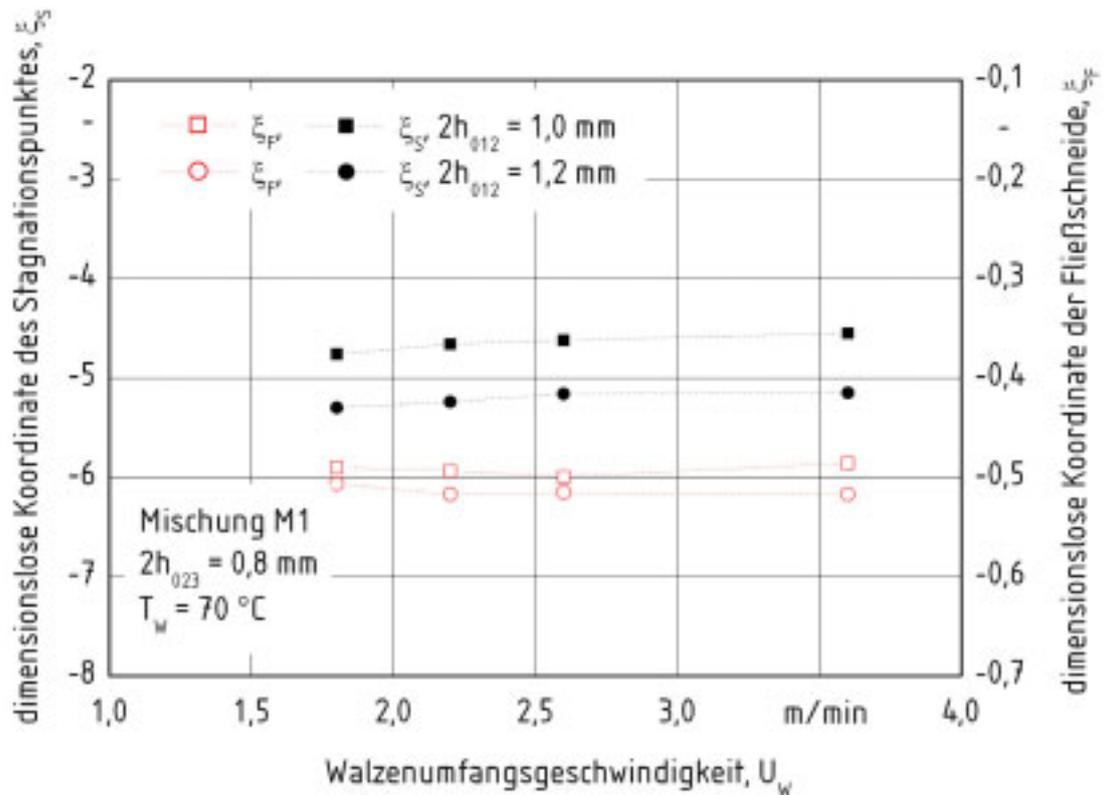


Bild 5.18: Dimensionslose Koordinate des Stagnationspunktes und der Fließscheide in Abhängigkeit der Walzenumfangsgeschwindigkeit für Mischung M1 und M2

In Bild 5.18 sind die dimensionslosen Koordinaten der Stagnationspunkte ξ_S und der Fließschneiden ξ_F in Abhängigkeit der Walzenumfangsgeschwindigkeit mit der Walzenspalthöhe als Parameter für die Mischungen M1 und M2 dargestellt. Es ist kein Einfluss der Walzenumfangsgeschwindigkeit auf die Koordinaten des Stagnationspunktes, die der Kneithöhe entspricht, zu erkennen. Dieser Zusammenhang wird von Brazinsky et al. [30] mit Hilfe der Schmierfilmtheorie sowie von Luther [58] an Hand der numerischen Berechnungen für die nicht-Newtonschen Flüssigkeiten bestätigt. Die Walzenumfangsgeschwindigkeit beeinflusst im untersuchten Bereich die Koordinate der Fließscheide nicht.

5.2.6 Einfluss der Friktion

Dank eines eigenen Antriebs können in modernen Kalandern zwei benachbarte Walzen mit gleicher oder unterschiedlicher Umfangsgeschwindigkeit angetrieben werden. Das Geschwin-

digkeitsverhältnis zweier benachbarter Walzen wird als Friktion bezeichnet und ist wie folgt definiert:

$$f = U_{w_{i+1}} / U_{w_i} \quad (5.5)$$

Die Friktion steigert das Vermischen durch zunehmende Verdichtung und Scherung des Materials. Die unterschiedliche Materialeinzugsgeschwindigkeit trägt dabei zur Erhöhung der Drehzahl des Knets, der sich auf dem Walzenspalt befindet, bei. Dadurch wird die Homogenität der Mischung verbessert [56]. Während der Kautschukverarbeitung am Kalandrierwerk ist das Anwenden einer Friktion zum Erzwingen des Überganges der kalandrierten Kautschukbahn von einer Walze zur anderen erforderlich. Dies erklärt sich aus der Klebrigkeit der Kautschukmasse an der sich schneller drehenden Walze [3].

Der Geschwindigkeitsunterschied der Walzen trägt zur zusätzlichen Erwärmung bei, die infolge der erhöhten Scherung der durch Walzenspalt geförderten Kautschukmasse verursacht wird. Aufgrund der Friktion erhöht sich die Schergeschwindigkeit im Kalandrierspalt. Die beiden Effekte erniedrigen die Viskosität der strukturviskosen Polymerschmelzen. Darüber hinaus wird das Fördern der Kautschukmasse in Transportrichtung der Walze begünstigt. Dies hat zur Folge, dass sich der Druck im Spalt trotz steigender Verdichtung der Kautschukmasse nur wenig ändert [50].

In Bild 5.19 sind die maximalen Spaltdrücke der Mischung M1 in Abhängigkeit der Friktionszahl mit der Spalthöhe als Parameter dargestellt. Die Temperatur der Kalandrierwalzen 1 bis 3 beträgt $T_w = 70 \text{ °C}$. Die Umfangsgeschwindigkeit der sich langsamer drehenden Walze beträgt $U_{w2} = 1,8 \text{ m/min}$. Anhand des Diagramms in Bild 5.19 ist zu erkennen, dass die vergrößerte Friktion im untersuchten Geschwindigkeitsbereich den Spaltdruck kaum ändert. Die dargestellten Ergebnisse sind qualitativ auch auf die Mischung M2 zu übertragen.

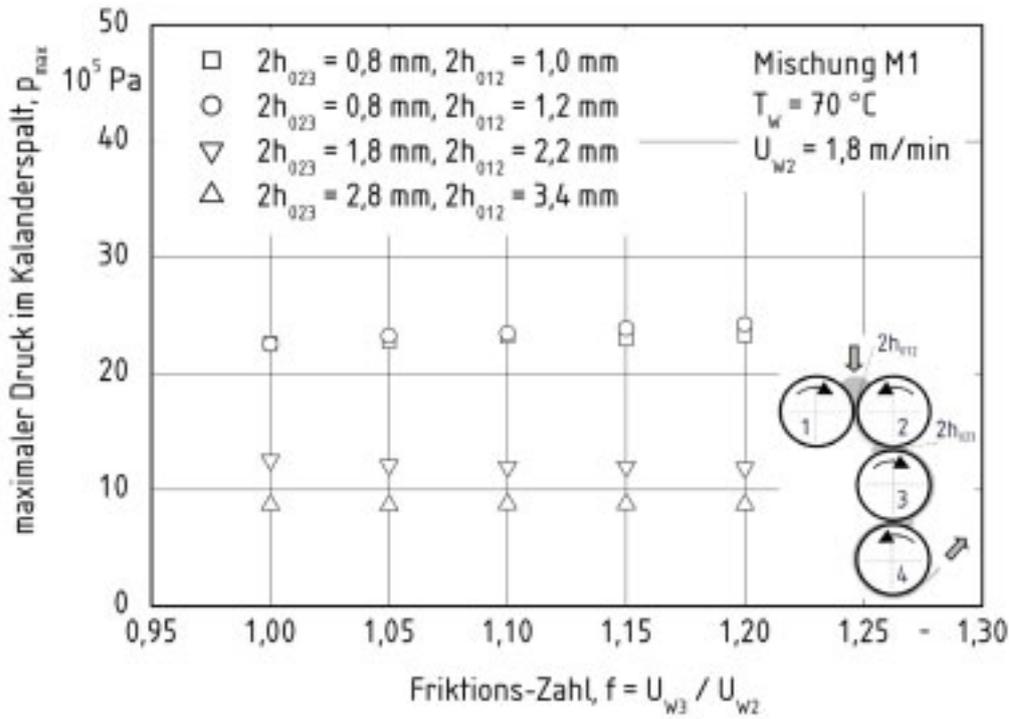


Bild 5.19: Maximaler Spaltdruck in Abhängigkeit der Friktons-Zahl mit der Walzenspalthöhe als Parameter

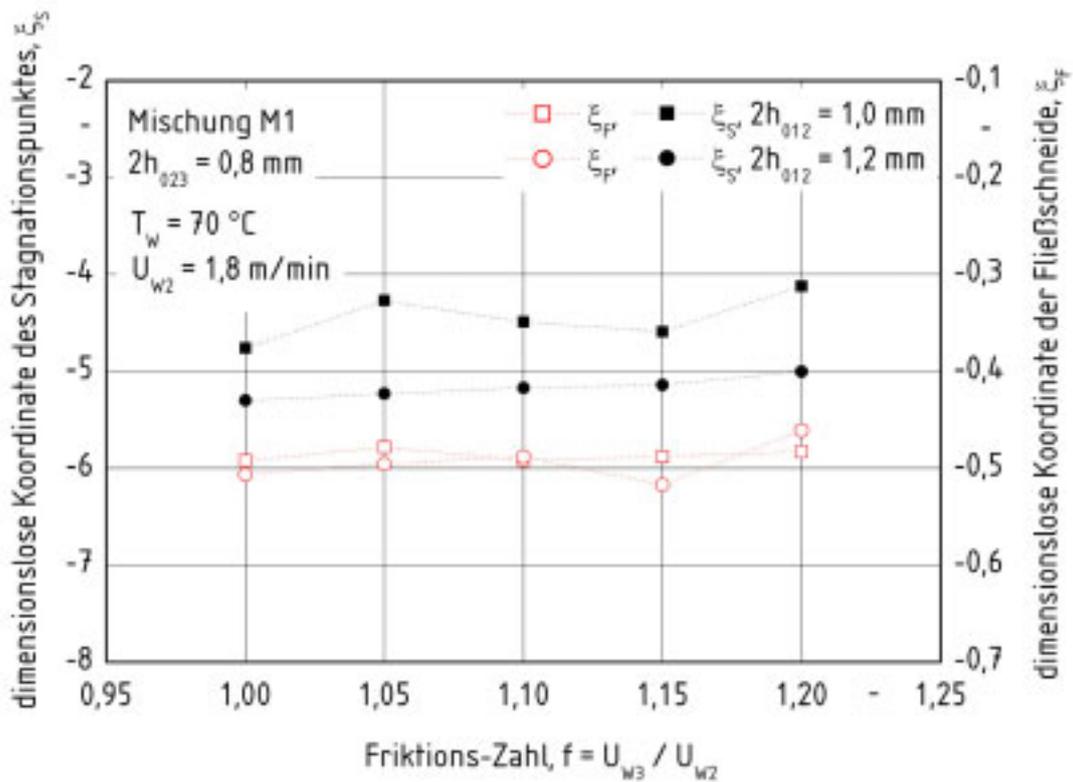


Bild 5.20: Dimensionslose Koordinate für Abgangskordinate, Fließschneide und Stagnationspunkt als Funktion der Friktons-Zahl

In Bild 5.20 sind die dimensionslosen Koordinaten für die Fließschneiden ξ_F und die Stagnationspunkte ξ_S als Funktion der Friktions-Zahl dargestellt. Es ist zu erkennen, dass mit steigender Friktions-Zahl f die beiden charakteristischen Punkte in die Richtung des engsten Walzenspalts verschoben werden. Der Stagnationspunkt wandert für $h_{012} = 1,0$ mm in die Richtung des engsten Walzenspalts von $\xi_S = -4,76$ bis $-4,12$. Dies bedeutet, mit steigender Friktionszahl wird die Kneithöhe kleiner.

5.2.7 Einfluss der Lageneinstellung des Keils

In Bild 5.21 ist der maximale Druck im Kalanderspalt in Abhängigkeit der Lageneinstellung des Keils h_{KK} mit der Höhe des Fütterspaltes h_{012} als Parameter dargestellt. Die Lage des Keils bei $h_{KK} = 8$ mm entspricht der Referenzmessung ohne Keil.

Im Vergleich zum Kalandrieren ohne Keil führt das Einführen des Keils im Zulaufbereich des Kalanderspalt zur Steigerung des maximalen Spaltdrucks. Für die Lageneinstellung des Keils von $h_{KK} = 16$ bis 24 mm ist der maximale Spaltdruck relativ konstant, unabhängig von der Höhe des Fütterspaltes. Der Knet zwischen Keil und Walze zirkuliert und weist eine glatte Oberfläche auf. Das ist nach Kohlert [3] sowie Chong [28] eine Voraussetzung für eine hohe Qualität der kalandrierten Kautschukbahnen.

Für die verwendete Form des Keils wird für Lageneinstellung mit $h_{KK} < 16$ mm zu viel Material im Zulaufbereich gestaut. Der Kalandrierprozess wird gestört. Für Lageneinstellung mit $h_{KK} > 24$ mm wird zu wenig Material zwischen der Keil- und der Walzenoberfläche gesammelt. Das Material lagert sich am Keil ab und weist keine Zirkulation auf.

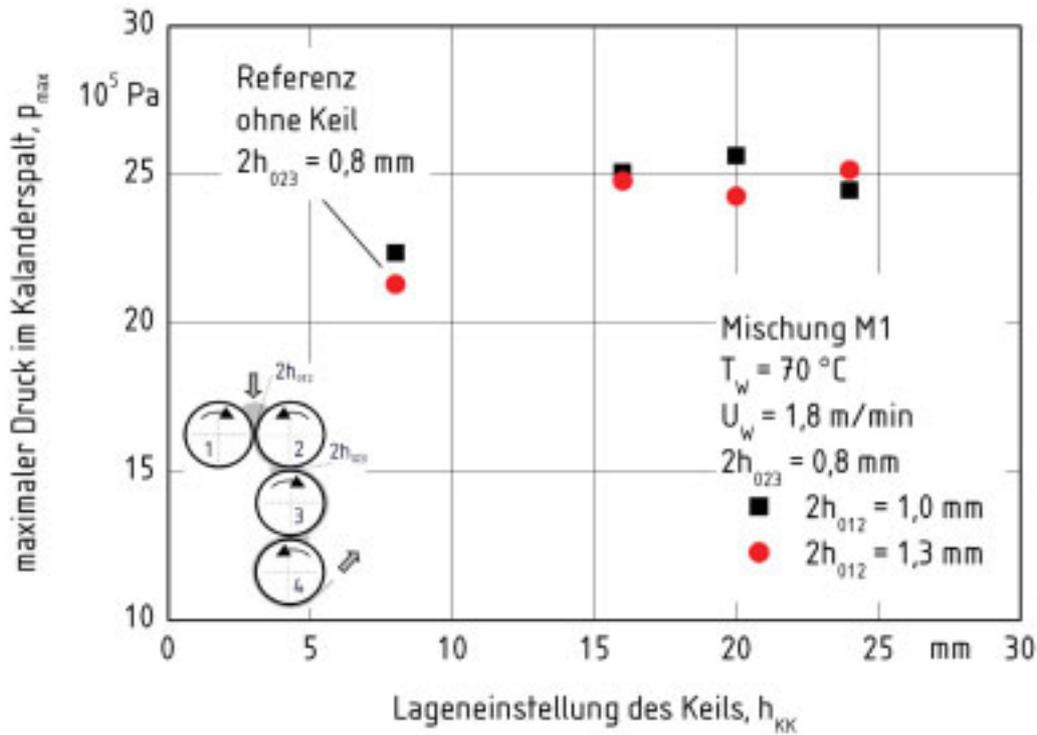


Bild 5.21: Maximaler Druck im Kalanderspalt in Abhängigkeit der Lageneinstellung des Keils mit der Höhe des Fütterspaltes als Parameter

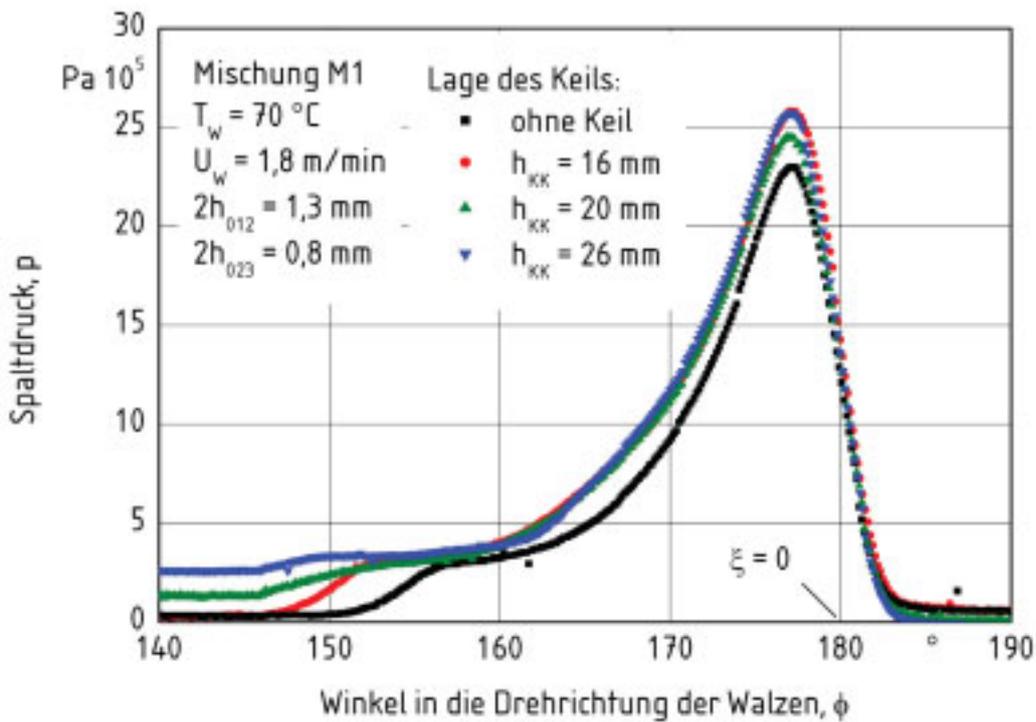
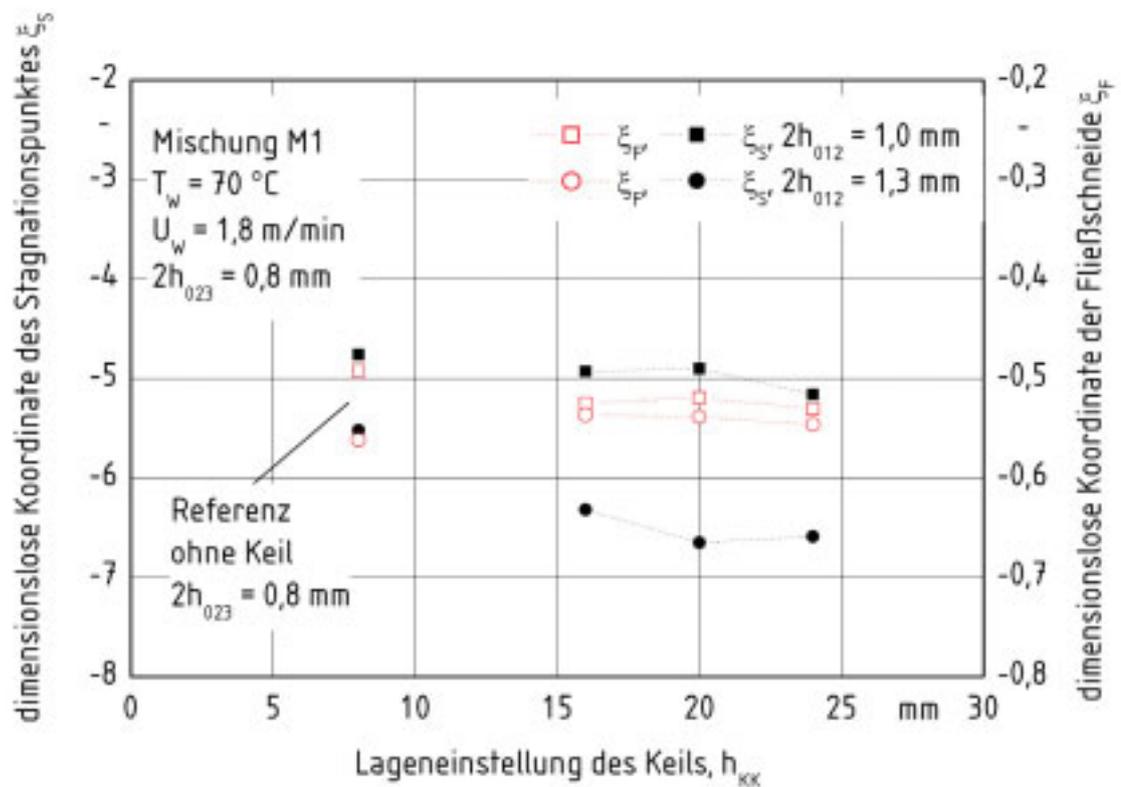


Bild 5.22: Druckverlauf im Kalanderspalt in Abhängigkeit der Lageneinstellung des Keils mit der Höhe des Fütterspaltes als Parameter

In [Bild 5.22](#) sind die Druckprofile im Kalanderspalt in Abhängigkeit der Lage des Keils mit der Höhe des Fütterspalts als Parameter dargestellt. Das Verwenden eines Keils verursacht eine Verschiebung des Bereichs, in dem das Material zirkuliert, relativ zum engsten Walzenspalt und verlängert diesen Bereich. Dadurch steigt die Vermischung im Kalendar und das Haften an der Walzenoberfläche wird erhöht. Die bessere Haftung führt nicht nur zum Steigern des maximalen Spaltdrucks, sondern bewirkt auch eine Ausdehnung des Druckverlaufs in die Richtung des Einzugsbereichs der Kalendarwalzen.



[Bild 5.23](#): Dimensionslose Koordinate für Fließschneide und Stagnationspunkt in Abhängigkeit der Lageneinstellung des Keils mit der Höhe des Fütterspalts als Parameter

Die Verschiebung des Zirkulationsbereichs ist in [Bild 5.23](#) für die Höhe der Fütterspalt $2h_{012} = 1,3 \text{ mm}$ dargestellt. Dabei ergibt sich kein signifikanter Einfluss der Lageneinstellung des Keils auf die Koordinate des Druckmaximums.

5.2.8 Einfluss der Kneithöhe

Kohlert [3] sowie Chong [28] untersuchen den Einfluss der Größe und der Form des Knets sowie dessen Rotation auf Oberflächengüte der kalandrierten Erzeugnisse.

Die Kneithöhe wird durch die Spalthöhe des Fütterspalts sowie durch die Walzenspalthöhe beeinflusst, wie aus Bild 5.10 hervorgeht. Mit größer werdenden Walzenspalthöhen wird der Knet größer und von der engsten Stelle entgegen Förderrichtung verschoben. Der Spaltdruck wirkt auf die Kautschukmasse länger als für kleinere Kneten. Dieser positive Effekt wird durch Senken des maximalen Drucks vermindert, vgl. Bild 5.10. Dadurch sinkt, laut Kohlert [3], auch die Effizienz des Mischens im Knet. Je größer der Knet ist, desto ungleichförmiger ist seine Oberfläche. Dies führt zu Schwanken der Massetemperatur in unmittelbarer Nähe der Oberfläche. Die Temperaturschwankung bewirkt das Entstehen von Oberflächendefekten. Die Ungleichmäßigkeit der Knetoberfläche kann als eine Ursache für das Entstehen von Gaseinschlüssen angesehen werden.

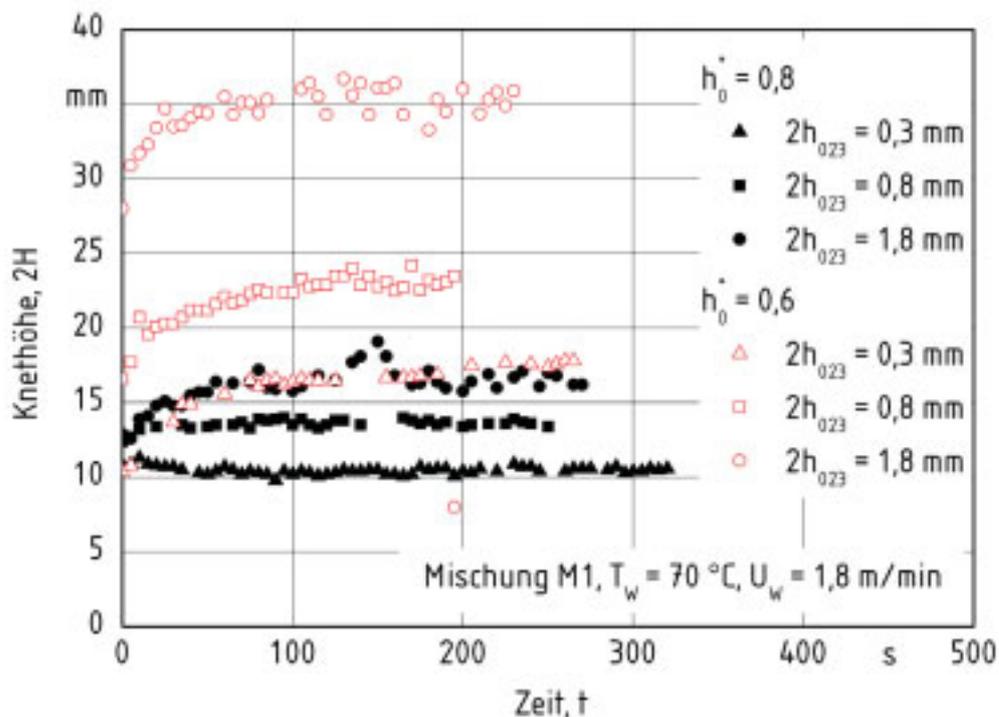
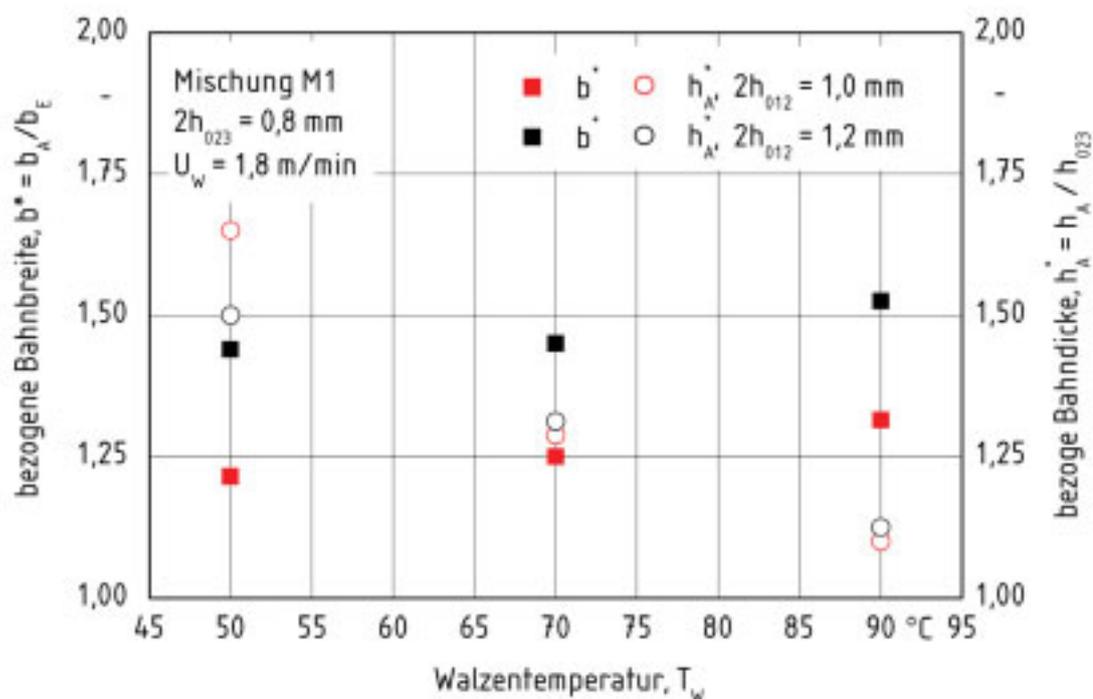


Bild 5.24: Kneithöhe in Abhängigkeit der Zeit für die Walzenspalthöhe und die bezogene Fütterspalthöhe als Parameter

Die Änderung der Fütterspalthöhe ändert den Massenstrom im Kalandrierwerk, was die Kneithöhe vor dem nachfolgendem Walzenspalt beeinflusst. In Bild 5.24 ist die bezogene Kneithöhe in

Abhängigkeit der Zeit mit der Walzenspalthöhe und der Fütterspalthöhe als Parameter dargestellt. Die Messung der Knethöhe erfolgt auf optischem Wege. Dies ermöglicht die zeitaufgelöste Messung der Knethöhe als Funktion des Druckverlaufs im Kalanderspalt. Die Messtechnik wird hinter der Beschickung des Spaltes 2 eingebaut. Daher weist die Knethöhe für die Zeit $t = 0$ Werte $2H \neq 0$ auf. Nach ca. 60 Sekunden Einlaufzeit erreicht der Wert für die Knethöhe ein Plateau. Der Knet stabilisiert sich mit einem kleinem Massenstrom bei $h_0^* = 0,8$ schneller als für große Massenströme ($h_0^* = 0,6$). Die Höhe kleinerer Kneten schwankt nach der Wachstumsphase weniger als die der größeren. Dies wird durch die gleichmäßigere Oberfläche kleinerer Kneten und die sehr ungleichmäßige Oberfläche größerer Kneten verursacht.

Die Knethöhe nimmt mit steigender Walzentemperatur zu. Die Ursache dafür ist die zunehmende Fließfähigkeit der Kautschukmasse mit steigender Temperatur. Dem zufolge steigt die Breite der kalandrierten Kautschukbahn, s. [Bild 5.25](#). Würde nur die Breite der Kautschukbahn, somit auch die Breite des Knets, verändert, würde die Knethöhe abnehmen. Da die Höhe der kalandrierten Kautschukbahn mit steigender Walzentemperatur abnimmt, wird genug Material vor den Walzen gestaut, um das Volumen des Knets zu füllen. Dadurch steigt die Knethöhe.



[Bild 5.25](#): Bezogene Bahnbreite sowie Bahndicke in Abhängigkeit der Walzentemperatur

Mit steigender Walzenumfangsgeschwindigkeit und somit steigendem Massenstrom werden die Dicke und die Breite der kalandrierten Kautschukbahn nicht geändert. Die Kneithöhe ist unabhängig von der Walzenumfangsgeschwindigkeit, vgl. Bild 5.18.

Mit zunehmender Friktion wird der Transport der Kautschukmasse in Förderrichtung begünstigt. Daher nehmen die in Bild 5.26 dargestellten Breiten und Dicken der kalandrierten Kautschukbahnen ab. Dementsprechend wird die Kneithöhe mit steigender Friktions-Zahl kleiner, vgl. Bild 5.20.

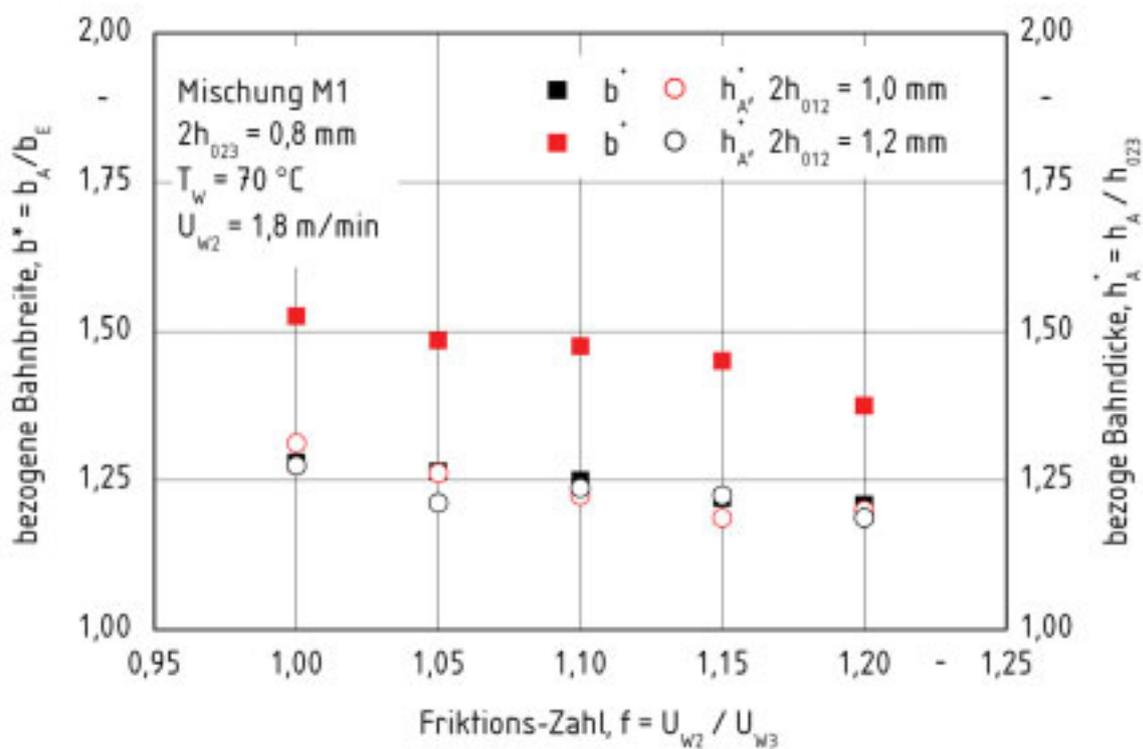


Bild 5.26: Bezogene Bahnbreite und Bahndicke in Abhängigkeit der Friktions-Zahl

5.3 Gasgehalt in kalandrierten Bahnen als Funktion der Prozessparameter

Die wichtigsten Qualitätsmerkmale kalandrierter Erzeugnisse sind deren Oberflächengüte und das Nichtvorhandensein von Gaseinschlüssen. Chong [28], Bourgeois, Agassant [8] und Gärtner [63] weisen darauf hin, dass Oberflächendefekte in Form von „V-förmigen“ Fließlinien und matten Stellen zu erwarten sind, wenn die Drücke und Temperaturen im Walzenspalt

hoch sind und wenn Strömungsunregelmäßigkeiten im Knet eintreten. Das Reduzieren des Spaltdrucks und der Temperatur kann durch eine vergrößerte Spalthöhe oder verminderte Kalandriergeschwindigkeit erfolgen. Dies hat zur Folge, dass die Tendenz zum Auftreten von Gaseinschlüssen steigt. Zum Kalandrieren einer defektfreien Kautschukbahn müssen die Verfahrensparameter so gewählt werden, dass der sich im Walzenspalt einstellende Spaltdruck weder zu hoch noch zu niedrig ist. Bei zu niedrigem Druck wird das Ausformen des Materials im Kalanderspalt nicht mehr gewährleistet. In Folgendem wird der Einfluss der Verfahrensparameter auf den Gasgehalt in kalandrierten Kautschukbahnen untersucht. Dabei wird der Gasgehalt im Material entlang der Kalandrierlinie berücksichtigt.

5.3.1 Einfluss der Verarbeitungsschritte

Kohlert [2] beobachtet, dass während der Aufbereitung der Kautschukmischung in den Einrichtungen, die dem Kalandrierer vorgeschaltet sind, z.B. im Innenmischer und im Walzwerk, Luft in der Kautschukmischung dispergiert wird. Dadurch entstehen gasförmige Einschlüsse. Darüber hinaus führen in den Ausgangsmaterialien vorhandene Feuchtigkeit, flüchtige Bestandteile und Gase zu gasförmigen Einschlüssen in der Materialzuführung zum Fütterspalt. Um die Einflüsse der einzelnen Verarbeitungsschritte auf das Dispergieren und Abscheiden der Gase im und aus dem Material zu erkennen, wird der Gasgehalt entlang der Kalandrierlinie untersucht.

In [Bild 5.27](#) sind die gemessenen Gasanteile und die bezogenen Querschnittsflächen der Gaseinschlüsse in der Kautschukmasse für jeden Verarbeitungsschritt während des Kalandrierens mit diskontinuierlicher Materialzufuhr aufgetragen. Sowohl die mit Hilfe der Auftriebsmethode (vgl. Kapitel 4.5.4) gemessenen Gasanteile, als auch die mittels der tomographischen Messtechnik ermittelten Querschnittsflächen der Gaseinschlüsse zeigen, dass Gasblasen entlang der Kalandrierlinie aus der Kautschukmasse herausgepresst werden.

Die bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse ist in Fütterstreifen (Ausgangszustand der Kautschukmasse) im Vergleich zu dem am Walzwerk aufgewärmten Material, das dem Fütterspalt des Kalandriers zugeführt wird, etwa um den Faktor zwei reduziert.

Eine weitere Reduktion des Gasgehalts erfolgt im Fütterspalt, über den das zu kalandrierende Material den Walzen zugeführt wird. Es wird dort eingezogen und die Menge des in der Kautschukbahn eingeschlossenen Gases ist von der Höhe des Fütterspalts abhängig.

Je nach eingestellten Prozessparametern wird das Gas im Kalanderspalt weiterhin aus der Kautschukmasse herausgespresst. Im Vergleich zum Ausgangszustand (Fütterstreifen) wird die bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse während der Verarbeitung um einen Faktor bis zu 100 reduziert. Die dargestellten Ergebnisse stimmen mit den Ergebnissen der Auftriebsmethode überein und sind qualitativ auch auf Mischung M2 übertragbar. Mit Hilfe der kontinuierlichen Beschickung des Fütterspalts des Kalanders kann die bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse zusätzlich um den Faktor 10 reduziert werden, vgl. [Bild 5.29](#).

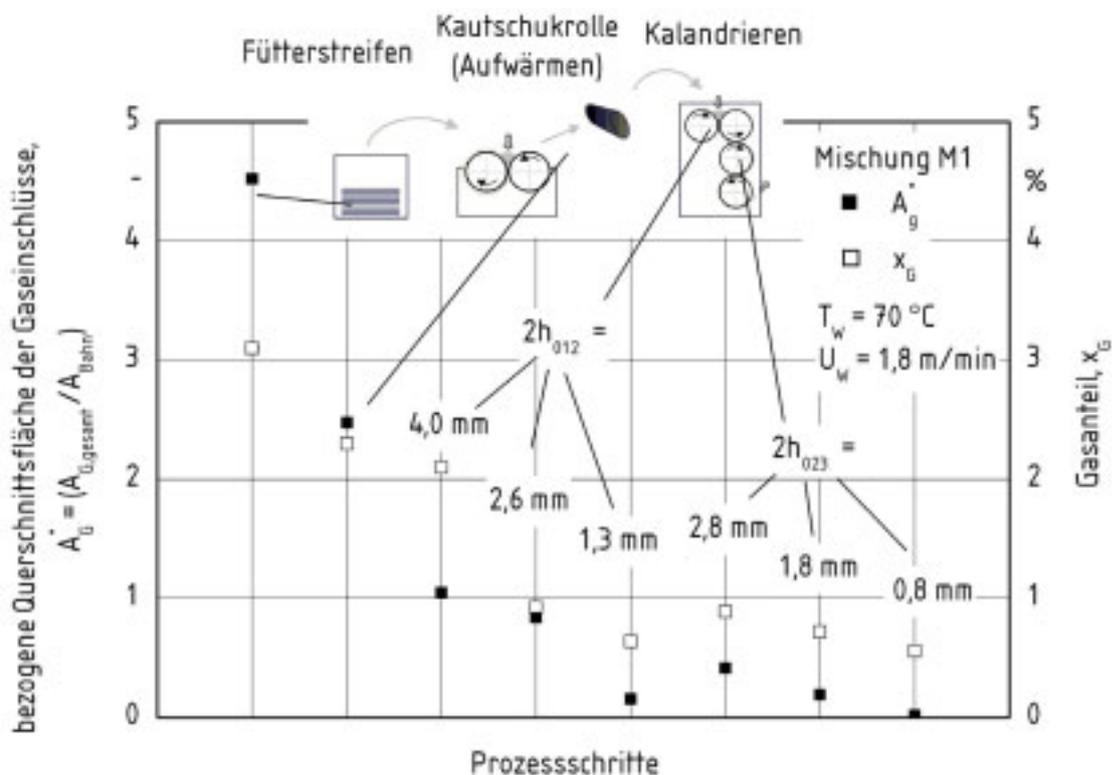


Bild 5.27: Gasanteil und die bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse in der Kautschukmasse während der Verarbeitung in der Kalandrierlinie

Der Einfluss einzelner Prozessschritte auf die Abmessungen der Gaseinschlüsse ist in [Bild 5.28](#) dargestellt. Es sind die maximalen Durchmesser der Gaseinschlüsse entlang der betrachteten Kalandrierlinie als Funktion der Prozessschritte aufgetragen.

Die größten Gaseinschlüsse werden in den Fütterstreifen und in der Kautschukrolle hinter dem Walzwerk gemessen. Aufgrund des relativ kleinen inneren Druckes weisen diese eine ellipsenförmige Form auf. Der Formfaktor der Gaseinschlüsse in Fütterstreifen beträgt $\Lambda_G < 0,50$. Für das am Walzwerk aufgewärmte Material beträgt er $\Lambda_G < 0,60$.

Während des Kalandrierens werden sowohl der Durchmesser als auch der Formfaktor durch die variierten Prozessparameter beeinflusst. Der gemessene maximale Durchmesser der Gaseinschlüsse hängt von der Kalanderspalthöhe ab. Mit kleiner werdender Spalthöhe sind die Durchmesser der Gaseinschlüsse geringer. Dies gilt auch für die Spalthöhe des Fütterspalts. Die Form der kleinen Gaseinschlüsse wird auf Grund des hohen inneren Drucks kugelförmiger. Der Formfaktor der Gaseinschlüsse erreicht Werte bis $\Lambda_G < 0,95$ ($\Lambda_G = 1$ für eine ideal runde Kugel), wenn die Walzenumfangsgeschwindigkeit erhöht wird, vgl. Kapitel 5.3.4. Die Änderung der Größenverteilung der Gaseinschlüsse im Verlauf der Kalandrierlinie weist darauf hin, dass das Gas in den nacheinander folgenden Prozessschritten aus der Kautschukmasse ausgepresst wird. Die Gaseinschlüsse werden kleiner und deren Anzahl verringert sich, der Gasgehalt nimmt entlang der Kalandrierlinie ab.

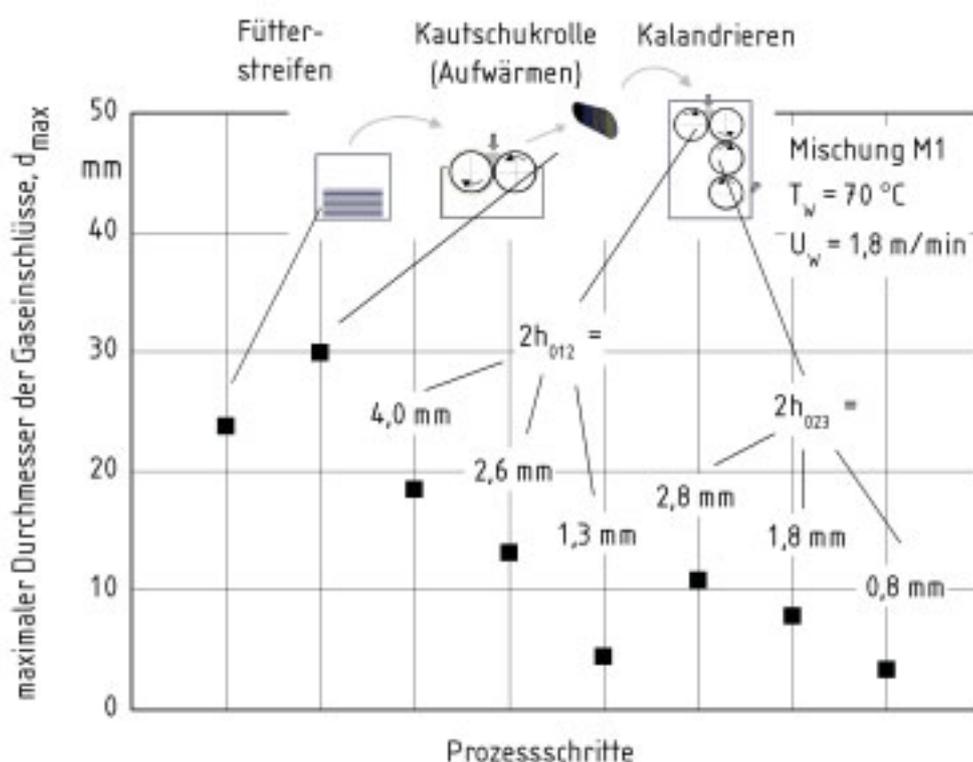


Bild 5.28: Maximaler Durchmesser der Gaseinschlüsse in der Kautschukmasse während der Verarbeitung in der Kalandrierlinie

Die Änderung der Spalthöhe beeinflusst die Größenverteilung der Gaseinschlüsse in kalandrierten Kautschukbahnen infolge dispersiver Mischvorgänge. Diese treten in Strömungsfeldern mit hohen Scher- und Dehnanteilen auf, die sich z.B. im Spalt zwischen zwei gegensinnig rotierenden Walzen einstellen. Hierbei entstehen Schub- und Normalspannungen an den innerhalb der Polymermatrix eingeschlossenen Partikelagglomeraten oder an disper-

gierten Tropfen in einer der Mischungskomponenten. Ein Aufbrechen der Agglomerate oder ein Tropfenzerfall erfolgt, wenn die Schub- und Normalspannungen größer als die aus den Oberflächenspannungen resultierenden Kohäsionskräfte sind [92]. Während des dispersiven Mischens wird die Tropfengröße stetig verkleinert. Da Schub- und Normalspannungen in Dehnströmungen größer sind als in Scherströmungen, verläuft das dispersive Mischen von Flüssigkeiten in ebenen Dehnströmungen schneller als in einfachen Scherströmungen. Dieses gilt besonders für große Viskositätsunterschiede zwischen den zu vermischenden Komponenten und für geringe Oberflächenspannungen [85 – 89]. Wang und Manas-Zloczower [90] bewerten das dispersive Mischen mit einem Mischindex

$$\lambda_{\text{Mindex}} = \frac{|\underline{\underline{D}}|}{|\underline{\underline{D}}| + |\underline{\underline{\omega}}|} \quad (5.6)$$

$\underline{\underline{D}}$ ist ein Deformationsgeschwindigkeitstensor und $\underline{\underline{\omega}}$ ein Drehgeschwindigkeitstensor. Luther [58] berechnete den Mischindex im Strömungsfeld zwischen zwei gegensinnig rotierenden Walzen für strukturviskose Fluide. Aus diesen Berechnungen folgt, dass sich im Bereich der Symmetrieebene, zwischen den Walzen und innerhalb des engsten Spalts, ein Bereich mit einem hohen Anteil an Dehnströmung mit einem hohen Mischindex befindet. Entlang der Walzenoberflächen handelt es sich um eine reine Scherströmung, der Mischindex nimmt mittlere Werte an. Innerhalb des Knets ist vorwiegend eine Rotationsströmung mit einem sehr niedrigen Mischindex vorhanden. Dieser Bereich trägt nicht zum dispersiven Mischen bei. Mit zunehmender Spalthöhe wird die Schubspannung reduziert. Sie reicht nicht, um das dispersive Vermischen der Gaseinschlüsse zu gewährleisten. Dies wird durch Beobachtungen von Manas-Zloczower, Nir und Tadmor [91] bestätigt: der Anteil der aufgebrochenen Agglomerate sinkt mit zunehmender Spalthöhe.

5.3.2 Höhe des Walzenspalts

In Folgendem wird der Einfluss der Spalthöhe auf den Gasgehalt kalandrierter Kautschukbahnen untersucht. In [Bild 5.29](#) ist die bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse in Abhängigkeit der Spalthöhe, mit der Walzentemperatur als Parameter für Mischung M1 und für unterschiedliche Beschickungsarten des Fütterspalts dargestellt.

Mit kleiner werdender Spalthöhe und konstanter Temperatur der Walzen, nimmt während des Kalandrierens der Spaltdruck zu. Mit dem Druckanstieg nimmt die bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse ab, vgl. Bild 5.29. Dies ist von der Beschickungsart unabhängig. Das Reduzieren des Gasgehalts ist in den kalandrierten Kautschukbahnen durch das Verkleinern der Spalthöhe und kontinuierliche Beschicken des Kalanders zehnfach effektiver gegenüber dem diskontinuierlichen Beschicken. Der Grund dafür ist der geringere Gasgehalt des Extrudats gegenüber den aufgewärmten Materialrollen.

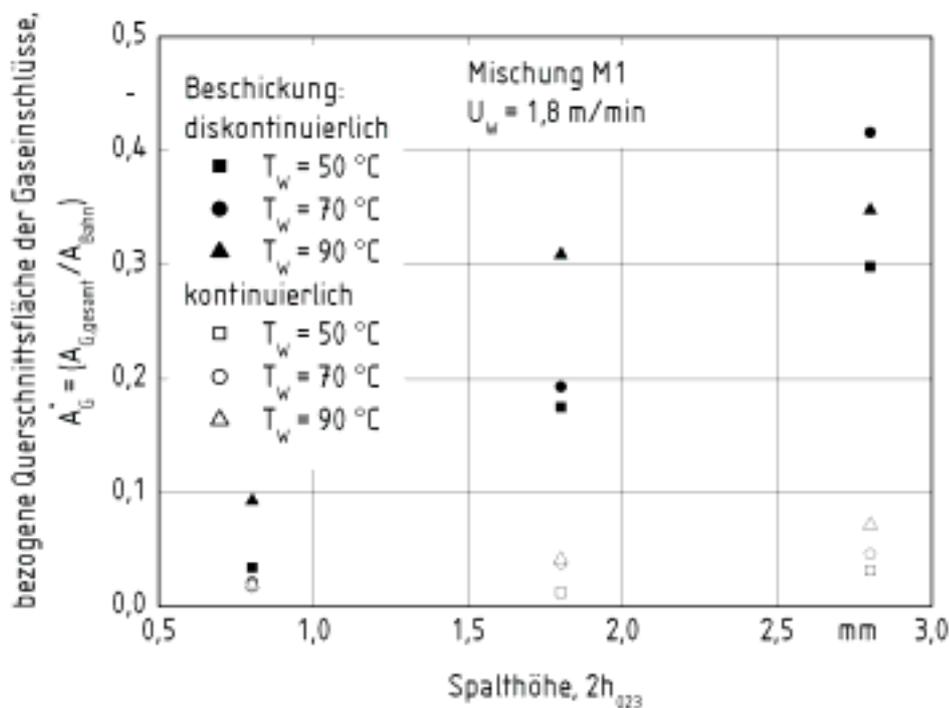


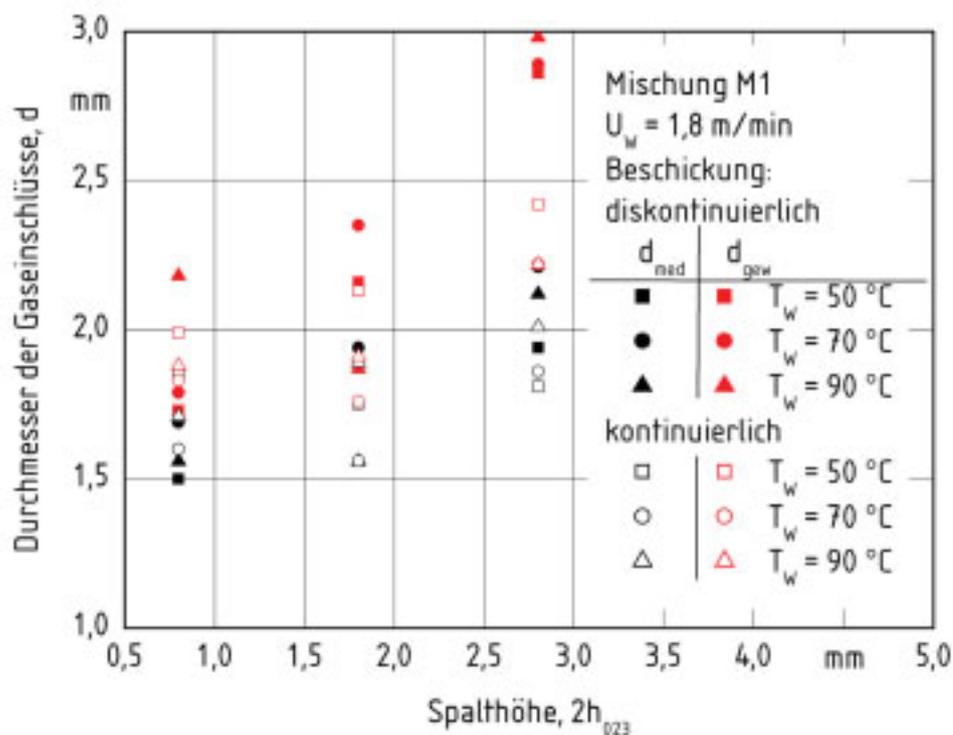
Bild 5.29: Bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse in Abhängigkeit der Spalthöhe, mit der Walzentemperatur und der Beschickungsart als Parameter, Mischung M1

Die Änderung der Spalthöhe beeinflusst die Größenverteilung der Gaseinschlüsse in den kalandrierten Kautschukbahnen. In Bild 5.30 sind die Werte der Medianen und der gewogenen Mittel der querschnittsflächenäquivalenten Durchmesser der Gaseinschlüsse als Funktion der Spalthöhe für unterschiedliche Temperaturen der Walzen und für verschiedene Beschickungsarten dargestellt. Der Medianwert d_{med} ist als derjenige Durchmesser der Gaseinschlüsse definiert, unterhalb dessen 50% aller Gaseinschlüsse liegen.

Für abnehmende Spalthöhen nehmen der Medianwert und der Wert des gewogenen Mittels ab. Es werden vermehrt kleinere Gaseinschlüsse gemessen. Der Grund dafür ist das Anwachsen der Schubspannung und des dispersiven Mischens mit abnehmender Spalthöhe. Die Größe der Gaseinschlüsse wird stetig verkleinert. Die Beschickung hat einen Einfluss auf den

Anteil der größeren Gaseinschlüsse. Dies zeigt sich in einer Betrachtung des gewogenen Mittels der Durchmesser, die für die diskontinuierliche Beschickung, vor allem für größere Spalthöhen, größer ausfallen als bei einer kontinuierlichen Materialzufuhr.

Der Einfluss der Spalthöhe auf den Durchmesser der Gaseinschlüsse ist in [Bild 5.31](#) dargestellt. Der maximale querschnittsflächenäquivalente Durchmesser der Gaseinschlüsse nimmt mit steigender Spalthöhe zu. Für die diskontinuierliche Beschickung sind die gemessenen maximalen Durchmesser der Gaseinschlüsse größer als für die kontinuierliche. Der maximale Durchmesser vergrößert sich mit zunehmender Spalthöhe, und zwar für die Beschickung mit Kautschukrollen, deutlicher als für die Beschickung mit Extrudat.



[Bild 5.30](#): Werte der Mediane und der gewogenen Mittel der Durchmesser der Gaseinschlüsse in Abhängigkeit der Spalthöhe für unterschiedliche Temperaturen der Walzen und Beschickungsarten, Mischung M1

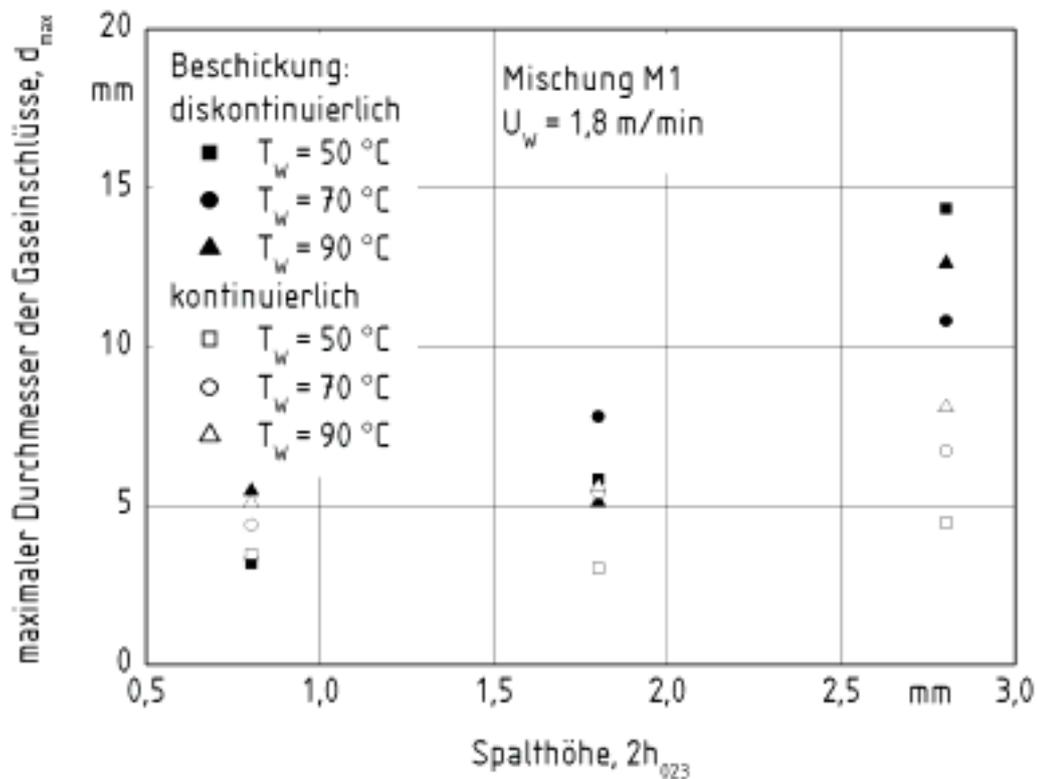


Bild 5.31: Querschnittsflächenäquivalenter maximaler Durchmesser der Gaseinschlüsse in Abhängigkeit der Spalthöhe mit Walzentemperatur und der Beschickungsart als Parameter, Mischung M1

Das gewogene Mittel und der maximale Durchmesser der Gaseinschlüsse sind größer als die Spalthöhe. Hieraus können Rückschlüsse auf die Form der Gaseinschlüsse gezogen werden: Während des Kalandrierens von Kautschukbahnen sind Breite und Länge der Gaseinschlüsse in Förderrichtung der Walzen größer als quer zur Förderrichtung.

Die Abhängigkeit der Form der Gaseinschlüsse von der Spalthöhe und der Beschickungsart des Kalanders ist für unterschiedliche Temperaturen der Walzen in [Bild 5.32](#) dargestellt. Die Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse ist während des Kalandrierens mit kleiner Spalthöhe ($2h_{023} = 0,8\text{ mm}$) annähernd kreisförmiger ($\Lambda_G > 0,7$) während sie mit großer Spalthöhe ($2h_{023} = 2,8\text{ mm}$) ellipsenförmig ausfallen ($0,7 > \Lambda_G > 0,5$) und von der Beschickungsart unabhängig sind. Die dargestellten Ergebnisse sind qualitativ auch auf Mischung M2 zu übertragen.

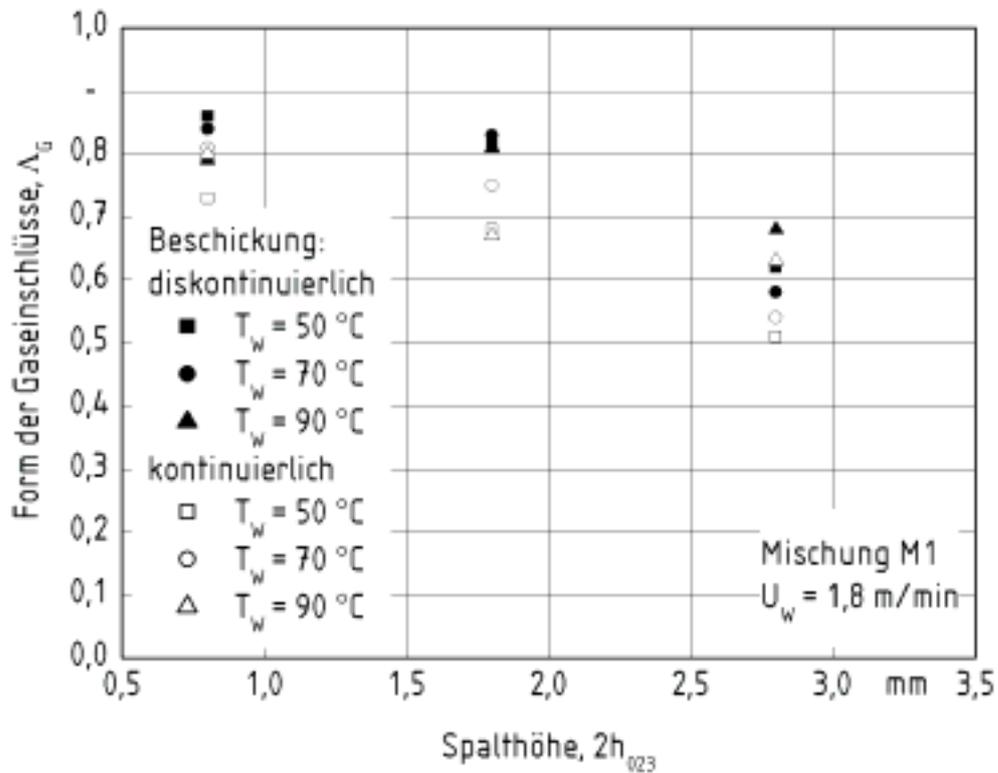


Bild 5.32: Form der Gaseinschlüsse als Funktion der Spalthöhe für unterschiedliche Temperaturen der Walzen und Beschickungsarten

5.3.3 Viskosität der Kautschukmischungen

Mit steigender Temperatur der Kautschukmasse nimmt ihre Viskosität ab. Während des Kalandrierens wird für weitere konstante Prozessparameter die temperaturbedingte Viskositätsabnahme von der Abnahme des Spaltdrucks begleitet. Mit dem Druckabfall nimmt die bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse für konstante Spalthöhen tendenziell zu, vgl. **Bild 5.33**. Die dargestellten Ergebnisse sind qualitativ auch auf Mischung M2 zu übertragen, wobei M2 für die jeweils eingestellten Temperaturen viskoser als Mischung M1 ist, und eine sehr niedrige Gasdurchlässigkeit aufweist.

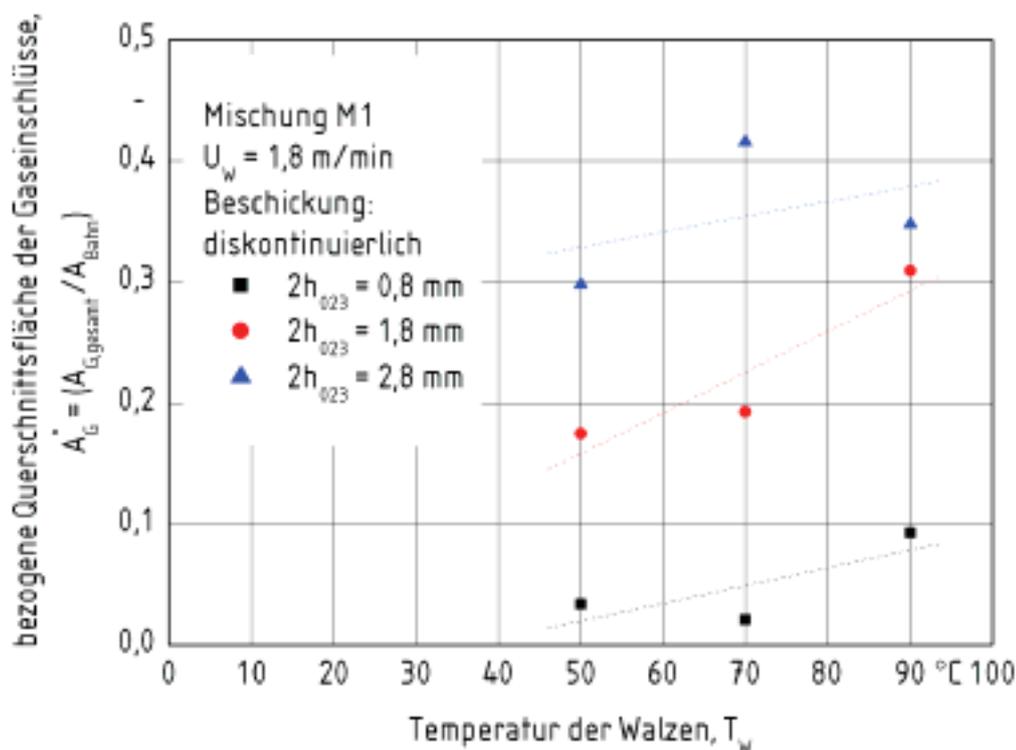


Bild 5.33: Bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse in Abhängigkeit der Temperatur der Walzen mit der Spalthöhe als Parameter, Mischung M1

Die weiteren Eigenschaften der Gaseinschlüsse betreffen deren Form, den maximalen Wert und den Medianwert, sowie das gewogene Mittel der Durchmesser der Querschnittsflächen und sind nicht von der Temperatur der Walzen abhängig. Zum größten Teil sind die oben genannten Eigenschaften von der durch die Spalthöhe bestimmten Schergeschwindigkeit abhängig, vgl. Bild 5.31.

In Bild 5.34 ist die bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse in Abhängigkeit von der Konzentration an Altgummipartikeln mit der Spalthöhe und der Partikelgröße als Parameter dargestellt. In Bild 5.34 gilt Rot für die Spalthöhen von 1,8 mm und Schwarz für die Spalthöhen von 0,8 mm und unterschiedliche Partikelgrößen. Mit steigender Konzentration an Altgummipartikeln in einer Suspension wächst der Spaltdruck während des Kalandrierens, da die Viskosität der Suspensionen zunimmt. Für die beiden Spalthöhen reduziert die Zugabe von Altgummipartikeln die bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse. Für die meisten Suspensionen bleibt jedoch, im Vergleich zu einer reinen Mischung (Referenzmessung für $c_s = 0 \text{ Gew.}\%$), mehr Gas in der kalandrierten Bahn. Die Ursache hierfür sind Gastaschen, die sich oft zwischen Altgummipartikeln und der Kautschukmasse bilden. Diese werden auf den tomographischen Aufnahmen beobachtet. Nur für Suspensionen mit Partikelgrößen von

$d_k = 0,2 \dots 0,4$ mm und der Konzentration $c_s = 16$ Gew.% ist die Menge des in der Kautschukbahn eingeschlossenen Gases unabhängig von der Spalthöhe niedriger als in einer reinen Mischung.

Die Menge des in der kalandrierten Kautschukbahn eingeschlossenen Gases verhält sich ähnlich wie für Viskositäts- und Spaltdruckmessungen und hängt im Wesentlichen von der Konzentration an Altgummipartikeln, aber nicht von deren Größe ab.

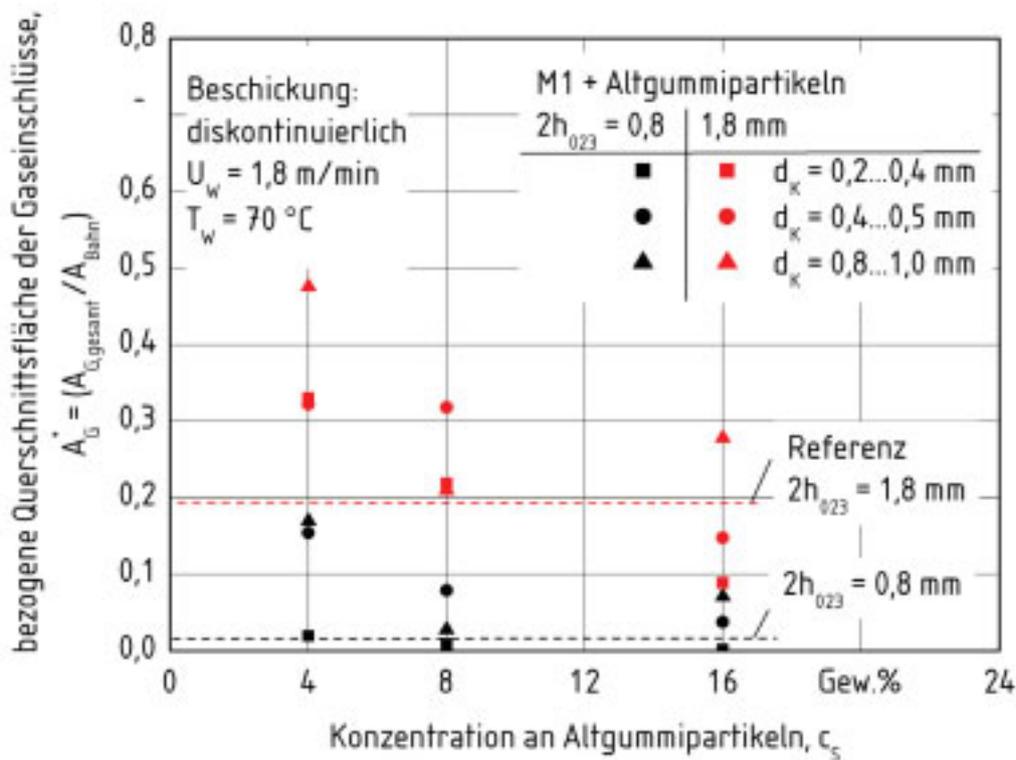


Bild 5.34: Bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse in Abhängigkeit der Konzentration an Altgummipartikeln mit der Spalthöhe und der Partikelgröße als Parameter, Mischung M1

Die gemessenen Medianwerte und die gewogenen Mittel der querschnittsflächenäquivalenten Durchmesser der Gaseinschlüsse sind von der Konzentration an Partikeln und ihrer Größe unabhängig. Diese Größen nehmen, wie in der Referenzmessung ähnliche Werte für die jeweiligen Spalthöhen an. Im Vergleich zu den Referenzmessungen nimmt der maximale Durchmesser der Gaseinschlüsse mit steigender Konzentration an Altgummipartikeln ab. Diese Reduktion des Durchmessers beträgt bis zu 40 % für eine Konzentration von $c_s = 16$ Gew.%. Die steigende Konzentration an Altgummipartikeln verursacht einen Anstieg

der Partikelanzahl in einem definierten Volumenanteil. Der Abstand zwischen den Partikeln wird kleiner. Die größten Gaseinschlüsse werden durch Altgummipartikeln gestört.

Der Wert des Formfaktors der Gaseinschlüsse nimmt mit steigender Größe der Partikeln ab, d.h. die Gaseinschlüsse werden länglicher. Die meisten Gaseinschlüsse werden in direkter Nachbarschaft von Altgummipartikeln gemessen. Auf Grund der unregelmäßigen Form der Partikeln wird somit die Form der Gaseinschlüsse beeinflusst.

5.3.4 Umfangsgeschwindigkeit der Walzen

Die bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse in kalandrierten Kautschukbahnen wird in Abhängigkeit der Walzenumfangsgeschwindigkeit für unterschiedliche Spalthöhen gemessen. Die Beschickung der Kalandrierwalzen erfolgt im Fütterspalt kontinuierlich. Somit werden stationäre Strömungsbedingungen während des Kalandrierens mit hohen Umfangsgeschwindigkeiten der Walzen gewährleistet. Die Ergebnisse sind in [Bild 5.35](#) dargestellt.

In dem untersuchten Walzengeschwindigkeitsbereich ($1,8 < U_W < 3,6$ m/min) nimmt mit zunehmender Walzenumfangsgeschwindigkeit und steigendem Spaltdruck die bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse ab. Für die Spalthöhe 0,8 mm und die Walzenumfangsgeschwindigkeit 3,6 m/min sind die Gaseinschlüsse kaum messbar.

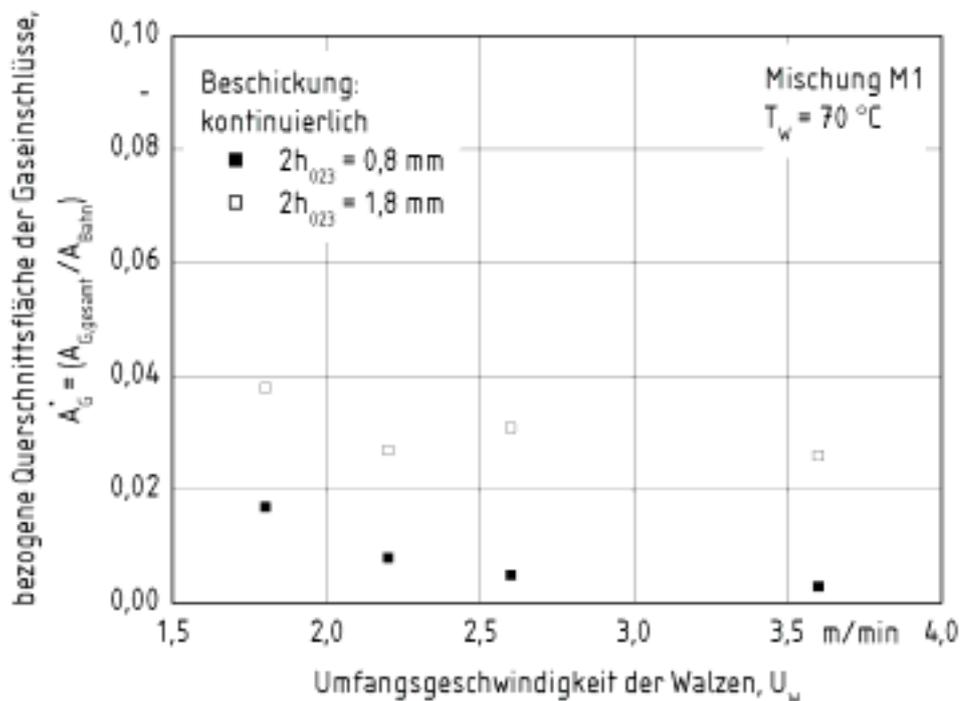


Bild 5.35: Bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse in Abhängigkeit der Walzenumfangsgeschwindigkeit mit der Spalthöhe als Parameter, Mischung M1

Mit steigender Umfangsgeschwindigkeit der Walzen nehmen die Schubspannung und die Schergeschwindigkeit zwischen den rotierenden Walzen zu. Damit wird das dispersive Mischen und Zerfall der Gaseinschlüsse begünstigt. Der maximale querschnittsflächenäquivalente Durchmesser der Gaseinschlüsse nimmt mit steigender Walzenumfangsgeschwindigkeit tendenziell ab und erreicht den Wert 2,12 mm für die Spalthöhe 0,8 mm, wenn die Temperatur der Walzen 70 °C ist und deren Umfangsgeschwindigkeit 3,6 m/min beträgt. Damit ist der maximale Durchmesser um ca. 50 % kleiner als für die Referenz, vgl. Bild 5.31. Dabei ist der Wert des Medians und des gewogenen Mittels um 15 % kleiner. Die Größenverteilung der in den kalandrierten Kautschukbahnen eingeschlossenen Gaseinschlüsse wird durch Erhöhen der Walzengeschwindigkeit zu kleineren Abmessungen verschoben. Der steigende Anteil kleinerer Gaseinschlüsse wird von einer Änderung des Formfaktors der Gaseinschlüsse in Richtung kugelförmiger Gestalt begleitet. Dieser Formfaktor erreicht Werte bis 0,95, die Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse ist folglich annähernd kreisförmig.

5.3.5 Friktion im Walzenspalt

Die Friktions-Zahl gibt das Verhältnis zwischen den Umfangsgeschwindigkeiten zweier benachbarten Walzen an, Gl. (5.5) und trägt nur geringfügig zur Erhöhung des Spaltdrucks bei. In Bild 5.36 ist die bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse in Abhängigkeit der Friktion mit der Spalthöhe als Parameter dargestellt. Das Erhöhen der Friktion bewirkt eine Reduktion des Gasgehalts in den kalandrierten Kautschukbahnen. Die bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse wird im Vergleich zu den gleich schnell laufenden Walzen (Friktions-Zahl $f = 1$) für eine konstante Spalthöhe um den Faktor zwei reduziert.

Der maximale Durchmesser der Gaseinschlüsse nimmt mit steigender Friktion ab. Er ist für die Friktions-Zahl 1,2 bis zu 30% geringer als beim Gleichlauf der Walzen. Die Größenverteilung der Gaseinschlüsse, ausgedrückt durch den Medianwert und das gewogene Mittel ihrer Durchmesser, wird mit zunehmender Friktions-Zahl nicht signifikant beeinflusst.

Die geringe Veränderung der Größenverteilung mit steigender Friktions-Zahl weist darauf hin, dass die Effizienz des dispersiven Mischens trotz steigender Schergeschwindigkeit im Kalanderspalt nicht signifikant verbessert wird. Über den Effekt berichten auch Luther [58], Yao und Manas-Zloczower [52]. Die Schubspannung reicht aus, um den Durchmesser der größten Gaseinschlüsse zu reduzieren.

Für die konstante Spalthöhe bleibt die Form der Gaseinschlüsse trotz steigender Friktions-Zahl annähernd konstant. Der Zahlenwert des Formfaktors nimmt typische, von der Spalthöhe abhängige Werte an.

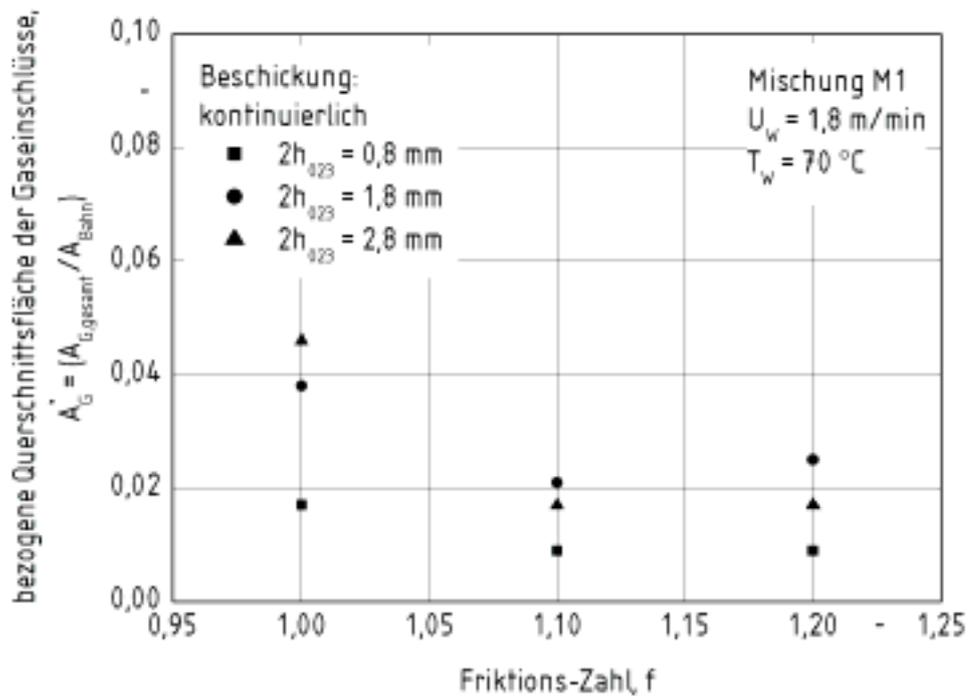


Bild 5.36: Bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse in Abhängigkeit der Friktions-Zahl mit der Spalthöhe als Parameter, Mischung M1

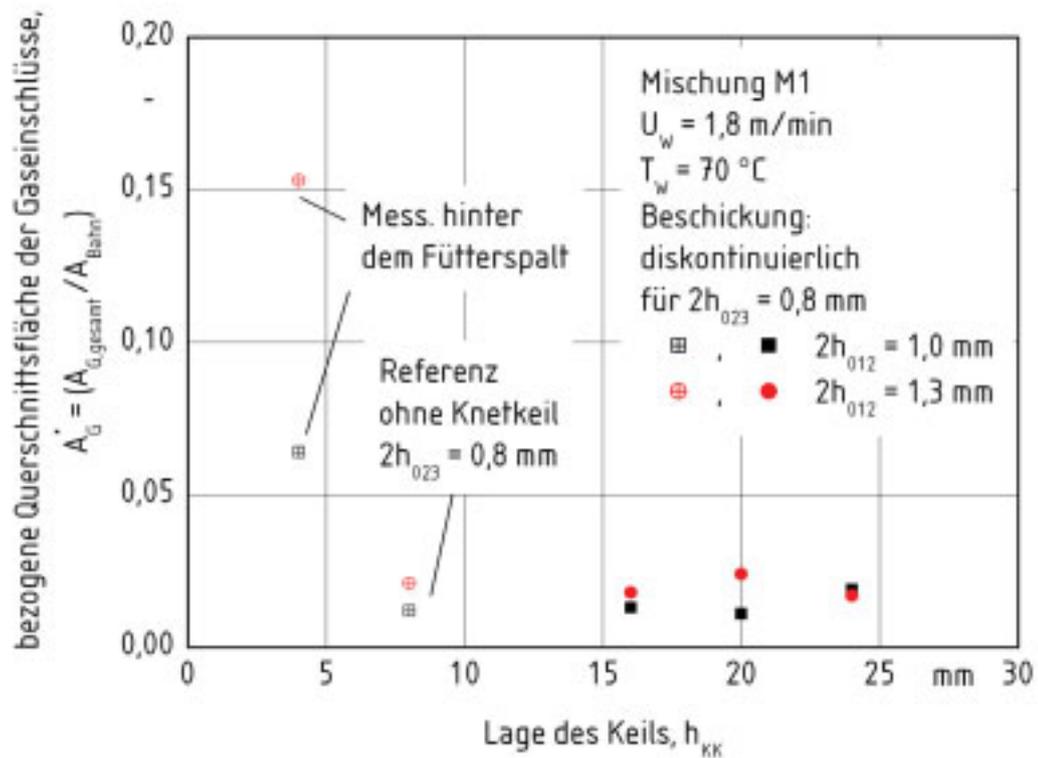
5.3.6 Einstellung des Keils

In [Bild 5.37](#) ist die bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse als Funktion der Lageneinstellung des Knetkeils mit der Fütterspalthöhe als Parameter dargestellt. Darüber hinaus sind in [Bild 5.37](#) die bezogenen Querschnittsflächen der Gaseinschlüsse in den kalandrierten Kautschukbahnen beim Kalandrieren ohne den Knetkeil für eine Spalthöhe 0,8 mm abgebildet. Diese Messergebnisse gelten als Referenz. Die Änderung der Lage des Keils hat keinen signifikanten Einfluss auf den Gasgehalt in den kalandrierten Kautschukbahnen. Im Vergleich zur Referenz verbleibt in den kalandrierten Kautschukbahnen unter Verwendung eines Knetkeils etwa die gleiche Menge an Gas.

Im Vergleich zur Referenz hat die Anwendung des Knetkeils keinen Einfluss auf den maximalen Durchmesser der Gaseinschlüsse. Diese entsprechen annähernd den Referenzwerten und liegen im Bereich $2 < d_{\max} < 3,5 \text{ mm}$. Die Größenverteilung der Gaseinschlüsse zeigt, dass diese einen großen Anteil mit Durchmessern unter $d = 1,5 \text{ mm}$ besitzen. Dies deutet darauf hin, dass die Anwendung des Keils und daraus resultierende, länger und intensiver wir-

kende Scherung und Dehnung, vgl. [Bild 5.22](#), eine Verschiebung der Größenverteilung zu geringeren Durchmessern bewirken.

Ähnlich wie bei der Erhöhung der Walzenumfangsgeschwindigkeit nimmt der Formfaktor für die Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse zu, die Gaseinschlüsse sind unter Verwendung eines Knetkeils folglich annähernd kreisförmig.



[Bild 5.37](#): Bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse in Abhängigkeit der Lageneinstellung des Keils mit der Spalthöhe des Fütterspalts als Parameter, Mischung M1

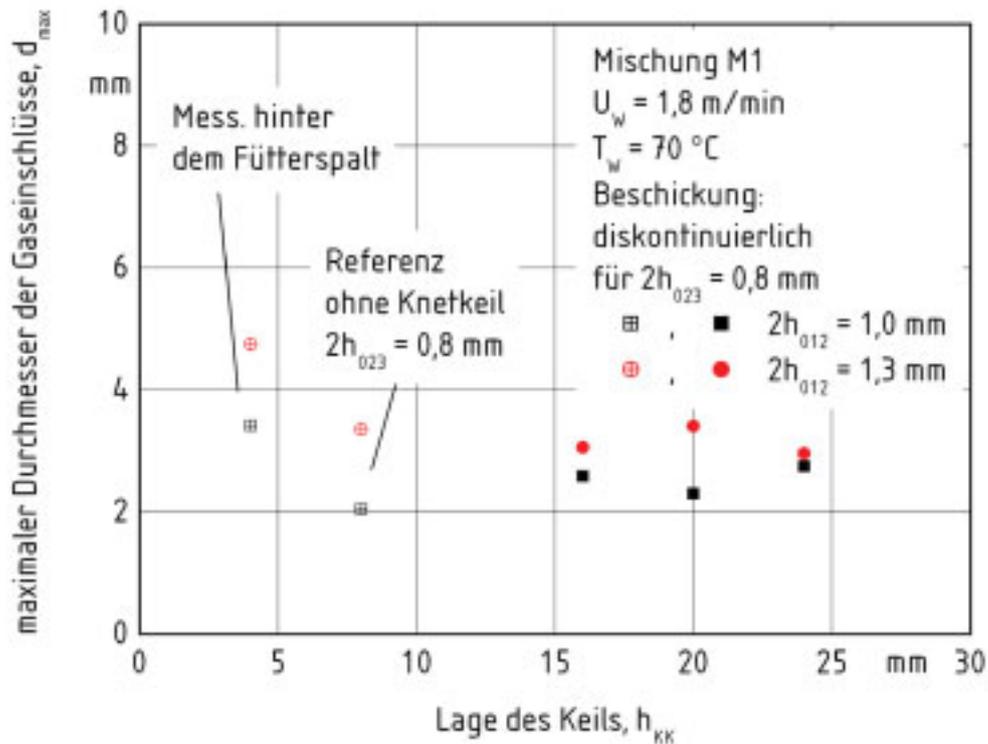


Bild 5.38: Maximaler Durchmesser der Gaseinschlüsse in Abhängigkeit der Lageneinstellung des Keils mit der Spalthöhe des Fütterspalts als Parameter, Mischung M1

5.3.7 Position der Gaseinschlüsse in der Bahn

In der vorliegenden Arbeit wird die Position der Gaseinschlüsse quer zur Förderrichtung der Kautschukbahn gemessen. Die Breite einer Kautschukbahn wird in 20 Streifen geteilt. Jedem Streifen wird eine Klasse zugeordnet. Jede Klasse entspricht daher 5% der Bahnbreite. Es wird festgestellt, dass die Positionsverteilung von der Beschickungsart des Kalanders und den Prozessparametern unabhängig ist. Die Position der Gaseinschlüsse in kalandrierten Kautschukbahnen ist zufällig.

Darüber hinaus wird die Position der größten Gaseinschlüsse, d.h. die mit den maximalen querschnittsflächenäquivalenten Durchmessern, gemessen. Hierfür wird die Breite der Kautschukbahn in drei gleichgroße Klassen (linke Seite, Mitte, rechte Seite) eingeteilt. Es zeigt sich, dass sich die größten Gaseinschlüsse häufig seitlich der Bahn (links oder rechts) befinden. Die Wahrscheinlichkeit des Auftretens der Einschlüsse seitlich der kalandrierten Bahn ist

im Verhältnis zur Wahrscheinlichkeit von Fehlstellen in der Mitte etwa vier zu eins. Der Grund dafür ist das abnehmende Druckmaximum und die Breite des Druckprofils (Strecke \overline{SA} , vgl. [Bild 5.1](#)) quer zur Förderrichtung der Walzen im Kalanderspalt. Dies ist von der Kautschukmischung und der Beschickungsart des verwendeten Laborkalanders unabhängig.

5.4 Zeitabhängige Strömungsfelder im Kalanderspalt

Die Eigenschaften kalandrierter Kautschukbahnen sind vom Strömungsfeld zwischen den gegensinnig rotierenden Walzen abhängig. Das Strömungsfeld steht in direktem Zusammenhang mit den verfahrenstechnischen Parametern und den Stoffeigenschaften der zu kalandrierenden Mischungen. Kennzeichnend für das Strömungsfeld im Walzenspalt und vor allem in dem davor befindlichen Knet sind Wirbel, vgl. [Bild 4.12](#). Die Wirbel entstehen aufgrund der Überlagerung der von den Walzen bewirkten Schlepplagerung und der durch Spaltdruck bewirkten Rückströmung der Polymerschmelze. Die detaillierten Strömungsvorgänge im Knet und im Walzenspalt, welche mit Hilfe eingefärbter Stromlinien visualisiert werden, finden sich bei Unkrüer [5] und weiteren Autoren [8, 61, 63] für PS- und PVC-Polymere.

In der vorliegenden Arbeit werden die Strömungsvorgänge im Knet und im Walzenspalt für gefüllte Kautschukmischungen visualisiert und mit den in der Literatur vorhandenen Ergebnissen für PS- und PVC-Polymere verglichen. Die verwendeten Kautschukmischungen M4, M5 und M6 weisen unterschiedliche Stoffeigenschaften wie Viskosität, Viskoelastizität und Haftung auf, vgl. Kapitel 4.4 und 5.1. Dabei sind die Stoffeigenschaften der Mischungen und ihrer farbigen Varianten gleich. Die Prozessparameter sind in folgenden Untersuchungen wie folgt eingestellt: die Umfangsgeschwindigkeit der Walzen 1,8 m/min, die Höhe des Fütterspalts 1,3 mm, die Höhe des Spalts 0,8 mm, Temperatur der Walzen 70 °C.

In [Bild 5.39](#) ist ein Schnitt durch einen Knet dargestellt, um das Strömungsfeld zu visualisieren. Hierzu wird in der eingestellten Versuchsvariante der Kalanderspalt zunächst mit einer weiß pigmentierten vorgefertigten Kautschukbahn gespeist. Dem weißen Teil der Bahn folgt ein Teil mit einem rotem 40 mm breiten Streifen, der sich in der Mitte der oberen Schicht befindet, vgl. [Bild 4.9](#). Der Knet wird nach 15 s Einlaufzeit, nachdem die Walzen angehalten wurden, aus dem Kalanderspalt entfernt und in Walzrichtung geschnitten. Ähnlich wie bei Unkrüer [5] sind drei charakteristische Strömungsgebiete in dem mittleren Querschnitt sichtbar. Die einlaufende Mischung haftet an Walze 2 und wird in Richtung des Walzenspalts zwi-

schen Walze 2 und 3 gefördert. Das Material wird vor dem Spalt gestaut, es bildet sich ein Knet. Innerhalb des Knets entsteht ein Einlaufwirbel. Zwischen dem Einlaufwirbel und der Oberfläche der dritten Walze ist ein ausgeprägter, ellipsenförmiger Wirbel zu beobachten - der Knetwirbel. Der dritte Wirbel, der so genannte Auslaufwirbel, ist vor dem engsten Spalt zu erkennen.

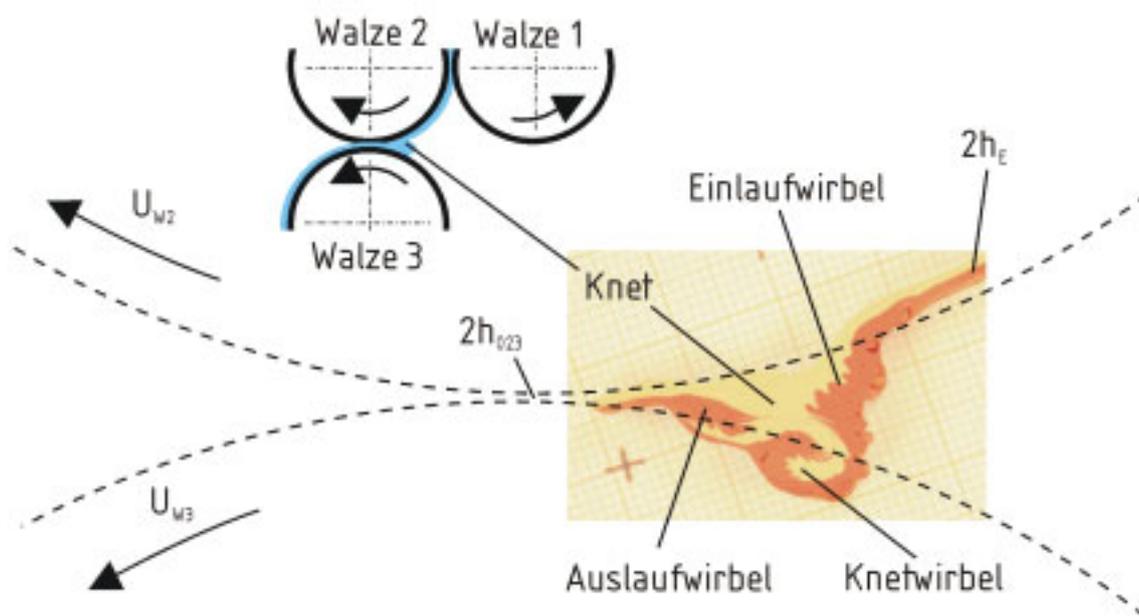


Bild 5.39: Schnitt durch einen Knet mit Wirbelfeldern, Mischung M4, $U_{W2} = U_{W3} = 1,8 \text{ m/min}$, $2h_{023} = 0,8 \text{ mm}$, $2h_{012} = 1,3 \text{ mm}$

In diesem Versuch wird die Kautschukmasse direkt nach dem Anhalten der Walzen aus dem Walzenspalt entfernt. Damit wird das Fließen der Kautschukmasse während des Kühlens der Walzen (ca. 2 Stunden) vermieden. In [Bild 5.39](#) ist zu erkennen, dass die Form des Knets nach dem Abkühlen nicht mehr der Form des Walzenspalts entspricht. Das Material erholt sich vor allem in den Wirbelgebieten, in welchen es hohen Scherungen und Spannungen unterliegt.

In [Bild 5.40](#) sind Strömungsvorgänge im Walzenspalt und im Knet beim Kalandrieren der EPDM-Mischung (M4) dargestellt. Der erste Knet wird nach ca. 5 s Einlaufzeit des Materials mit dem Streifen aus dem Walzenspalt entfernt und nach dem Abkühlen in Walzrichtung zerlegt. Dieser Vorgang wird in Verlauf weiterer Untersuchungen mit einer Einlaufzeitvariation wiederholt. In [Bild 5.40](#) sind die Aufnahmen der jeweils mittleren Schnitte präsentiert.

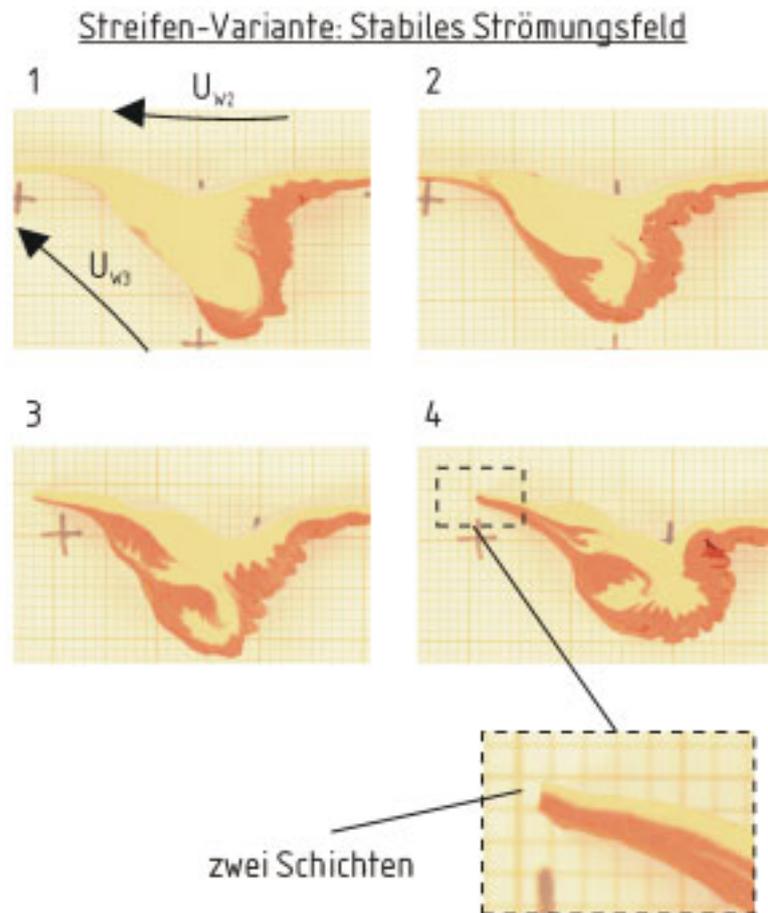


Bild 5.40: Strömungsvorgang im Walzenspalt und im Knet beim Kalandrieren der EPDM-Mischung (M4) – Streifen-Variante; die Feldnummerierung folgt der Zeitkoordinate

Ein Teil der in den Spalt eintretenden Kautschukbahn wird direkt, aufgrund der Haftung, an die Oberfläche der Walze 2 weitertransportiert, während der Rest des Materials noch vor Erreichen des engsten Spalts, infolge Rückströmens der im Spalt befindlichen Kautschukmasse, abgeschert und umgelenkt wird. Diese restliche Schicht strömt über den Einlaufwirbel zurück und wird zum oberen Knetbereich hin transportiert – Feld 1 und 2 in [Bild 5.40](#). Dort haftet die äußerste Schicht des Knets an der Oberfläche der Walze 3 und wird zum engsten Spalt gefördert. Daraus folgt, dass die beiden äußeren Schichten der einlaufenden Bahn die äußeren Schichten des Knets und der auslaufenden Bahn bilden – Feld 3 in [Bild 5.40](#). Die weiteren Schichten der auslaufenden Bahn werden durch übrige einlaufende Materialschichten verschiedener Höhenlagen gebildet.

Kurz vor dem engsten Spalt ist der dritte Wirbel, der Auslaufwirbel, zu erkennen – Feld 3 und 4 in [Bild 5.40](#). Unkrüer [5] berichtet, dass der Wirbel aus Materialschichten aufgebaut wird, die aus der Mitte der einlaufenden Schmelzeschichten stammen. Des Weiteren beschreibt

Unkrüer, dass die nicht am Bahnaufbau beteiligten Schichten des Ein- und Auslaufwirbels sowie die Innenschichten des Knetwirbels durch stetige Nachförderung neuen Materials zu Seite transportiert werden. Nach dem Passieren des engsten Spalts sind zwei annähernd gleich dicke Schichten in der Bahn zu erkennen.

In Bild 5.41 ist das Entstehen der Schichten in den Bahnen in Abhängigkeit der Zeit dargestellt, wie es nach dem Passieren des engsten Spalts erfolgt. Die auslaufende Bahn wird alle 5 s quer zur Förderrichtung geschnitten. Die Verweilzeit der Schichten im Knet ist aufgrund der Umlenkung der Materialschichten unterschiedlich lang. Der auslaufende rot farbige Streifen ist breiter als der einlaufende, vgl. Feld 0 mit Feld 1 bis 4 in Bild 5.41. Es findet ein Transport des Materials im Knet quer zur Förderrichtung statt. Dabei ist zu erkennen, dass das Material in der Mitte der auslaufenden Bahn intensiver zur Seite der Bahn transportiert wird als in äußeren Schichten – Feld 3 und 4 in Bild 5.41. Die äußere rote Schicht ist schmaler als die mittlere, vgl. Bild 5.41. Das könnte damit begründet werden, dass das Material in mehreren Schichten durch den Knet strömt. Die Schichten des Materials sind regelmäßig angeordnet. Dies ist ein Zeichen dafür, dass das Fließen im Knet stabil verläuft. Das Material haftet an den Walzenoberflächen, der Knet rotiert mit einer konstanten Geschwindigkeit, die Form des Knets ist regelmäßig. Die in Bild 5.40 und Bild 5.41 dargestellten Strömungsfelder im Knet und die Schichtenanordnung in der kalandrierten Bahn sind auf die Mischung SBR/BR (M6) übertragbar. Die Ergebnisse von Unkrüer stimmen für PS- und PVC-Polymere hinsichtlich der Strömungsfelder in der im Kalanderspalt befindlichen Polymerschmelze während des Kalandrierens mit den dargestellten Ergebnissen für Kautschukmischungen überein.

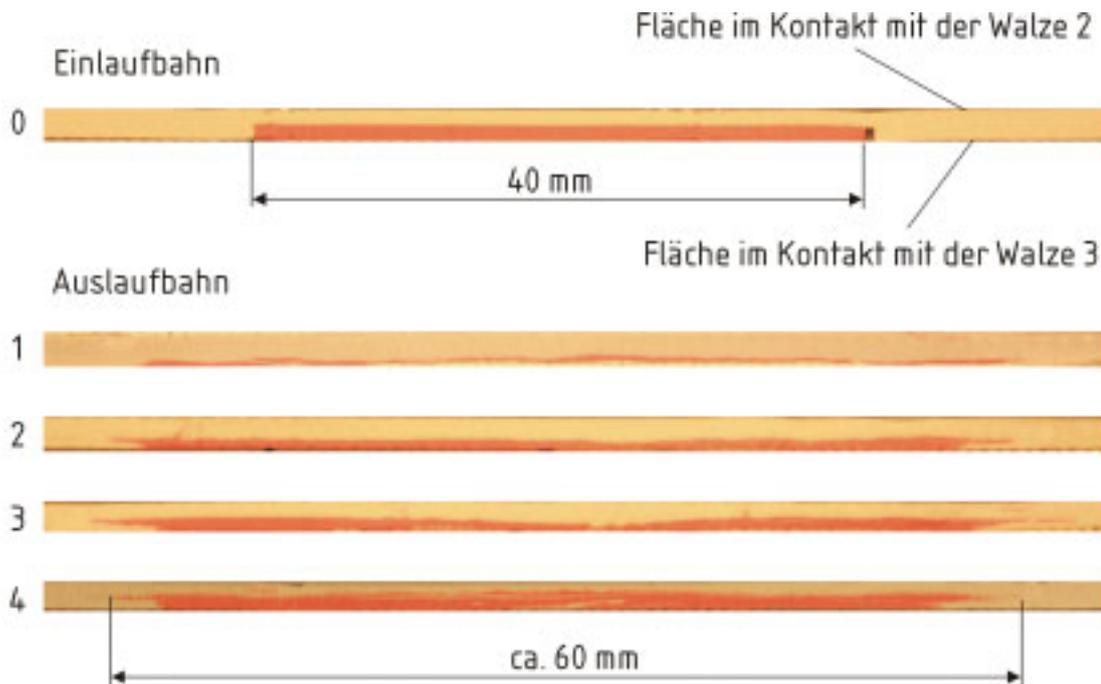


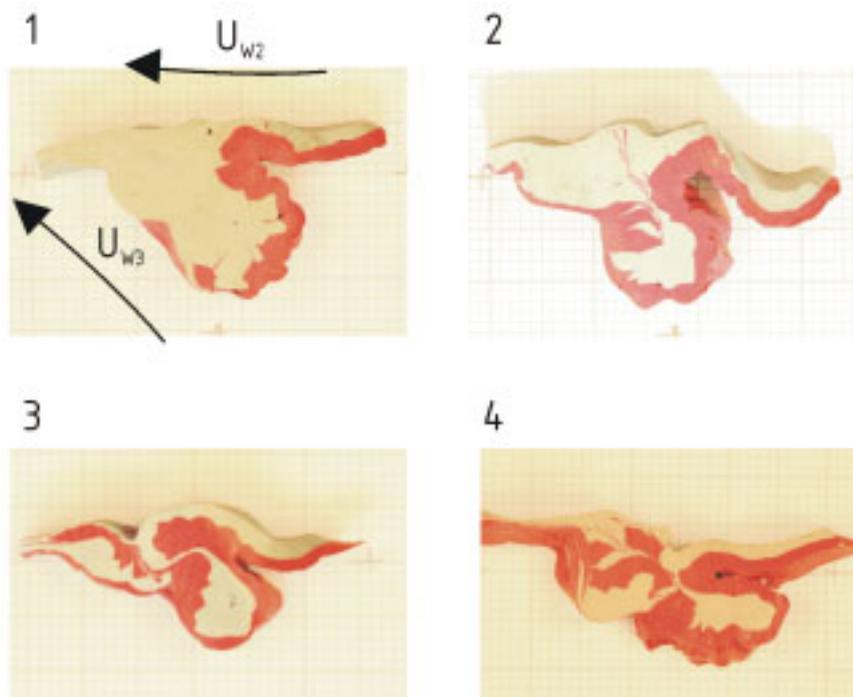
Bild 5.41: Anordnung der Materialschichten nach dem Passieren des Walzenspalts beim Kalandrieren der EPDM-Mischung (M4) – Streifen-Variante; die Feldnummerierung folgt der Zeitkoordinate

Die Bewegung der Materialschichten im Walzenspalt ist bedingt durch die entgegengesetzt wirkende Druck- und Schleppestromung. Durch die unterschiedliche Art der Materialförderung durch den Spalt entstehen Wirbel. Dabei treten zwischen unmittelbar benachbarten Schichten Scherungen auf. Diese führen zur Energiedissipation und unterschiedlichen Arten des Mischens. Je nach Lage einer Materialschicht in einer einlaufenden Bahn wird diese unterschiedlich in den Wirbeln des Knets umgelenkt und in die Richtung des engsten Spalts gefördert. Dies ruft Scherungen und Spannungen unterschiedlicher Dauer zwischen den Schichten hervor. Die Schichten werden gegeneinander verschoben. Dies führt dazu, dass die Spannungen unterschiedlich lang auf eine Schicht wirken. Darüber hinaus haben diese Spannungen verschiedene Größen und Richtungen. Da die Schichten nach dem Kalandrieren ihre Farbe nicht ändern, ist das ein Zeichen dafür, dass es zu keinem Massetransport zwischen den Schichten kommt.

Nachdem das Material den engsten Spalt passiert, relaxieren die in den einzelnen Schichten gespeicherten Spannungen. Daher ändert das Material nach Austritt aus dem Kalanderspalt seine Form gegenüber der Form vor dem Spalt. Dieser Vorgang führt zur Änderung der Dimensionen der kalandrierten Bahn. Stabile Strömungsvorgänge im Knet und die daraus folgende regelmäßige Anordnung der Schichten in der Bahn sind daher für deren Güte

maßgeblich. Dies gilt insbesondere für instabile Strömungsfelder im Walzenspalt. In [Bild 5.42](#) sind die Strömungsfelder im Walzenspalt für die SBR/NR-Mischung (M5) dargestellt. Während des Kalandrierens wird die Rotationsbewegung der Mischung im Knet durch intermittierende Haftung der Mischung an der Walzenoberfläche gestört. Es kommt zu Instabilitäten im Fließvorgang im Walzenspalt. Die Wirbel verändern ihre Position innerhalb des Knets. Dies wird in der Anordnung der Schichten in der auslaufenden Bahn wiedergegeben, vgl. [Bild 5.43](#). Die Materialschichten mit unterschiedlicher Temperatur-, Scher- und Spannungsgeschichte werden stark gemischt. Dies führt zu unregelmäßigem Erholen des Materials und zu starken Oberflächen- und Dimensionsstörungen.

Streifen-Variante: Instabiles Strömungsfeld



[Bild 5.42](#): Strömungsvorgänge im Walzenspalt und im Knet beim Kalandrieren der SBR/NR-Mischung (M5) – Streifen-Variante; die Feldnummerierung folgt der Zeitkoordinate

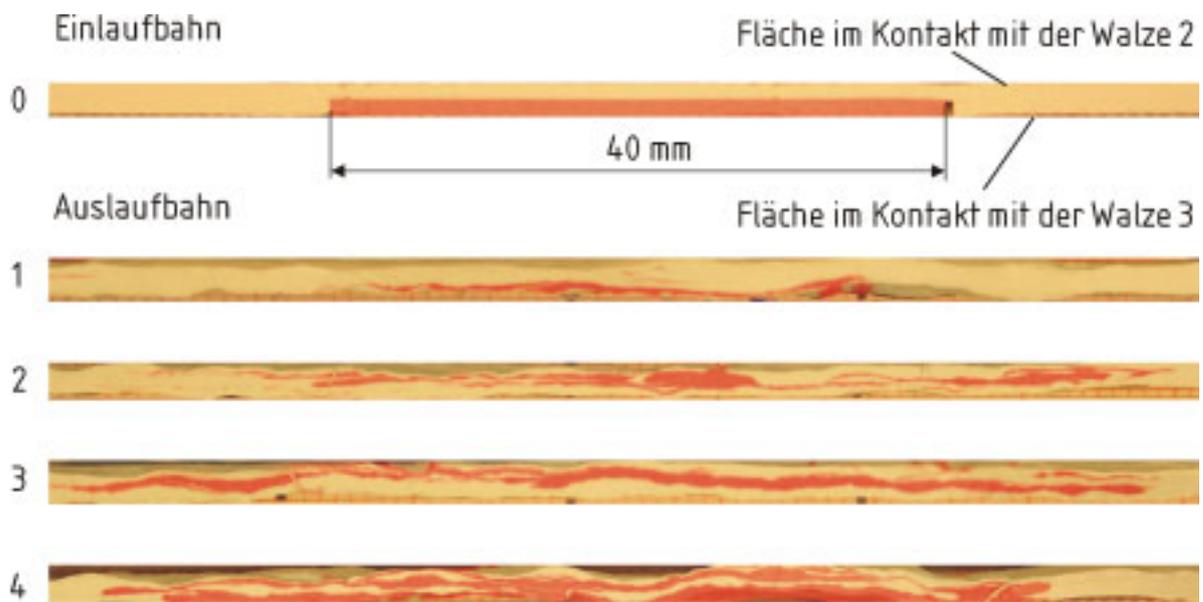


Bild 5.43: Anordnung der Materialschichten nach dem Passieren des Walzenspalts beim Kalandrieren der SBR/NR-Mischung (M5) – Streifen-Variante; die Feldnummerierung folgt der Zeitkoordinate

Im Folgenden wird das Entstehen von Materialschichten im Kalanderspalt während des Kalandrierens von gefüllten Kautschukmischungen beobachtet. Dafür wird der Strömungsvorgang im Walzenspalt in der vollfarbigen Variante visualisiert. Zunächst wird dem Kalanderspalt eine weiß gefärbte Kautschukbahn zugeführt. Nach ca. 60 s Einlaufzeit, die für das Ausbilden und Stabilisieren des Knets nötig ist, wird die Farbe der Bahn stufenlos auf Rot geändert, vgl. Kapitel 4.2.4. Durch die Variation der Einlaufzeit des roten Materials werden die im Knet und Walzenspalt auftretenden Strömungen verfolgt. Die dem Spalt entnommenen Materialproben werden in Walzrichtung zerlegt. Die mittleren Schnitte sind in [Bild 5.44](#) dargestellt.

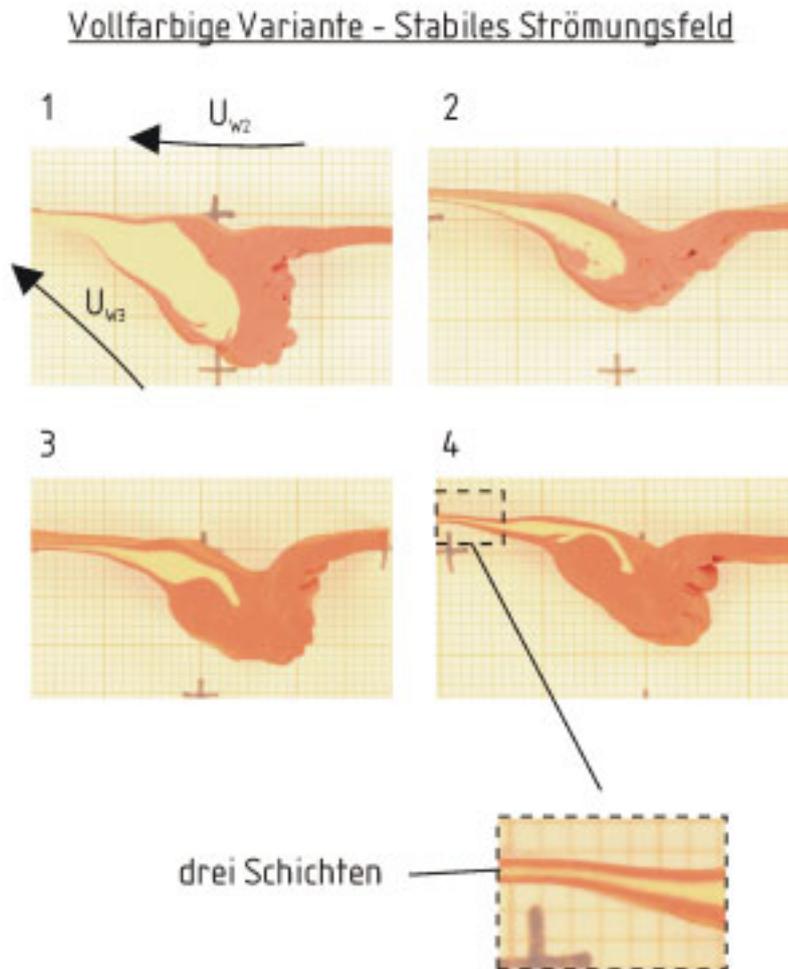


Bild 5.44: Strömungsvorgang im Walzenspalt und im Knet beim Kalandrieren der EPDM-Mischung (M4) – vollfarbige Variante; die Feldnummerierung folgt der Zeitkoordinate

Ähnlich der Versuchsreihe für die Streifen-Variante wird das einlaufende Material in Form einer Bahn im Einlaufwirbel auf zwei Fließwege aufgeteilt. Die äußere Schicht des Materials, die im Kontakt mit der Oberfläche der Walze 2 ist, fließt ungestört in den Walzenspalt. Das restliche Material umfließt den Knetwirbel, so dass die äußerste Schicht aufgrund des Haftens an der Oberfläche der Walze 3 in Richtung des Spaltes gefördert wird – Feld 1 und 2 in Bild 5.44. Durch den Umlenkvorgang ist diese Materialschicht, im Vergleich zum Material in unmittelbarer Nähe der Walze 2, verzögert. Beide äußeren Schichten umschließen den Knet- und den Auslaufwirbel – Feld 3 in Bild 5.44. Diese bilden danach die äußersten Schichten der auslaufenden Bahn. Das aus dem Einlaufwirbel umgelenkte Material fließt in den Knetwirbel und verdrängt das weiße Material. Im weiteren Verlauf wird der Auslaufwirbel mit dem Material des Knetwirbels gefüllt – Feld 4 in Bild 5.44. Das im Auslaufwirbel befindliche Materi-

al strömt zwischen die beiden äußeren Schichten in die kalandrierte Bahn. Die auslaufende Bahn entsteht somit aus drei Schichten.

In Bild 5.45 ist dargestellt, wie die drei Schichten während des Kalandrierens einer zweifarbigen Kautschukbahn entstehen. Die Position der Querschnitte in der auslaufenden Bahn sowie die Verzögerung der äußeren Bahnschichten sind in Bild 5.46 schematisch angegeben. Zunächst ist im Querschnitt der auslaufenden Bahn nur das weiße Material erkennbar – Feld 0 in Bild 5.45.

Danach fließt der rote Teil des Materials in den Walzenspalt. Im Querschnitt der auslaufenden Bahn ist die rote äußere Schicht erkennbar, die durch Walze 2 durch den Walzenspalt transportiert wird – Feld 1 in Bild 5.45. In Bild 5.45 ist dies die obere Schicht des Bahnquerschnitts.

Die äußere Schicht der einlaufenden Bahn, welche durch den Einlaufwirbel umgelenkt wird und danach die äußere Schicht des Knets bildet, wird durch Walze 3 in den Spalt weitertransportiert. Diese Schicht verzögert sich im Vergleich zu nicht umgelenkter Schicht. Darüber hinaus kommt es zur Verzögerung innerhalb der umgelenkten Schicht aufgrund des seitlich kleiner werdenden Umfangs des Knets. Dies wird in Bild 5.45 in Feld 2 und Feld 3 dargestellt. Dieser Vorgang führt dazu, dass das rote Material zuerst seitlich der auslaufenden Bahn zu erkennen ist, vgl. Bild 5.46.

Die beiden äußeren Schichten umschließen die mittlere in Feld 4 des Bild 5.45. Gleichzeitig wird der Auslaufwirbel weiterhin mit dem roten Material gefüllt. Die weiße Schicht in der Mitte des Bahnquerschnitts wird dünner, bis der Auslaufwirbel vollständig mit rotem Material gefüllt wird. Die mittlere Schicht ist regelmäßig und behält eine annähernd konstante Position im Bahnquerschnitt bei. Die beobachteten Schwankungen der Dicke und Position werden durch die Bewegung des Auslaufwirbels innerhalb des Knets verursacht.

Die Messreihen mit der vollfarbigen Variante für Mischungen M4 und M6 mit unterschiedlichen Walzenspalthöhen und Temperatur der Walzen lassen keine Abweichungen vom beobachteten drei Schichten-Muster erkennen. Die Tatsache, dass die eingesetzten Mischungen M4 und M6 sich in ihrer Viskosität, Viskoelastizität und Zusammensetzung voneinander unterscheiden, lässt die Aussage zu, dass der beobachtete drei Schichten-Muster im Strömungsfeld auch für weitere gefüllte Kautschukmischungen gilt.

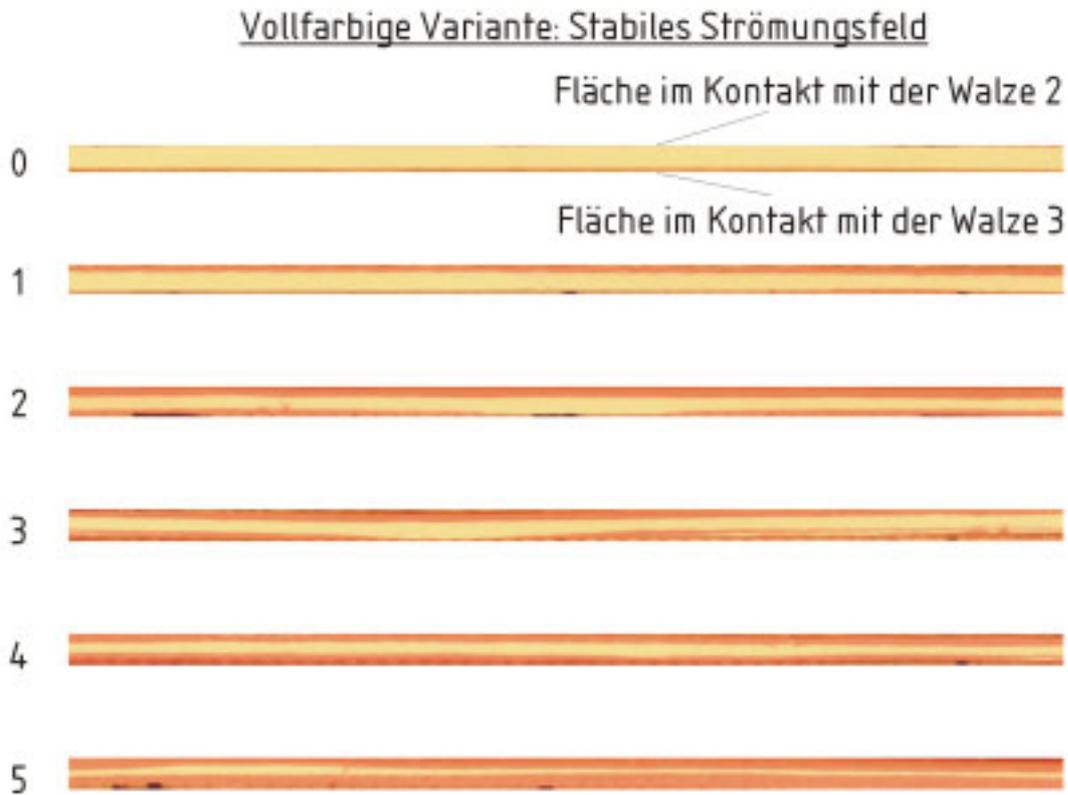


Bild 5.45: Anordnung der Materialschichten nach dem Passieren des Walzenspalts beim Kalandrieren der EPDM-Mischung (M4) – vollfarbige Variante; die Feldnummerierung folgt der Zeitkoordinate

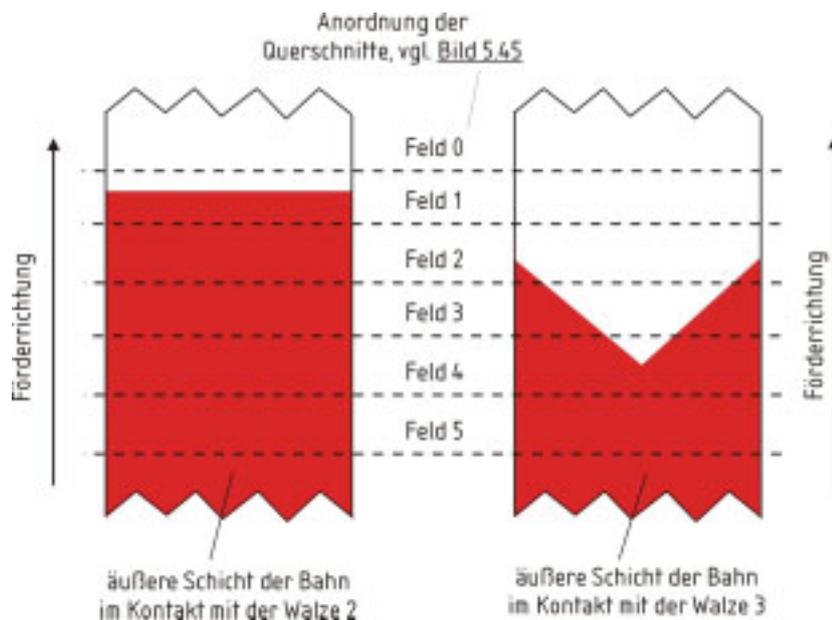
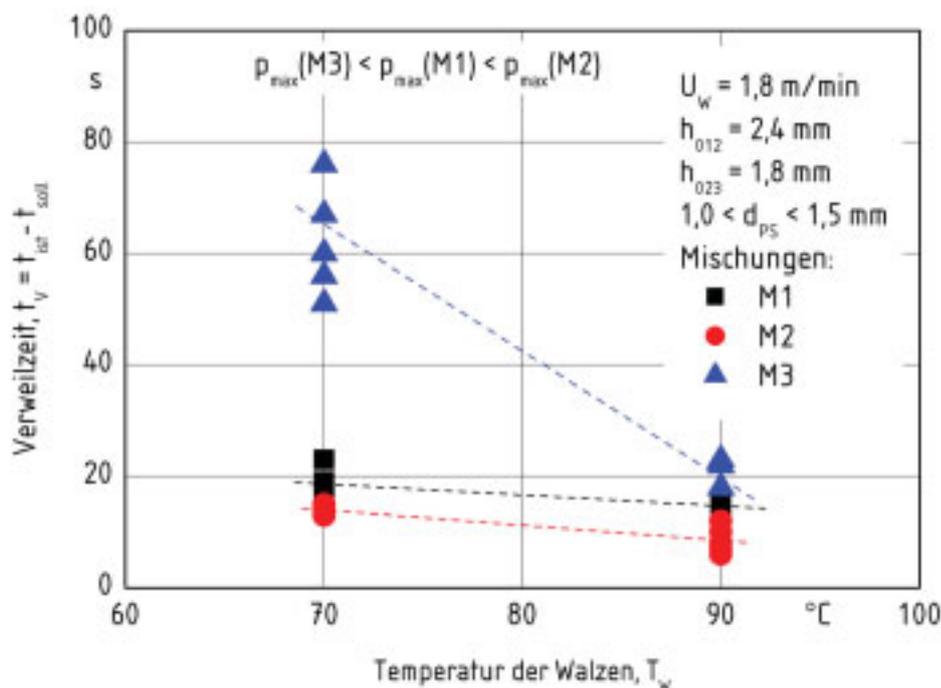


Bild 5.46: Schematische Abbildung der äußeren Schichten der kalandrierten Bahn in der vollfarbigen Variante mit der Anordnung der Querschnitte vom Bild 5.45

5.5 Transport der Gasblasen im Kalanderspalt

Styroporkugeln werden, wie in Kapitel 4.2.5 dargestellt, einzeln der Kautschukmasse vor dem Kalanderspalt zugeführt und es wird ihre Verweilzeit im Knet wird gemessen. Die Ergebnisse der Messungen sind in [Bild 5.47](#) für Mischungen M1, M2 und M3 dargestellt. Für die untersuchten Mischungen ist zu erkennen, dass für die niedrige Walzentemperatur von 70 °C und dem daraus resultierenden höheren Spaltdruck, die Verweilzeiten der Styroporkugeln im Knet größer sind als für $T_w = 90$ °C. Hier lässt sich ableiten, dass die Verweilzeit der Gaseinschlüsse im Knet und somit die Dauer eines partiellen Abscheidens der Gasblasen, bei niedrigen Temperaturen länger ist als bei der höheren. Dies ist auf die Proportionalität von Gasgehalt in kalandrierten Kautschukbahnen und Temperatur zurückzuführen.



[Bild 5.47](#): Verweilzeit der Styroporkugeln im Knet in Abhängigkeit der Temperatur der Walzen

Die Bewegung von Gasblasen im Knet wird mit Hilfe von Styroporkugeln visualisiert. Diese werden einzeln vor dem Kalanderspalt in die Kautschukmasse eingearbeitet. Danach wird die Kalandranlage angehalten und der Knet wird von den Kalandrerwalzen entfernt. Dieser Vorgang wird im Verlauf weiterer Messreihen mit einer Einlaufzeitvariation wiederholt. Die Position der Styroporkugeln im Inneren des Knets wird mit Hilfe der Röntgentomographie abgebildet und ist in [Bild 5.48](#) dargestellt.

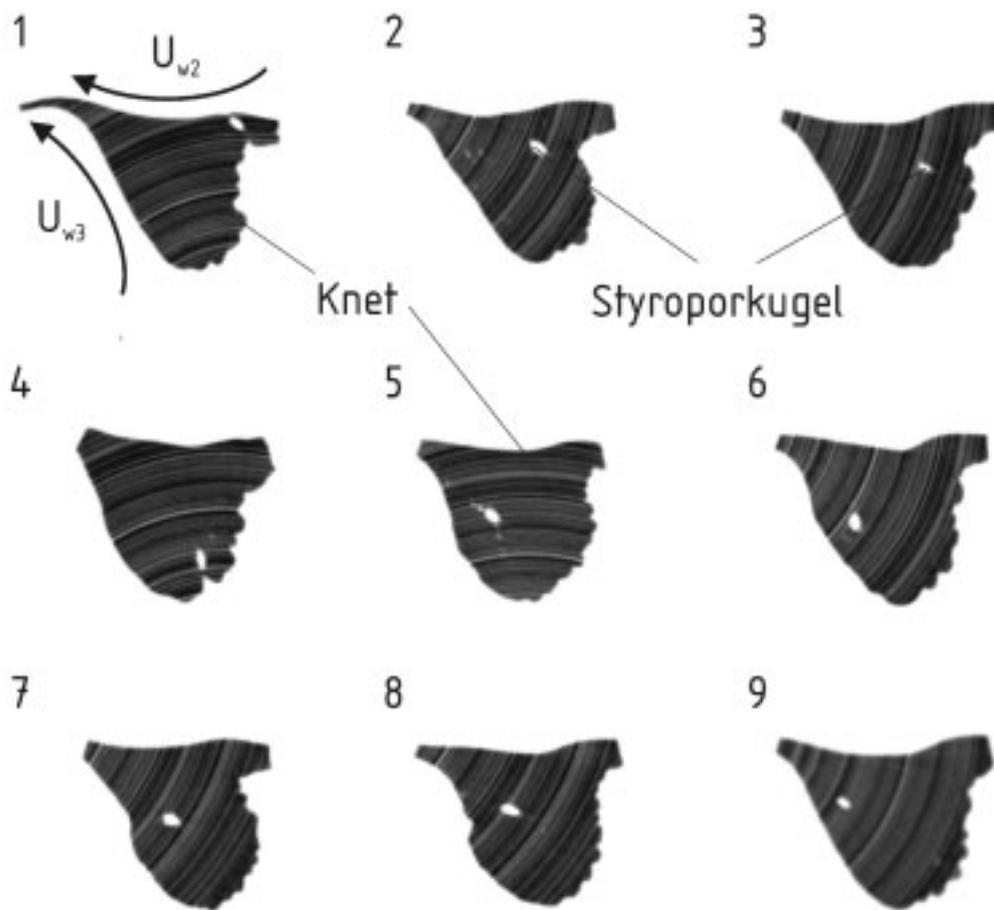


Bild 5.48: Verhalten von Styroporkugeln in der Strömung durch den Knet; die Feldnummerierung folgt der Zeitkoordinate

Die Styroporkugel wird mit der einlaufenden Kautschukbahn in Richtung des Knets transportiert. Wie in den Feldern 1 – 3 von [Bild 5.48](#) dargestellt, folgt die Kugel den Materialschichten, die in den Einlaufwirbel einströmen. Im Einlaufwirbel wird die Kugel mit der Kautschukmasse umgelenkt und nahe der freien Oberfläche des Knets in Richtung des Knetwirbels transportiert – Feld 4. Danach mündet die Styroporkugel in den Knetwirbel und verbleibt dort gewisse Zeit – Felder 5. Anschließend bewegt sich die Kugel durch den Auslaufwirbel im Walzenspalt und verlässt diesen in der kalandrierten Kautschukbahn – Feld 9.

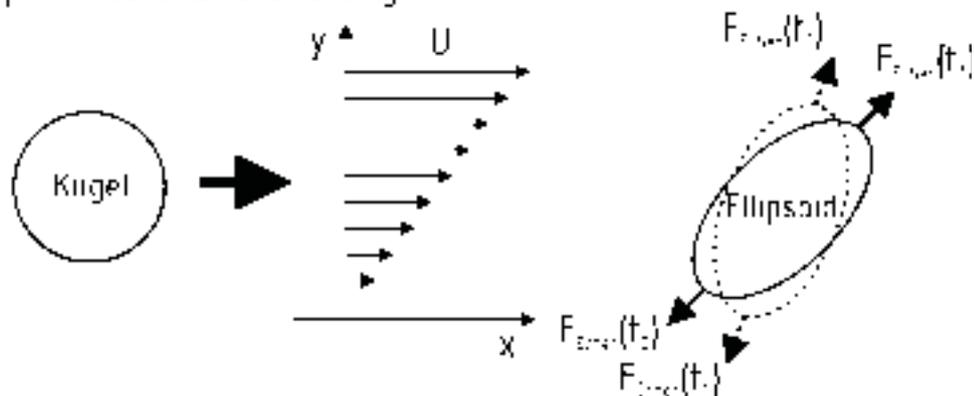
Der Transportweg der Styroporkugeln durch den Knet wird in Messreihen mit mehreren, nacheinander in einem Abstand folgenden Styroporkugeln bestätigt. Ebenso verhält es sich mit den Glaskugeln. Die Glaskugeln werden, je nach Höhenlage in der einlaufenden Bahn,

direkt durch die an der Walze 2 haftende Materialschicht in Walzenspalt transportiert oder sie strömen mit restlichen Schichten über die Wirbel im Knet dorthin.

Aus Bild 5.48 ist ersichtlich, dass die Styroporpartikeln, die ursprünglich kugelförmig waren, durch die wirkenden Kräfte im Strömungsfeld unterschiedlich ausgerichtet und deformiert werden. Meijer und Janssen [114] beschreiben ein ähnliches Verhalten von Tropfen in einfacher Scherströmung und in reiner Dehnströmung, vgl. Bild 5.49. In der Dehnströmung orientiert sich der Tropfen entlang der Hauptrichtung der Dehnung. Dies bestimmt zugleich die Deformationsrichtung des Tropfens. In einer einfachen Scherströmung erzeugen die auf die Oberfläche des Tropfens wirkenden Kräfte ein Drehmoment. Die größte Trennkraft wirkt auf den Tropfen, wenn dieser sich in einem Winkel von 45° relativ zum Geschwindigkeitsgradienten befindet. In gewissen Lagebereichen der Partikel kommt es zum Gleichgewicht zwischen den im Strömungsfeld wirkenden Einflüssen, so dass der Tropfen nicht mehr rotiert.

Angreifende Kraft
auf eine deformierbare Kugel

a) in einfacher Scherströmung



b) in Dehnströmung

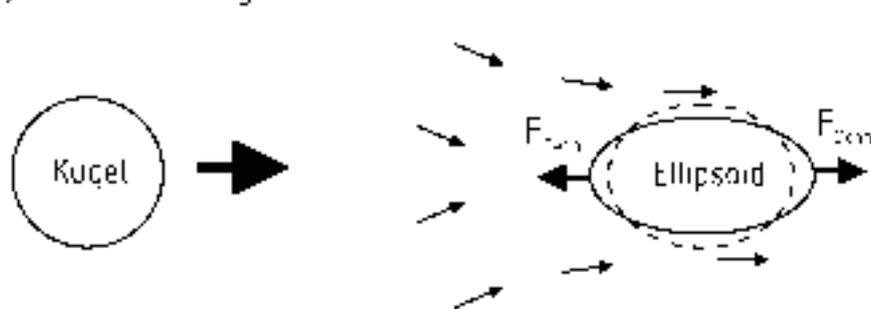
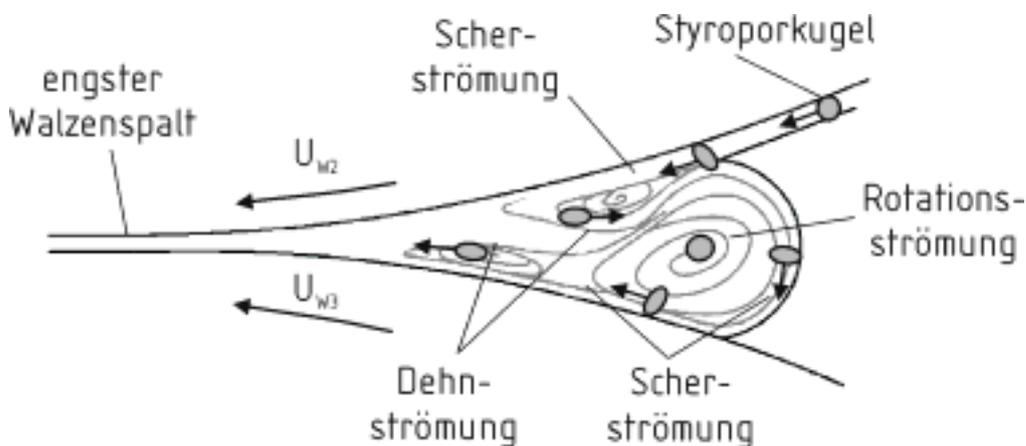


Bild 5.49: Deformation einer Kugel in einfacher Scherströmung und in Dehnströmung nach Meijer und Janssen

Die Styroporkugeln bleiben im Kalanderspalt nur an den Stellen kugelförmig, wo die wirkenden Kräfte im Gleichgewicht oder zu vernachlässigen sind. Im Inneren des Knetwirbels ist vorwiegend die Rotationsströmung vorhanden [58]. In diesem Bereich sind die Styroporkugeln kugelförmig. Entlang der Walzenoberflächen, im Einlaufwirbel und in oberen Schichten des Knetwirbels, handelt es sich um eine reine Scherströmung. Hier sind die Styroporpartikeln ellipsoidförmig und nehmen eine für den Scherströmungsbereich typische Orientierung an. Im Bereich der Symmetrieebene, zwischen den Walzen und innerhalb des engsten Spalts, befindet sich ein Bereich mit einem hohen Anteil an Dehnströmung. Die Styroporpartikeln sind ellipsoidförmig und orientieren sich entlang der Stromlinien.

Für Gasblasen kann dies bedeuten, dass die vor allem großen Blasen auseinander gezogen, d.h. in kleinere Blasen dispergiert werden. Durch die Rotation der Materialsichten im Knetwirbel können die Gasblasen in die äußeren Schichten des Knetwirbels transportiert werden, wo sie abgeschieden werden. Die Stromlinien der Gasblasen im Knet mit einer qualitativen Darstellung ihrer Deformation sind schematisch in [Bild 5.50](#) gezeigt.



[Bild 5.50](#): Bewegung von Gasblasen im Knet mit qualitativer Darstellung ihrer Deformation

6 DISKUSSION DER ERGEBNISSE

Das Strömungsfeld im Walzenspalt hat großen Einfluss auf die Eigenschaften der kalandrierten Bahn. Der sich in dem Strömungsfeld einstellende Spaltdruck und die sich ergebende Knetgröße sind von der Fütterspalthöhe, der Höhe im nachfolgenden Walzenspalt, der Viskosität der zu kalandrierenden Polymerschmelze, der Umfangsgeschwindigkeit der Walzen und deren Friktion abhängig. Das Strömungsfeld kann durch Anwendung eines Keils beeinflusst werden.

Aus den, die vorliegende Arbeit begleitenden Experimenten liegen Messwerte für das Druckfeld und die Strömungsfelder im Kalanderspalt vor. Ebenso werden die Verteilung und Eigenschaften der Gaseinschlüsse in kalandrierten Kautschukbahnen und die Bewegung von Blasen im Kalanderspalt gemessen. Die Prozessparameter werden mit dem Ziel variiert, den maximalen Druck im Spalt zwischen den Walzen zu erhöhen. Die gewonnenen experimentellen Ergebnisse ermöglichen eine Analyse der physikalischen Zusammenhänge, die für den Kalandrierprozess und das Abscheiden von Gaseinschlüssen im Kalanderspalt bedeutsam sind.

6.1.1 Druckfelder im Kalanderspalt

Das Ausformen der Kautschukmasse im Kalanderspalt erfolgt über den Spaltdruck. Der Spaltdruck ergibt sich aus den gegebenen Verfahrensparametern. Diese sind für die Eigenschaften kalandrierter Bahnen maßgeblich. Der Spaltdruck ist eine Funktion der Spalthöhe, der Umfangsgeschwindigkeit der Walzen und der Viskosität der zu kalandrierenden Kautschukmischung, vgl. Gl. (4.14). Die Viskosität hingegen hängt von der Temperatur der Walzen und der Zusammensetzung sowie dem Typ der Kautschukmischung ab. In den Bildern 6.1 – 6.3 sind die im Kalanderspalt gemessenen und berechneten Druckprofile für unterschiedliche Spalthöhen, Umfangsgeschwindigkeiten und Temperaturen der Walzen dargestellt. Es ist eine Übereinstimmung zwischen dem McKelvey-Modell und den experimentell gewonnenen Werten bezüglich der Entwicklung der Druckprofile zu erkennen. Die folgenden Parameter tragen zur Steigung des Druckes bei: abnehmende Walzenspalthöhe und Walzentemperatur

sowie steigende Walzenumfangsgeschwindigkeit. Lediglich die Beträge der berechneten Druckprofile sind bis zu 200 % höher als die gemessenen Profile.

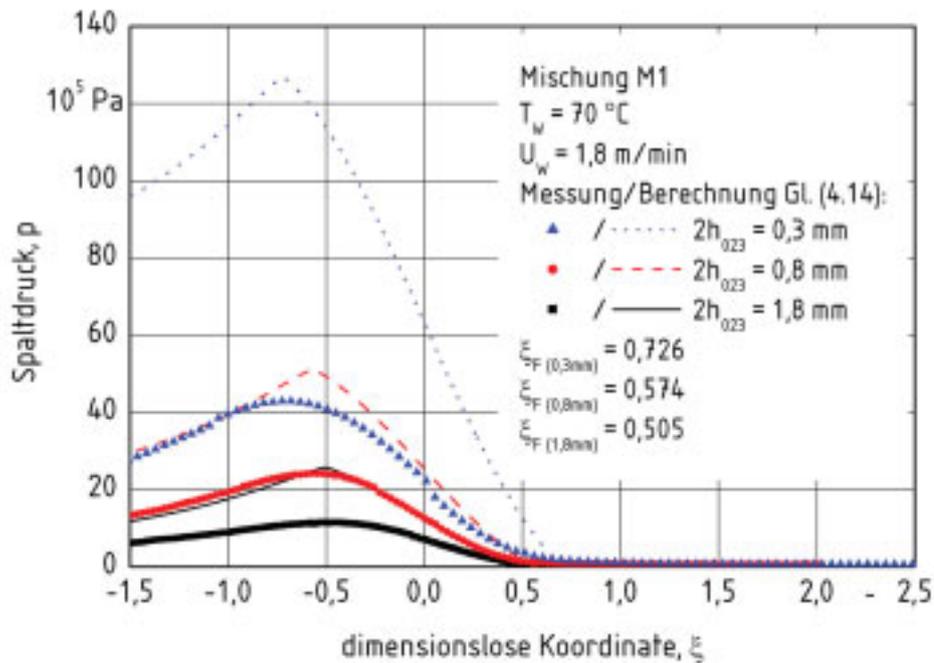


Bild 6.1: Gemessene und berechnete Druckprofile in Walzrichtung für verschiedene Walzenspalthöhen

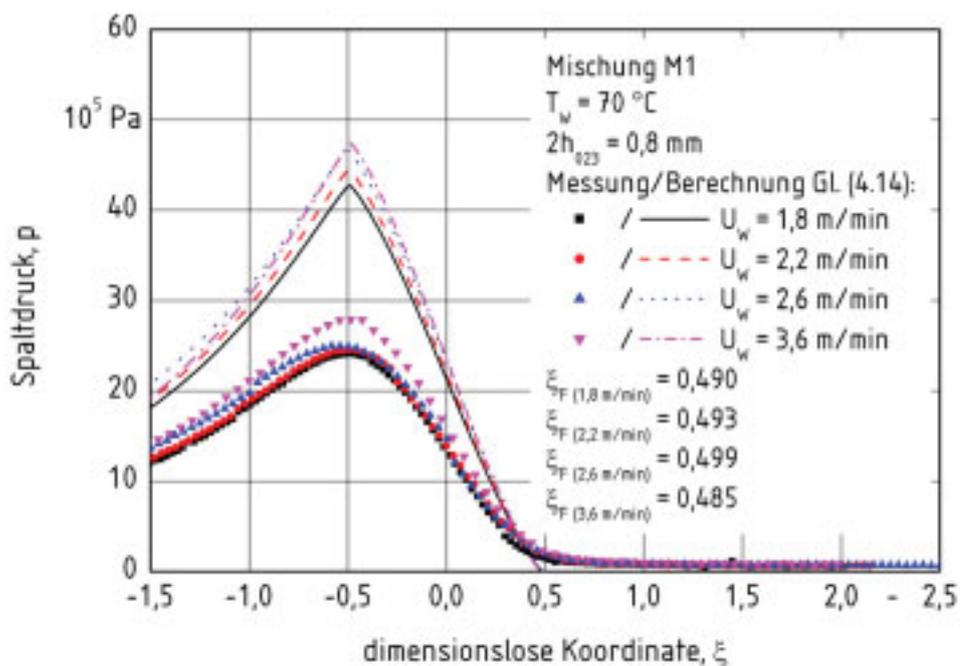


Bild 6.2: Gemessene und berechnete Druckprofile in Walzrichtung für verschiedene Umfangsgeschwindigkeiten der Walzen

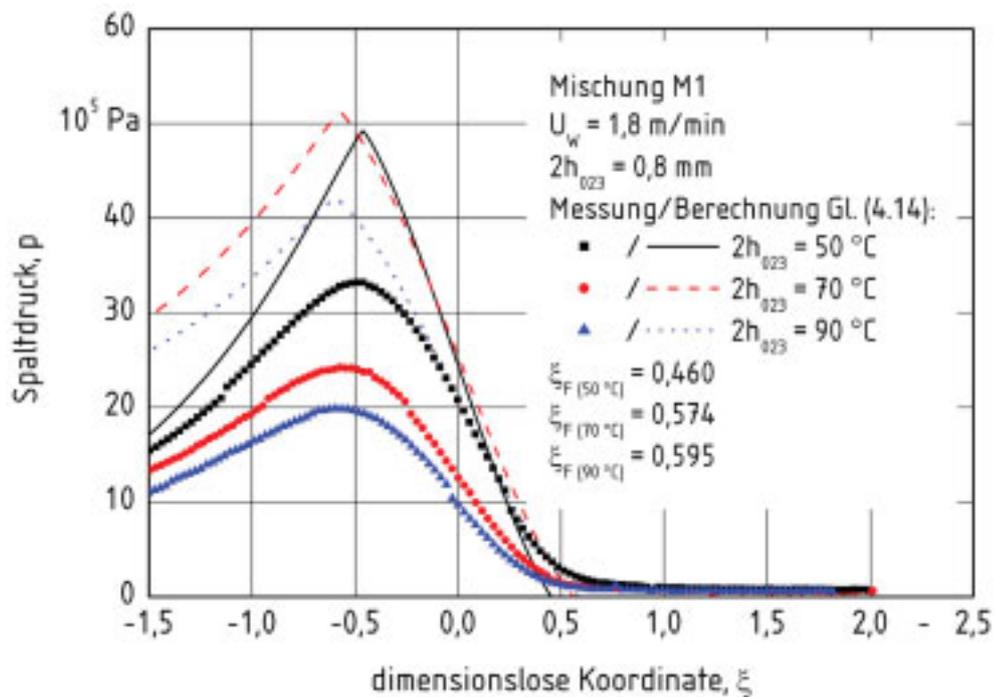


Bild 6.3: Gemessene und berechnete Druckprofile in Walzrichtung für verschiedene Temperaturen der Walzen

Der Grund für den Unterschied zwischen den gemessenen und berechneten Werten sind die Annahmen des Mckelvey-Modells, dass die Strömung isotherm sei und keine Fluidbewegung quer zur Strömungsrichtung stattfindet. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit konnte gezeigt werden, dass die Querkomponente im mittleren Bereich des Strömungsfeldes im Knet sehr ausgeprägt ist. Der farbige Streifen ist nach dem Passieren des engsten Spalts um ca. 50% breiter, als davor. Da es in der Nähe der Walzenoberflächen zu großer, mit Energiedissipation einhergehender, Scherung kommt, darf die Strömung im Knet sowie im Walzenspalt nicht als isotherm betrachtet werden [50, 53, 58, 113]. Zusätzlich wird gemessen, dass die Kautschukmasse länger im Auslaufwirbel verbleibt als die Materialschichten, die den Knet umfließen. Dies führt wiederum zur Erwärmung des Materials vor dem engsten Spalt.

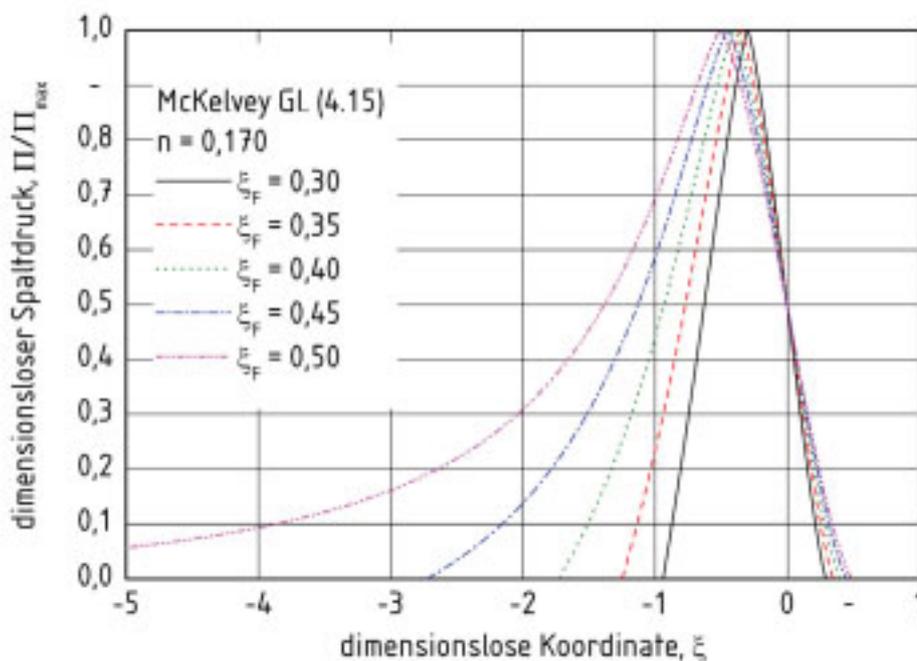
Mit der Senkung der Spalthöhe zwischen Walzen und der Walzentemperatur lässt sich der Spaltdruck am einfachsten beeinflussen. In der Praxis ist diese Vorgehensweise jedoch problematisch. Die Spalthöhe bestimmt direkt die Dicke der kalandrierten Bahn, dadurch wird auch die Dicke des Endprodukts beeinflusst. Die Temperatur der Walzen und die resultierende Temperatur der Kautschukmasse bestimmt ihre Fremdklebrigkeit. Eine zu niedrige Temperatur behindert die Fließfähigkeit der Kautschukmischung und führt zu Strömungsinstabilitäten im Einzugsbereich des Kalanderspalts und im Knet. Dies ergibt star-

ke Maßhaltigkeitsdifferenzen der kalandrierten Erzeugnisse. Zusätzlich führen ungleichmäßig im Material verteilte Spannungen zu Oberflächenunregelmäßigkeiten in Form von Adern.

Die Erhöhung der Walzenumfangsgeschwindigkeit führt nicht nur zur Erhöhung des Spaltdruckes, sondern auch zur Erwärmung der zu kalandrierenden Kautschukmischung aufgrund von Energiedissipation durch erhöhte Scherung. Dies kann zur thermischen Schädigung des zu verarbeitenden Materials führen [63]. Im Extremfall kommt es zur Anvulkanisierung des Materials im Kalanderspalt und zur Unterbrechung des Kalandrierprozesses.

Die Friktion trägt zur zusätzlichen Erwärmung bei, die infolge der erhöhten Scherung der durch Walzenspalt geförderten Kautschukmasse verursacht wird. Diese beiden Effekte setzen die Viskosität der Kautschukmasse herab. Dies hat zur Folge, dass sich der Druck im Spalt, trotz steigender Verdichtung der Kautschukmasse, nur wenig ändert.

Die Höhe des Fütterspalts sowie dessen Breite und die Umfangsgeschwindigkeit der Walzen bestimmen den Massenstrom im Kalanderspalt. Da die Spalten in Förderrichtung enger sind, wird durch die Spalthöhe des Fütterspalts die Größe bzw. Höhe des Knets im nachfolgenden Spalt beeinflusst. Mit steigender Höhe des Knets kommt es zur Verschiebung der Koordinate des Stagnationspunkts und der Fließschneide (das Druckmaximum) entgegen der Förderichtung, vgl. [Bild 6.4](#) und [Bild 6.5](#). In den experimentellen Untersuchungen wird gezeigt, dass die Größe des Knets kaum einen Einfluss auf den Spaltdruck hat. Die gemessenen Druckprofile bestätigen das Model von McKelvey [26, 65].



[Bild 6.4](#): Berechneter Druckverlauf im Walzenspalt eines Kalanders, dimensionsloser Druck mit der Abgangsordinate als Parameter

Da mit steigender Kneithöhe keine positiven Effekte bezüglich Spaltdrucks erzielt werden können, wird empfohlen, den Knet möglichst klein zu halten. Während des Kalandrierens mit sehr großen Kneten erkaltet das Material am Knetrand. Dies hat zur Folge, dass das Material durch den engsten Spalt gefördert wird, obwohl es nicht ausreichend aufgeschmolzen ist. Das nicht aufgeschmolzene Material ist in der kalandrierten Bahn als Oberflächendefekte in Form von ellipsenförmigen Abgrenzungen zu erkennen [28, 41, 61]. Des Weiteren besteht die Gefahr, dass das einlaufende Material nicht mehr den Knet umfließen kann. Die Oberfläche des Knets wird stark unregelmäßig. Die Wirbel innerhalb des Knets rotieren mit unterschiedlicher Geschwindigkeit. Es kann zur raschen Ausströmung des Materials, vor allem aus dem größten Wirbel (Knetwirbel, vgl. [Bild 4.12](#)), oder zum Austausch des Materials zwischen den Wirbeln kommen [8, 28]. Dies führt zu instabilen Strömungsformen im Knet und zur Entstehung von Oberflächendefekten in den kalandrierten Bahnen. Im sehr großen Knet kann sich ein Teil des Knets von restlichem Knet abtrennen.

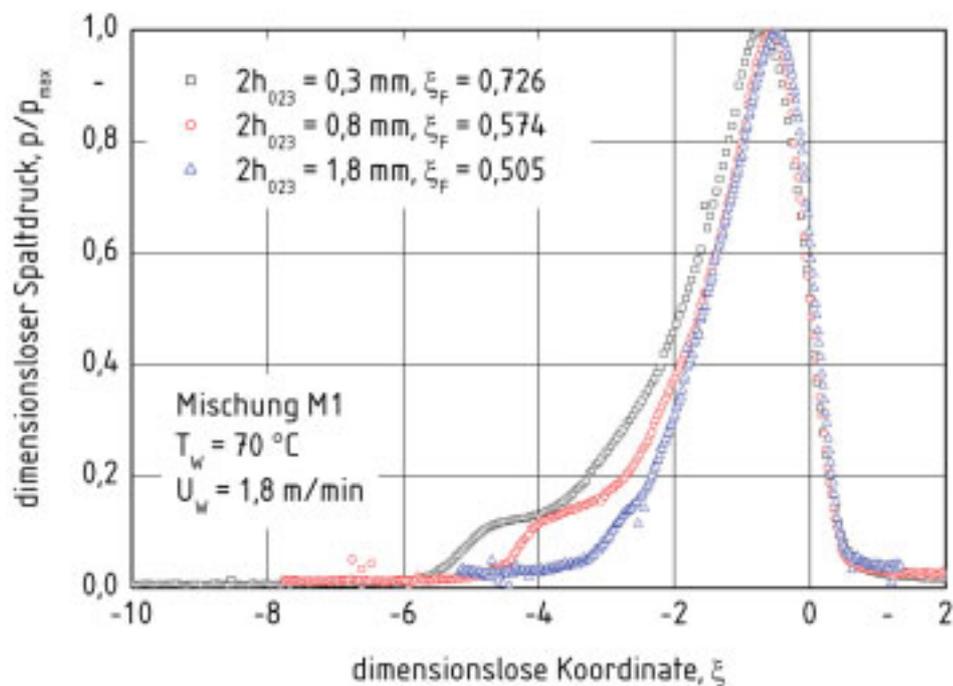


Bild 6.5: Gemessener Druckverlauf im Kalanderspalt, dimensionsloser Druck mit der Abgangskoordinate als Parameter

In der vorliegenden Arbeit wird kein Einfluss der Beschickungsart der Kalandrierwalzen auf den Spaltdruck festgestellt.

Die Anwendung eines Knetkeils verlängert die Mischzone vor den Walzen, im Vergleich zum Kalandrieren ohne Keil. Gleichzeitig steigt der Druck im Walzenspalt. Dies ist ebenfalls in-

folge eines Anstiegs der Suspensionsviskosität der Fall. Gleichzeitig wird die Fließfähigkeit der Kautschukmasse vermindert. Der Massenstrom fließt vor dem engsten Walzenspalt weniger stark quer zur Förderrichtung, so dass der Knet größer wird. Die kalandrierten Kautschukbahnen werden dementsprechend schmaler und dicker.

In Tabelle 6.1 ist der Einfluss der Prozessparameter auf den maximalen Spaltdruck, auf die Viskosität und auf die Scherrate im Spalt zwischen den Walzen, auf die Koordinaten der Stagnationspunkte und der Fließschneiden mit Berücksichtigung der Knethöhe qualitativ angegeben.

Zum Erzielen eines hohen Spaltdrucks wird empfohlen, mit möglichst geringer Temperatur der Walzen (ergibt eine hohe Viskosität des Materials) sowie mit kleinen Spalthöhen zu kalandrieren. Des Weiteren ist eine große Umfangsgeschwindigkeit der Walzen mit einem relativ kleinen Knet zu wählen. Die Größe des Knets kann durch Erhöhung der Friktion reduziert werden. Die Anwendung des Knetkeils erhöht und verlängert das Druckprofil im Kalanderspalt.

Tabelle 6.1: Einfluss der Verfahrensparameter auf den maximalen Spaltdruck p_{\max} , die Viskosität der Mischung η_{023} , die Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}_{023}$ im Walzenspalt zwischen den Walzen 2 und 3, den dimensionslosen Koordinaten des Stagnationspunktes ξ_S sowie der Fließschneide ξ_F mit Berücksichtigung der Knethöhe $2H$

Parameter	Änderung des Parameters	p_{\max}	η_{023}	$\dot{\gamma}_{023}$	ξ_S	$ \xi_S $	$2H$	ξ_F	$ \xi_F $
$2h_{023}$	↓	↑	↓	↑	↓	↑	↓	↓	↑
$2h_{012}$	↓	~↑	=	=	↑	↓	↓	~↑	~↓
T_w	↓	↑	↑	=	↑	↓	↓	~↑	~↓
U_w	↑	↑	↓	↑	~	~	~	~	~
f	↑	~	↓	↑	↑	↓	↓	~↑	~↓
c_s (AGP)	↑	↑	↑	~	~↓	~↑	↑	~↓	~↑
h_{KK}	↑	↑	~	~	↓	↑	↑	~	~

↑ zunehmend, ↓ abnehmend, = unverändert, ~ kaum geändert

6.1.2 Kalandrieren ohne Gaseinschlüsse

Die Anforderung bei der Ausformung der Kautschukbahnen mittels Kalandieranlagen sind Gewährleistung der Dimensionsstabilität und höchster Oberflächengüte, also glatte Oberflächen und Nichtvorhandensein von Gaseinschlüssen. In der vorliegenden Arbeit wird gezeigt, dass die im Material eingeschlossene Gasmenge entlang der Kalandrierlinie mit diskontinuierlicher Beschickung der Kalandrierwalzen, von Fütterstreifen bis zur kalandrierten Bahn, reduziert wird. Durch das kontinuierliche Beschicken des Fütterspalts wird das Material vor dem Kalandrieren zusätzlich entgast. Somit werden dem Kalandrierprozess weniger Gaseinschlüsse zugeführt. Die weitere Reduktion der Größe und der Anzahl der Gaseinschlüsse geschieht im Kalandrierspalt zwischen zwei gegenseitig rotierenden Walzen.

In Tabelle 6.2 ist der Einfluss der Prozessparameter auf den Spaltdruck, auf die bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse, auf den maximalen querschnittsflächenäquivalenten Durchmesser, auf den Medianwert und auf das gewogene Mittel sowie auf den Formfaktor der Gaseinschlüsse während des Kalandrierens qualitativer Form angegeben.

Tabelle 6.2: Einfluss der Verfahrensparameter auf die bezogene Querschnittsfläche der Gaseinschlüsse, den Spaltdruck zwischen den Walzen 2 und 3 und die Eigenschaften der Gaseinschlüsse in kalandrierten Kautschukbahnen

Parameter	Änderung des Parameters	$p_{\max,023}$	A_G^*	d_{\max}	d_{med}	d_{gew}	Λ_G
$2h_{023}$	↓	↑	↓	↓	↓	↓	↑
$2h_{012}$	↓	~↑	↓	↓	↓	↓	~
T_W	↓	↑	↓	~	~	~	~
U_W	↑	↑	↓	↓	↓	↓	↑
f	↑	~	↓	↓	~	~	~
c_s (AGP)	↑	↑	↓	↓	~	~	↓
h_{KK}	↑	↑	~	~	↓	↓	↑
↑ zunehmend, ↓ abnehmend, = unverändert, ~ kaum geändert							

Für blasenfreies Kalandrieren wird empfohlen, mit kleiner Spalthöhe, großer Umfangsgeschwindigkeit der Walzen und mit möglichst geringer Temperatur der Walzen zu arbeiten. Diese Parameter tragen zur Erhöhung der Schub- und Normalspannungen im Walzenspalt bei, welche zur Intensivierung des dispersiven Mischens führen [53, 58, 90-93]. Damit wird die Größenverteilung der in der einlaufenden Kautschukmasse vorhandenen Gaseinschlüsse nach

dem Passieren des engsten Walzenspalts in Richtung kleinerer Dimensionen verschoben und Anzahl der Gasblasen reduziert.

Die Erhöhung der Friktion bewirkt eine Reduktion des Gasgehalts in den kalandrierten Kautschukbahnen im Vergleich zum Kalandrieren mit gleichschnell rotierenden Walzen. Trotz steigender Schergeschwindigkeit im Kalanderspalt wird das dispersive Mischen nicht signifikant verbessert [58, 98-100]. Die Schubspannung reicht jedoch aus, um den Durchmesser der größten Gaseinschlüsse und dessen Anzahl zu reduzieren.

Im Fütterspalt ist aufgrund der Beschickung mit der Kautschukrolle oder dem Extrudat die Strömung instabil. Sie unterliegt jedoch den gleichen Regeln wie die Strömung in den nachfolgenden Spalten. Dies bedeutet, dass eine Verkleinerung der Spalthöhe das Anwachsen des Spaltdrucks und damit der Intensität des dispersiven Mischens zur Folge hat. Dadurch wird die Größe und Menge des eingeschlossenen Gases reduziert. Des Weiteren beeinflusst die Höhe des Fütterspalts direkt die Größe des Knets für den folgenden Kalanderspalt. Damit werden Gaseinschlüsse durch einen kleinen Knet reduziert.

Der für die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit verwendete Knetkeil bewirkt das Anwachsen des Druckverlaufs im Zulaufbereich der Kalandrierwalzen. Infolgedessen befindet sich die im Spalt zwischen den rotierenden Walzen einlaufende Kautschukmasse für eine längere Verweilzeit unter Druck. Dies verbessert das dispersive Mischen und den Entgasungseffekt im Kalanderspalt im Vergleich zum Kalandrieren ohne den Keil.

Die Zugabe von Altgummipartikeln in die zu kalandrierenden Suspensionen führt zur Reduktion des Gasgehalts in den Kautschukbahnen. Eine bessere Reduktion des Gasgehalts in kalandrierten Suspensionen, im Vergleich zu Kautschukbahnen ohne beigemischte Altgummipartikeln, lässt sich erst für relativ hohe Konzentrationen an Altgummipartikeln erreichen. Die Partikeln verhindern die Haftung der Suspension an der Walzenoberfläche und führen damit zu den Strömungsinstabilitäten im Kalanderspalt. Zudem wird ein negativer Einfluss der Altgummipartikeln auf die mechanischen Eigenschaften der kalandrierten Erzeugnisse festgestellt.

7 ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK

Kalanderanlagen werden zur Verarbeitung und Formgebung von Kautschukmischungen und Kunststoffschmelzen in der Polymerindustrie eingesetzt. Das hochviskose Material wird zwischen zwei gegensinnig rotierenden Walzen zu Platten, Folien und Bahnen ausgeformt. Die wichtigsten Qualitätsmerkmale des fertigen Produkts sind dessen genaue Abmaße, dessen Oberflächengüte und eine fehlerfreie Struktur bezüglich des Nichtvorhandenseins von Gaseinschlüssen. Die Qualität des kalandrierten Erzeugnisses wird durch das sich im Walzenspalt einstellende räumliche Strömungsfeld bestimmt. Es ist von den verfahrenstechnischen Parametern während des Kalandrierens und den Stoffeigenschaften der zu kalandrierenden Mischungen abhängig. Durch den für die Messtechnik erschwerten Zugang zum Walzenspalt ist das Strömungsfeld bis heute wenig experimentell untersucht.

In der vorliegenden Arbeit wird der Einfluss der Umfangsgeschwindigkeit, Temperatur und Beschickung der Kalandrierwalzen, der Spalthöhe des Fütterspalts, der Höhe des engsten Spalts, der Friktions-Zahl auf das Druckfeld und die volumetrische Ausdehnung des Knets, untersucht. Des Weiteren wird ein Keil vor dem engsten Kalanderspalt eingesetzt und dessen Einfluss auf das Strömungsfeld untersucht. Es werden sechs Kautschukmischungen mit unterschiedlichen rheologischen Eigenschaften verwendet. Alle Mischungen zeichnen sich durch viskoelastisches Fließverhalten aus. Die Kautschukbahnen werden mittels eines Vier-Walzen-Laborkalenders mit Walzen in F-Anordnung ausgeformt. Die Messung des Druckprofils erfolgt im Kalanderspalt mit Hilfe eines in den Walzenkörper eingebauten Druckaufnehmers. Die Höhe des Knets wird aus den Druckdaten bestimmt. Im Rahmen der vorliegenden experimentellen Arbeit wird eine optische Messtechnik zur Messung der Kneithöhe und zum Abtasten der freien Oberfläche des Knets entwickelt.

Kennzeichnend für das Strömungsfeld im Walzenspalt ist die Entstehung eines zirkulierenden Strömungsgebiets, des sog. Knets. Der Knet entsteht aufgrund der Überlagerung der von den Walzen bewirkten Schlepplströmung und der durch Spaltdruck bewirkten Rückströmung der Polymerschmelze. Das sich vor dem engsten Spalt einstellende Druckmaximum beeinflusst die Rückströmung der Kautschukmasse und die in dieser Masse eingeschlossene Gasblasen. Im weiteren Verlauf der Arbeit wird der Einfluss der Verfahrensparameter auf das Vorhandensein der Gaseinschlüsse in kalandrierten Kautschukbahnen untersucht. Für das Visualisie-

ren von Gaseinschlüssen in kalandrierten Kautschukbahnen wird eine nicht-invasive Messtechnik entwickelt. Diese Messtechnik basiert auf der Durchstrahlung der Kautschukbahn mit Röntgenstrahlung. Die durch das Messobjekt geschwächte Strahlung wird gemessen. Anhand von Messungen in eine Strahlrichtung werden die Anzahl, Größe der Querschnittsfläche, Form und Positionsverteilung der Gaseinschlüsse in der Bahn gemessen. Hierzu wird ein industrieller Röntgentomograph verwendet.

Die Strömungsfelder im Kalanderspalt werden mit Hilfe einer zweifarbigen Mischung visualisiert. Dadurch werden die auftretenden Strömungen sichtbar gemacht und der Strömungsverlauf der Materialsschichten im Knet und im Walzenspalt geklärt. Die Strömungsbahnen und die Verformung der Gasblasen im Knet werden mit Hilfe von Styroporkugeln visualisiert. Die Bestimmung der Position der Styroporkugeln im Knet erfolgt mit Hilfe der Röntgentomographie.

Aus den Ergebnissen folgt, dass beim Strömen der Kautschukmischungen durch den Walzenspalt sich im Knet drei Wirbel bilden. Die einlaufende Kautschukmasse wird im Knet in drei Schichten geteilt. Die zwei äußeren Schichten umfließen den Knet. Diese Schichten treffen sich im engsten Walzenspalt mit der dritten Schicht. Diese fließt aus dem Auslaufwirbel heraus und trennt die beiden äußeren Schichten voneinander. Somit entsteht eine kalandrierte Bahn aus drei Schichten. Das Strömungsfeld im Walzenspalt beeinflusst die Anordnung der Schichten im auslaufenden Material. Instabilitäten im Knet führen zur Durchmischung der Schichten, somit werden die Dimensionsstabilität und die Oberflächengüte kalandrierter Bahn negativ beeinflusst.

Die in der einlaufenden Kautschukmischung vorhandenen Gasblasen folgen den Stromlinien der durch den Knet fließenden Materialschichten. In Bereichen der Scherströmung und der Dehnströmung im Walzenspalt und im Knet werden die Styroporkugeln stark deformiert. In diesen Bereichen werden die Gasblasen dispergiert. Unter bestimmten Bedingungen verbleiben die Blasen im Knet. Somit steigt die Wahrscheinlichkeit, dass sie dispergieren und aus dem Knet abscheiden.

Der Spaltdruck ergibt sich während des Kalandrierens aus den eingestellten Verfahrensparametern. Es wird festgestellt, dass die Art der Beschickung der Kalandrierwalzen keinen Einfluss auf das Druckmaximum hat. Die abnehmende Höhe des engsten Spalts und die steigende Umfangsgeschwindigkeit der Walzen sowie eine niedrigere Temperatur der Walzen (somit

hohe Viskosität der zu kalandrierenden Kautschukmischung) führen zu einem Anwachsen des Spaltdrucks. Das Einmischen von Altgummipartikeln erhöht die Viskosität der Kautschukmischung und somit den Spaltdruck. Die Friktion sowie die Knethöhe, die vor allem durch die Höhe des vorgeschalteten Spalts bestimmt wird, haben keinen signifikanten Einfluss auf den maximalen Spaltdruck. Die Verwendung eines Keils im Kalanderspalt trägt zur Erhöhung und Verlängerung des Druckprofils bei.

Es wird ein Zusammenhang zwischen dem maximalen Spaltdruck und dem Auftreten von Gaseinschlüssen in kalandrierten Kautschukbahnen festgestellt. Je höher der Spaltdruck ist, desto weniger Gas enthalten die kalandrierten Kautschukerzeugnisse. Mit steigendem Spaltdruck wird das dispersive Mischen im Kalanderspalt intensiver. Dies trägt zur Verkleinerung und zur Verringerung der Anzahl der Gaseinschlüsse im auslaufenden Material bei. Der Gasgehalt ist für jede Mischung spezifisch. Er lässt sich durch die Änderung der Spalthöhe (auch im Fütterspalt), der Walzenumfangsgeschwindigkeit, der Walzentemperatur sowie über die Lageneinstellung des Keils reduzieren. Der Gasgehalt in den kalandrierten Suspensionen (altgummipartikelhaltige Mischungen) ist ebenso vom maximalen Spaltdruck abhängig. Durch Entstehung sog. Luftaschen zwischen Altgummigranulatpartikeln und der umgebenden Kautschukmasse ist der Gasgehalt, unter Verwendung von gleichen Prozessparametern, in den kalandrierten Bahnen viel größer, als in herkömmlich kalandrierten Kautschukbahnen. Es wird festgestellt, dass die Art der Kalenderbeschickung einen deutlichen Einfluss auf den Gasgehalt in den kalandrierten Kautschukbahnen hat.

Für das Kalandrieren von Kautschukmischungen werden umfassende Messungen vorgelegt. Diese können sowohl als Rand- oder Startbedingungen für neue Modellgleichungen als auch für numerische Strömungssimulationen bezüglich verschiedener Kautschuksysteme verwendet werden. Für die Auslegung von Kalenderwalzen und die Optimierung der Produktqualität können diese Daten ebenfalls erfolgsversprechend genutzt werden. Die Erweiterung der Messungen für weitere Mischungstypen ist von großem Interesse.

LITERATURVERZEICHNIS

- [1] F. Röthemeyer, F. Sommer: *Kautschuktechnologie*; Hanser, München 2001, 529-576
- [2] C. Kohlert: *Kalandrieren von Polymeren*; DVG, Leipzig 1992
- [3] H. Kopsch; *Kalandertechnik*; Hanser Verlag, München 1978
- [4] H. Käufer: *Arbeiten mit Kunststoffen, Band 1, Aufbau und Eigenschaften*; Springer Verlag, Berlin 1978
- [5] W. Unkrüer: *Beitrag zur Ermittlung des Druckverlaufs und der Fließvorgänge im Walzenspalt bei der Kalanderverarbeitung von PVC-Hart zu Folien*; Dissertation, RWTH Aachen, 1970
- [6] H. Batzer: *Polymere Werkstoffe, Band II, Technologie 1*; Thieme Verlag Stuttgart 1984, 242-243
- [7] A. K. Bhowmick, M. M. Hall: *Rubber Products Manufacturing Technology*; Dekker, Inc. New York 1994
- [8] J. L. Bourgeois, J. F. Agassant: *Calendering of PVC: Defects in Calendered PVC Films and Sheets*; J. Macromol. Sci.-Phys., B14 (1977) 3, 367-385
- [9] C. Kohlert: *Der Entgasungseffekt keilförmiger Einbauten*; Wiss. Z. Techn. Hochschule Merseburg 3 (1978) 20, 351-353
- [10] C. Kohlert, R. Seeger, V. Schulze, E. O. Reher: *Zum nicht-isothermen Kalandrieren von Polymeren*; Plaste und Kautschuk 30 (1983) 10, 564-566
- [11] G. Capelle: *Calendering Technology*, in: *Rubber Products Manufacturing Technology*; Dekker, Inc. New York 1994, 179-266
- [12] K. Fellenberg: *Spezialaufbereitung von Kautschuk-Mischungen im Vakuum*; Kautschuk und Gummi, Kunststoffe, (1965) 10, 665-669
- [13] K. Heckel, H. Arnold, G. Graab: *Verfahren zur Herstellung einer blasenfreien, kalandrierten Gummibahn*; Europäische Patentschrift 0 433 563 B1 (1990)
- [14] E. M. Chaffee: U.S. Patent No. 16; 1836
- [15] C. Goodyear: *Gum Elastic*; New Haven 1855
- [16] F. Farrel: *Solid Man of the Place Gave Strong Roots: Farrel – Birmingham (1836 – 1856)*; Newcomen Soc., New York 1956
- [17] W. Woodruff: *The Rise of the British Rubber Industry During the Nineteenth Century*; Liverpool Univ. Press, Liverpool 1958

- [18] N. Tokita, J. White: *Milling Behavior of Gum Elastomers: Experimental and Theory*; J. of Appl. Polymer Sci. 10 (1966), 1011-1026
- [19] J. L. White: *Rubber Technology Materials Principles*; Hanser München 1995
- [20] G. Ardichvilli: *Versuch der rationalen Bestimmung der Bombierung von Kalanderswalzen*; Kautschuk 14 (1938) 2, 23-25
- [21] G. Ardichvilli: *Versuch der rationalen Bestimmung der Bombierung von Kalanderswalzen*; Kautschuk 14 (1938) 2, 41-45
- [22] R. E. Gaskell: *The Calendering of Plastics Materials*; J. Appl. Mech., 17 (1950) 3, 334-336
- [23] M. Finston: *Thermal effects in calendering viscous fluids*; J. Appl. Mech. (1951) 3, 12-18
- [24] J. T. Bergen, G. W. Scott: *Pressure Distribution in the Calendering of Plastic Materials*; J. of Appl. Mechanics, (1951) 3, 101-106
- [25] H. Willshaw: *Calenders for Rubber Processing*; Lakeman & Co. London 1956
- [26] J. M. McKelvey: *Polymer Processing*; J. Wiley and S. Inc. London 1962
- [27] P. R. Paslay: *Calendering of a Viscoelastic Material*; J. Appl. Mech. (1957) 24, 602
- [28] J. S. Chong: *Calendering thermoplastic materials*; J. of Appl. Polymer Science 12 (1968), 191-212
- [29] H. Kopsch: *Viskositätsverhalten von PVC bei Kalandrieren*; Angew. Makro. Chemie 47 (1975), 269-278
- [30] I. Brazinsky, H. F. Cosway, C. F. Valle, R. Clark Jones, V. Story: *A theoretical study of liquid-film spread heights in the calendering of newtonian and power law fluids*; Journal of Applied Polymer Science 14 (1970), 2771-2784
- [31] E. O. Reher, L. Grader: *Zur Berechnung einer isothermen Doppelwalzen-Kalenderströmung nichtlinear-plastischer Medien*; Plaste und Kautschuk 18 (1971) 8, 597-601
- [32] W. W. Alston, K. N. Astill: *An analysis for the calendering of non-newtonian fluids*; Journal of Applied Polymer Science 17 (1973), 3157-3174
- [33] R. Takserman-Krozer, G. Schenkel, G. Ehrmann: *Fluid flow between rotating cylinders*; Rheologica Acta 14 (1975) 12, 1066-1076
- [34] R. Takserman-Krozer, G. Schenkel, G. Ehrmann: *Non-Newtonian Fluid flow between rotating cylinders*; Rheologica Acta 16 (1977) 3, 240-247

-
- [35] N. G. Bekin, V. V. Litvinov, V. Y. Petrushanskii: *Method of calculation of the energy and hydrodynamic characteristics of the calendering of polymeric materials*; International Polymer Science and Technology 3 (1976) 2, T55-T58
- [36] C. Kiparissides, J. Vlachopoulos: *Finite element analysis of calendering*; Polymer Engineering and Science 16 (1976) 10, 712-719
- [37] C. Kiparissides, J. Vlachopoulos: *A study of viscous dissipation in the calendering of power-law fluids*; Polymer Engineering and Science 18 (1978) 3, 210-214
- [38] R. Seeger, E. O. Reher: *Berechnung der integralen Parameter beim Kalandrieren von PVC-Mischungen*; Plaste und Kautschuk 28 (1981) 7, 391-396
- [39] J. F. Agassant, P. Avenas: *Calendering of PVC: Prediction of stress and torque*; Journal of Macromolecular Science, Physics 14 (1977) 3, 345-365
- [40] S. Middleman: *Fundamentals of Polymer Processing*; McGraw Hill, New York 1977, 170-187
- [41] R. A. Elden, A. D. Swan: *Calendering of Plastics*; The Plastics Institute 1971
- [42] J. Vlachopoulos, A. N. Hrymak: *Calendering PVC: Theory and experiments*; Polymer Engineering and Science 20 (1980) 11, 725-731
- [43] R. Seeger, R. Schnabel, E. O. Reher: *Zur thermomechanischen Analyse des Kalandrierprozesses strukturviskoser Medien am Beispiel von PVC-Mischungen*; Plaste und Kautschuk 29 (1982) 7, 406-413
- [44] J. S. Yu, J. W. Lee, K. J. Lee: *Analysis and simulation of calendering process of non-newtonian polymeric fluids*; The Korean Journal of Chemical Engineering 1 (1984) 2, 173-180
- [45] J. F. Agassant, M. Espy: *Theoretical and experimental study of the molten polymer flow in the calender bank*; Polymer Engineering and Science 25 (1985) 2, 118-121
- [46] E. Mitsoulis, J. Vlachopoulos, F. A. Mirza: *Calendering analysis without the lubrication approximation*; Polymer Engineering and Science 25 (1985) 1, 6-18
- [47] R. Lipp: *Zur Abschätzung von Dehnanteilen im Kalandrierprozeß*; Plaste und Kautschuk 33 (1986) 4, 147-148
- [48] W. R. W. Daud: *Calendering of non-newtonian fluids*; Journal of Applied Polymer Science 31 (1986), 2457-2465
- [49] R. Zheng, R. I. Tanner: *A numerical analysis of calendering*; Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 28 (1988), 149-170

-
- [50] U. Gruber: *Berechnen der Temperatur-, Geschwindigkeits- und Druckprofile von Polymeren im Kalanderspalt*; Dissertation Uni. Hannover 1989
- [51] A. A. Tseng, P. F. Sun: *Modeling of Polymer Processing and its Application to Calendering*, in: *Thermomechanical Aspects of Manufacturing and Materials Processing*; Hemisphere Publishing Corp., New York 1992, 377- 387
- [52] C.-H. Yao, I Manas-Zloczower: *Study of Mixing Efficiency in Roll-Mills*; Polymer Engineering and Science, 36 (1996) 3, 305-310
- [53] R. Klostemann, D. Mewes: *FEM/BEM-Berechnung der Geschwindigkeits-, Temperatur-, Druck- und Spannungsfelder im Kalander*; KGK 11 (1993) 46, 872-880
- [54] S. von Bose: *Spannungsfelder newtonscher und viskoelastischer Flüssigkeiten im Kalanderspalt*; Dissertation Universität Hannover 1996
- [55] K. Riest: *Eine Konstruktionsumgebung für integriertes Gestalten und Berechnen am Beispiel von Kalandern*; Fortschritt-Berichte VDI Reihe 3, VDI Verlag, Düsseldorf 1999
- [56] J. Schnetger: *Kautschukverarbeitung*; Vogel, Würzburg 1998
- [57] L. Levine, C. Corvalan, O. Campanella, M. Okos: *A model describing the two-dimensional calendering of finite width sheets*; Chem. Eng. Science 57 (2002), 643-650
- [58] S. Luther: *Berücksichtigung der freien Knetoberfläche beim Berechnen von Strömungsfeldern im Kalanderspalt*; Dissertation Universität Hannover 2003
- [59] P. S. Johnson: *Rubber Processing*; Hanser, Munich 2001
- [60] T. A. Osswald, J. P. Hernandez-Ortiz: *Polymer processing, Modelling and simulation*; Hanser Verlag, München 2006
- [61] G. Hatzmann, M. Herner, G. Müller: *Fließvorgänge im Walzenspalt beim Kalandrieren von PVC-Folien*; Kunststoffe 65 (1975) 8, 472-476
- [62] V. Verney, J. Niviere, R. Genillon, J.-F. May: *Influence of the dynamic rheological properties of polypropene on its calendering ability*; Rheol. Acta 20 (1984), 484-486
- [63] H. Gärtner: *Einfluß der Temperaturführung im Kalandrierprozeß auf Qualität und Kosten von PVC-Hartfolien*; Dissertation Merseburg 1997
- [64] K. Berghus, M. Bird: *Handbuch für die Gummiindustrie*; Bayer AG, Leverkusen 1991
- [65] G. Nijmann: *Verfahrenstechnische Auslegung der Cord-Kalandrierung*; GAK 55 (2002) 2, 95-102

- [66] DIN 53529: *Prüfung von Kautschuk und Elastomeren; Vulkametrie*
- [67] DIN 53523 *Prüfung von Kautschuk und Elastomeren; Prüfung mit dem Scherscheiben-Viskosimeter nach Mooney*
- [68] DIN 53479 *Prüfung von Kunststoffen und Elastomeren; Bestimmung der Dichte*
- [69] DIN 51005 *Thermische Analyse*
- [70] DIN 51221 *Reißdehnung und Reißfestigkeit*
- [71] L. K. Wells, J. Travos: *LabView for Everyone, Graphical Programming Made Even Easier*; Prentice Hall PTR, New Jersey, 1997
- [72] M. S. Beck, A. Plaškowski: *Cross Correlation Flowmeters – their Design and Application*; Adam Hilger, Bristol, 1987
- [73] W. A. Kalender: *Computertomographie, Grundlagen, Gerätetechnologie, Bildqualität, Anwendungen*; Publicis C. P. Erlangen 2006
- [74] J. B. Metzler: *Metzler Physik*; Metzlersche Verlagsbuchhandlung und Cral Ernst Poeschel Verlag, Stuttgart, 1991
- [75] H. Morneburg: *Bildgebende Systeme für die medizinische Diagnostik*; Publicis MCD Verlag, München, 1995
- [76] J. A. Seibert, J. M. Boone: *X-Ray Imaging Physics for Nuclear Medicine Technologists. Part 2: X-Ray Interactions and Image Formation*; J. Nucl. Med. Techn. 33 (2005) 1, 3-18
- [77] G. N. Hounsfield: *Computerized traverse axial scanning tomography: Part 1. Description of the system*; Brit. J. Radiology 46 (1973) 552, 1016-1023
- [78] J. H. Hubbel, S. M. Seltzer: *Tables of X-Ray Mass Attenuation Coefficients and Mass Energy-Absorption Coefficients*;
<http://physics.nist.gov/PhysRefData/XrayMassCoef/intro.html>; National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, 2006
- [79] N. Reinecke, G. Petritsch, D. Schmitz, D. Mewes: *Tomographische Messverfahren – Visualisierung zweiphasiger Strömungsfelder*, Chem. Ing. Technik (69), 1997, 1379-1394
- [80] W. Rasband: *ImageJ*; http://rsb.info.nih.gov/ij/Java_1.3.1_13; National Institutes of Health, USA 2006
- [81] P. Schümmer: *Zur Darstellung der Durchflusscharakteristik viskoelastischer Flüssigkeiten in Rohrleitungen*; Chem.-Ing.-Tech. 42 (1970) 19, 1239

- [82] F. Röthemeyer: *Entwicklung und Erprobung eines Messgerätes zur Erfassung des Verarbeitungsverhaltens von Kautschukmischungen*; Kautschuk, Gummi, Kunststoffe 33 (1980), 1011
- [83] K. Bartling: *Prüfung hochpolymerer Werkstoff: Grundlagen u. Prüfmethoden*; München, Wien; Hanser 1977
- [84] J. D. Ferry: *Viscoelastic Properties of Polymers*; New York, J. Wiley & sons 1980
- [85] G. I. Taylor: *The formation of emulsions in definable fields of flow*; Proceedings of the Royal Society A146 (1934), 501-523
- [86] F. D. Rumscheidt, S. G. Mason: *Particle motion in sheared suspensions, deformation and burst of fluid drops in shear and hyperbolic flow*; J. of Colloid Science 16 (1961), 238-261
- [87] H. P. Grace: *Dispersion phenomena in high viscosity immiscible fluid systems and application of static mixers as dispersion devices in such systems*; Chemical Engineering Communications 14 (1982), 225-277
- [88] J. J. Elmendorp: *A study on polymer blending microrheology*; Polymer Engineering and Science 26 (1986) 6, 418-426
- [89] B. J. Bentley, L. G. Leal: *An experimental investigation of drop deformation and breakup in steady, two-dimensional linear flows*; J. of Fluid Mech. 167 (1986), 241-283
- [90] W. Wang, I. Manas-Zloczower: *Temporal distributions: The basis for the development of mixing indexes for scale-up of polymer processing equipment*; Polymer Engineering and Science 41 (2001) 6, 1068-1077
- [91] I. Manas-Zloczower, A. Nir, Z. Tadmor: *Dispersive mixing in roll-mills*; Polymer Composites 6 (1985) 4, 222-231
- [92] W. R. Bolen, R. E. Colwell: *Intensive Mixing*; SPE Journal 14 (1958), 24-28
- [93] I. Manas-Zloczower, A. Nir, Z. Tadmor: *Dispersive mixing in internal mixers – A theoretical model based on agglomerate rupture*; Rubber Chem. And Tech. 55 (1982), 1250-1285
- [94] S. Tyagi, A. K. Gosh: *Investigation of morphology development and evaluation of dispersive mixing model during blending in single screw extruder*; Proceedings of 18th Annual Meeting of the Polymer Processing Society, PPS 18, Guimarees, Portugal, 2002

-
- [95] T. Moribe, J.L. White: *Deformation and breakup phenomena of agglomerates in polymer melts*; Proceedings of 18th Annual Meeting of the Polymer Processing Society, PPS 18, Guimarees, Portugal, 2002
- [96] K. Higashitani, K. Rimura: *Two-dimensional simulation of the breakup process of aggregates in shear and elongational flow*; Journal of Colloid and Interface Science 204 (1998), 320-327
- [97] Z. Tadmor: *Forces in dispersive mixing*; Industrial and Engineering Chemistry Fundamentals 15 (1976), 346-348
- [98] A. Agassant, A. Poitou: *A kinematic approach to distributive mixing* in: *Mixing and compounding of polymers, Theory and Practice*; Hanser, Munich 1994, 27-54
- [99] R. Chella: *Laminar mixing of miscible fluids* in: *Mixing and compounding of polymers, Theory and Practice*; Hanser Publishers, Munich 1994, 1-26
- [100] I. Manas-Zloczower: *Dispersive mixing of solid additives* in: *Mixing and compounding of polymers, Theory and Practice*; Hanser Publishers, Munich 1994, 55-84
- [101] H. Klein, G. Targiel: *Herstellen großer Kautschukbahnen in Einfach- und Dublierverfahren*; Kautschuk Gummi Kunststoffe 50 (1997) 1, 25-33,
- [102] T. C. Pohl, M. Meinert: *Roller Head Anlagen zur Herstellung von technischen Kautschukbahnen*; GAK 61 (2008) 8, 498-502
- [103] W. Engst: *Herstellungsverfahren und Aspekte des Vulkanisationsprozesses von Förderguten*; Kautschuk Gummi Kunststoffe 46 (1993) 2, 129-138
- [104] H. F. Ramm, E. Seidler: *Zusammenführen von kalandrierten und extrudierten Reifenkomponenten in On-Line-Betrieb*; Kautschuk Gummi Kunststoffe 4 (1992) 3, 225-231
- [105] E. O. Reher, R. Kärmer: *Beitrag zur Modellierung des Abscheideprozesses von festen und gasförmigen Partikeln aus viskoelastischen Medien in konvergenten Dehnströmungen*, Plaste und Kautschuk 21 (1974) 1, 33-36
- [106] E. Uebler: *Ph. D. Thesis*; University of Delaware, Newark, Del. 1966
- [107] A. B. Metzner: *Das Verhalten suspendierter Materie in schnell beschleunigten viskoelastischen Flüssigkeiten: Der Uebler-Effekt*; AIChE 13 (1967) 2, 316-318
- [108] H. Giesekus: *Verschiedene Phänomene in Strömungen viskoelastischer Flüssigkeiten durch Düsen*; Rheologica Acta 8 (1969) 3, 411-421
- [109] H. Giesekus: *Nicht-lineare Effekte beim Strömen viskoelastischer Flüssigkeiten durch Schlitz- und Lochdüsen*; Rheol. Acta 7 (1968) 2, 127-138

- [110] D. V. Boger, K. Walters: *Rheological Phenomena in Focus*; Elsevier, Amsterdam, 1993
- [111] C. Kohlert, E. O. Reher: *Zur Entgasung polymerer Materialien*; *Plaste und Kautschuk* 30 (1983) 7, 397-400
- [112] D. K. Owens, R. C. Wendt: *Estimation of the surface free energy of polymers*; *J. Applied Science* 3(1969), 1741-1747
- [113] F. Dobbels, J. Mewis: *Nonisothermal nip flow in calendering operations*; *AIChE Journal* 23 (1977) 3, 224-232
- [114] E. H. Meijer, M. H. Janssen: *Mixing of immiscible liquids in: Mixing and compounding of polymers, Theory and Practice*; Hanser Publishers, Munich 1994, 85-147

Lebenslauf

Jarosław Frydel, geboren am 12. Mai 1978 in Oppeln, Polen

Schulbildung

September 1984 – Juli 1993 Grundschule, Oppeln
September 1993 – Juni 1997 Oberschule, Oppeln

Studium

Oktober 1997 – September 2002 Diplomstudiengang Maschinenbau an der Technischen
Universität Oppeln (Politechnika Opolska),
Studienrichtung Umweltschutztechnik mit der
Vertiefungsrichtung Energietechnik
März 2002 – Juli 2002 Diplomarbeit am Institut für Verfahrenstechnik Universität
Hannover als Student des Erasmus-Socrates-Programms
Oktober 2002 – November 2005 Masterstudiengang Maschinenbau an der Universität
Hannover mit der Vertiefungsrichtung Verfahrenstechnik

Berufliche Tätigkeit

Dezember 2005 – August 2009 Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Deutschen Institut für
Kautschuktechnologie e.V., Hannover
Leitung: Prof. Dr. R. H. Schuster

Hannover, im Juli 2009

