

# Abschlußbericht

## Az 29564-21/0

## Einleitung

Die ältesten Kautschuk-Funde gehen bis in das 16. Jahrhundert vor Christus zurück. Zu dieser Zeit sind es die Mayas, die sich die Eigenschaften der Latexmilch zu Nutze machen.

Heut zu Tage sind Elastomere ein High-Tech Werkstoff der nicht mehr nur aus der einfachen Latexmilch besteht, sondern aus vielen verschiedenen Polymeren die als ein Blend-Werkstoff zusammen arbeiten. So besteht alleine die Lauffläche eines Reifens aus Naturkautschuk (NR) Nitril-Butadien-Kautschuk (NBR) und Styrol-Butadien-Kautschuk (SBR). Jede dieser Komponenten hat ihre speziellen Vorteile, die die Nachteile der anderen Komponenten ausgleichen sollen.

Der Bedarf an Elastomeren ist seit Erfindung des Automobils, Anfang des 20. Jahrhunderts extrem gestiegen. So fielen in 2011, alleine in Deutschland, ca. 670.000t Altreifen an. (1) In ganz Europa beläuft sich die Menge an Altreifen sogar auf ca. 3.300.000t. (1) Nach Angaben der ETRMA wurden diese wie in der folgenden Übersicht dargestellt verwertet.

Tabelle 1: Übersicht über die Verwertung von Altreifen aus dem Jahr 2011 (2)

Deponie / unbekannt	5%
Runderneuerung	9%
Stoffliche Verwertung	38%
Thermische Verwertung	38%
Export	10%

Da Altreifen einen Heizwert von 29 MJ/kg haben und über einen Schwefelanteil von ca. 1,2 % verfügen, sind sie ideal dazu geeignet als Sekundärbrennstoff in Kraftwerken und Zementfabriken eingesetzt zu werden. Dadurch kann der Einsatz von Primärbrennstoffen wie z.B. Öl deutlich reduziert werden. Dazu kommt noch, dass z.B. PKW-Reifen aus bis zu 23% NR bestehen, das aus nachwachsenden Rohstoffen bezogen wird und somit für eine positive CO<sub>2</sub>-Bilanz sorgt.

Betrachtet man sich aber die Preisentwicklung bei den Kautschuken sieht man, dass der Preis für NR in den letzten 10 Jahren um 600% gestiegen ist. Diese

Preissteigerung kam durch die immer schneller verlaufende Industrialisierung von Schwellenländern wie China und Indien und den dadurch wachsenden Bedarf an NR zustande. Deshalb ist es aus ökonomischer Sicht sinnvoller Altreifen nicht thermisch sondern stofflich zu verwerten und als Rohstoff wieder einzusetzen.

Aber auch aus ökologischer Sicht macht es Sinn das Material stofflich zu verwerten wie in der folgenden Tabelle dargestellt ist.

Tabelle 2: Ergebnisse der Kurzzeit- und Langzeitszenarios mit folgenorientierten Methoden (3)

Umweltwirkkategorien (Einheit pro Tonne Altreifen)	Kurzfristig		Langfristig	
	energetisch	werkstofflich	energetisch	werkstofflich
<b>Treibhauseffekt [kg CO2-Äq.]</b>	-796	-1922	-792	-1892
<b>Fossile Energien [GJ]</b>	-27	-50	-27	-49
<b>Eisenerz [kg]</b>	-398	-400	-398	-399
<b>Versauerungspotenzial [g SO2-Äq.]</b>	-1561	-6804	-1555	-6744
<b>Eutrophierungspotenzial, terrestrisch [g PO4-Äq.]</b>	-103	-411	-103	-420
<b>Eutrophierungspotenzial, aquatisch [g PO4-Äq.]</b>	-0,001	-18	-0,0003	-19
<b>Krebsrisikopotenzial [mg As-Äq.]</b>	-26	1255	-26	-1235
<b>PM10-Risikopotenzial [g PM10-Äq.]</b>	-1999	-5871	-1995	-5875
<b>Sommersmog [g Äthylen-Äq.]</b>	-49	-4737	-49	-4740

Diese Tabelle zeigt die umweltentlastenden Einflüsse die durch die jeweilige Verwertungsmethode entstehen. Da die benötigte Energie zur Herstellung von Reifen bei beiden Methoden gleich ist wird diese nicht berücksichtigt.

Wie man sieht, sind beide Methoden umweltentlastend wobei die stofflich Verwertung deutlich bessere Werte erzielt als die thermische Verwertung. Was ebenfalls für eine stoffliche Verwertung des Materials spricht.

Da es sich bei Elastomeren aber um weitmaschig vernetzte Polymere handelt, ist das Recyceln dieser Materialien nicht trivial. Anders als bei Thermoplasten, die durch die Zuführung von Wärmeenergie aufgeschmolzen werden können haben Elastomere keinen Schmelzpunkt und konnten dadurch lange Zeit nur als Füllstoff oder als Sportplatzbelege recycelt werden. Seit Mitte der 70er Jahre des letzten Jahrhunderts beschäftigt man sich aber zunehmend mit dem Thema der Devulkanisation. Allerdings ist es bisher nicht gelungen ein wirtschaftliches Verfahren zu entwickeln und es am Markt zu etablieren.

Aus diesem Grund wurde, dass hier vorliegende Projekt ins Leben gerufen. Dabei sollen im ersten Schritt LKW Laufflächen so aufbereitet werden, dass sie als Recyclat in einer neuen Reifenmischung eingesetzt werden können. Als Ziel wurde eine Menge von 20 Gew.% angestrebt. Außerdem soll die Aufbereitung des Materials kontinuierlichen Verfahren erfolgen.

Als Aufbereitungsmaschine sollen aber diesmal nicht die konventionellen Systeme wie Doppelschnecken oder Walzwerke zum Einsatz kommen, da man bei diesen Systemen meistens mit Additiven arbeiten muss um die Schwefelketten zu brechen. Für dieses Projekt soll ein, für diese Anwendung, neuer Weg beschritten werden, der eine rein thermische Devulkanisation über den Planetwalzenextruder vorsieht.

## **Funktionsprinzip PWE**

Der Planetwalzenextruder wurde Anfang der 50er Jahre von Herrn Wittrock, der zu der Zeit für die Hüls AG tätig war, entwickelt. Bisher wurde der Planetwalzenextruder in erster Linie zur Aufbereitung von thermisch instabilen Materialien, wie z. B. PVC, benutzt. Da das Druckaufbauvermögen des Planetwalzenextruders im Vergleich zu anderen Extruderarten (Einschnecken-, Doppelschneckenextruder) geringer ist, wurde er bisher nur zur Beschickung von Kalandern oder als Schmelzelieferant für einen Austragungsextruder, zur Herstellung von Flachfolien oder Profilen, eingesetzt. In der Zwischenzeit hat sich das Einsatzspektrum des Planetwalzenextruders deutlich erweitert. So findet man heute den Planetwalzenextruder nicht nur in der PVC-Aufbereitung, sondern auch zu großen Teilen in der Herstellung von Klebstoffen



und Pulverlacken. Außerdem findet man den Planetwalzenextruder in der Elastomerverarbeitung und immer öfter auch in der Lebensmittelindustrie. Also in allen Bereichen, in denen eine schonende Aufbereitung bei sehr genauen Temperaturen nötig ist. Dies prädestiniert den Planetwalzenextruder auch für die Devulkanisation von Elastomeren, bei denen nur Schwefelketten und nicht die Kohlenstoffketten des Materials zerstört werden sollen.

Der Planetwalzenextruder besteht im Wesentlichen aus dem Füllteil, dem temperierbaren Walzenzylinder, der temperierbaren Zentralspindel und den Planetenspindeln.

Der Walzenzylinder und die Zentralspindel sind mit einem Winkel von  $-45^\circ$  drallverzahnt. Die Planetenspindeln haben eine Drallverzahnung von  $45^\circ$  und können so zwischen Zylinder und Zentralspindel eingeschraubt werden. Je nach Größe des Planetwalzenextruders und Materialanforderungen kann der Planetwalzenextruder mit 3 - 24 Planetenspindeln bestückt werden.

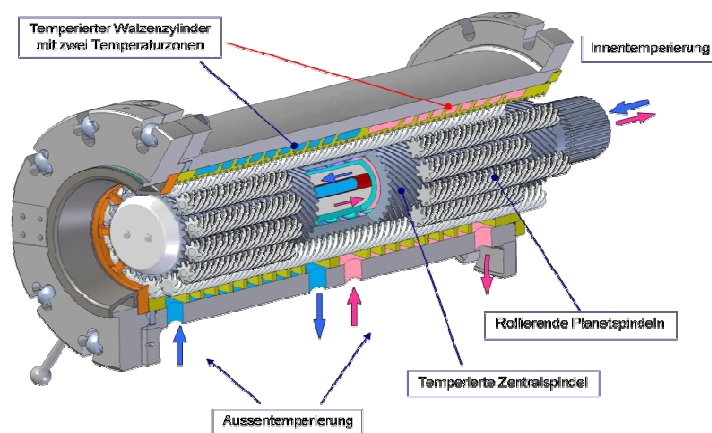


Abbildung 1: schematische Darstellung eines Planetwalzenteils

Der Verzahnungswinkel ist ein Kompromiss aus Walzwirkung und Materialtransport. Dies wird deutlich, wenn man sich die Extreme anschaut. Bei einem Verzahnungswinkel von  $0^\circ$ , also parallel zur Extruderachse, wird das Material zwar ausgewalzt, aber nicht gefördert. Bei einer Verzahnung von  $90^\circ$  wirken die Planetenspindeln ähnlich wie Wälzkörper in einem Wälzlager. Das bedeutet, dass sie die Zentralspindel lediglich abstützen, aber das Material weder ausgewalzt, noch

gefördert wird. Außerdem würden die Planetenspindeln bei einem solchen Winkel die Abstände untereinander nicht halten können.

Bei der 45°-Drallverzahnung entstehen sowohl Radialkräfte, die das Material erfassen und auswalzen, als auch Axialkräfte, die das Material beschleunigen.

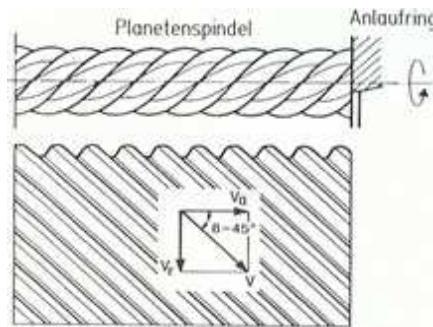


Abbildung 2: Kräfte im Planetwalzenteil (4)

Das Material, das von den Planetenspindeln erfasst wird, wird zu dünnen Schichten ausgewalzt. Dabei entsteht wie bei einem Mischwalzwerk ein Druckmaximum kurz vor dem engsten Walzenspalt. Dadurch erfährt das Material eine kurzzeitige starke Scherung, die in Kombination mit der temperierten Oberfläche des Planetwalzenextruders, das Material plastifiziert. Das plastifizierte Material strömt dann in den entstehenden Hohlraum hinter der Planetenspindel. Material, das nicht von der Planetenspindel in den Walzenspalt gezogen wurde, strömt zurück und bildet dort einen Knet. Durch Verwirbelungen rotiert der Knet und reißt dadurch neues, noch nicht plastifiziertes Material mit.

Der gute Mischeffekt des Planetwalzenextruders wird in erster Linie durch die ständige Oberflächenerneuerung erzielt, aber auch durch den ständigen Materialaustausch der Knete untereinander. Dies soll anhand des folgenden Schemas näher erläutert werden.

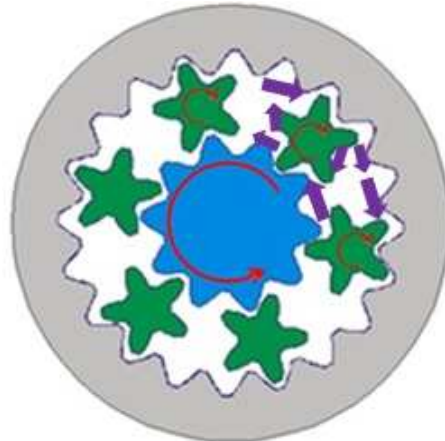


Abbildung 3: schematische Darstellung des Materialverhaltens im Verfahrensteil

Der Knet (große Pfeile) wird, wie schon beschrieben, von der Planetenspindel erfasst und ausgewalzt. Nach dem Auswalzen vergrößert sich das Volumen wieder und je nach Material bleibt ein Teil der Schmelze an der Planetenspindel haften. Dieser Effekt ist vergleichbar mit einem Walzfell, das sich auf die wärmere oder schnellere Walze zieht. Dieser Teil des Schmelzestroms verbindet sich nun mit dem Knet an der Zentralspindel und wird von der gleichen Planetenspindel wieder ausgewalzt. Auch hier bleibt nach dem Auswalzen ein Teil des Materials an der Planetenspindel haften und der Strom wird wieder geteilt. Dieser Vorgang wiederholt sich je nach Drehzahl, Durchsatz und Anzahl der Planetenspindeln beliebig oft. Diese Kombination aus Auswalzen und Oberflächenerneuerung sorgt für ein hohes Maß an laminarem Mischen.

Durch das ständige Auswalzen kommt es außerdem zu immer neuen wärmeaustauschenden Flächen. Dadurch wird der Wärmeübergang positiv beeinflusst und die Homogenität der Schmelze steigt. Allerdings ist zu beachten, dass die Strömungsgeschwindigkeit im Inneren des Knets höher ist als an der Oberfläche. So muss sichergestellt sein, dass das Material den Planetwalzenextruder erst verlässt, wenn es auch an der Knetoberfläche ausreichend plastifiziert ist.

Die exakte Temperaturführung gelingt über sehr geringe Wandstärken zwischen Temperiermedium und Material. Diese ist nur durch das Tiefenerodieren, dass von der ENTEX Rust & Mitschke GmbH entwickelt wurde, möglich. Dabei muss die

Verzahnung nicht wie bei herkömmlichen Methoden geschliffen oder gezogen werden, sondern kann direkt in die schon gehärtete Buchse eingebracht werden. Durch diese exakte Verzahnung wird es möglich, die Temperierkanäle in die Buchse einzubringen. Den Unterschied zwischen der alten und neuen Fertigungstechnik kann man in der folgenden Abbildung erkennen.

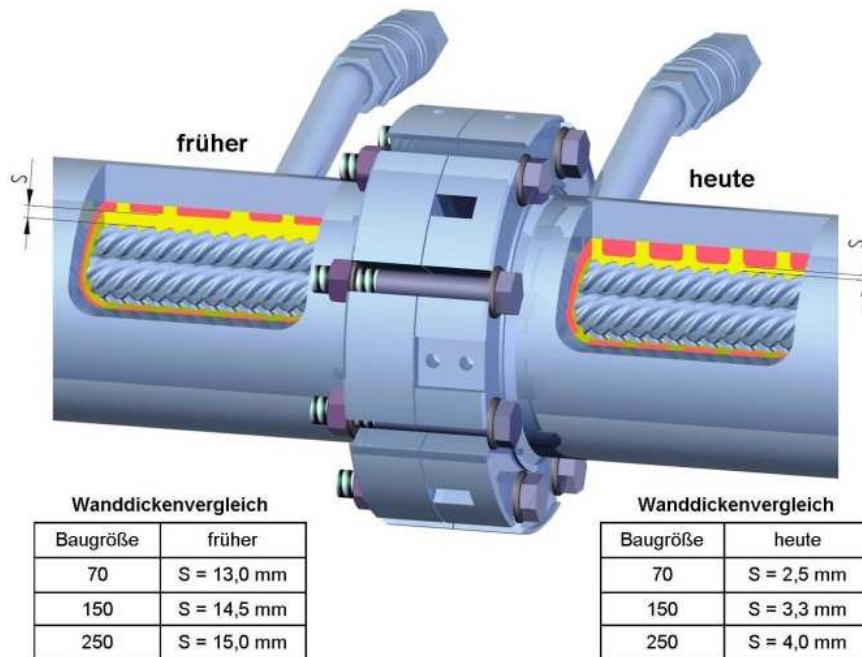


Abbildung 4: Wanddickenvergleich

Als letzter Punkt in diesem Kapitel soll ein Blick auf die Planetenspindeln geworfen werden.

Die Planetenspindeln sind der wichtigste Faktor zur Herstellung homogener Compounds. Durch ihre unterschiedlichen Geometrien wird das Förder- und Aufschmelzverhalten des Materials im Planetwalzenteil bestimmt. Außerdem bestimmen die Planetenspindeln, wie gut ein Material ausgewalzt wird und somit auch, wie viel Scherung in das Material eingebracht wird.

Die Standardspindeln sind Planetenspindeln mit einer durchgängigen Verzahnung. Sie waren die ersten Planetenspindeln, die im Planetwalzenextruder eingesetzt wurden. Durch ihre durchgehende Verzahnung sind sie ideal dafür geeignet, pulverförmige Materialien zu erfassen und zu plastifizieren. Das ist unter anderem auch ein Grund, warum der Planetwalzenextruder als erstes in der PVC-Verarbeitung eingesetzt

worden ist. Allerdings sorgt die durchgehende Verzahnung auch für eine geringe Verweilzeit des Materials in dem entsprechenden Walzenteil. Ein weiterer Nachteil der durchgehenden Verzahnung ist, dass harte Granulate nur schwer erfasst werden können und teilweise sogar wegspringen.



Abbildung 5: Standardspindel

Die Igelspindeln waren der erste Versuch, die Quermischung in dem Material zu erhöhen. Durch die Einstiche in den Spindeln wird die Förderung des Materials verlangsamt und die Verweilzeit erhöht. Außerdem kann das Material ungehindert durch die Einstiche strömen und sich mit einem anderen Knet verbinden. Dadurch erhöht sich die Quermischung. Durch die Erfindung der Noppenspindeln ist diese Aufgabe der Igelspindeln eher in den Hintergrund gerückt. Allerdings hat sich gezeigt, dass sich diese Spindelart sehr gut für Anwendungen eignet, bei denen das Material gekühlt werden soll. Dieses Phänomen erklärt sich durch eine höhere Verweilzeit gegenüber Standardspindeln und einer größeren Oberfläche als bei Noppenspindeln.



Abbildung 6: Igelspindel

Die Noppenspindeln dienen zur Plastifizierung von granulat- oder schuppenförmigen Rohmaterialien. Durch die Gegenverzahnung in den Stegen entsteht eine Leckströmung, die das Druckaufbauvermögen senkt und damit die Verweilzeit erhöht. Dadurch hat die Wärmeenergie mehr Zeit in das Material einzudringen. Die Noppenspindeln werden in den Bereichen eingesetzt, in denen das Material aufgeschmolzen wird und/oder hohe Dispergiertüten erreicht werden müssen. Bei diesen Planetenspindeln erhöht sich durch die Unterbrechungen in der Verzahnung die Quermischung erheblich.

Da durch die Gegenverzahnung der Noppenspindeln der Durchmesser an einigen Stellen geringer ist, besteht die Gefahr, dass die Spindelzähne zwischen Zentralspindel und Walzenzylinder überspringen. Deshalb sind die Noppenspindeln an beiden Enden in der Standardform ausgeführt.



Abbildung 7: Noppenspindel

Die Transport- und Trocknungsspindeln (TT-Spindeln) sind Standardspindeln, bei denen einzelne Zähne entfernt wurden. Durch das Entfernen von Verzahnungen wird die Zahl der Zahneingriffe verringert und das Material nicht so stark geschert. Dies hat zur Folge, dass die Temperatur bei gleicher Drehzahl und Durchsatz im Material sinkt. Daraus resultiert wiederum, dass man die Drehzahl erhöhen kann, ohne einen kritischen Punkt in der Temperatur zu überschreiten, bei der sich das Material zersetzen würde. Da die Förderleistung des Planetwalzenextruders unter anderem über die Drehzahl definiert wird, kann dadurch auch mehr Durchsatz gefahren werden. Deshalb werden diese Spindeln als Transportspindeln bezeichnet.



Abbildung 8: TT-3 Spindel

Neben den oben beschriebenen Planetspindeln gibt es noch einige andere Formen, die für diese Arbeit aber nur von untergeordneter Bedeutung sind. Dazu gehören unter anderem TT-/Noppenspindeln und Zonen-Spindeln. Diese sollen hier nur der Vollständigkeit halber erwähnt werden.

## **Verwertung von Altreifen**

Das steigende Umweltbewusstsein der Bevölkerung und die steigenden Rohstoffpreise sorgen dafür, dass das Thema des Recyclings immer mehr an Bedeutung, auch für die Gummiindustrie, gewinnt. Auch die Regierung hat auf das gestiegene Umweltbewusstsein reagiert und die EU-Altfahrzeug-Richtlinie auf den Weg gebracht. Diese sieht vor, dass bis zum Jahr 2015 95 % eines Altfahrzeuges verwertet werden müssen. Davon müssen mindestens 85 % durch Recycling wieder aufbereitet und dem Kreislauf zugeführt werden. Bedenkt man dabei, dass ca. 70 kg eines Fahrzeugs aus technischen Gummiartikeln bestehen, wobei 50 % davon auf



die Reifen entfallen (5), ist es durchaus sinnvoll, sich hier mit dem Thema des Recyclings zu beschäftigen.

In der Vergangenheit wurden Altreifen meistens der energetischen Verwertung zugeführt, dabei geht das Material aber verloren und kann nicht wie vorgeschrieben wieder in Umlauf gebracht werden. Deshalb gab es schon in der Vergangenheit viele Versuche, ein wirtschaftliches Recyceln von Elastomeren zu ermöglichen. Allerdings ist es nur in den seltensten Fällen gelungen, ein Verfahren zu entwickeln, was unter wirtschaftlichen Gesichtspunkten bestehen konnte. Bis jetzt konnte sich hier noch kein Verfahren wirklich durchsetzen.

Bei der Verwertung von Altreifen unterscheidet man in drei Kategorien.

### **1. Energetische Verwertung**

Bei der energetischen Verwertung wird das Elastomer verbrannt und erzeugt dadurch Wärme, die zum Brennen von Zement genutzt oder in Müllheizkraftwerken in Strom umgewandelt wird. Auf jeden Fall geht das Material dabei verloren. Damit ist diese Art der Verwendung eher als ungeeignet anzusehen, aber momentan die einfachste und schnellste Alternative, um Elastomere zu verwerten.

### **2. Rohstoffliche Verwertung**

Bei der rohstofflichen Verwertung von Elastomeren wird das Material meistens thermolytisch in seine Ausgangsprodukte zerlegt. Die dabei entstehenden Stoffe können im Anschluss als Einsatzstoffe in der Elastomerherstellung oder zur Weiterverwertung in Raffinerien genutzt werden. Zu diesen Verfahren gehören die Pyrolyse, die Hydrolyse und das Hochtemperaturvergasen. Da es sich bei diesen Anwendungen um Hochtemperaturanwendungen handelt mit Temperaturen weit über 500°C ist es nahezu unmöglich diese Prozesse in einem wirtschaftlichen Rahmen zu betreiben. Auch dann nicht wenn die entstehenden Gase genutzt werden um die Energiebilanzen dieser Anlagen zu verbessern.

Außerdem haben diese Verfahren das Problem, dass man Rohstoffe wie Öle und Kohle erhält für die es noch keine Anwendungsmöglichkeiten gibt und die somit als Sondermüll entsorgt werden müssen.

### 3. Werkstoffliche Verwertung

Anders als bei der energetischen oder rohstofflichen Verwertung von Elastomeren, bleibt bei der werkstofflichen Verwertung das Material erhalten. Zu den werkstofflichen Verwertungsmethoden gehören das Runderneuern von Reifen und das Devulkanisieren.

Da das Runderneuern von Reifen auch immer ein Sicherheitsrisiko birgt, müssen bei diesem Prozess extreme Qualitätskriterien erfüllt werden. So darf der angelieferte Reifen über keinerlei Beschädigungen verfügen und er darf ein Mindestalter nicht überschritten haben. Auf Grund dieser Beschränkungen müssen schon ca. 30% der möglichen Reifen aussortiert werden

Allerdings hat auch dieses Verfahren seine Grenzen. So ist ein Runderneuern bei PKW-Reifen nur einmal, bei LKW-Reifen zweimal möglich. Anschließend muss der Reifen wieder den herkömmlichen Verfahren zugeführt werden.

Diese Probleme spielen bei der Devulkanisation keine Rolle. Hier achtet man lediglich darauf, dass die Reifen sortenrein getrennt sind. D.h. Industriereifen und PKW-Reifen müssen getrennt werden, da die einzelnen Rezepturen sehr unterschiedlich sind. Sinnvoll wäre auch eine Trennung nach Herstellern da man auch hier unterschiedliche Rezepturen findet. Allerdings ist dies, logistisch gesehen, eine nahezu unmögliche Aufgabe und würde den Prozess unnötig verteuern.

Das Ziel der Devulkanisation ist es, die Schwefelbrücken, die beim Vulkanisieren zwischen den C-Ketten des Kautschuks entstanden sind, wieder aufzubrechen. Der Grund dafür ist ganz einfach. Wenn es gelingt, die Schwefelbrücken aufzubrechen, ohne die Kohlenstoffketten zu zerstören, kann das so gewonnene Material als Ersatz für Natur- oder Synthetikgummi eingesetzt werden, ohne Qualitätsverluste des Neumaterials hinnehmen zu müssen.

Die ersten Ansätze zur Devulkanisation von Elastomeren reichen bis in die Mitte der 60er Jahre. In dieser Zeit sah man aber keine Notwendigkeit darin, dieses weiterzuverfolgen oder es wurde nicht angenommen. Erst Anfang 1981 wurde in der Schriftenreihe „International polymer science and technology“ Band 8,



beschrieben, dass man Elastomere mit Hilfe eines Gemisches aus Thiophenol und n-Butylamin zur Devulkanisation einsetzen könnte. Dabei werden aber keine Angaben über die Ergebnisse gemacht, die mit diesem Material erzielt werden können.

In der heutigen Zeit, in der das Recycling immer wichtiger wird, gibt es mehrere Ansätze. Man unterscheidet dabei in chemische, thermische, mechanische und biologische Verfahren.

### 1. Chemisch

Bei den chemischen Verfahren werden in erster Linie Di-Amine oder Di-Sulfide eingesetzt. Diese haben die Aufgabe, gezielt die Schwefelverbindungen zu schwächen, damit diese im Anschluss mechanisch zerstört werden können. Der Nachteil bei diesem Verfahren ist aber, dass es sich bei dem Material um ein Recyclingmaterial handelt, bei dem nicht immer zu 100% klar definiert ist, welche Bestandteile vorhanden sind. Dadurch muss man die Devulkanisationsmittel entsprechend hoch dosieren, um eine vollständige Devulkanisation zu garantieren. Das führt aber wiederum dazu, dass ein Teil des Devulkanisationsmittels im Recyclat verbleibt. Beim Einmischen in eine neue Mischung kann das Devulkanisationsmittel dann zu Problemen führen.

### 2. Thermisch

Hierbei wird das Material bei sehr hohen Temperaturen und viel Zeit devulkanisiert. Dabei macht man sich den natürlichen Kettenabbau zunutze. Um das Freiwerden von Radikalen zu verhindern, wird das Verfahren meistens unter einer inerten Atmosphäre im Autoklaven durchgeführt. Da diese Verfahren aber viel Zeit kosten, sind sie nur bedingt wirtschaftlich und konnten sich nicht durchsetzen. Ein spezielles Verfahren der thermischen Devulkanisation ist das Mikrowellen-Verfahren, das in den 1970er Jahren von Goodyear entwickelt wurde. Dieses Verfahren kam aber nie über ein experimentelles Stadium hinaus.

### 3. Mechanisch

Bei der mechanischen Devulkanisation wird die benötigte Energie, um die Schwefelbrücken zu öffnen, über Scherung eingebracht. D. h. die Schwefelketten werden zerrissen. Dies erfolgt auf Reibstühlen, Walzwerken oder Doppelschneckenextrudern. Da dabei aber eine enorme Menge an Energie benötigt wird, setzt man dieses Verfahren fast ausschließlich in Verbindung mit chemischen Verfahren ein.

Um diese enormen Mengen an Energie in das Material zu bekommen, müssen an den verwendeten Maschinen sehr große Drehmomente aufgebracht werden, was zu sehr großen und kostenintensiven Antrieben führt. Um das zu umgehen und Standardmaschinen einsetzen zu können, muss der Materialdurchsatz deutlich reduziert werden. In beiden Fällen wird dieses Verfahren unwirtschaftlich. Ein weiterer Nachteil dieses Verfahrens ist auch die Wärme, die durch die hohen Scherkräfte entsteht. Diese muss optimal abgeführt werden, um ein Überhitzen des Materials zu verhindern.

Ein besonderes mechanisches Verfahren ist das Ultraschall-Verfahren. Dabei wird eine genau auf die Schwefelketten abgestimmte Energiemenge in das Material eingebracht und diese zerrissen.

#### 4. Biologisch

Das biologische Verfahren zur Devulkanisation von Elastomeren soll hier nur der Vollständigkeit halber erwähnt werden. Dieses Verfahren steckt noch in seinen Anfängen und ist für das Recycling von Elastomeren noch nicht relevant.

Bei diesem Verfahren werden schwefelfressende Bakterien dem Material zugeführt. Diese Bakterien fressen die Schwefelverbindungen auf, und das Material ist devulkanisiert. Dieses denkbar einfache Verfahren funktioniert aber nur bei Gummimehl, das vorher sehr fein vermahlen wurde. Das liegt daran, dass die Bakterien nicht in das kompakte Material eindringen können und so nur die Oberfläche angreifen.

Nachdem die Bakterien ihre Arbeit verrichtet haben, kann man sie durch Erhitzen (Sterilisieren) abtöten.

Vor diesen Prozessen ist es aber immer unbedingt notwendig, dass das Material zerkleinert wird. Dies kann auf zwei Arten erfolgen zum einen im ambivalenten, zum anderen im cryogenen Verfahren. Die ersten Schritte sind bei beiden Verfahren gleich. Zuerst wird das Material in einem Brecher eingezogen und vorzerkleinert. Der unterschied der beiden Verfahren liegt in der Temperatur. Während das Material bei dem ambivalenten Verfahren ohne Kühlung in erster Linie in Schneidmühlen vermahlen wird, wird das Material beim cryogenen Verfahren mit Flüssigem Stickstoff eingefroren. Dieses Material wird dann ebenfalls in Schneid- oder in Stiftmühlen zerkleinert. Dadurch erhält man beim cryogen Vermahlen Partikelgrößen bis zu 80 Mesh (177µm) während man beim ambivalenten Verfahren auf eine maximale Partikelgröße von maximal 60 Mesh (250µm) erreicht. Außerdem unterscheiden sich die Materialien in der Form der Partikel. Bei ambivalent vermahlenem Material erhält man Partikel mit scharfen Kanten während das cryogen vermalene Material eher eine Kugelform aufweist.

Das cryogen Vermahlene Material eignet sich auf Grund seiner großen Oberfläche besser zur Devulkanisation. Ist aber auch durch den Einsatz von großen Mengen an Stickstoff sehr teuer. Deshalb wird für diese Arbeit ein ambivalent vermahlenes Gummimehl mit einer Partikelgröße von 4 Mesh (4,76mm).

## **Aufgabenstellung**

Die Aufgabe für dieses Projekt definiert sich wie folgt:

Devulkanisation von LKW-Reifen Laufflächen, bestehend aus NR, SBR und NBR, mit einem Planetwalzenextruder ohne den Zusatz von Additiven. Dazu sollen zunächst mit einem statistischen Versuchsplan die optimalen Verfahrensparameter auf dem Planetwalzenextruder ermittelt werden. Das devulkanisierte Material soll im Anschluss mit in der Gummiindustrie vorhandenen Standardprüfmethoden getestet werden, um ein geeignetes Prüfverfahren in Bezug auf Aussagekraft der Ergebnisse und Wirtschaftlichkeit zu erhalten. Als letzter Punkt soll dann eine Energiebilanz

erstellt werden. Diese soll dazu dienen, im späteren Verlauf des Forschungsprojektes eine CO<sub>2</sub>-Bilanz aufstellen zu können.

## **Projektplanung**

Das Projekt soll in zwei Schritte unterteilt werden. Der erste Schritt besteht darin zu ermitteln welche Faktoren einen Einfluss auf die physikalischen Eigenschaften des Materials haben und in welche Richtung sie die Eigenschaften beeinflussen. Dazu wird ein Screening Versuchsplan nach den Regeln des „Design of Experiments“ erstellt. Das so hergestellte Probenmaterial wird anschließend mit gängigen Methoden in der Elastomerindustrie ausgewertet. Dabei werden die Eigenschaften mit einem Material das auf konventionelle Art und Weise devulkanisiert wurde verglichen.

Nach dieser Auswertung werden die optimalen Prozessparameter ermittelt.

Mit diesen Parametern wird dann im Anschluss eine erneute Versuchsreihe gefahren und kontrolliert ob sich die erwarteten Materialeigenschaften einstellen.

Mit dem so hergestellten Material soll eine Prüfmischung hergestellt werden die sich an einem LKW-Reifen orientiert. An diesem Material werden dann ebenfalls die physikalischen Eigenschaften getestet und mit Werten aus konventionellen Verfahren verglichen.

## Schritt 1

### Versuchsvorbereitung

Die Versuche zu dieser Arbeit werden auf einem Planetwalzenextruder mit der Bezeichnung TP-WE 70/1600-M4 durchgeführt. Das bedeutet, dass es sich bei der verwendeten Maschine um einen **Thermoplastwalzenextruder** mit einem Teilkreisdurchmesser von **70 mm** und einer Verfahrensteillänge von **1600 mm**, die in **4 Module** unterteilt ist, handelt.

Um mit möglichst wenigen Versuchsreihen ein aussagekräftiges Ergebnis zu erhalten, wird für die Versuche ein teilfaktorieller, statistischer Versuchsplan genutzt. Dieser wird mit dem DoE-Programm, Minitab 16, erstellt und ausgewertet. Bei diesem Versuchsplan handelt es sich um einen  $2^{7-3}$ -Versuchsplan. Durch diesen Versuchsplan können sieben Faktorstufen mit nur 16 Faktor-stufenkombinationen untersucht werden. Bei einem vollfaktoriellen Versuchsplan müssten bei dieser Anzahl an Faktorstufen 128 Faktorstufenkombinationen untersucht werden.

Somit kam der folgende Versuchsplan für die Screening Versuche zu Stande.

Tabelle 3: statistischer Versuchsplan zur Ermittlung der optimalen Verfahrensparameter

Drehzahl	Durchsatz	Temp.-profil	Aufbau	Vakuum	Kühlung	Stickstoff
100	15	1	1	ja	ja	ja
250	15	1	1	nein	ja	nein
100	30	1	1	nein	nein	ja
250	30	1	1	ja	nein	nein
100	15	2	1	nein	nein	nein
250	15	2	1	ja	nein	ja
100	30	2	1	ja	ja	nein
250	30	2	1	nein	ja	ja
100	15	1	2	ja	nein	nein
250	15	1	2	nein	nein	ja
100	30	1	2	nein	ja	nein
250	30	1	2	ja	ja	ja
100	15	2	2	nein	ja	ja

250	15	2	2	ja	ja	nein
100	30	2	2	ja	nein	ja
250	30	2	2	nein	nein	nein

Die einzelnen Parameter des Versuchsplans wurden aus folgenden Gründen festgelegt.

Die Drehzahl und der Durchsatz dieses Versuchsplanes wurden im Vorfeld der Versuche aufeinander abgestimmt. Dazu wurde zuerst der Durchsatz von 15 kg/h und 30 kg/h festgelegt. Diese Durchsätze wurden gewählt, da man aus Erfahrung weiß, dass man mit einem Durchsatz von 30 kg/h auf dieser Maschine gute Ergebnisse in Bezug auf die Devulkanisation erreichen kann. 15 kg/h wurden gewählt, um einen geringeren Füllgrad im Planetwalzenextruder zu erhalten. Die Überlegung dahinter bezieht sich auf die damit verbundene, höhere Verweilzeit des Materials in dem Planetwalzenextruder. Außerdem ändert sich die spezifische Energie, die in das Material eingebracht wird.

Die Drehzahl wurde gewählt, da sie am Planetwalzenextruder bei allen Prozessen eine wichtige Rolle spielt. Durch die Drehzahl wird die Größe der abgetauschten Oberfläche im Walzenzylinder bestimmt. Dadurch kann dem Material mehr Energie über die Temperierung zu- oder abgeführt werden. Außerdem ist es ein sehr leicht und schnell zu beeinflussender Parameter. Allerdings ist dabei zu beachten, dass durch die Erhöhung der Drehzahl auch die spezifische Energie ansteigt und die Verweilzeit des Materials im Planetwalzenextruder abnimmt.

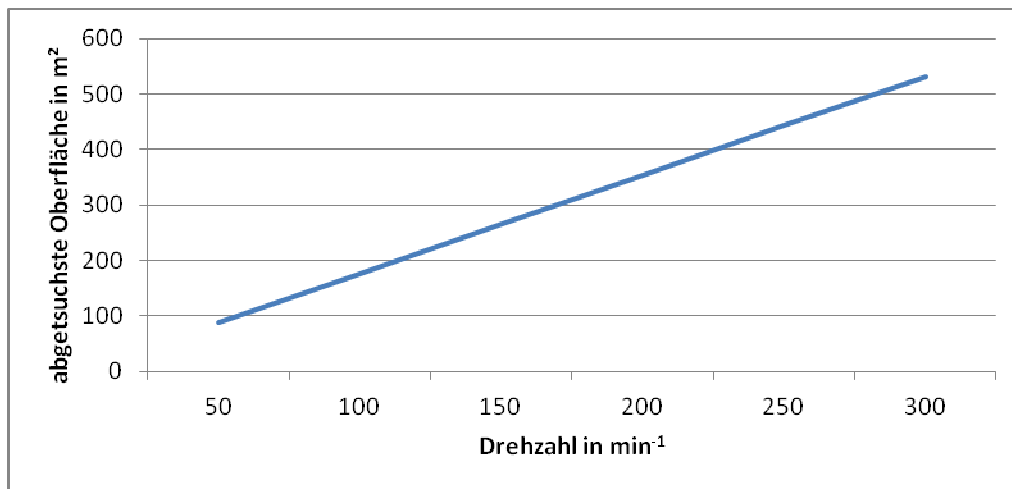


Abbildung 9: abgetauschte Oberfläche der Versuchsanlage in Abhängigkeit der Drehzahl

Die Drehzahl von  $100 \text{ min}^{-1}$  wurde gewählt, da dies die geringste Drehzahl ist, bei der die gewählten Durchsätze noch verarbeitet werden können, ohne dass der Drehmoment zu hoch wird oder das Material im Füllteil zurückstaut. Die Drehzahl von  $250 \text{ min}^{-1}$  ist die maximale Drehzahl dieser Maschine, bei der noch das volle Drehmoment zur Verfügung steht. Außerdem hat man bei vorherigen Versuchen zu diesem Thema festgestellt, dass eine hohe Drehzahl gute Ergebnisse liefert. Um aber den tatsächlichen Einfluss feststellen zu können, wurde sie mit in den Versuchsplan aufgenommen.

Auch die verwendeten Temperaturprofile (Tabelle 4) beruhen auf Versuchen aus der Vergangenheit. Dabei hat sich gezeigt, dass man zum Devulkanisieren von Reifengummi eine Massetemperatur von mindestens  $270^\circ\text{C}$  erreichen muss, um ein zufriedenstellendes Maß an Schwefelbrückenabbau zu erhalten.

Die Unterschiede der Temperaturprofile sind deutlich sichtbar. Bei dem Temperaturprofil 1 erkennt man, dass hier geringere Temperaturen eingestellt werden. In Walzenzylinder 1 liegt sie sogar unter der benötigten Devulkanisationstemperatur. Dadurch erfährt das Material hier ein sehr hohes Maß an Scherung. Damit soll erreicht werden, dass das verwendete Gummimehl das eine Ausgangsgröße von 4 Mesh hat im Planetwalzenextruder weiter zerkleinert wird und dadurch besser devulkanisiert werden kann. Im weiteren Verlauf werden die Temperaturen so weit angehoben, dass die Devulkanisationstemperatur über zwei

Walzenzylinder hinweg erhalten bleibt. Dies ist wichtig, da der Prozess der Devulkanisation auch zeitabhängig ist.

Beim Temperaturprofil 2 sind die Temperaturen so gewählt, dass die Energie, die zum Devulkanisieren gebraucht wird, nicht über Scherung, sondern über die Wärmeenergie von außen in das Material eingebracht wird. Dabei wird die Temperatur über die ersten zwei Walzenzylinder konstant gehalten, um dem Material genug Zeit zum Devulkanisieren zu geben. Im dritten Walzenzylinder wird die Temperatur gesenkt, um ein Überhitzen des Materials zu verhindern.

Die Temperaturen im Walzenzylinder 4 sind bei beiden Profilen so eingestellt, dass das Material gekühlt wird. Dies ist wichtig, da das Material sehr viel Stauwärme entwickeln kann, was letztendlich zu einer Selbstentzündung des Materials führen würde.

Die Einzugszylinder werden bei beiden Temperaturprofilen auf über 100°C temperiert. Da es sich hierbei um ein Recyclingmaterial handelt, das nur zerkleinert wurde, ist es noch sehr feucht. Durch die hohen Temperaturen im Einzugszylinder wird vermieden, dass Wasserdampf kondensieren kann und dadurch das Förderverhalten der Einzugschnecke reduziert. Eine Besonderheit bei beiden Temperaturprofilen ist die Temperierung der Zentralspindel. Diese endet nach dem dritten Walzenzylinder, um das Abkühlen des Materials im vierten Walzenzylinder zu erleichtern.

Tabelle 4: gewählte Temperaturprofile

<b>Zone</b>	<b>Temp.-profil 1</b>	<b>Temp.-profil 2</b>
<b>Füllteil</b>	105	130
<b>Walzenzylinder 1</b>	160	280
<b>Walzenzylinder 2</b>	200	280
<b>Walzenzylinder 3</b>	200	200
<b>Walzenzylinder 4</b>	100	40
<b>Zentralspindel</b>	190	230



Die Aufbauten des Planetwalzenextruders (Abb. 10+11) unterscheiden sich nur durch unterschiedliche Planetenspindeln in den Walzenzylindern eins bis drei. Beim Aufbau 1 werden Standardspindeln verwendet. Diese sollen durch ihre größere Oberfläche das Material stärker zerreiben und dadurch die Partikelgröße reduzieren, um ein besseres Ergebnis zu erzielen. Außerdem sorgen diese Planetenspindeln durch ihre größere Oberfläche für mehr Austauschfläche, was den Wärmeübergang positiv beeinflussen soll.

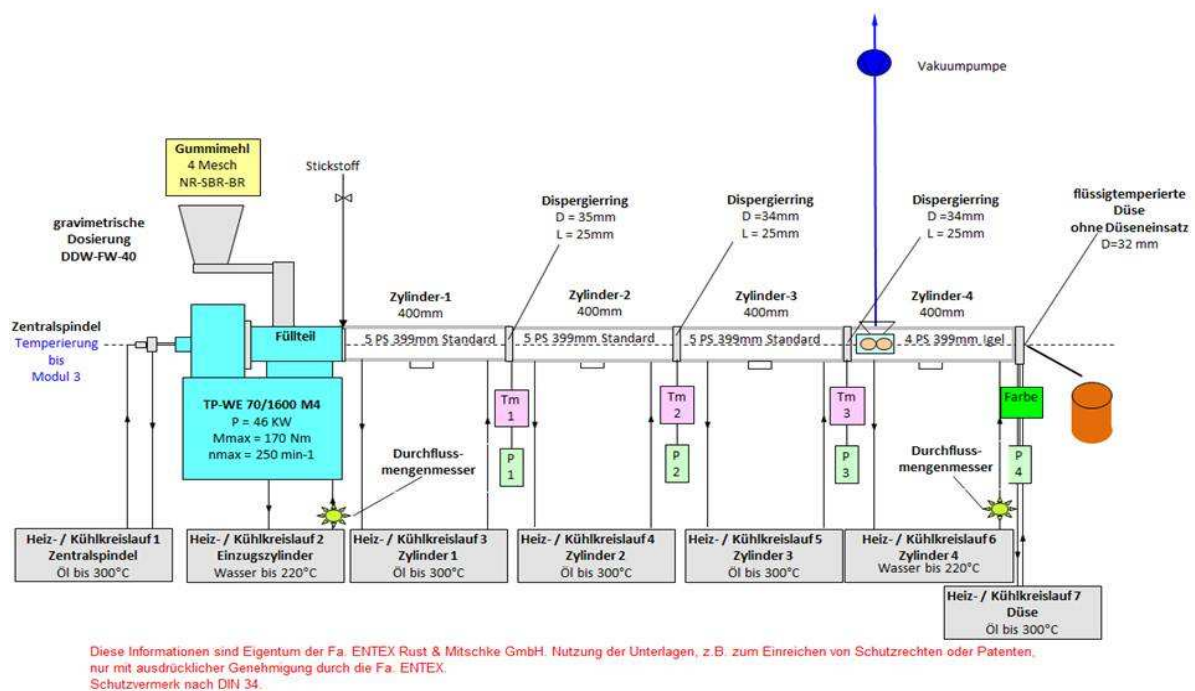


Abbildung 10: Versuchsaufbau 1

Der dritte Punkt für die Wahl dieser Planetenspindeln ist ihr Transportverhalten. Durch die durchgehende Verzahnung transportieren sie das Material schneller nach vorne, und die Verweilzeit nimmt ab. Außerdem haben diese Planetenspindeln ein höheres Druckaufbauvermögen und reduzieren so die Rückstaulänge vor den Dispergierringen. Im Aufbau 2 werden Noppenspindeln verwendet, diese sorgen für ein hohes Maß an Quermischung im Material. Allerdings ist das Förderverhalten durch die unterbrochene Verzahnung geringer, als bei den Standardspindeln. Dadurch erhöht sich die Rückstaulänge des Materials vor den Dispergierringen und somit die gesamte Verweilzeit. Das hat zur Folge, dass der Füllgrad, der in dem Verfahrensteil deutlich ansteigt und dadurch mehr spezifische Energie in das Material

eingebracht werden kann. Im letzten Walzenzylinder werden bei beiden Aufbauten Igelspindeln eingesetzt. Diese haben eine höhere Verweilzeit als Standardspindeln, sorgen aber für eine größere Oberfläche als Noppenspindeln und sind dadurch ideal zum Kühlen von Elastomeren geeignet. Die Dispergierringe wurden so gewählt, dass das Material möglichst lange in einem Walzenzylinder bleibt, um möglichst viele Überrollungen der Planetenspindeln zu erfahren. Dadurch steigt die Homogenität im Material.

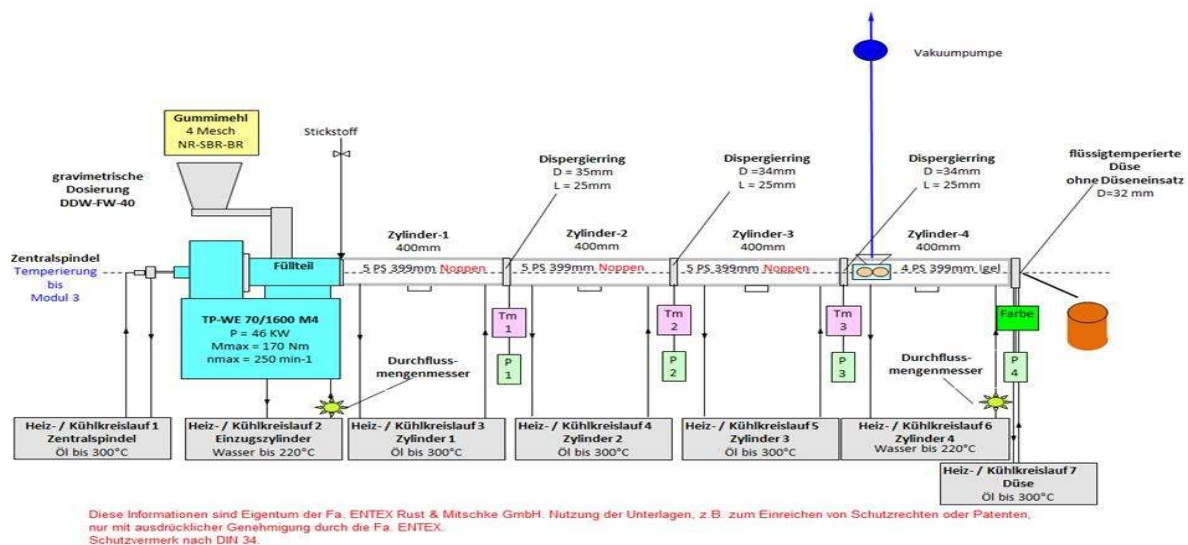


Abbildung 11: Versuchsaufbau 2

Der Parameter Vakuum beinhaltet, dass ein Vakuum im vierten Walzenzylinder gezogen wird oder nicht. Der Hintergrund dieses Parameters liegt ebenfalls wieder bei Versuchen, die in der Vergangenheit durchgeführt wurden. Dabei wurde festgestellt, dass man nach den Versuchen große Mengen an Ölen und nicht definierte, pulverförmige Rückstände in der Vakuumpumpe hatte. Dabei könnte es sich um Öle handeln, die als Weichmacher in dem Material vorhanden waren. Bei diesen Versuchen sollte nun überprüft werden, ob das Vakuum einen Einfluss auf die Qualität des devulkanisierten Materials hat.

Die Kühlung des Materials, das aus der Maschine kommt, sollte zuerst über ein Kühlband laufen. Dabei wird der austretende Strang zwischen zwei gekühlten Walzen ausgewalzt und schnell abgekühlt. Leider war das austretende Material der

Vorversuche so klebrig, das es sich nicht mehr von den Kühlwalzen löste. Um das Material trotzdem schnell abkühlen zu können, wurden immer ca. 5 kg Material in einen 20 l-Eimer mit 20 °C kaltem Wasser gelegt. Für die Kühlung des Materials gibt es zwei Theorien. Bei der einen geht man davon aus, dass das Material, das aus der Maschine austritt, noch so viel Energie hat, dass die Devulkanisation unkontrolliert weiter läuft und somit die Produktparameter stark voneinander abweichen. Das hat den Nachteil, dass man einen Nachfolgeprozess immer wieder auf das Produkt anpassen muss. Die zweite Theorie geht von einem umgekehrten Fall aus. Dabei nimmt man an, dass das Material durch die hohen Temperaturen und den immer noch vorhandenen Schwefel im Material wieder anfängt zu vulkanisieren. Das hätte den Nachteil, dass der ganze vorgeschaltete Prozess unnütz und nichts als Energieverschwendung war. Selbst wenn nicht das gesamte Material wieder vulkanisiert, gibt es auch hier große Schwankungen in der Qualität des Produktes.

Der letzten Parameter dieses Versuchsplanes ist der Stickstoff. Dazu wird der Planetwalzenextruder konstant mit zwölf Litern Stickstoff pro Minute gespült. Dadurch bildet sich in der Maschine eine inerte Atmosphäre, die eine Oxidation des Materials verhindern soll. Auch hier gibt es wieder zwei Meinungen, die mit diesem Versuchsplan ausgeräumt werden sollen. Bei diesem Prozess bilden sich durch den Einfluss von Temperatur und Luftsauerstoff freie Radikale. Zum einen wird dazu behauptet, dass diese Radikale nützlich sind, da sie den Devulkanisierungsprozess beschleunigen und man so in kürzerer Zeit ein besseres Ergebnis erzielt. Zum anderen wird aber auch behauptet, dass dadurch nicht nur die Schwefelketten angegriffen werden, sondern auch die Kohlenstoffketten. Außerdem werden so Radikale in frisches Material eingebracht, was dazu führt, dass die Lebensdauer dieses Materials deutlich abnimmt.

Nach den die Versuchsreihen des Screening Versuchsplanes abgeschlossen waren, wurde das Material mit den, in der Reifenindustrie gängigen Prüfmethode untersucht. Dazu gehörten:

1. Mooney-Viskosität (DIN 53 523)

Diese Methode wurde gewählt, da es sich hier um ein Standard-Prüfverfahren in der Gummiindustrie handelt, dass in kurzer Zeit ein Ergebnis bringt. In diesem

Fall erhofft man sich, dass man auf Grund der Mooney-Viskosität eine Aussage über den Grad der Devulkanisation erhält.

## 2. Rheometerkurven (DIN 53 529)

Die Rheometerkurve wird in der Gummiindustrie dazu genutzt um zu prüfen ob, und wie schnelle eine Mischung vulkanisiert werden kann. Außerdem dient sie dazu zu prüfen ob alle benötigten Komponenten wie z.B. Verzögerer, Beschleuniger, Vulkanisationsmittel etc. eingemischt wurden.

## 3. Zugprüfung (DIN 53 504)

Diese Prüfmethode ist ebenfalls eine Standardmethode in der Gummi- und Kunststoffindustrie. Dabei wird ein vulkanisierter Probekörper in eine Zugprüfmaschine eingespannt und bis zum Zerreißen gedehnt. Aus den so ermittelten Werten (Zugfestigkeit und Reißdehnung) lassen sich Rückschlüsse, auf die Polymerstruktur des Materials, ziehen

## 4. Härte (DIN EN ISO 868)

Die Härtemessung ist eine sehr schnelle Prüfmethode die ebenfalls an dem vulkanisierten Material durchgeführt wird. Die Härte gibt Aufschluss über den Grad der Vernetzung. Als Beispiel werden in einem Weichgummi ca. 5% Schwefel eingesetzt während bei Hartgummi 15% Schwefel eingesetzt werden.

## 5. Verlustmodul (DIN 53 535, DIN EN ISO 6721)

Der Verlustmodul ist für die Reifenindustrie ein wichtiger Indikator, da man mit dieser Messung alle Bereiche eines Reifens, wie z.B. Nasshaftung oder Rollwiderstand ableiten kann.

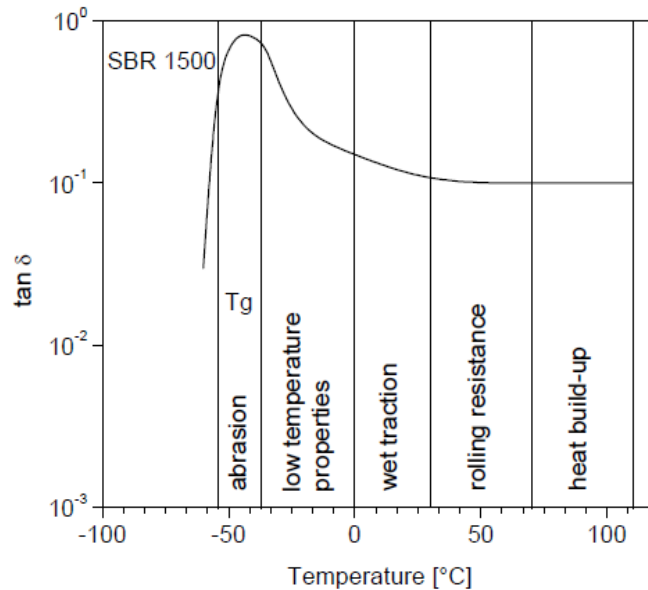


Abbildung 12: Bewertung eines Reifengummis anhand des tan  $\delta$  als Funktion der Temperatur (6)

Da man bei diesem Projekt unter anderem auf die auf Reduzierung des CO<sub>2</sub> Ausstoßes abzielt, wurde hier nur der Verlustfaktor bei 60°C mit 15 Hz und einem Verformungsfaktor von 3,49% gemessen.

## 6. Korngröße

Die Korngröße wurde auf zwei Arten ermittelt. Zum einen wurden die nicht aufgeschlossenen Partikel unter einem Mikroskop händisch vermessen, zum anderen wurde eine definierte Menge des Materials in eine weiße Masse eingearbeitet und dann mit Musterplatten verglichen. Dabei erhält man die Größe und die Anzahl der Partikel.

Um das Material prüfen zu können und eine Aussage über den Grad der Devulkanisation sowie die Weiterverarbeitungseigenschaften treffen zu können, wird eine Prüfmischung hergestellt. Um Zeit zu sparen, wird das devulkanisierte Material direkt mit den entsprechenden Chemikalien versetzt, so wie es in der Industrie als Qualitätssicherung üblich ist. Die Rezeptur für diese Prüfmischung ist in Tabelle 5 dargestellt.

Um die Ergebnisse des während der Arbeit hergestellten Materials einzuordnen, wird eine Standardrezeptur, als Standard B01 bezeichnet, ohne Öl gewählt.



Az 29564-21/0



Abbildung 13: Vergleichsmuster zur Ermittlung der Korngröße



Abbildung 14: Vergleichsmuster zur Ermittlung der Partikelanzahl

Tabelle 5: Rezeptur der Prüfmischung

<b>Standard B01</b>	
<b>Komponente</b>	<b>Menge in g</b>
<b>devulkanisiertes Elastomer</b>	380
<b>Zinkoxid</b>	10
<b>Stearinsäure</b>	4
<b>Schwefel</b>	6
<b>MBT</b>	1
<b>DPG</b>	0,4

Zur Herstellung der Prüfmischung wird ein Walzwerk mit einer Friktion von 1:1,1 verwendet. Zuerst wird das devulkanisierte Material auf das Walzwerk gegeben, solange, bis sich ein geschlossenes Walzfell bildet. Danach wird der Walzenspalt auf 0,8 mm eingestellt und die restlichen Komponenten gleichmäßig auf dem Knet verteilt. Dabei wird darauf geachtet, dass die Reagenzien, die nach dem ersten Durchlauf durch den Walzenspalt nicht eingearbeitet sind, aufgenommen werden. Diese werden dann erneut auf den Knet gegeben, so lange, bis alle Reagenzien komplett eingearbeitet sind. Nachdem die Reagenzien dem Material zugeführt sind, wird das Material fünf Minuten auf dem Walzwerk geknetet. Um die Homogenität des Materials zu steigern, wird das Walzfell in dieser Zeit mehrfach eingeschnitten und umgelegt. Zum Abnehmen des Materials wird der Walzenspalt auf 1,5 mm gestellt. Dadurch erhält man eine Platte mit einer Stärke von ca. 2 mm. Diese Stärke ist notwendig, um aus dem Material Prüfkörper herstellen zu können.

Bei der Herstellung der Walzfelle konnten schon die ersten Aussagen über die Qualität des Materials getroffen werden. So zeigte sich hier z. B., dass die Materialien, die bei geringen Drehzahlen und Temperaturen hergestellt wurden, deutlich einfacher zu verarbeiten waren. Materialien, die bei hohen Temperaturen und hohen Drehzahlen hergestellt wurden, waren hingegen so klebrig, dass man sie kaum von den Walzen lösen konnte.

## Versuchsdurchführung

Die Versuche wurden nach dem oben beschriebenen Versuchsplan durchgeführt.

Auf Grund der vorher durchgeführten Kundenversuche und dem Abstecken der minimalen und maximalen Einstellungswerte in Vorversuchen zur Erstellung des Screening Versuchsplanes kam es während den Versuchen zu keinen unerwarteten Problemen. Die Ermittelten Werte wurden in einer Tabelle zusammengefasst und sind als Anhang an diese Ausarbeitung angefügt.

## Auswertung des Screening Versuchsplanes

Zur Ermittlung der optimalen Produktionsparameter werden die ermittelten Werte mit dem DoE-Programm Minitab 16 ausgewertet. Dabei wird ein Vertrauensbereich von 95 % festgelegt. Aus sogenannten Pareto-Diagrammen kann dann der Einfluss der einzelnen Faktoren sowie der Wechselwirkungen abgelesen werden. Dies allein reicht aber nicht aus, um eine Aussage über die optimalen Parameter treffen zu können, da hier nur eine Aussage über den Einfluss, nicht aber über die Richtung, in die sich die Werte verschieben, gemacht werden kann.

Tabelle 6: ermittelte Werte aus den beschriebenen Prüfverfahren

Nr.	Mooney-Viskosität in ML(1+4)100° C	$\sigma_R$ in MPa	$\epsilon_R$ in %	Korngröße in $\mu\text{m}$	Härte Shore A	S' in dNm	S'' in dNm	$\tan \delta$	$t_{90}$ in sec.
1	70,51	9,53	287,30	463,62	53	6,35	1,11	0,17	469
2	44,07	9,55	289,07	560,39	52	5,73	1,05	0,18	461
3	53,16	9,54	285,40	882,44	54	6,15	1,16	0,18	441
4	37,52	8,44	292,60	796,62	51	5,12	1,03	0,20	488
5	23,04	7,19	245,82	483,61	53	5,15	1,04	0,20	453
6	18,6	6,13	259,67	577,01	49	5,07	1,05	0,20	457
7	23,5	7,08	277,97	760,89	50	5,28	1,1	0,20	427
8	16,85	5,84	244,82	824,83	46	4,96	1,01	0,20	437
9	50,42	9,07	284,85	623,10	52	6,03	1,11	0,18	449



10	38,44	8,84	287,17	1306,6	51	5,49	1,03	0,18	479
11	42,52	9,80	279,00	750,64	53	5,62	1,05	0,18	414
12	28,92	8,78	299,20	755,57	50	5,1	1,07	0,21	470
13	16,46	6,30	253,20	657,25	49	4,47	0,96	0,21	462
14	14,53	5,82	259,00	646,06	44	4,76	1,01	0,21	485
15	12,31	5,92	251,20	569,01	45	4,88	1	0,20	464
16	11,48	5,92	261,40	781,91	46	4,07	0,94	0,23	438
<b>B01</b>	39	6,02	224		52				

In der folgen Abbildung ist das Pareto-Diagramm für die Mooney-Viskosität dargestellt. Hier erkennt man, dass die Faktoren Temperaturprofil, Drehzahl und Aufbau einen Einfluss auf die Mooney-Viskosität haben.

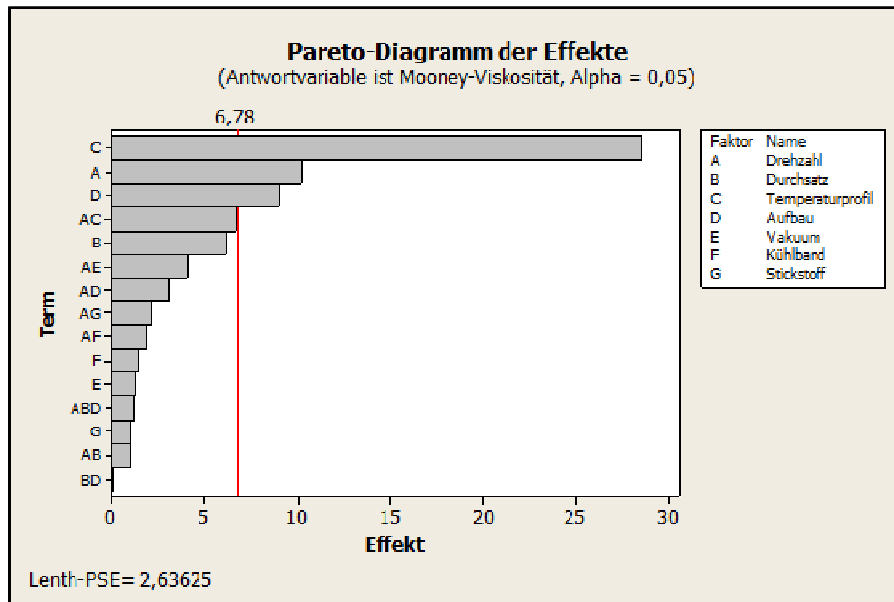


Abbildung 15: Pareto-Diagramm für die Effekte der Mooney-Viskosität

Betrachtet man dazu das Haupteffektediagramm für die Mooney-Werte, kann eine Aussage über die Vorgänge in der Maschine getroffen werden.

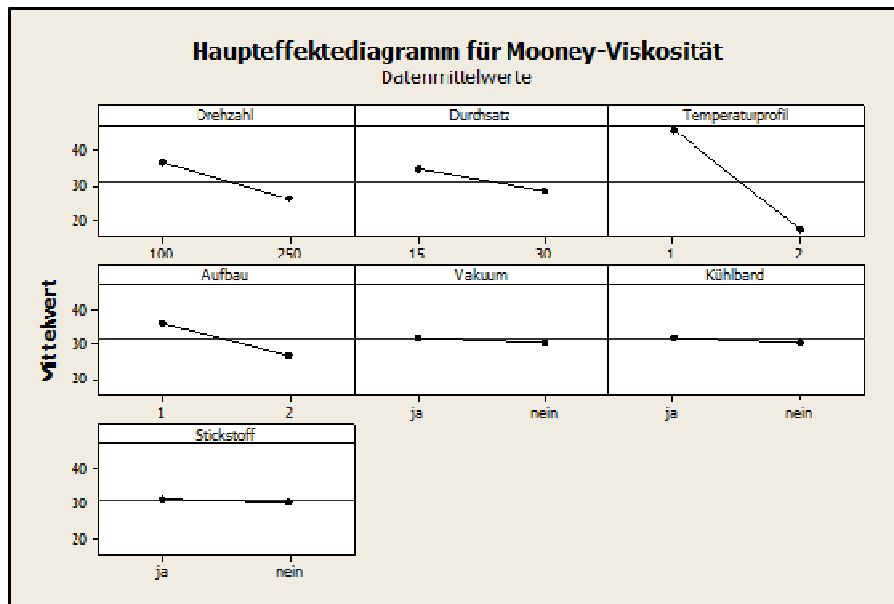


Abbildung 16: Haupteffektediagramm für die Mooney-Viskosität

Wenn man davon ausgeht, dass man für die optimale Weiterverarbeitung des Materials eine Mooney-Viskosität zwischen 30 und 50 ML(1+4) 100 °C benötigt, deutet hier alles darauf hin, dass man bei allen drei Einflussfaktoren zu den niedrigeren Werten hin tendieren sollte.

Der größte Einflussfaktor ist, wie man im Pareto-Diagramm erkennen kann, das Temperaturprofil. Betrachtet man die beiden verwendeten Temperaturprofile aus Tabelle 10, erkennt man, dass das Material beim zweiten Temperaturprofil über eine sehr lange Zeit einer hohen Temperatur ausgesetzt ist. Dadurch kommt es hier nicht nur zu einem gewollten Abbau der Schwefelketten, sondern auch zu einer Schädigung der Kohlenstoffketten.

Ein weiterer Faktor, der einen Einfluss hat, ist die Drehzahl. Allerdings tritt hier ein anderer Effekt als bei dem Temperaturprofil auf. Wie Eingangs schon beschrieben, handelt es sich bei dem Material um LKW-Laufflächen. Diese Laufflächen bestehen zu mehr als 80 % aus NR. Außerdem wurde beschrieben, dass man die Kettenlänge von NR nur über Mastifikation einstellen kann. Durch die höhere Drehzahl kommt es zu mehr Überrollungen des Materials in der Maschine. Das führt dazu, dass das Material stärker mastifiziert wird und die Mooney-Viskosität abnimmt. Außerdem erhöht sich die Masstemperatur bei höheren Drehzahlen, da dem Material mehr Scherenergie über den Antrieb zugeführt wird. Das ist auch der Grund, warum die

Wechselwirkung von Drehzahl und Temperaturprofil bis fast an die Signifikanzlinie heranreicht. Diese muss auf jeden Fall weiter beobachtet werden.

Beim Faktor Aufbau spielt das geringere Förderverhalten der Noppenspindeln im Vergleich zu den Standardspindeln die entscheidende Rolle. Dadurch kommt es zu einer größeren Rückstaulänge des Materials in den einzelnen Walzenzylindern. Das hat zur Folge, dass die schädigende, thermische Energie länger auf das Material einwirken kann. Da das Material aber auch in diesen Bereichen ständig in dünne Schichten ausgewalzt wird, kann die Temperatur gut abgeführt werden, und es kommt nur zu einer geringen Temperaturerhöhung im Material.

Die Abnahme der Mooney-Viskosität erkennt man aber schon bei der Betrachtung der spezifischen Antriebsleistung. Durch die größere Rückstaulänge in den Verfahrensteilen müsste das Drehmoment ansteigen, wenn die Viskosität gleich bleiben würde. Dadurch ändert sich auch die spezifische Antriebsleistung, die zur Verarbeitung des Materials benötigt wird. In der folgenden Abbildung sind die spezifischen Antriebsleistungen bei den verschiedenen Aufbauten aufgeführt.

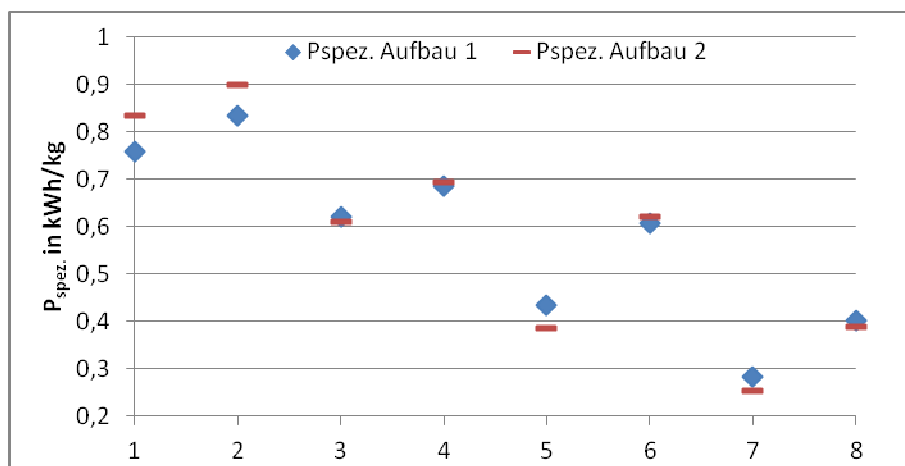


Abbildung 17: Vergleich der spezifischen Antriebsleistungen der Versuchsaufbauten 1 und 2

Auffällig ist, dass die spezifischen Antriebsleistungen bei beiden Aufbauten nahezu identisch sind. Nur bei den ersten zwei Einstellungen, also bei geringen Temperaturen und geringen Durchsätzen liegt die spezifische Antriebsenergie des zweiten Aufbaus über der des ersten. Betrachtet man dazu die Massetemperaturen zwischen den Zylindern, erkennt man, dass die Temperaturen nach dem ersten Walzenzylinder bei diesen Einstellungen sehr gering sind. Sie liegen bei 220-235 °C.

Diese Temperaturen reichen nicht aus, um den Devulkanisationsprozess zu starten. Dadurch wird das Material in diesem Bereich noch nicht plastisch, und die Viskosität ist bei beiden Einstellungen in diesem Bereich nahezu konstant. Bei den restlichen Einstellungen kann man erkennen, dass sich die Viskosität ändern muss, da sonst die spezifische Antriebsleistung unterschiedlich wäre.

Betrachtet man nun das Verhalten der Zugfestigkeit, erkennt man, dass hier nur das Temperaturprofil einen Einfluss hat.

Auch hier zeigt sich im Haupeffektediagramm (siehe Anhang), dass man mit dem Temperaturprofil 1 höhere Zugfestigkeiten erhält als mit dem Temperaturprofil 2. Diese Ergebnisse waren aber auf Grund der ermittelten Mooney-Viskosität nicht anders zu erwarten, da auch bei der Zugfestigkeit die Kettenlänge des Polymers eine entscheidende Rolle spielt.

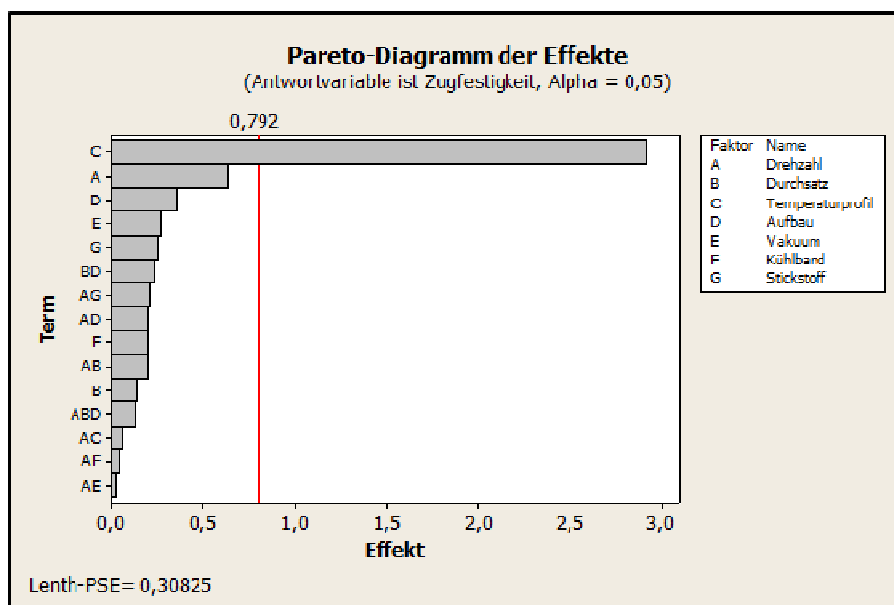


Abbildung 18: Pareto-Diagramm für die Effekte der Zugfestigkeit

Die gleichen Effekte kann man auch bei der Dehnung erkennen. Da diese direkt mit der Zugfestigkeit des Materials einhergeht, hat auch hier nur das Temperaturprofil einen Einfluss auf diese physikalische Größe (Abb. 16). Allerdings steigt die Dehnung hier nicht mit sinkender Zugfestigkeit, sondern fällt ebenfalls ab. Das legt zunächst nahe, dass der Effekt des Kettenabbaus hier überwiegt.

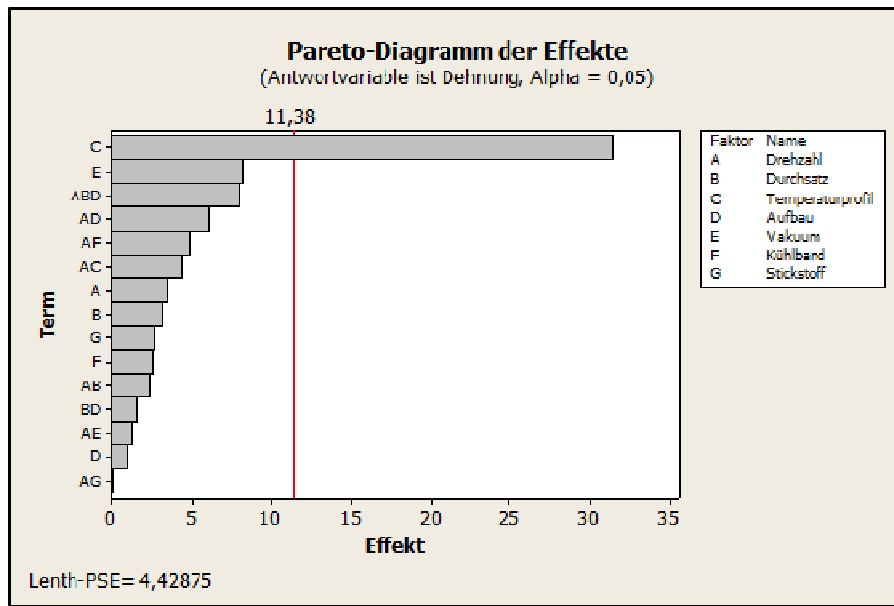


Abbildung 19: Pareto-Diagramm für die Effekte der Dehnung

Während der Versuchsauswertung zeigte sich aber auch, dass die geprüften Schulterstäbe immer an einem unaufgeschlossenen Partikel im Material reißen. Dies führte zu der Annahme, dass die Größe der unaufgeschlossenen Partikel im Material die Dehnung beeinflusst, da sie als Sollbruchstellen wirken könnten. Deshalb wurde dieser Punkt zusätzlich in die Auswertung mit aufgenommen.

Dabei ging man zunächst davon aus, dass man, wie eingangs schon beschrieben, durch die sehr hohe Friktion im ersten Walzenzylinder bei Temperaturprofil 1 das Material stärker zerreibt und somit die Partikelgröße beeinflussen kann. Außerdem ging man davon aus, dass sich die Partikelgröße bei höheren Drehzahlen reduzieren müsste.

Nach der Auswertung zeigte sich aber, dass keiner dieser Faktoren auch nur annähernd einen Einfluss auf diesen Parameter hat.

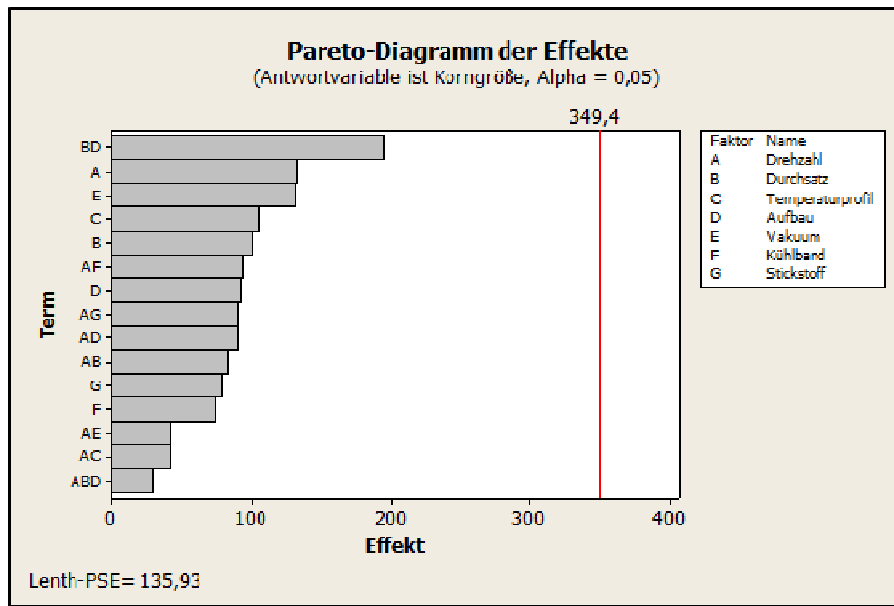


Abb. 1: Pareto-Diagramm für die Effekte der Korngröße

Da die Aufnahme unter dem Mikroskop aber nur einen sehr kleinen Bereich der Probe wiedergibt, hat man zusätzlich, Dispersionen hergestellt. Für diese Dispersionen wird eine definierte Menge an Recyclat in eine weiße Mischung eingearbeitet und Vulkanisiert. Anschließend wird die Oberfläche des Prüfkörpers angeschliffen und auf Grund von Vergleichsproben bewertet. Dabei sind die Größe und die Anzahl der Partikel ausschlaggebend. Aus Zeitgründen wurden hier aber nur die in der folgenden Tabelle aufgeführten Proben ausgewertet. Der erste Wert in der Tabelle gibt die Größe der Partikel, die zweite die Menge der Partikel wieder.

Tabelle 7: Ergebnisse der hergestellten Dispersionen

Nr.	Ergebnis	Eingangsmaterial
1	7-20	4 Mesh
9	7-20	4Mesh
16	7-18	4 Mesh
B01	5-25	40 Mesh

Aber auch bei dieser Prüfmethode erkennt man, dass die Werte nur durch die Korngröße des Eingangsmaterials beeinflusst werden.

Der Grund liegt dabei im Material selbst. Das SBR, von dem man annimmt, dass es hauptsächlich in diesen Partikeln vorhanden ist, braucht deutlich mehr Zeit und

Energie zum Devulkanisieren, als die anderen Materialien. Diese plastifizieren schneller und sorgen so für einen Schmierfilm in der Maschine. Dadurch kann das SBR, ohne viel Scherung zu erfahren, durch das Verfahrensteil gleiten, und die Partikelgröße bleibt nahe-zu erhalten.

Vergleicht man nun die ermittelte Korngröße mit der ermittelten Dehnung, zeigt sich folgendes:

In der Abb. 17 ist der Einfluss zwischen Korngröße und Dehnung dargestellt. Dazu wurden die Werte nach der Korngröße sortiert. Dabei erkennt man, dass die Dehnung zwar sehr stark streut, aber mit steigender Korngröße kaum ansteigt. Das lässt den Schluss zu, dass die Korngrößen keinen Einfluss auf diesen Parameter haben.

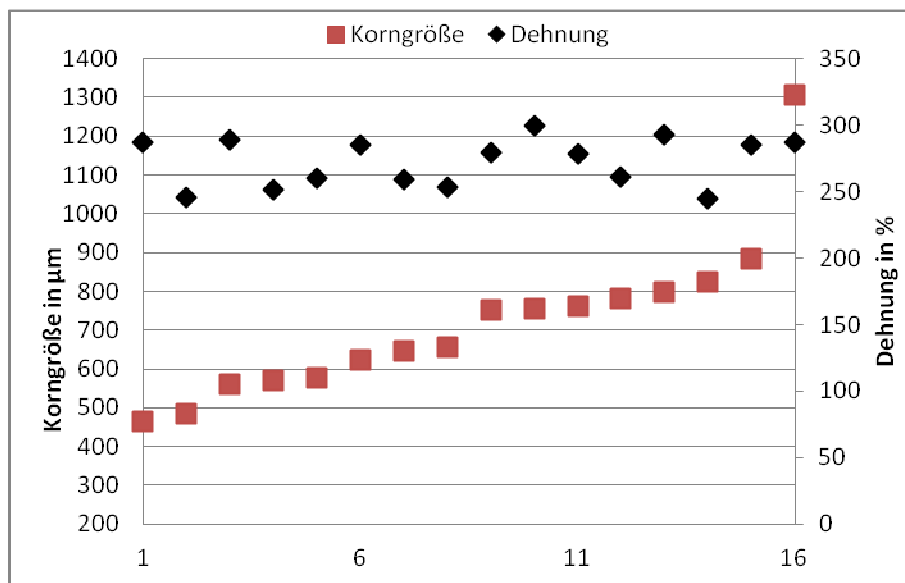


Abbildung 20: Einfluss der Korngröße auf die Dehnung

Auch bei der Härte zeigt sich, dass nur das Temperaturprofil einen Einfluss hat.

Az 29564-21/0

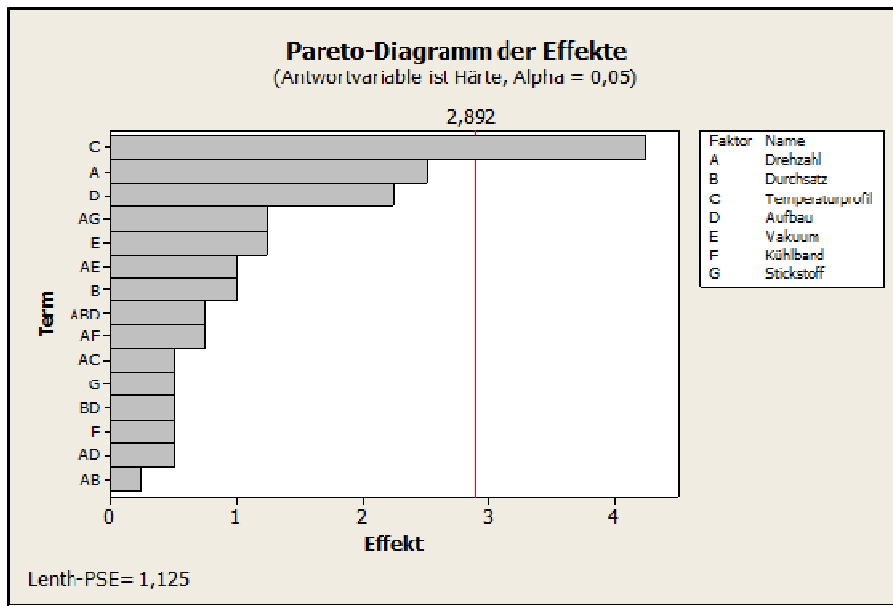


Abbildung 21: Pareto-Diagramm für die Effekte der Härte

Da die Härte direkt mit dem Modul eines Materials einhergeht, ist dies auch nicht weiter verwunderlich. Dies erkennt man auch in der folgenden Abbildung. Hier wird gezeigt, dass der Sekantenmodul, der aus der Zugfestigkeit und der Dehnung berechnet wurde, mit der Härte steigt. Außerdem erkennt man, dass schon die Mooney-Viskosität diesen Trend vorhersagen kann.

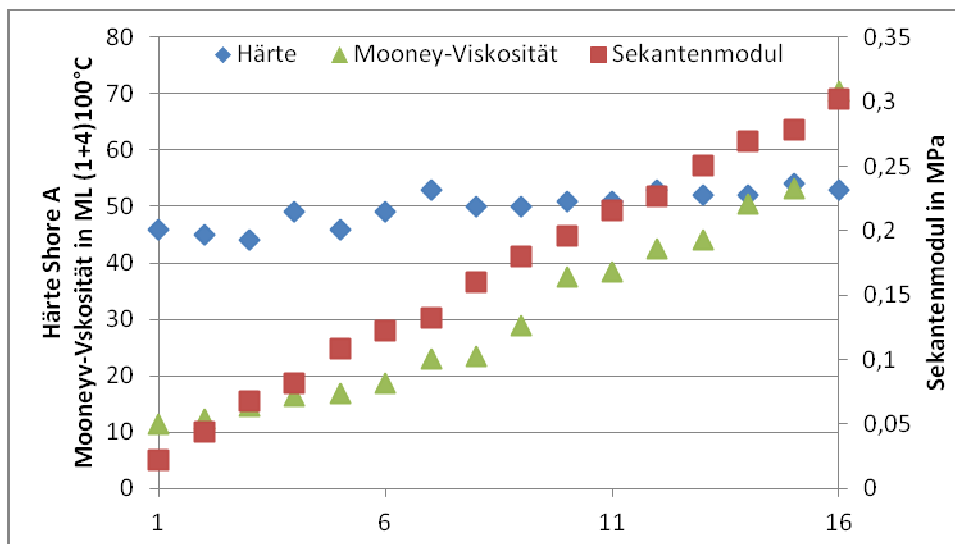


Abbildung 22: Vergleich zwischen der Härte, der Mooney-Viskosität und des Sekantenmoduls

Bemerkung: Die Werte auf der Abszisse spiegeln nicht die die gefahrenen Einstellungen wieder. Die Werte wurden nach aufsteigender Mooney-Viskosität sortiert



Bei der Betrachtung des Verlustfaktors, eine Aussage über den Rollwiderstand eines Reifens gibt, wurde folgendes beobachtet: Während man auf den Speichermodul über die Temperatur einen Einfluss nehmen kann, kann auf den Verlustmodul mit keinem der hier verwendeten Faktoren Einfluss genommen werden. Da der Verlustfaktor direkt mit dem Schub- und dem Verlustmodul zusammen hängt, kann man auf diesen auch nur mit der Temperatur einen Einfluss nehmen.

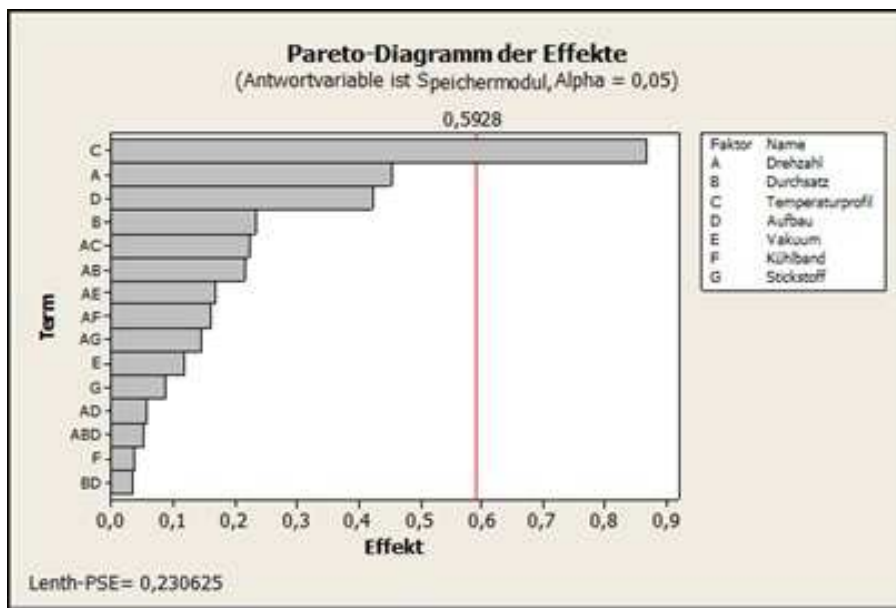


Abbildung 23: Pareto-Diagramm der Effekte für den Speichermodul

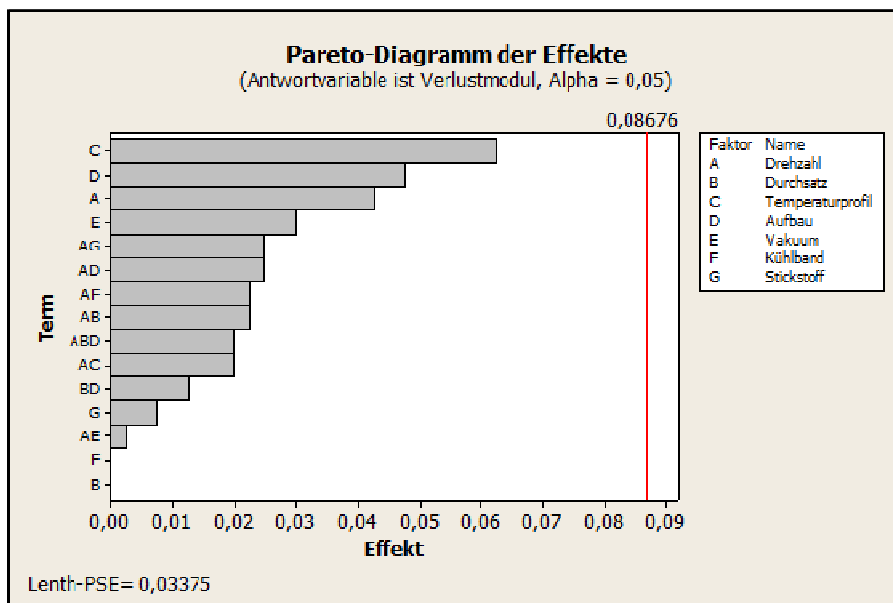


Abbildung 24: Pareto-Diagramm der Effekte für den Verlustmodul

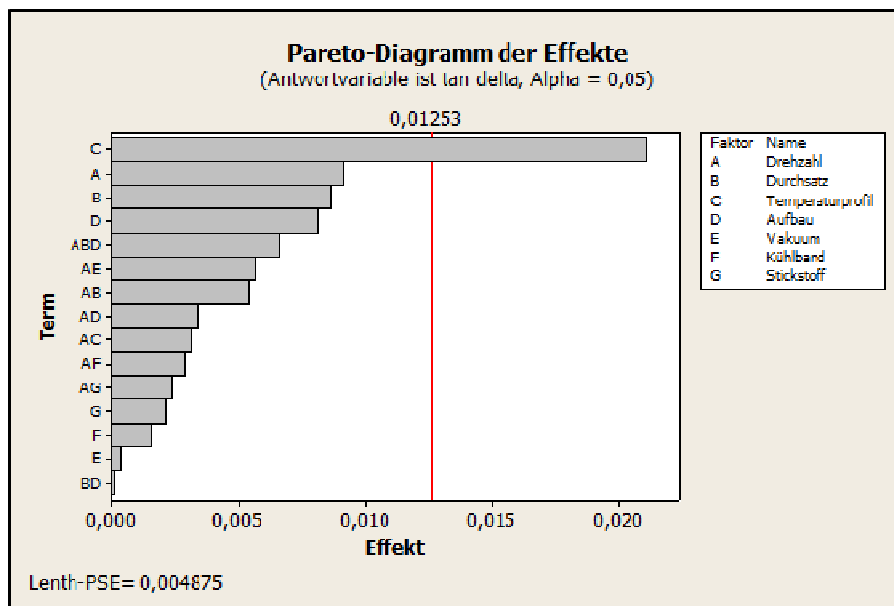


Abbildung 25: Pareto-Diagramm der Effekte für den Verlustfaktor  $\tan \delta$

Auch beim Speichermodul erkennt man im Haupteffektediagramm, dass sich der Wert zu geringeren Temperaturen hin verbessert.

Der Speichermodul ist, die Kraft, die das Material nach der Entlastung zurückstellt. Dieser Effekt wird bei Elastomeren durch die Entropieelastizität beschrieben. Diese Kraft kann man bei Elastomeren durch den Grad der Vernetzung einstellen, d. h. je mehr Vernetzungsstellen sich zwischen den Molekülketten bilden, desto größer wird der Speichermodul.

Da es in dem vernetzten Elastomer nicht nur monosulfidische Bindungen, sondern auch viele polysulfidische Bindungen gibt, lässt sich der Effekt der Speichermodulabnahme folgendermaßen erklären. Durch die hohen Temperaturen beim Temperaturprofil zwei läuft die Devulkanisation deutlich schneller ab, als bei den niedrigen Temperaturen des Temperaturprofils eins. Dadurch werden hier in kürzerer Zeit mehr Schwefelketten degradiert, d. h. die langen polysulfidischen Vernetzungsbrücken brechen auf und zerfallen in monosulfidische Radikale. Da der Planetwalzenextruder ein sehr guter Mischer ist, kommen diese Schwefelradikale sehr häufig mit noch vorhandenen Doppelbindungen des NR in Kontakt. Bedingt durch die hohen Temperaturen sind diese, auch ohne vorhandenen Beschleuniger, sehr reaktiv und lösen so die Doppelbindung. Diese steht bei einem erneuten Vernetzen des Materials somit nicht mehr zur Verfügung. Dadurch bilden sich

weniger Vernetzungsbrücken mit längeren Schwefelketten, die den Speichermodul reduzieren.

Hätte hier der Kettenabbau, der durch die hohen Temperaturen entsteht, einen Einfluss, würde man dies am Verlustmodul erkennen. Durch eine geringere Kettenlänge entstehen mehr viskose Bereiche, die die eingebrachte Energie dämpfen. Dadurch kommt es zu einer Hysterese und der Verlustmodul würde ansteigen.

Betrachtet man nun den Speichermodul in Bezug auf die Mooney-Viskosität, erkennt man auch hier wieder, dass der Speichermodul mit steigender Mooney-Viskosität ebenfalls steigt, während der Verlustmodul konstant bleibt.

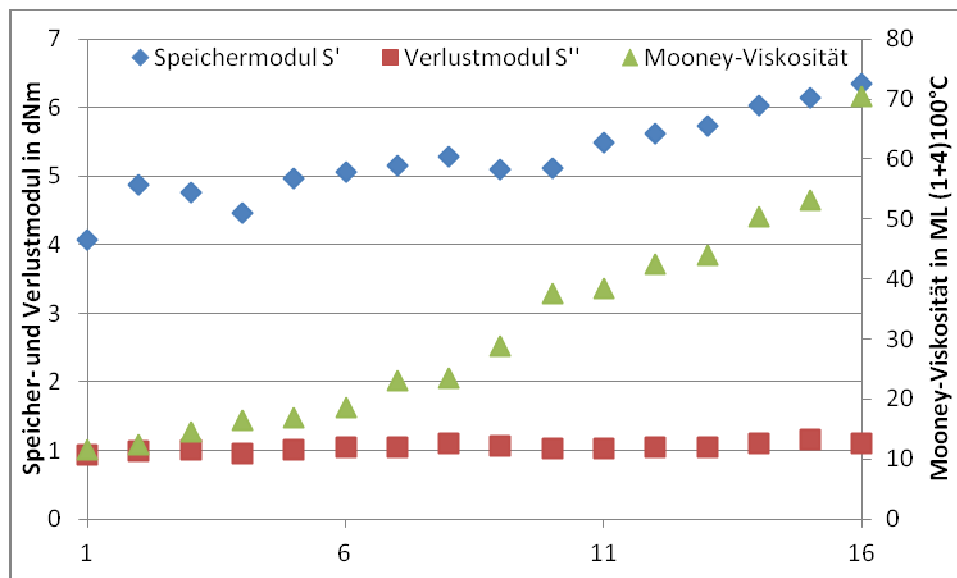


Abbildung 26: Vergleich zwischen Speichermodul, Verlustmodul und Mooney-Viskosität

Bemerkung: Die Werte auf der Abszisse spiegeln nicht die die gefahren Einstellungen wieder. Die Werte wurden nach aufsteigender Mooney-Viskosität sortiert.

Als letzter zu betrachtender Parameter soll hier die Vulkanisationszeit  $t_{90}$ , also die Zeit, bei der das Drehmoment der Vulkanisationskurve 90 % erreicht, aufgeführt werden. Wie man auch hier wieder an dem Pareto-Diagramm der Effekte für  $t_{90}$  erkennt, hat keiner der verwendeten Parameter einen Einfluss auf diese Zeit. Der Grund dafür liegt klar auf der Hand.

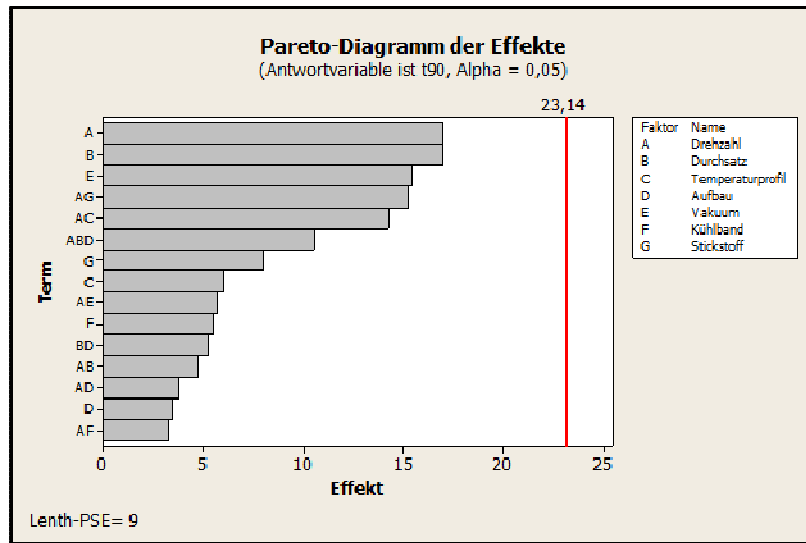


Abbildung 27: Pareto-Diagramm der Effekte für die Vulkanisationszeit t90

Einen Unterschied in der Vulkanisationszeit kann es nur geben, wenn sich etwas an der Rezeptur ändert. In Frage kommen da z.B. mehr Schwefel oder mehr Beschleuniger. Eine Erhöhung der Vulkanisationstemperatur hätte ebenfalls einen Einfluss. Die in der Tabelle 6 aufgeführten Unterschiede zwischen den Vulkanisationszeiten rühren wahrscheinlich daher, dass beim Abwiegen der Komponenten für die Prüfmischung nicht zu 100 % genau gearbeitet wurde. Betrachtet man die Rezeptur, wird deutlich, dass bei einer so kleinen Menge, wie beim DBT, schnell 0,1g zu viel oder zu wenig in die Mischung gelangen. Diese machen dann die Unterschiede in der Vulkanisationszeit aus.

Die Faktoren Durchsatz, Vakuum, Kühlung und Stickstoff haben keinen Einfluss auf das Versuchsergebnis.

Dass der Durchsatz keinen Einfluss hat, ist verwunderlich, da er neben der Drehzahl, maßgeblich die Verweilzeit im Planetwalzenextruder die physikalischen Eigenschaften bestimmt.

$$\bar{t} = \frac{V_{\text{gefüllt}}}{\dot{V}}$$

$\bar{t}$ : mittlere Verweilzeit

$V_{\text{gefüllt}}$ : schmelzegefüllte Bereiche

$\dot{V}$ : Volumendurchsatz

Außerdem sorgt er für eine Reduzierung der spezifischen Antriebsleistung, was zu einer Reduzierung der eingebrachten Scherenergie führt. Das wiederum senkt die Massetemperatur. Allerdings erhöht sich bei gleicher Drehzahl die Rückstaulänge des Materials in den einzelnen Modulen. In diesem Fall scheinen sich diese beiden Effekte gegenseitig aufzuheben.

Auch das Vakuum hat wie anfangs vermutet keinen Einfluss auf das Ergebnis der Devulkanisation. Die Annahme, die veranlasste, das Vakuum einzusetzen, war die Beobachtung, dass man große Mengen an Flüssigkeit nach den Versuchen in der Vakuumpumpe fand. Man ging dabei davon aus, dass es sich um Öl handeln müsste, welches gerne als Weichmacher in Elastomermischung eingesetzt wird. Nach diesen Versuchen erkannte man das gleiche Muster. Diesmal wurde eine kleine Probe dieser Flüssigkeit genommen und in ein Glas mit Wasser gegeben. Da sich die beiden Flüssigkeiten mischten, erkannte man, dass nur ein sehr geringer Anteil an Öl in dieser Flüssigkeit vorhanden ist. Der Rest scheint in erster Linie Wasser zu sein, das auf Grund der Lagerung, als Restfeuchte, noch im Material vorhanden ist.

Bei der Festlegung der optimalen Versuchsparameter sollte das Vakuum aber berücksichtigt werden, da man dadurch einen kompakten Materialstrang erhält, der ein deutlich geringeres Volumen hat, als der ohne Vakuum. Dadurch kann man sich bei der Weiterverarbeitung des Materials eventuelle Transportkosten einsparen.

Der Faktor Kühlung hat auf Grund des Aufbaus der Anlage keinen Einfluss auf das Ergebnis. Man benötigt zum Devulkanisieren eine Temperatur von ca. 270 °C darunter bricht der Prozess ab. Für das Vulkanisieren benötigt man Beschleuniger und Temperaturen um die 150 °C. Da das Material den Planetwalzenextruder, bedingt durch die geringe Temperatur im vierten Modul, in den seltensten Fällen mit einer Temperatur von mehr als 160 °C verlässt und kein Beschleuniger mehr vorhanden ist, kann eine erneute Vernetzungsreaktion oder eine unkontrollierte Devulkanisation ausgeschlossen werden. Das bedeutet, dass man sich diesen Punkt in einer Produktionsanlage sparen kann.

Die Idee hinter dem Parameter Stickstoff war, wie schon beschrieben, eine inerte Atmosphäre zu schaffen, damit das Material auf Grund der hohen Temperaturen

nicht oxidiert. Wie die Auswertung zeigt, hat auch dieser Faktor keinen Einfluss. Hier könnte der Grund aber in einem konstruktiven Fehler des Versuchsaufbaus liegen. Der Fehler liegt vermutlich in der Zuführung des Stickstoffes. Der Stickstoff wurde, wie in den Abbildungen 10 und 11 dargestellt, nach dem Füllteil über einen Sprühring und mit 12 l/min dem Prozess zugeführt. Da das Material aber über eine sehr hohe Restfeuchtigkeit verfügt, die beim Eintritt in den Planetwalzenteil schlagartig verdampft, kann man davon ausgehen, dass der Stickstoff mit dem entstandenen Wasserdampf durch das Füllteil aus der Maschine gedrückt wird. Dadurch kann er keinen Einfluss mehr auf den Prozess haben. Da es keine andere Möglichkeit zur Zuführung des Stickstoffes gibt, kann dieses Problem nur durch das Vortrocknen des zu verarbeitenden Materials gelöst werden. Dies kostet aber zusätzlich Zeit und Energie und macht das Verfahren dadurch unwirtschaftlicher. Um eine endgültige Aussage zu diesem Faktor machen zu können, muss ein neuer Weg der Stickstoffzuführung gefunden werden.

## **Festlegung der Produktionsparameter**

Wie man festgestellt hat, hat das Temperaturprofil den größten Einfluss auf die physikalischen Eigenschaften. Dieses sollte so gewählt sein, dass das sich im Material eine Massetemperatur von 270 – 290 °C einstellt. Liegt die Massetemperatur darunter, reicht die Energie nicht aus, um den Devulkanisationsprozess zu starten. Liegt sie über den 290 °C, kommt es vermehrt zu einem Polymerkettenabbau, und die physikalischen Eigenschaften des Materials nehmen ab.

Az 29564-21/0

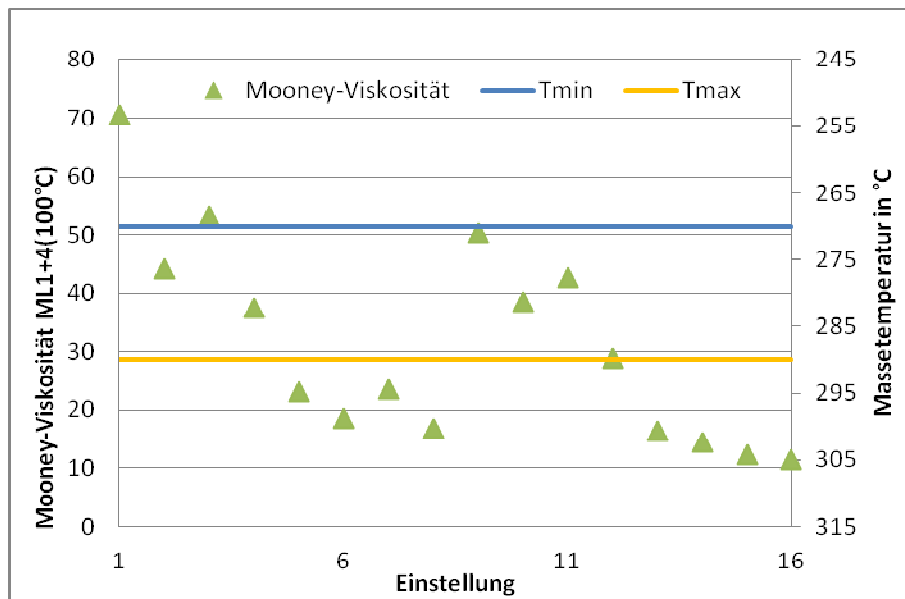


Abbildung 28: optimales Temperaturfenster

Außerdem erkennt man daran, dass die aufgestellte These: „Der Planetwalzenextruder arbeitet nur über die Temperierung von außen und nicht über Scherung.“, bestätigt würde. Wäre es anders, hätte die Drehzahl in dem variierten Bereich einen deutlich höheren Einfluss auf die physikalischen Eigenschaften, da sich die Länge der Polymerketten dramatisch verringert hätte. Dies konnte aber auf Grund der physikalischen Eigenschaften nicht festgestellt werden.

Lässt man die optimalen Versuchsparameter durch das verwendete DoE-Programm auswerten, erhält man die in der folgenden Abbildung dargestellten Ergebnisse.

Az 29564-21/0

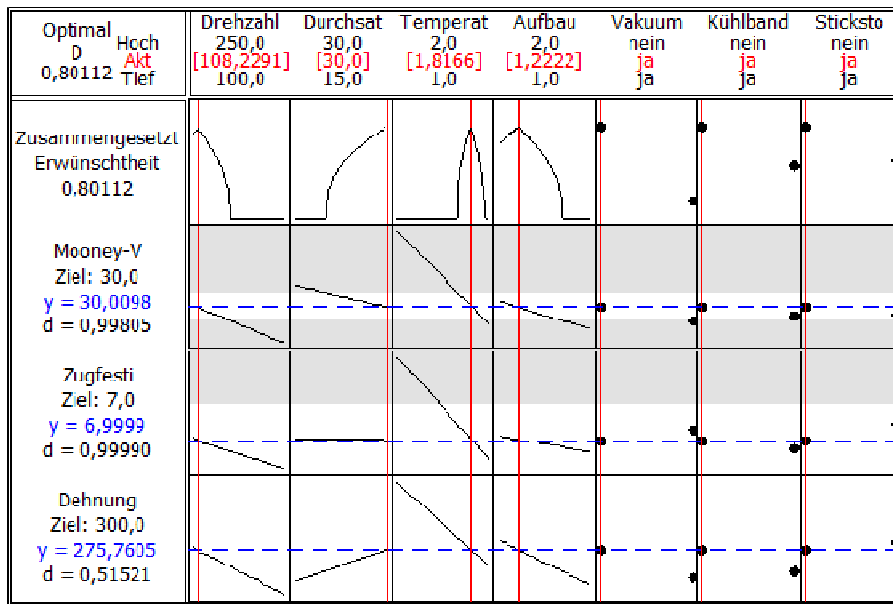


Abbildung 29: optimale Parameter für die gewählten Eigenschaften

Dabei gibt man dem Programm die gewünschten Eigenschaften vor, und es errechnet daraus die optimalen Parameter. Dabei kann man die einzelnen Variablen entsprechend Gewichten. Das bedeutet, dass das Programm bei unterschiedlichen Gewichtungen, die Variable nach Gewichtung, möglichst genau zu treffen versucht. Eine Gewichtung im Bereich von 0,1 bis 10 ist möglich. In diesem Fall ist eine Gewichtung von 1:1:1 gewählt worden. Allerdings hat das Programm nur die Möglichkeit, die Parameter in den Grenzen des Versuchsplans und der erhaltenen physikalischen Werte zu berechnen.

Bei den hier gewählten Werten handelt es sich um Werte, die von Kunden der Firma ENTEx häufig als Spezifikationen für devulkanisiertes Material angegeben werden.

Die festgelegten Parameter für das Devulkanisieren von schwefelvernetzten Elastomeren, mit Hilfe des Planetwalzenextruders, ohne den Einsatz von Additiven, werden, wie in der folgenden Tabelle dargestellt.

Tabelle 8: festgelegte, optimale Produktionsparameter

Faktor	Größe
Drehzahl	110 min <sup>-1</sup>
Durchsatz	30 kg/h
Temperaturprofil	So, dass die Masstempertur zwischen 270 und 290 °C liegt.
Aufbau	1



Az 29564-21/0

<b>Vakuum</b>	Ja
<b>Kühlung</b>	Nein
<b>Stickstoff</b>	Nein

## Schritt 2

### Produktion von Mustermaterial

Nach dem die optimalen Parameter für den Devulkanisierungsprozess ermittelt und festgestellt wurden hat man überprüft ob der Prozess reproduzierbar ist.

Da man bei den vorangegangenen Versuchen festgestellt hat, dass sich nahezu alle physikalischen Eigenschaften in der Mooney-Viskosität widerspiegeln wurde ein gebrauchtes Mooney-Messgerät von der Fa. Monsanto gekauft.

Als man versuchte die vorher gefahrenen Prozess zu reproduzieren konnte man die Mooney-Werte aus den vorherigen Versuchen nicht mehr erreichen. Im Nachhinein stellt sich aber heraus, dass es sich dabei nur um einen Fehler bei der Inbetriebnahme des Mooney-Messgerätes handelte und dieses zu hohe Werte anzeigte. Bei einer Gegenmessung bei einem befreundeten Unternehmen zeigte sich, dass die Werte reproduzierbar waren.

Nach dem die Reproduzierbarkeit des Prozess bestätigt war wurde der Prozess wieder angefahren

### Materialauswertung

Für diese Auswertung kamen nur noch zwei Proben zum Einsatz. Dabei handelte es sich um das Material aus der Einstellung 5 + 6 aus dem Versuchsprotokoll vom 07.01.2013.

Da die optimalen Parameter aus dem Screening Versuchsplan schon bekannt waren konnte man sich direkt auf das Herstellen von Reifenmischungen konzentrieren. Um die Ergebnisse mit einem konventionell Hergestellt Material vergleichen zu können hat man sich für eine Prüfrezepatur der Fa. Rubber Resources aus der Veröffentlichung „Ecorr® Reclaim in compounds“ (7) entschieden. Dabei wird die Rezeptur gewählt bei der NR durch das devulkanisierte Material substituiert wird.



## Abschlußbericht

Az 29564-21/0



Daraus entstehen die folgenden Prüfrezepturen:

Tabelle 9: Rezepturen der Prüfmischungen

		A		B		C		D		E		
	Nr.	Material	phr	kg	phr	kg	phr	kg	phr	kg	phr	kg
Stufe 1	1	SMR	100	1668,7	95	1551,9	90	1437,5	85	1329,7	80	1225,8
	2	Recyclat	0	0	10	163,4	20	319,4	30	469,3	40	612,9
	3	Ruß N375	50	834,3	50	816,8	50	798,6	50	782,2	50	766,1
	4	Öl (KSR)	5	83,4	5	81,7	5	79,9	5	78,2	5	76,6
	5	ZnO	5	83,4	5	81,7	5	79,9	5	78,2	5	76,6
	6	Stearinsäure	2	33,4	2	32,7	2	31,9	2	31,3	2	30,6
	7	IPPD	1	16,7	1	16,3	1	16	1	15,6	1	15,3
	8	TMQ	2	33,4	2	32,7	2	31,9	2	31,3	2	30,6
	9	Wachs	2,5	41,7	2,5	40,8	2,5	39,9	2,5	39,1	2,5	38,3
			167,5	2795	172,5	2818	177,5	2835	182,5	2854,9	187,5	2872,8
Stufe 2	Batch		167,5	2745,8	172,5	2769,8	177,5	2787,9	182,5	2808,8	187,5	2827,8
	10	TBBS ( NS)	1,5	24,6	1,5	24,1	1,5	23,6	1,5	23,1	1,5	22,6
	11	Schwefel	1,5	24,6	1,5	24,1	1,5	23,6	1,5	23,1	1,5	22,6
				170,5	2795	175,5	2818	180,5	2835,1	185,5	2855	190,5

Da man hier den Naturkautschukanteil durch das Recyclat ersetzen will, welches aber nur einen NR Anteil von 50% hat wird immer die doppelte Menge an Recyclat in die Rezeptur gegeben.

Die Prüfmischung wird auf konventionelle Art, im Innenmischer, hergestellt. Dabei wird darauf geachtet, dass das Material eine Masstemperatur von 120 °C nicht überschreite. Die Mischung wird in 2 Stufen gefahren. In der ersten Stufe werden alle unkritischen Komponenten wie Füllstoffe, Weichmacher und Verarbeitungshilfsstoffe eingemischt.

Dazu wird zuerst der Kautschuk mit dem Recyclat im Innenmischer für 1 min. angewärmt. Anschließend werden die einzelnen Komponenten in einem speziellen Kunststoffbeutel dazugegeben. Dabei ist darauf zu achten, dass man den Stempel des Innenmischers sehr langsam zuführt, da ansonsten der Ruß, der ein sehr geringes Schüttgewicht hat, durch die Komprimierung aus dem Innenmischer geblasen wird. Nach weiteren 2 min. wird der Stempel geöffnet und Materialien die im Einfüllschacht liegengeblieben sind werden entfernt und der Mischung zugeführt.

Anschließend wird die Drehzahl des Innenmischers erhöht bis das Material die gewünschte Temperatur erreicht hat. Nach Erreichen der Temperatur wird das Material für 6 min. im Innenmischer geknetet und anschließend ausgeworfen.

Bei der zweiten Stufe werden die Chemikalien, die für den Vernetzungsprozess benötigt werden, eingemischt. Dabei muss ein besonderes Augenmerk auf die Masstemperatur gelegt werden. Wenn diese in der zweiten Stufe eine Temperatur von 90°C überschreitet fängt das Material an zu vernetzen und kann nicht mehr verwendet werden.

Bei beiden Mischstufen wird darauf geachtet, dass man immer den gleichen Füllgrad im Innenmischer hat um das Ergebnis vergleichen zu können.

Aus dem so hergestellten Material wurden im Anschluss die gleichen Prüfungen wie schon an den Proben im Screening Versuchsplan durchgeführt. Eine Übersicht über die Prüfmethode und die entsprechenden Ergebnisse ist in der folgenden Tabelle zu finden.

Tabelle 10: Ermittelte Wert der Reifenmischung

Prüfung	Einheit	A	B5	C5	D5	E5	B6	C6	D6	E6	5	6
<b>Recyclatanteil</b>		0%	5%	10%	15%	20%	5%	10%	15%	20%	100%	100%
<b>Vulkanisationskurve</b>	ts2	3,54	4,38	4,38	4,24	3,52	4,48	4,25	4,13	4,27	1,21	1,16
	t50	6,15	7,14	7,18	6,58	6,09	7,28	7,07	6,37	7,00	3,33	3,35
	t90	8,19	9,01	9,16	9,18	8,15	9,00	9,16	8,40	8,31	7,49	7,57
<b>Mooney-Viskosität</b>	ML (1+4) 100°C	51,24	55,92	57,17	59,21	53,61	55,90	57,01	58,47	57,10	33,45	26,34
<b>Härte</b>	Shore A	60,00	61,00	62,00	63,00	63,00	60,00	61,00	62,00	63,00	56,00	54,00
<b>tan δ</b>	-	0,167	0,176	0,181	0,195	0,218	0,169	0,182	0,199	0,196	-	-
<b>S'</b>	dNm	10,07	11,39	12,43	13,13	13,24	11,46	12,64	12,88	14,22	-	-
<b>S''</b>	dNm	1,68	2	2,26	2,56	2,88	1,94	2,29	2,56	2,76	-	-
<b>Zugfestigkeit bei 300%</b>	MPa	10,357	11,214	10,967	12,828	12,435	12,861	12,527	12,476	13,28	-	-
<b>Zugfestigkeit</b>	MPa	24,316	21,697	21,602	20,65	18,989	23,184	20,891	20,213	19,992	10,402	10,103
<b>Dehnung</b>	%	561,88	495	469,37	447,63	428,88	540	467,83	458,38	430,25	291,75	300,25
<b>Verschleiß</b>	mm <sup>3</sup>	110,99	110,22	118,94	112,37	124,06	108,68	119,74	119,17	114,99	-	-

Az 29564-21/0

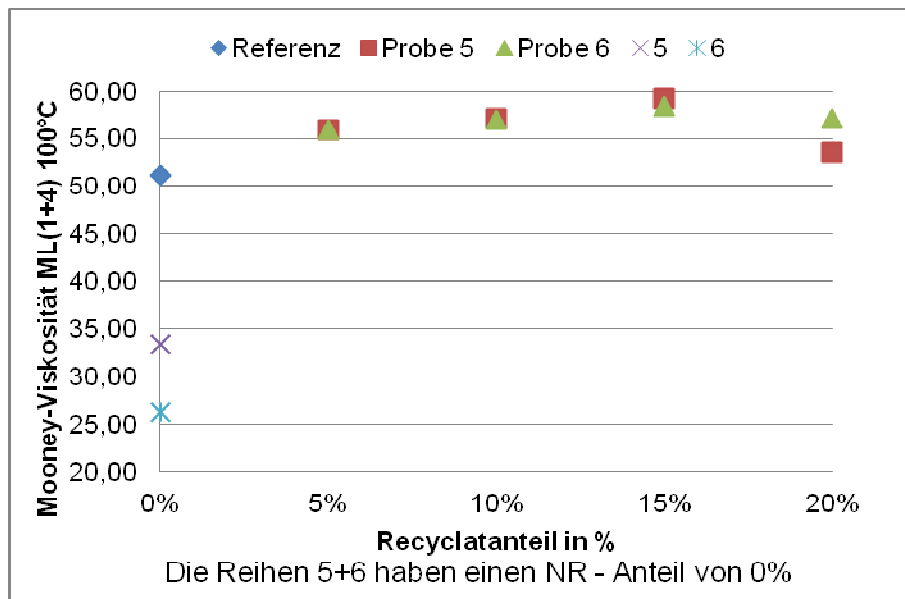


Abbildung 30: Mooney-Viskosität vs. Recyclatanteil

Bei der Mooney-Viskosität stellt sich ein sehr interessanter Effekt ein den man so nicht erwartet hatte. Wie man an dem Diagramm in Abbildung 30 erkennen kann liegt die Mooney-Viskosität des reinen devulkanisierten Materials deutlich unter der Mooney-Viskosität der Referenzprobe ohne Recyclatanteil. Im Normalfall würde man davon ausgehen, dass die Mooney-Viskosität bei dieser Differenz deutlich fallen müsste und sich dieser Effekt über alle Abmischungen hinweg durchsetzen müsste. Wie die Auswertung aber zeigt steigt die Mooney-Viskosität an. Da man das Ergebnis nach der ersten Messung für unmöglich gehalten hat wurden von jeder Probe 5 Messungen durchgeführt und arithmetisch gemittelt. Das Ergebnis ist in dem oben abgebildeten Diagramm dargestellt. Erst ab einem Recyclatanteil von 20% fällt die Mooney-Viskosität ab, ist aber dann immer noch höher als die der Referenzprobe. Dies lässt darauf schließen, dass das Material ähnlich wie ein Füllstoff, bis zu einem gewissen Punkt eine verstärkende Eigenschaft hat. Ein anderer Grund für die steigende Mooney-Viskosität können die unaufgeschlossenen Partikel im Material sein. Durch die vom Mooney-Messgerät eingebrachte Scherung sorgt dafür, dass sich diese Partikel verkanten und die Kraftaufnahme am Rotor steigt. Leider liegen für diese Messung keine Vergleichsproben aus herkömmlich hergestelltem Material vor.

Bei den folgenden Betrachtungen für das Vergleichsmaterial ist immer die Kurve für B01 sub. Ausschlaggeben. Da hier ebenfalls der NR substituiert wurde. Bei den anderen Kurven wurde das Recyclat auf die Gesamtmasse aufgeschlagen.

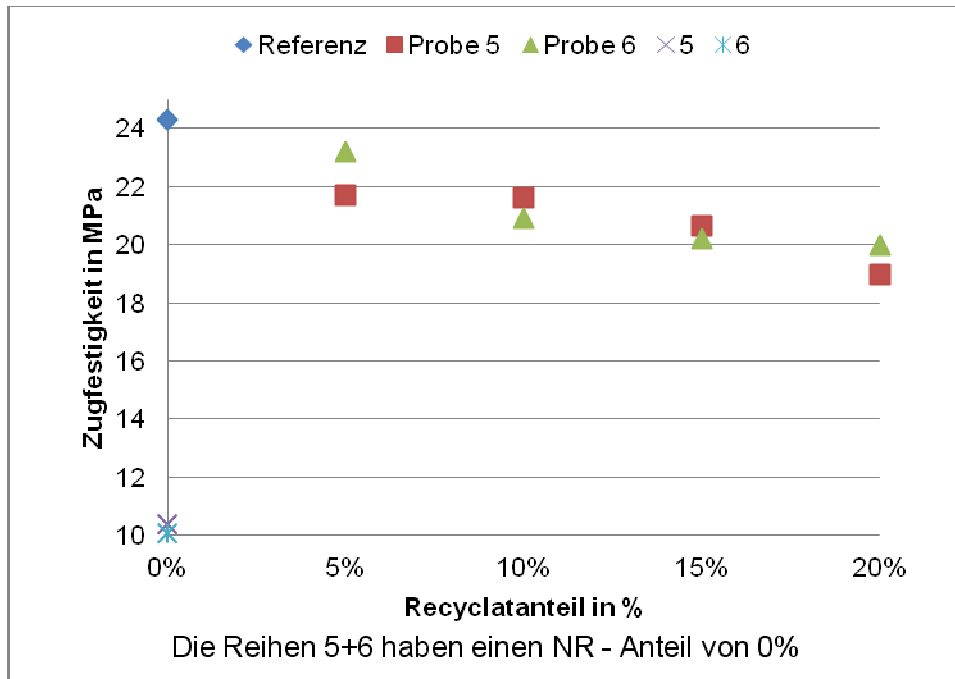


Abbildung 31: Zugfestigkeit vs. Recyclatanteil

Bei der Zugfestigkeit erkennt man den Effekt des devulkanisierten Materials sehr deutlich. Hier fällt die Kurve schon bei geringen Recyclatanteilen ab. Dieser Effekt ist durch den Kettenabbau den das Material beim Devulkanisierungsprozess erfährt zu erklären. Da sich die Polymerketten zwangsläufig verkürzen sinkt auch die Zugfestigkeit des Materials. Aus den Versuchen des Screening Versuchsplanes weiß man aber, dass die Zugfestigkeit bei direktem Vergleich am devulkanisierten Material ohne Frischmischungsanteil bessere Werte aufweist.

Beim Vergleich von dem, auf dem PWE hergestellten Material, zum konventionell hergestellten Material der Fa. Rubber Resources fällt auf, dass die Zugfestigkeit deutlich unter der Zugfestigkeit des Vergleichsmaterials bleibt.



Az 29564-21/0

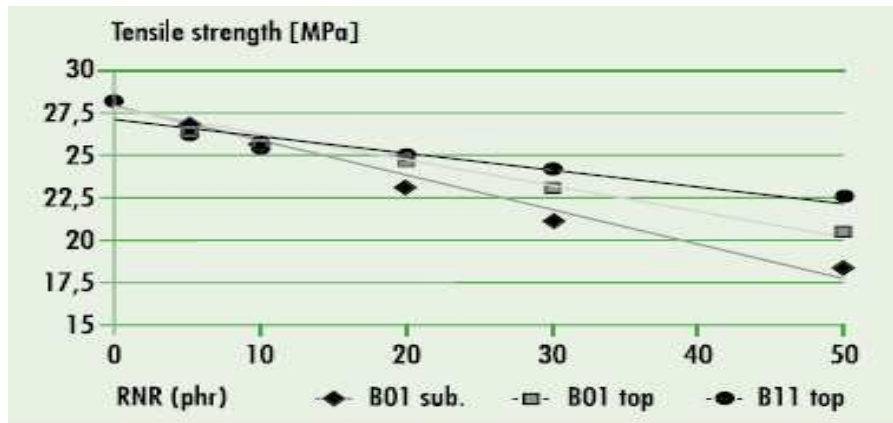


Abbildung 32: Vergleichswerte der Zugfestigkeit der Fa. Rubber Resources (7)

Auch bei der Betrachtung der Dehnung kann man erkennen, dass diese unter der des Vergleichsmaterials zurückbleibt.

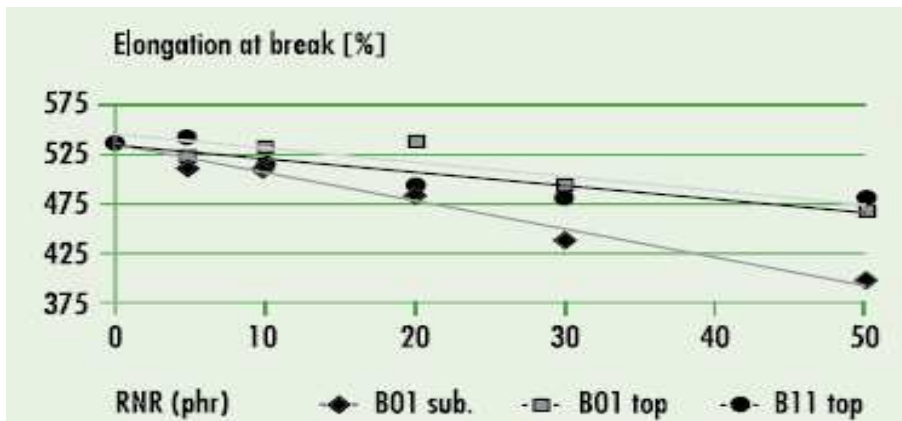


Abbildung 33: Vergleichswerte Dehnung der Fa. Rubber Resources (7)

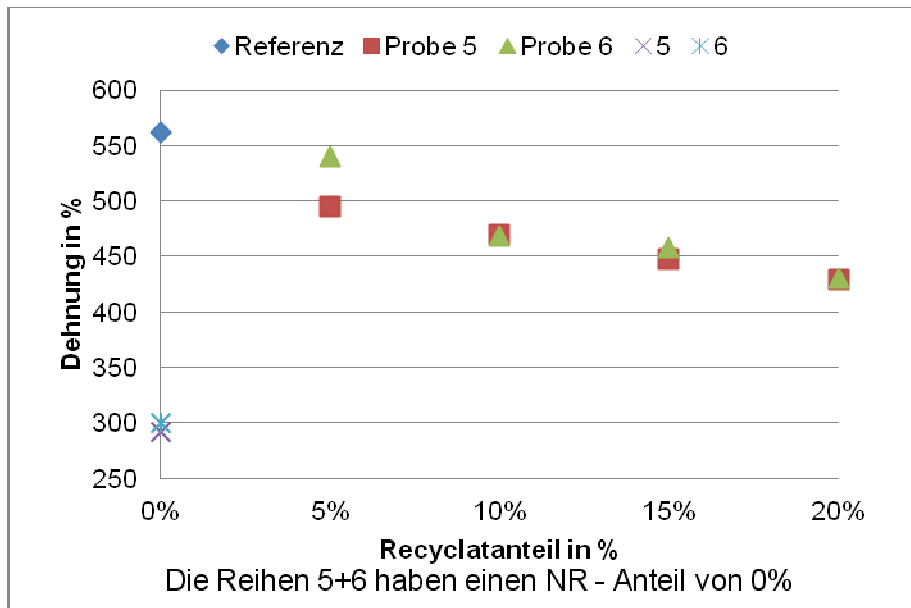


Abbildung 34: Dehnung vs. Recyclatanteil

Der Grund hierfür liegt vermutlich in der Struktur des Materials. Auch hier wurde wieder das aus den vorherigen Versuchen verwendete Material mit einer Korngröße von 4 Mesh eingesetzt. Wie man auch diesmal wieder sehen konnte reißen die Schulterstäbe immer an denen sich ein nicht aufgeschlossener Partikel befindet. Dadurch reißt das Material bevor es ein seiner eigentlichen Maximalbelastung erreicht hat.

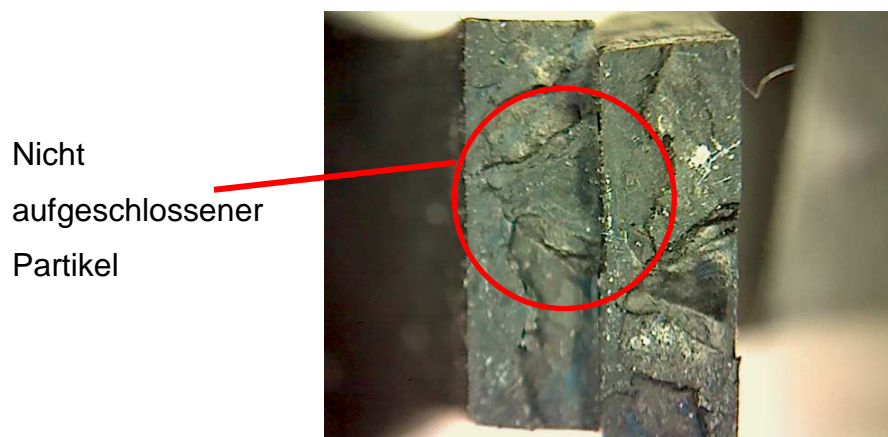


Abbildung 35: Bruchstelle eines Schulterstabes

Betrachtet man die Zugfestigkeit bei einer Dehnung von 300% erkennt man, dass die Werte nahezu identisch mit den Vergleichswerten aus dem konventionell hergestellten Material sind.

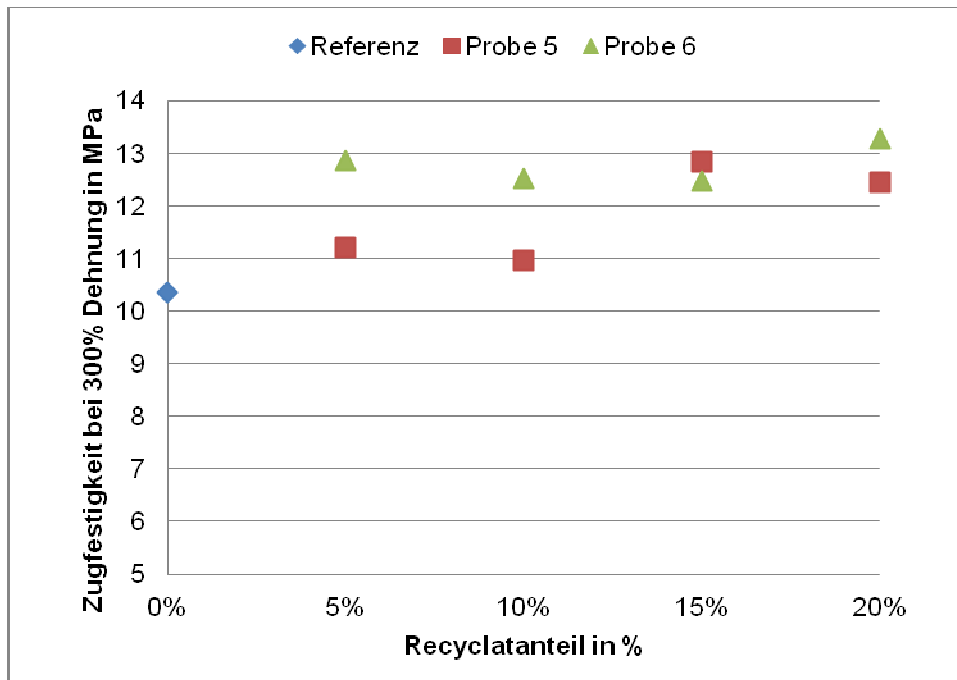


Abbildung 36: Zugfestigkeit bei 300% Dehnung vs. Recyclatanteil

Dies lässt den Schluss zu, dass die Materialqualität bei beiden Produkten gleich ist und die Feinheit des Eingangsmaterials einen großen Einfluss auf diese Eigenschaft hat. Um das zu bestätigen müssten aber weitere Versuche mit feineren Materialien gefahren werden, wobei sich dann auch die Frage stellt ob ein cryogen vermahlene Material bessere Werte liefert als ein ambivalent vermahlene Material.

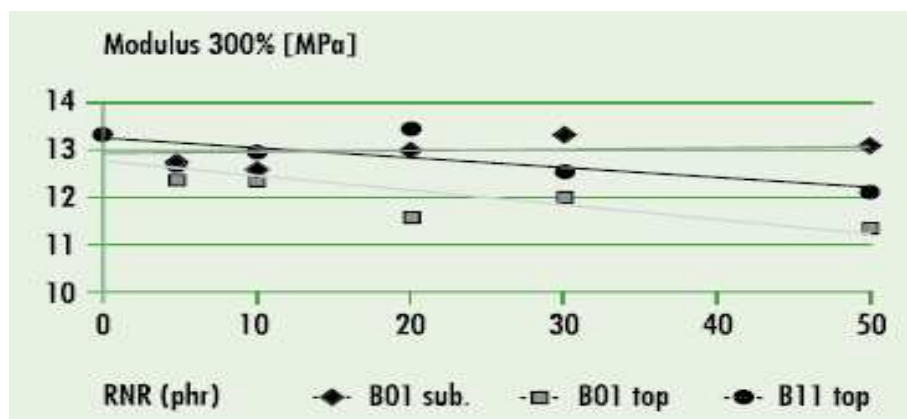


Abbildung 37: Vergleichswerte Zugfestigkeit bei 300% Dehnung Rubber Resources (7)

Bei der Verschleißmessung kann keine klare Aussage getroffen werden. Der Grund dafür liegt zum einen bei Problemen mit der Vulkanisation der Probekörper. Hier waren einige nach der ermittelten Zeit noch nicht vollständig durchvulkanisiert und

mussten länger im Ofen bleiben was zu einer Schädigung der Polymerketten geführt haben kann. Außerdem waren einige Proben so weich, dass sie nicht sauber auf dem Prüfstand getestet werden konnten da sie sehr stark ratterten. Allgemein kann man aber sagen, dass das Verschleißvolumen mit zunehmenden Recyclatanteil steigt.

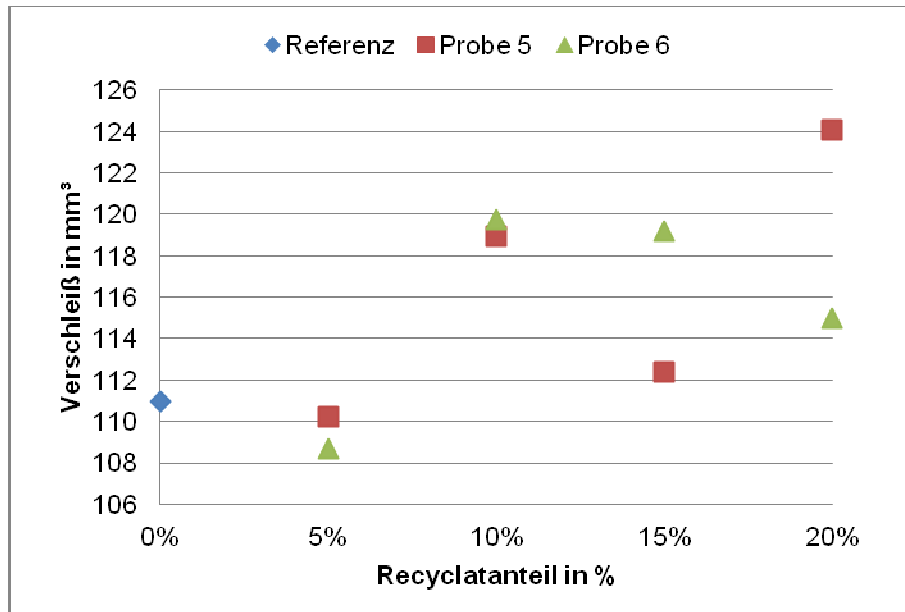


Abbildung 38: Verschleißvolumen vs. Recyclatanteil

Der Verlustmodul ist für die Autoindustrie ein wichtiger Parameter, da man an ihm unter anderem den Rollwiderstand eines Reifens ableiten kann. Das gibt wiederum eine Aussage über den Kraftstoffverbrauch und den Bremsweg eines Fahrzeuges. Bei diesem Wert gibt es keine Aussage wie groß er sein sollte, da sich hierbei immer um einen Kompromiss handelt. Hat das Material einen großen  $\tan \delta$  hat man einen sehr guten Bremsweg, muss aber dafür einen hohen Kraftstoffverbrauch in Kauf nehmen. Da hier aber der  $\text{CO}_2$  - Ausstoß im Vordergrund steht konzentriert man sich auf den Rollwiderstand und versucht so einen möglichst kleinen  $\tan \delta$  zu erreichen.

Az 29564-21/0

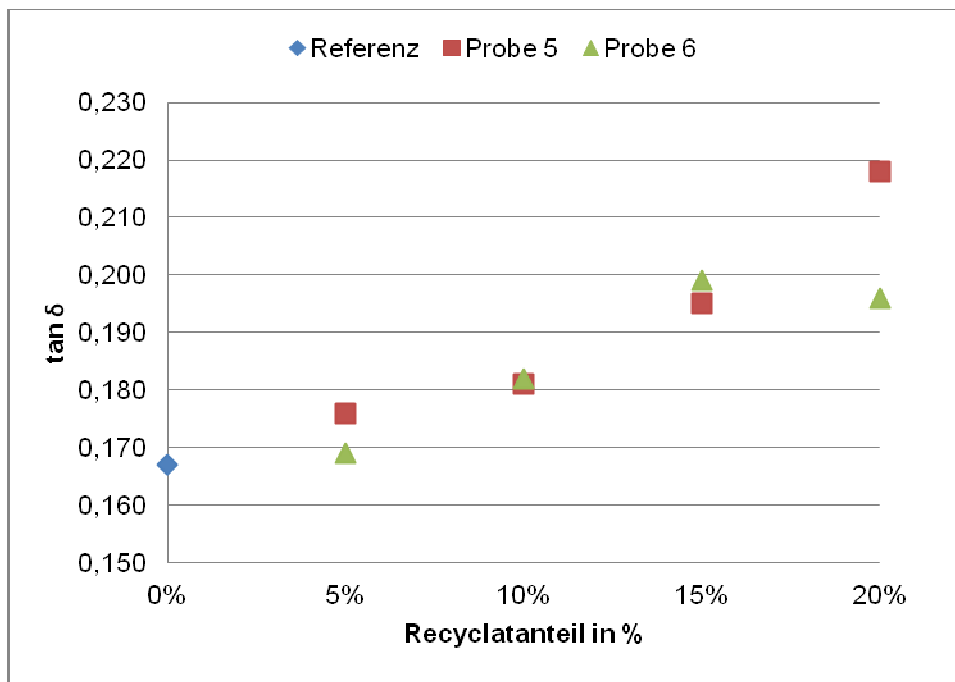


Abbildung 39: Verschleißvolumen vs. Recyclatanteil

Wie man sieht steigt der  $\tan \delta$  mit zunehmendem Recyclatanteil sehr stark an. Was wie beschrieben für den Rollwiderstand eines Reifens schlecht ist. Da es hier aber keine klaren Aussagen gibt in welchem Bereich dieser Wert liegen darf kann auch keine Aussage getroffen werden ob man diese Material noch für einen Reifen einsetzen könnte oder ob der Kraftstoffverbrauch schon exorbitant hoch ist.

## CO<sub>2</sub> – Bilanz

Neben der Rohstoffeinsparung durch das Recyceln von Altreifen spielt die Reduzierung des CO<sub>2</sub> Ausstoßes eine wichtige Rolle bei diesem Projekt. Deshalb soll hier an einem Beispiel gezeigt werden wie viel weniger CO<sub>2</sub> durch die Devulkanisation mit dem Planetwalzenextruder entsteht als durch herkömmlich Methoden wie dem Verbrennen in Zementöfen oder Müllverbrennungsanlagen.

Dazu wird zuerst errechnet wie viel CO<sub>2</sub> durch die Verbrennung entsteht. Anschließend wird über die benötigte Energie ermittelt, wie viel CO<sub>2</sub> theoretisch entstehen würde wenn man das Material durch Devulkanisation aufarbeitet.

Da es sich um ein Recyclingmaterial handelt kann man nie sicher sein, welche Bestandteile in dem Material alle vorhanden sind. Deshalb wird hier vereinfacht mit der Brandt'schen Verbrennungsformel gerechnet. Dabei geht man davon aus, dass der Kohlenstoffanteil, welcher aus der Elementarformel ( $C + 2 O \rightarrow CO_2$ ) ausschlaggebend für den CO<sub>2</sub> Ausstoß ist, linear mit dem Brennwert steigt.

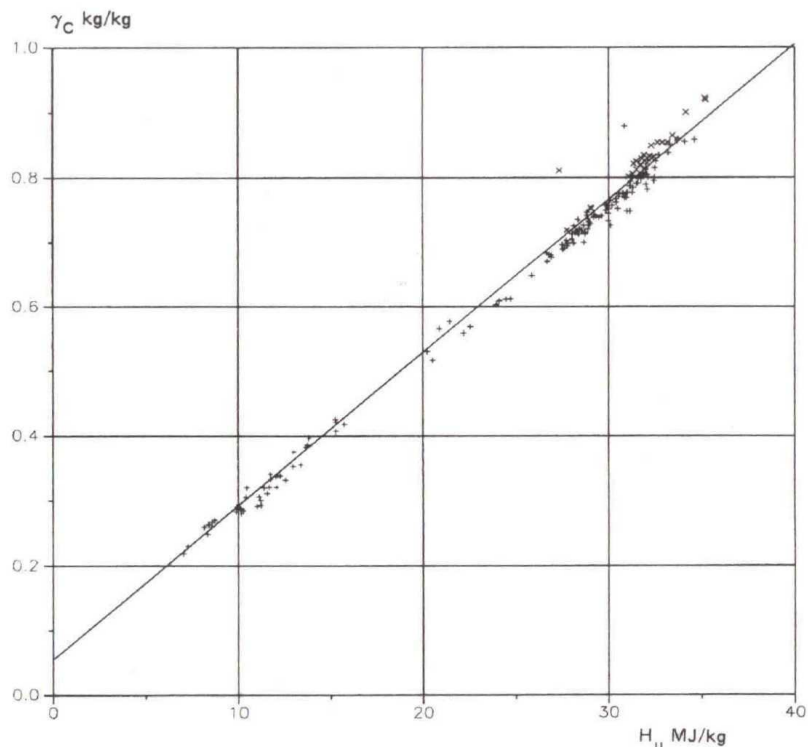


Abbildung 40: Kohlenstoffanteil im Verhältnis zum Heizwert (8)

Da Altreifen, wie eingangs beschrieben über einen Heizwert von 29 MJ/kg verfügen müssten sie nach dem oben abgebildeten Diagramm einen Kohlenstoff Anteil von 0,7 kg pro Kilogramm Grundmasse haben. Betrachtet man nun die Brandt'sche Verbrennungsformel kommt man auf eine CO<sub>2</sub> Emission, für 1kg Altreifen, von 1,909 kg.

$$E_{CO_2} = M_{Br} * [(0,08713 * H_U) + 0,20119]$$

$E_{CO_2}$  = CO<sub>2</sub> – Emission

$M_{Br}$  = Brennstoffmasse

$H_U$  = Heizwert

$$E_{CO_2} = 0,7 \text{ kg/kg} * [(0,08713 * 29 \text{ MJ/kg}) + 0,20119]$$

$$E_{CO_2} = 1,909 \text{ kg}$$

Bei der Extrusion stellt sich die Berechnung nicht so trivial da. Hier hat man mehrere Mechanismen die Energie in das Material einbringen.

Die Berechnung des CO<sub>2</sub> Ausstoßes wird anhand der Einstellung 4 aus dem Versuchsprotokoll vom 13.04.2012 dargestellt, da diese Einstellung den gewünschten Werten am nächsten kommt.

### 1. Mechanische Energie

Diese Energie wird über den Antrieb in das Material eingebracht und wird auch als dissipierte Energie beschrieben. Sie berechnet sich über die folgende Formel:

$$P_{diss} = M \cdot \omega$$

$P_{diss}$  = dissipierte Energie

M = Drehmoment

$\omega$  = Winkelgeschwindigkeit

Die Winkelgeschwindigkeit berechnet sich aus:

$$\omega = 2 \cdot \pi \cdot n$$

n = Drehzahl

Fügt man beide Formeln zusammen und berücksichtigt, dass das ermittelte Drehmoment das Drehmoment des Motors ist und die Drehzahl die der Zentralspindel in 1/min ist erhält man folgende Formel

$$P_{diss.} = \frac{M \cdot i \cdot 2 \cdot \pi \cdot n}{60 \text{ sec./min.}}$$

i = Getriebeübersetzung

$$P_{diss.} = \frac{67 \text{ Nm} \cdot 12 \cdot 2 \cdot \pi \cdot 250 \text{ 1/min.}}{60 \text{ sec./min.}}$$

$$P_{diss} = 21 \text{ kW}$$

Daraus ergibt sich für eine spezifische Leistung pro kg Material von:

$$P_{spez.} = \frac{P_{diss.}}{\dot{m}}$$

$P_{spez.}$  = spezifische Antriebsenergie

$\dot{m}$  = Massestrom



$$P_{spez.} = \frac{21kW}{30kg/h}$$

$$P_{spez.} = 0,7kW/h/kg$$

## 2. Heizleistung

Da der Planetwalzenextruder anders als andere Extruder nicht über die Scherung sondern über eine Temperierung von außen die meiste Energie in das Material einbringt wird hier der größte Energieeintrag erwartet.

Da der PWE wie ein Wärmetauscher funktioniert orientiert man sich bei der Berechnung der Heizleistung an dieser Formel.

$$\dot{Q} = \dot{m} * \rho * c_p * \Delta\theta$$

$\dot{Q}$  = Wärmestrom

$c_p$  = spez. Wärmekapazität

$\dot{m}$  = Massestrom

$\Delta\theta$  = Temperaturdifferenz

$\rho$  = Dichte

Dazu werden die Temperaturen an den Vor- und Rückläufen der Temperiergeräte sowie die Durchflussmengen gemessen.

Da aber die spez. Wärmekapazität und die Dichte von der Temperatur abhängen müssen dieses für jede eingestellte Temperatur aus den folgenden Diagrammen entnommen oder mit der angegebenen Formel berechnet werden.

Az 29564-21/0

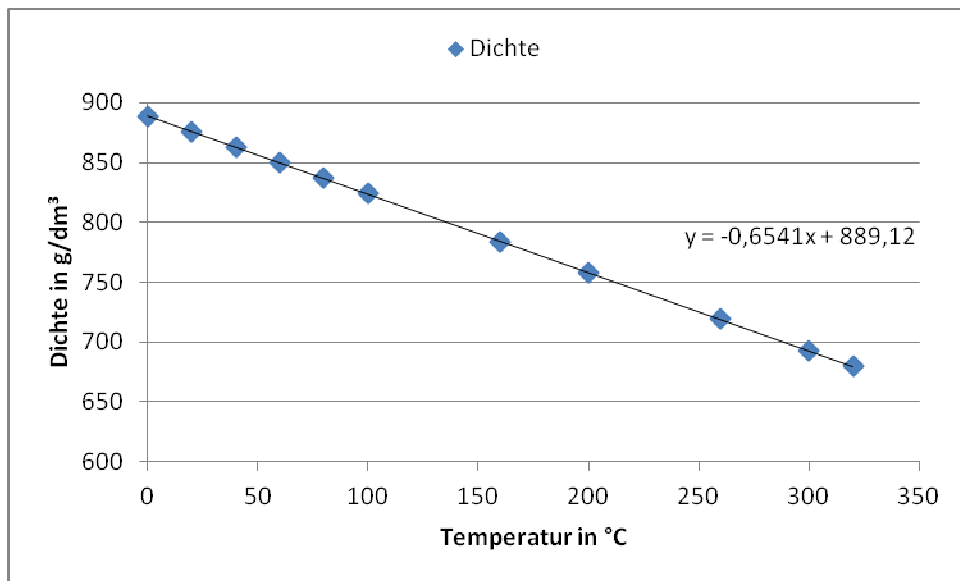


Abbildung 41: Dichte des Wärmeträgermediums in Abhängigkeit der Temperatur (9)

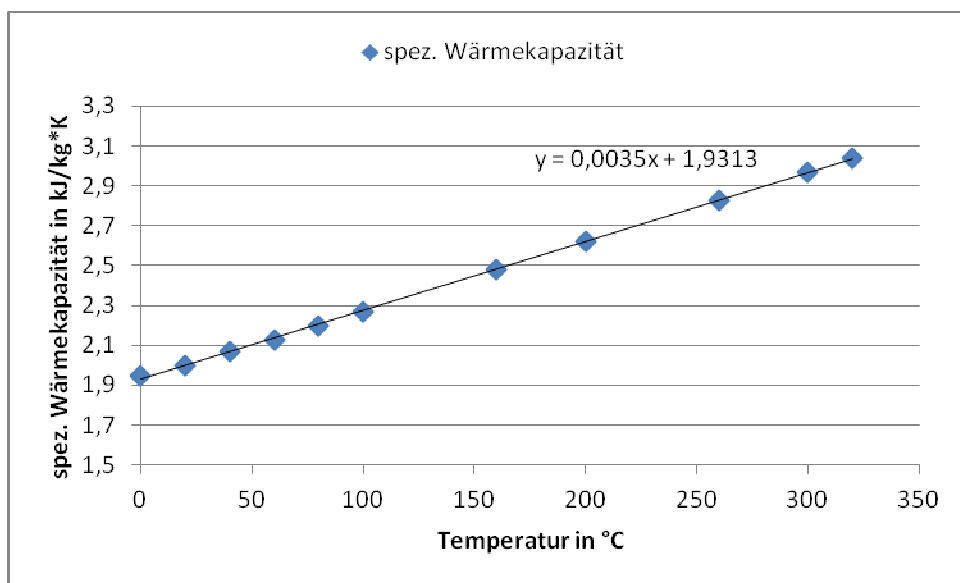


Abbildung 42: spez. Wärmekapazität des Wärmeträgermediums in Abhängigkeit der Temperatur (10)

Setzt man diese Bedingungen in die oben angegebene Formel zur Berechnung des Wärmestroms ein erhält man folgende Formel:

$$\dot{Q} = \dot{m} * (-0,6541 * \vartheta + 889,12) * (0,0035 * \vartheta + 1,9313) * (\vartheta_{\text{Vorlauf}} - \vartheta_{\text{Rücklauf}})$$

$\vartheta$  = Eingestellte Temperatur

$\vartheta_{\text{Vorlauf}}$  = gemessen Temperatur Vorlauf

$\vartheta_{\text{Rücklauf}}$  = gemessene Temperatur Rücklauf

Da in diesem Fall die ersten drei Walzenzylinder und die Zentralspindel als separate Heizzonen genutzt werden müssen die Wärmeströme der einzelnen Heizzonen addiert werden. Die Vor- und Rücklauftemperaturen werden direkt an den Heiz-/Kühlgeräten gemessen und beinhalten somit alle Verluste die durch Konvektion und Strahlung entstehen.

Der vierte Walzenzylinder wird mit einem Temperiermedium mit einer größeren spez. Wärmekapazität betrieben. Dadurch wird die Kühlung in diesem Bereich deutlich verbessert. In dem hier beschriebenen Beispiel erreicht man dadurch im vierten Walzenzylinder eine Kühlleistung von 2,2kW. Da man bei ENTEx zum Kühlen des Temperiermediums Regenwasser einsetzt, das nicht temperiert wird fällt in diesem Fall kein weiterer Energiebedarf an. Dadurch kann dieses Modul in der CO<sub>2</sub> - Bilanz vernachlässigt werden.

Auch die Aufheizphasen, um die Walzenzylinder auf die benötigte Temperatur zu bringen werden bei längeren Laufzeiten infinitesimal klein und können dadurch ebenfalls vernachlässigt werden.

Dadurch ergibt sich für den Energiebedarf der durch die Temperierung eingebracht wird folgender Wert.

$$\dot{Q}_1 = \frac{0,053 \frac{m^3}{min} * (-0,6541 * 160^{\circ}C + 889,12) \frac{kg}{m^3} * (0,0035 * 160^{\circ}C + 1,9313) \frac{kJ}{kg * K} * (160^{\circ}C - 160^{\circ}C)}{60 \frac{min}{h}}$$

$$\dot{Q}_1 = 0kW$$

$$\dot{Q}_2 = 0,9kW$$

$$\dot{Q}_3 = 0kW$$

$$\dot{Q}_{ZSP} = 0,2kW$$

Somit ergibt sich ein gesamt Wärmestrom von

$$\dot{Q}_{ges} = \dot{Q}_1 + \dot{Q}_2 + \dot{Q}_3 + \dot{Q}_4$$

$$\dot{Q}_{ges} = 1,1kW$$

Diese Energie muss nun ebenfalls wieder in eine spezifische Energie für ein kg Material umgerechnet werden. Dadurch ergibt sich eine spezifische Heizenergie von

$$\dot{Q}_{spez.} = \frac{\dot{Q}_{ges.}}{\dot{m}}$$

$$\dot{Q}_{spez.} = \frac{1,1 \text{ kW}}{30 \text{ kg/h}}$$

$$\dot{Q}_{spez.} = 0,0366 \text{ kWh/kg}$$

Wie man sieht ist die spezifische Heizleistung, anders als erwartet, deutlich geringer als die dissipierte Energie.

### 3. Vorzerkleinerung

Anders als bei der konventionellen Entsorgung von Altreifen muss das Material in eine Dosierbare Form gebracht werden und von allen Verunreinigungen wie Stahl und Gewebeeinlagen befreit werden. Auch hier wird wieder Energie benötigt die für einen weiteren CO<sub>2</sub>-Ausstoß bei diesem Prozess sorgt. Laut gumtec liegt der Energiebedarf zum Zerkleinern von Altreifen auf eine Korngröße von 0,5-1,5mm bei 1,2kWh/kg. (11)

Somit beträgt die gesamte Energie die benötigt wird um einen Altreifen zu Recyceln

$$P_{ges.} = \dot{Q}_{spez.} + P_{spez.} + P_{Vorzerkleinern}$$

$$P_{ges.} = 0,0366 \text{ kWh/kg} + 0,7 \text{ kWh/kg} + 1,2 \text{ kWh/kg}$$

$$P_{ges.} = 1,9366 \text{ kWh/kg}$$

Laut Aussage der Klimaschutz- und Energieagentur Baden-Württemberg GmbH entsteht pro erzeugter Kilowattstunde eine Menge von 0,579 kg CO<sub>2</sub>. (12)

Daraus ergibt sich eine CO<sub>2</sub>-Emission für das devulkanisieren von Altreifen auf dem Planetwalzenextruder von:

$$E_{CO_2} = P_{ges.} * 0,579 \text{ kg/kWh}$$

$$E_{CO_2} = 1,9366 \text{ kWh/kg} * 0,579 \text{ kg}_{CO_2} / \text{kWh}$$

$$E_{CO_2} = 1,121 \text{ kg}$$

Somit reduziert sich der CO<sub>2</sub> Ausstoß auf:

$$E_{CO_2} [\%] = \frac{E_{CO_2 \text{ PWE}}}{E_{CO_2 \text{ konventionell}}} * 100$$

$$E_{CO_2} [\%] = \frac{1,121 \text{ kg}}{1,909 \text{ kg}} * 100$$

$$E_{CO_2} [\%] = 58,73\%$$

## **Fazit**

Das Forschungsprojekt hat gezeigt, dass es möglich ist, auch ohne den Einsatz von Additiven, ein schwefelvernetztes Elastomer in einen plastischen Zustand zu überführen. Das so hergestellte Material konnte wieder vulkanisiert werden und sogar bis zu 20% Naturkautschuk in einer Frischmischung ersetzen. Dabei zeigte sich aber, dass die Qualität des Mahlgutes nicht ausreicht, um die auf konventionell hergestellten Materialeigenschaften der Zugfestigkeit und der Reißdehnung zu erreichen. Außerdem hat das Projekt gezeigt, dass man bei einer Menge von größer 10 % Recyclat in der Frischmischung mit extremen Qualitätseinbußen im Bereich Verschleiß und  $\tan \delta$ . Da dies beide Werte sind, die in der Reifenindustrie sehr wichtig sind, wird empfohlen, diesen Wert vorerst nicht zu überschreiten.

Außerdem hat das Projekt durch eine CO<sub>2</sub> – Bilanz klar dargestellt, dass es aus ökologischer Sicht sinnvoller ist, das Material über einen Planetwalzenextruder zu devulkanisieren, als es auf konventioneller Weise zu verbrennen. Hier kann man den CO<sub>2</sub>-Ausstoß um ca. 42% reduzieren.

Allgemein ist zu sagen, dass das Projekt nicht in allen Bereichen die gewünschten Ergebnisse gebracht hat, aber es alleine durch das Einsparpotenzial im CO<sub>2</sub> – Ausstoß weiter verfolgt werden sollte.

## **Ausblick**

ENTEX wird das Thema der Devulkanisation im Rahmen von Bachelor und Masterabschlussarbeiten weiter verfolgen. Dabei wird man sich auch auf den Bereich des Compoundierens von Frischmischungen mit einem noch nicht definierten Recyclatanteil konzentrieren. Dazu gehört auch die Untersuchung von Granulierungsmöglichkeiten und die Dosierbarkeit des devulkanisierten Materials, um das Material im PWE wieder aufzubereiten zu können und damit die Materialeigenschaften

weiter zu verbessern. Außerdem soll der Einfluss der Vorzerkleinerung auf die Materialeigenschaften geprüft werden.

## Literaturverzeichnis

1. **ETRMA**. End of Life Tyres. *Recovery routes & Trends*. [Online] 2011. [Zitat vom: 20. August 2013.] <http://www.etrma.org/tyres/ELTs/recovery-routes-and-trends>.
2. —. End of Life Tyres. *Recovery routes & Trends*. [Online] 2011. [Zitat vom: 20. August 2013.] <http://www.etrma.org/tyres/ELTs/recovery-routes-and-trends/recovery-routes>.
3. **Genan Bussiness & Development A/S**. *Ökobilanzieller Vergleich zweier Verwertungsalternativen für Altreifen: Stoffliche Verwertung und Mitverbrennung im Zementofen*. 2009.
4. **Hensen, Friedhelm, Burghardt, Ulrich und Knappe, W.** *Handbuch der Kunststoffextrusionstechnik*. s.l. : Carl Hanser Verlag MünchenWien, 1989. 978-3-446-14339-5.
5. **Köster, Lothar, Perz, Hans und Tsiwikis, Georg**. *Praxis der Kautschukextrusion*. Hamburg : Carl Hanser Verlag München Wien, 2007. 978-3-446-40772-5.
6. **Brinke, Annemieke ten**. *Silica Reinforced Tyre Rubbers*. Twente : Twente University Press, 2002.
7. **Rubber Resources B.V.** *Ecorr(R) Reclaim in compounds*. Maastricht : brouwer&bauer.
8. **Dr. rer. nat. Beising, Rüdiger**. *Laboranalysen von Brennstoffen zur Emissionsbestimmung*. Berlin : s.n., 2002.
9. **Wagner Technik Service**. *Dichte der Wärmeträger auf Mineralölbasis* . [Online] [Zitat vom: 03. 09 2013.] [http://www.wts-online.de/wts-online/index.php?option=com\\_content&view=article&id=53:dichteaufmineraloelbasisgruppe1&catid=20:waermetraegermedienaufmineraloelbasisgruppe1&Itemid=93](http://www.wts-online.de/wts-online/index.php?option=com_content&view=article&id=53:dichteaufmineraloelbasisgruppe1&catid=20:waermetraegermedienaufmineraloelbasisgruppe1&Itemid=93).
10. —. *Wahre spezifische Wärmekapazität der Wärmeträger auf Mineralölbasis*. [Online] [Zitat vom: 03. 09 2013.] [http://www.wts-online.de/wts-online/index.php?option=com\\_content&view=article&id=55:spezifischewaermekapazi](http://www.wts-online.de/wts-online/index.php?option=com_content&view=article&id=55:spezifischewaermekapazi)



taetaufmineraloelbasisgruppe1&catid=20:waermetraegermedienaufmineraloelbasisgr  
uppe1&Itemid=93.

11. **Dr. Thiele, Klaus.** Rückführung ausvulkanisierter, hochwertiger Elastomere in den Produktionsprozess. Halle/Saale : s.n., 2004.

12. **Klimaschutz- und Energieagentur Baden-Württemberg GmbH.** CO<sub>2</sub>-Emissionsfaktoren. [Online] [Zitat vom: 03. 09 2013.] <http://www.keabw.de/service/emissionsfaktoren/>.

13. **Gerdon, Michael.** *Recycling von schwefelvernetzten Elastomeren mit Hilfe des Planetwalzenextruders ohne den Einsatz von Additiven.* Bochum : s.n., 2012.

# Versuchsprotokoll



Versuchsprotokoll

TP-WE 70/1600 M4

Firma:	ENTEX	Kommissionsnummer:	ohne							
Ort:	TK - Bochum									
Name:	M. Gerdon									
Datum:	2012-04-17									
Einstellung		1	2	3	4	5	6	7	8	Bemerkung
Uhrzeit		10:30	11:25	11:55	12:15	13:25	14:05	14:35	15:00	
Versuchsaufbau		1	1	1	1	1	1	1	1	
Extruder										
Leistung (P-max = 46 KW)	KW	11,4	12,5	18,6	20,6	6,5	9,1	8,5	12,1	Einstellung 1 Das Vakuum ist stabil Keine Probleme bei der Verarbeitung
Drehmoment min	Nm	90	40	148	64	49	29	68	38	
Drehmoment motor-max = 170 Nm		92	42	152	67	51	31	70	40	
Drehzahl (n-max = 250min-1)	min-1	100	250	100	250	100	250	100	250	
Dosierwerke										
Reifenmehl	kg/h	15	15	30	30	15	15	30	30	Einstellung 2
Stickstoff	l/min	12	0	12	0	0	12	0	12	
Temperierung										
Temp. Kühlwasser	°C	14	14	14	14	15	15	15	15	Einstellung 3 Das Material ist deutlich körniger
Temp. Füllteil	°C	105	105	105	105	130	130	130	130	
Eingestellte Temperatur ZSP	°C	190	190	190	190	230	230	230	230	Einstellung 4 Das Material ist sehr weich und klebrig. Es sind einige Körner in Material zu sehen
Temp. Zentralspindel Vorlauf	°C	190	189	191	190	230	229	230	231	
Temp. Zentralspindel Rücklauf	°C	180	179	182	183	214	214	214	216	
Volumenstrom Zentralspindel	m³/min	0	0	0	0	0	0	0	0	
Wärmeenergie Zentralspindel	kW	0,3	0,3	0,3	0,2	1,0	1,0	1,02	0,96	Einstellung 5 Das Material ist noch klebriger als in der vorherigen Einstellung. Allerdings fühlt es sich sehr körnig an
Eingestellte Temperatur WZ-1	°C	160	160	160	160	280	280	280	280	
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-1 V	°C	160	160	160	160	280	280	280	280	
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-1 F	°C	160	160	160	160	277	277	277	277	
Volumenstrom WZ-1	m³/min	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	
Wärmeenergie WZ-1	KW	0,0	0,0	0,0	0,0	4,8	4,8	4,9	4,9	Einstellung 6 Obwohl kein Druck an der Düse vorherrscht ist das Vakuum stabil p3 kann nicht stimmen
Eingestellte Temperatur WZ-2	°C	200	200	200	200	280	280	280	280	
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-2 V	°C	201	201	202	202	281	281	281	281	
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-2 F	°C	200	200	201	201	279	278	278	278	
Volumenstrom WZ-2	m³/min	0,03	0,03	0,03	0,03	0,04	0,04	0,04	0,04	Einstellung 7 Die Größe der nicht aufgeschmolzenen Partikel nimmt wieder zu
Wärmeenergie WZ-2	KW	0,9	0,9	0,9	0,9	2,6	3,8	3,8	4,0	
Eingestellte Temperatur WZ-3	°C	200	200	200	200	200	200	200	200	
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-3 V	°C	200	200	201	201	200	200	200	200	
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-3 F	°C	200	200	201	201	200	199	200	200	
Volumenstrom WZ-3	m³/min	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	Einstellung 8 Das Material ist sehr schaumig
Wärmeenergie WZ-3	KW	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	1,0	0,0	0,0	
Eingestellte Temperatur WZ-4	°C	100	100	100	100	40	40	40	40	
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-4 V	°C	100	101	99,2	101	40,1	39,8	40,4	40,5	
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-4 F	°C	100	101	100	102	41	40,7	41,3	41,6	Einstellung 8 Das Material ist sehr schaumig
Volumenstrom WZ-4	m³/min	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,06	0,06	
Wärmeenergie WZ-4	KW	-0,8	-1,7	-2,5	-2,2	-3,0	-3,0	-3,2	-3,9	
Wärmeenergie gesamt	kW	0,1	-0,7	-1,6	-1,3	4,4	6,7	5,5	5,0	
Düsentemp.	°C	180	180	180	180	180	180	180	180	
Düsendurchmesser (ohne Einsatz)	mm	32	32	32	32	32	32	32	32	
Schmelzedruck										
p1 Schmelzedruck WZ-1 & WZ-2	bar	0,4	0,1	1,3	1,7	3	5	5,8	6,4	
p2 Schmelzedruck WZ-2 & WZ-3	bar	0,1	0,05	0,05	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	
p3 Schmelzedruck WZ-3 & WZ-4	bar	0	0,9	0,6	0,04	0,5	-1,1	-0,8	-0,2	
p4 Schmelzedruck an der Düse	bar	2,3	0,5	2,2	0,78	0,3	0,0	0,8	0,2	
Schmelzetemp.										
Tm1 Schmelzetemp. WZ-1 & WZ-2	°C	233	223	254	269	293	301	298	304	
Tm2 Schmelzetemp. WZ-2 & WZ-3	°C	272	282	284	293	271	275	278	285	
Tm3 Schmelzetemp. WZ-3 & WZ-4	°C	209	223	206	220	163	169	166	181	
Tm4 Schmelzetemp. Auslass (max)	°C	183	176	175	192	110	128	120	110	
Vacuum am Side-Feeder in WZ-4	mbar	50	ohne	ohne	50	ohne	50	50	ohne	
Pspez.	KWh/kg	0,76	0,83	0,62	0,69	0,43	0,61	0,28	0,4	
Massedurchsatz										
Massedurchsatz	kg/h	15	15	30	30	15	15	30	30	

# Versuchsprotokoll

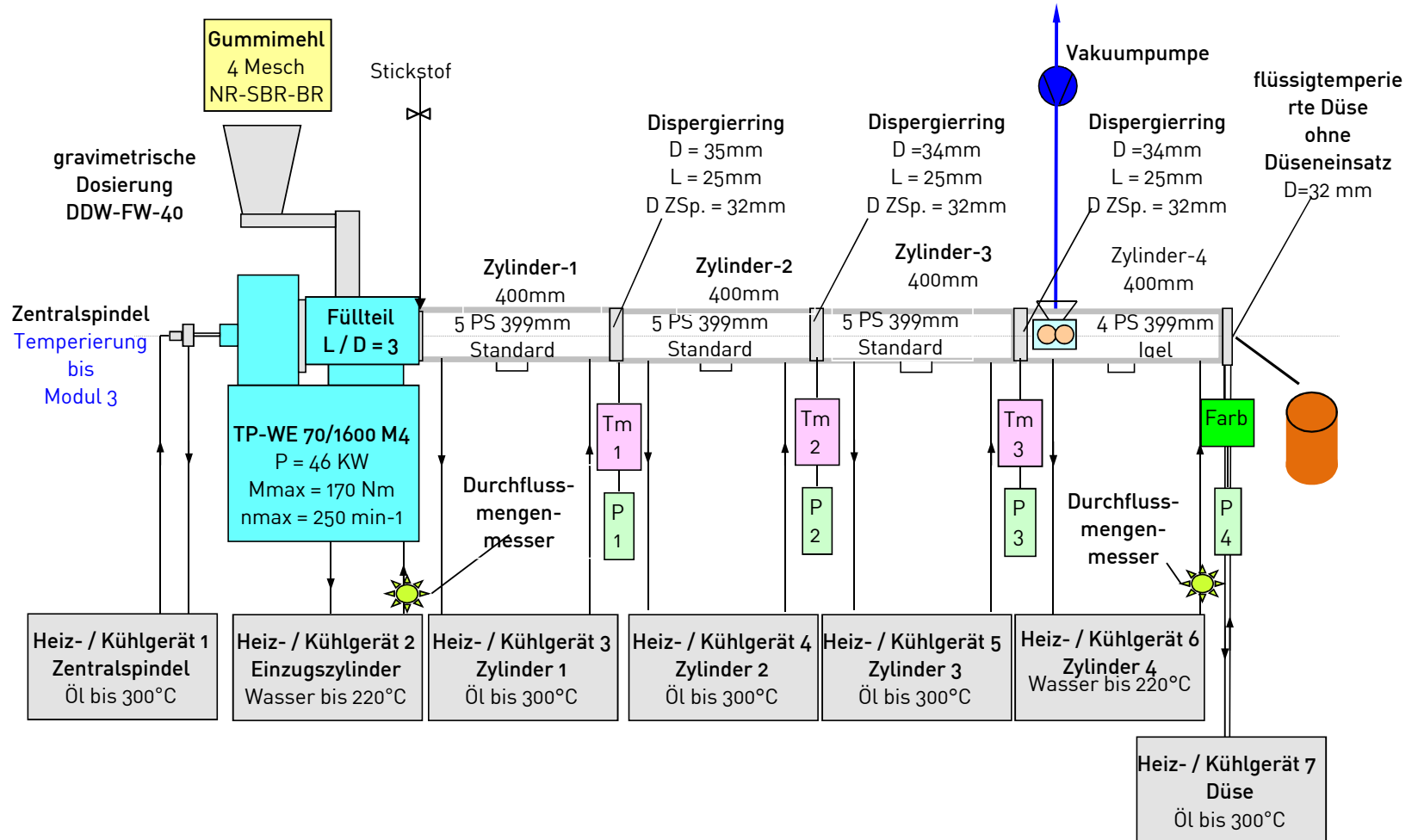


Versuchsprotokoll

TP-WE 70/1600 M4

Firma:	ENTEX	Kommissionsnummer:							ohne	
Ort:	TK - Bochum									
Name:	M. Gerdon									
Datum:	2012-04-18									
<b>Einstellung</b>		<b>9</b>	<b>10</b>	<b>11</b>	<b>12</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>15</b>	<b>16</b>	<b>Bemerkung</b>
Uhrzeit		11:05	11:46	13:25	13:05	15:05	15:30	15:55	16:30	
Versuchsaufbau		2	2	2	2	2	2	2	2	
<b>Extruder</b>										
Leistung (P-max = 46 KW)	KW	12,5	13,5	18,3	20,8	5,8	9,3	7,6	11,7	Einstellung 9 Das Material ist leicht klebrig Das Farbspektrum liegt im roten Bereich höher als bei dem
Drehmoment min	Nm	100	43	147	65	47	29	60	38	
Drehmoment motor-max = 170 Nm		102	45	150	68	48	30	62	39	
Drehzahl (n-max = 250min-1)	min-1	100	250	100	250	100	250	100	250	
<b>Dosierwerke</b>										
Reifenmehl	kg/h	15	15	30	30	15	15	30	30	Einstellung 10 Trotz höhere Drehzahl bleibt die Austrittstemperatur gering
Stickstoff	l/min	0	12	0	12	12	0	12	0	
<b>Temperierung</b>										
Temp. Kühlwasser	°C	16	16	16	16	16	16	17	17	Einstellung 11
Temp. Füllteil	°C	105	105	105	105	130	130	130	130	
Eingestellte Temperatur ZSP	°C	190	190	190	190	230	230	230	230	Einstellung 12
Temp. Zentralspindel Vorlauf	°C	189	189	190	190	230	230	230	230	
Temp. Zentralspindel Rücklauf	°C	179	178	183	183	213	214	212	214	Einstellung 13 Das Material ist extrem klebrig Das Vakuum ist stabil
Volumenstrom Zentralspindel	m³/min	0	0	0	0	0	0	0	0	
Wärmeenergie Zentralspindel	kW	0,9	1,0	0,7	0,7	1,6	2,0	2,3	2,05	Einstellung 14 Auch hier ist das Vakuum trotz sehrgeringem Druck an der Düse stabil
Eingestellte Temperatur WZ-1	°C	160	160	160	160	280	280	280	280	
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-1 V	°C	160	160	160	160	280	280	280	280	Einstellung 15 Austrittstemperatur ist sehr gering
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-1 F	°C	160	160	160	160	278	277	277	277	
Volumenstrom WZ-1	m³/min	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	Einstellung 16 Trotz höhere Drehzahl bleibt die Austrittstemperatur konst.
Wärmeenergie WZ-1	KW	0,0	0,0	0,0	0,0	3,3	4,9	4,9	4,9	
Eingestellte Temperatur WZ-2	°C	200	200	200	200	280	280	280	280	Einstellung 16 Trotz höhere Drehzahl bleibt die Austrittstemperatur konst.
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-2 V	°C	201	201	203	202	281	281	281	281	
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-2 F	°C	200	200	202	202	278	278	278	279	Einstellung 16 Trotz höhere Drehzahl bleibt die Austrittstemperatur konst.
Volumenstrom WZ-2	m³/min	0,03	0,03	0,03	0,03	0,04	0,04	0,04	0,04	
Wärmeenergie WZ-2	KW	1,0	1,0	1,0	0,0	4,0	4,0	4,0	2,8	Einstellung 16 Trotz höhere Drehzahl bleibt die Austrittstemperatur konst.
Eingestellte Temperatur WZ-3	°C	200	200	200	200	200	200	200	200	
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-3 V	°C	201	200	201	201	200	200	201	201	Einstellung 16 Trotz höhere Drehzahl bleibt die Austrittstemperatur konst.
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-3 F	°C	200	200	200	201	200	199	200	200	
Volumenstrom WZ-3	m³/min	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	Einstellung 16 Trotz höhere Drehzahl bleibt die Austrittstemperatur konst.
Wärmeenergie WZ-3	KW	1,0	0,0	1,0	0,0	0,0	1,0	1,0	1,0	
Eingestellte Temperatur WZ-4	°C	100	100	100	100	40	40	40	40	Einstellung 16 Trotz höhere Drehzahl bleibt die Austrittstemperatur konst.
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-4 V	°C	100	101	101	101	39,8	39,9	40	39,8	
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-4 F	°C	100	101	101	101	40,6	40,7	41	40,9	Einstellung 16 Trotz höhere Drehzahl bleibt die Austrittstemperatur konst.
Volumenstrom WZ-4	m³/min	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	
Wärmeenergie WZ-4	KW	-0,6	-1,1	-1,4	-1,7	-2,7	-2,7	-3,4	-3,7	Einstellung 16 Trotz höhere Drehzahl bleibt die Austrittstemperatur konst.
Wärmeenergie gesamt	kW	1,5	-0,1	0,6	-1,7	4,6	7,3	6,6	5,0	
Düsentemp.	°C	180	180	180	180	180	180	180	181	Einstellung 16 Trotz höhere Drehzahl bleibt die Austrittstemperatur konst.
Düsendurchmesser (ohne Einsatz)	mm	32	32	32	32	32	32	32	33	
<b>Druck</b>										
p1 Schmelzedruck WZ-1 & WZ-2	bar	1,3	0,2	4,9	4,6	4	5	6	6,2	Einstellung 16 Trotz höhere Drehzahl bleibt die Austrittstemperatur konst.
p2 Schmelzedruck WZ-2 & WZ-3	bar	0	0	0,2	0,1	0	0,1	0	0,1	
p3 Schmelzedruck WZ-3 & WZ-4	bar	0,9	1,6	2,5	0,3	0,5	-0,6	0	0,2	Einstellung 16 Trotz höhere Drehzahl bleibt die Austrittstemperatur konst.
p4 Schmelzedruck an der Düse	bar	2	0,2	1,4	0,5	0,1	0,0	0,3	0	
Tm1 Schmelzetemp. WZ-1 & WZ-2	°C	234	220	274	281	296	301	306	308	Einstellung 16 Trotz höhere Drehzahl bleibt die Austrittstemperatur konst.
Tm2 Schmelzetemp. WZ-2 & WZ-3	°C	276	289	275	290	268	277	269	282	
Tm3 Schmelzetemp. WZ-3 & WZ-4	°C	219	234	212	224	173	182	173	190	Einstellung 16 Trotz höhere Drehzahl bleibt die Austrittstemperatur konst.
Tm4 Schmelzetemp. Auslass (ma)	°C	167	165	160	186	101	160	105	106	
Vacuum am Side-Feeder in WZ-4	mbar	60	ohne	ohne	60	ohne	60	60	ohne	Einstellung 16 Trotz höhere Drehzahl bleibt die Austrittstemperatur konst.
Pspez.	KWh/kg	0,83	0,9	0,61	0,69	0,39	0,62	0,25	0,39	
<b>Massedurchsatz</b>										
Massedurchsatz	kg/h	15	15	30	30	15	15	30	30	

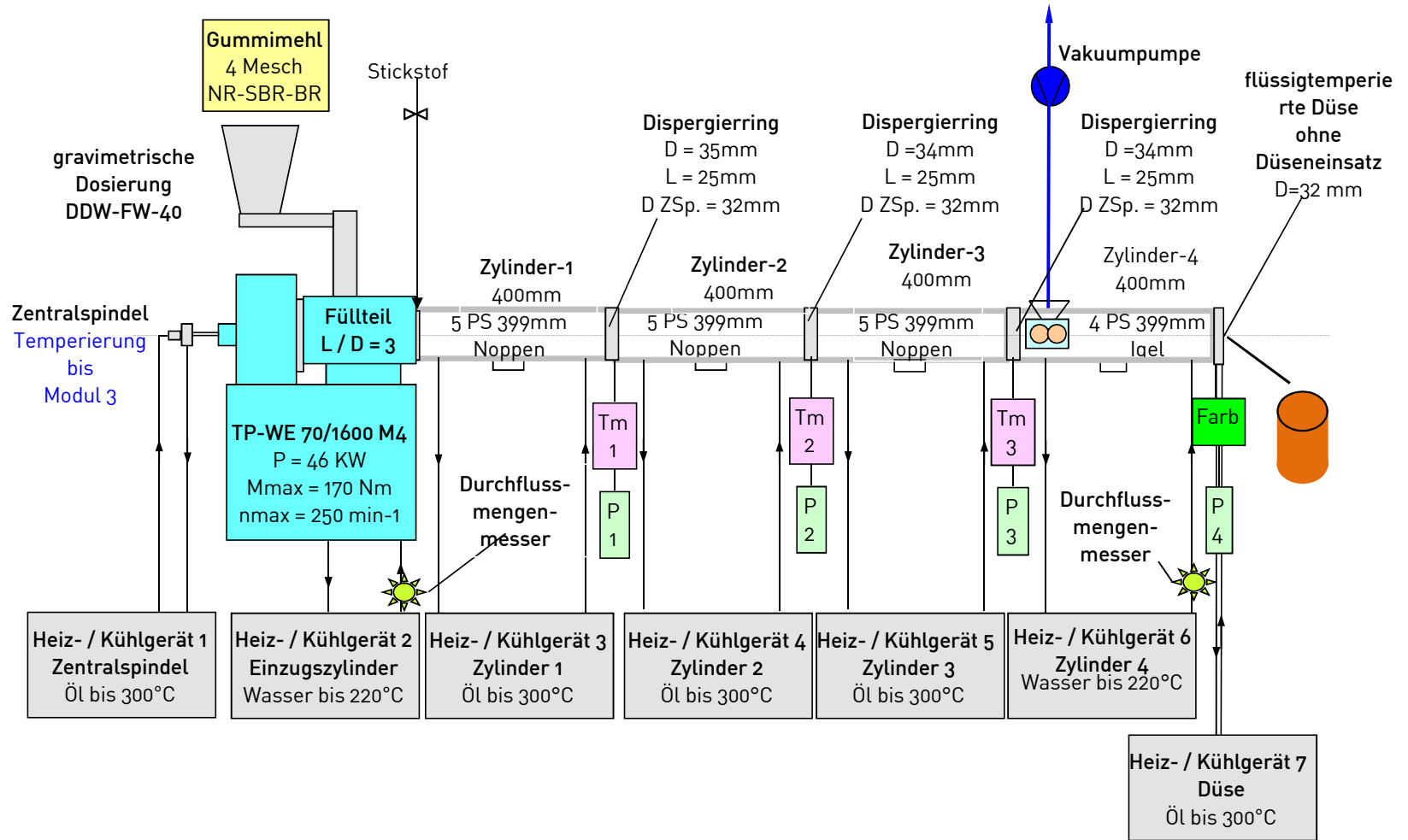
## Versuchsaufbau 1



Versuchsaufbau

ENTEX

## Versuchsaufbau 2



Versuchsaufbau

ENTEX

# Ermittelte physikalischen Werte

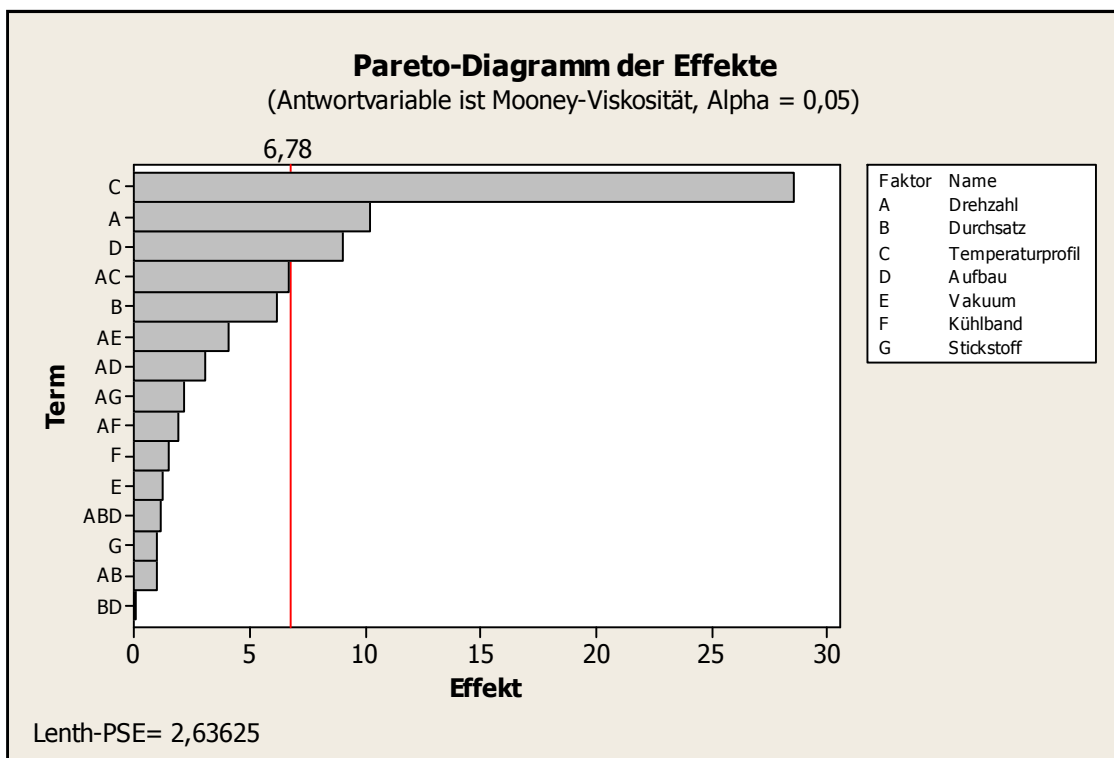
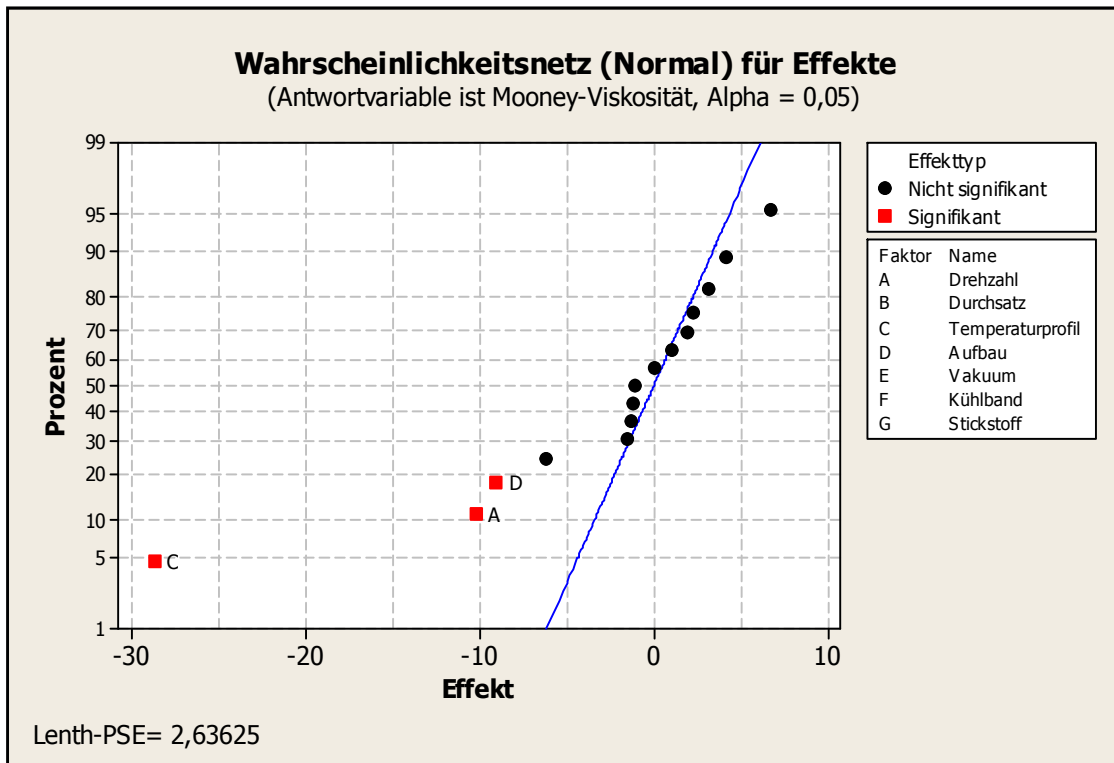


Dehnung		100%	200%	300%	400%	500%	$\sigma_R$	$\epsilon_R$		
1	1	2,031	5,577				10,100	289,000	Härte Shore A: 53 Dispersion: 7-20	
	2	1,800	4,900	9,900			10,100	295,000		
	3	1,830	4,890	9,580			9,740	303,630		
	4	1,940	5,223				8,950	278,750		
	5	1,940	5,300				8,780	270,130		
Mittelwert		1,908	5,178	9,740			9,534	287,302		
Standardabw.							0,631	13,198		
Dehnung		100%	200%	300%	400%	500%	$\sigma_R$	$\epsilon_R$		
2	1	1,879	5,125				9,408	292,750	Härte Shore A: 52 Dispersion:	
	2	1,849	5,066				8,712	280,000		
	3	1,817	4,969	9,565			9,989	311,000		
	4	1,807	4,832	9,486			10,015	313,250		
	5	1,884	5,117				9,643	248,380		
Mittelwert		1,836	4,973	9,526			9,882	290,877		
Standardabw.							0,534	26,538		
Dehnung		100%	200%	300%	400%	500%	$\sigma_R$	$\epsilon_R$		
3	1	2,024	5,522				8,108	253,630	Härte Shore A: 54 Dispersion:	
	2	2,136	5,852	11,058			11,096	300,750		
	3	1,800	3,000	8,000			10,100	320,000		
	4	2,020	5,502	10,347			10,380	301,630		
	5	2,050	5,600				8,040	251,000		
Mittelwert		1,957	4,701	9,174			9,507	290,877		
Standardabw.							1,391	31,180		
Dehnung		100%	200%	300%	400%	500%	$\sigma_R$	$\epsilon_R$		
4	1	1,750	4,723				7,686	270,380	Härte Shore A: 51 Dispersion:	
	2	1,688	4,594				8,310	291,750		
	3	1,657	4,468	8,725			9,445	320,000		
	4	1,672	4,536				7,789	278,130		
	5	1,746	4,680	8,934			9,003	302,750		
Mittelwert		1,692	4,561	8,830			8,746	300,293		
Standardabw.							0,764	19,733		
Dehnung		100%	200%	300%	400%	500%	$\sigma_R$	$\epsilon_R$		
5	1	2,063	5,639				8,087	254,380	Härte Shore A: 53 Dispersion:	
	2	2,252	6,128				7,357	225,750		
	3	1,828	4,872				7,773	272,750		
	4	1,699	4,533				6,563	255,380		
	5	1,966	5,321				6,187	220,880		
Mittelwert		1,831	4,909				6,841	249,670		
Standardabw.							0,802	21,879		
Dehnung		100%	200%	300%	400%	500%	$\sigma_R$	$\epsilon_R$		
6	1	1,640	4,346				6,328	259,630	Härte Shore A: 49 Dispersion:	
	2	1,636	4,390				6,505	258,380		
	3	1,503	3,942				5,428	246,250		
	4	1,569	4,192				6,464	265,380		
	5	1,488	3,923				5,939	268,750		
Mittelwert		1,520	4,019				5,944	260,127		
Standardabw.							0,453	8,614		
Dehnung		100%	200%	300%	400%	500%	$\sigma_R$	$\epsilon_R$		
7	1	1,504	4,024				6,583	270,380	Härte Shore A: 50 Dispersion:	
	2	1,526	4,027				7,355	296,750		
	3	1,647	4,411				6,849	269,750		
	4	1,677	4,527				7,270	274,750		
	5	1,670	4,418				7,387	278,250		
Mittelwert		1,665	4,452				7,169	274,250		
Standardabw.							0,356	11,049		
Dehnung		100%	200%	300%	400%	500%	$\sigma_R$	$\epsilon_R$		
8	1	1,613	4,219				7,044	281,380	Härte Shore A: 46 Dispersion:	
	2	1,893	4,883				5,294	211,500		
	3	1,854	4,812				5,283	213,250		
	4	1,560	4,170				5,975	251,000		
	5	1,366	3,588				5,617	267,000		
Mittelwert		1,593	4,190				5,625	243,750		
Standardabw.							0,729	31,519		
Dehnung		100%	200%	300%	400%	500%	$\sigma_R$	$\epsilon_R$		
9	1	1,919	5,207				9,291	281,630	Härte Shore A: 52 Dispersion: 7-20	
	2	1,829	5,027				9,083	286,630		
	3	1,896	5,183				9,500	292,150		
	4	1,838	5,007				8,496	275,630		
	5	1,806	4,938				9,027	288,250		
Mittelwert		1,858	5,072				9,079	284,858		
Standardabw.							0,376	6,391		
Dehnung		100%	200%	300%	400%	500%	$\sigma_R$	$\epsilon_R$		
10	1	1,759	4,687				8,675	293,880	Härte Shore A: 51 Dispersion:	
	2	1,878	5,029				7,426	255,880		
	3	1,797	4,885				8,795	289,500		
	4	1,916	5,196	9,775			10,065	308,500		
	5	1,942	5,221				9,259	288,130		
Mittelwert		1,858	5,004	9,775			8,844	287,178		
Standardabw.							0,962	19,270		

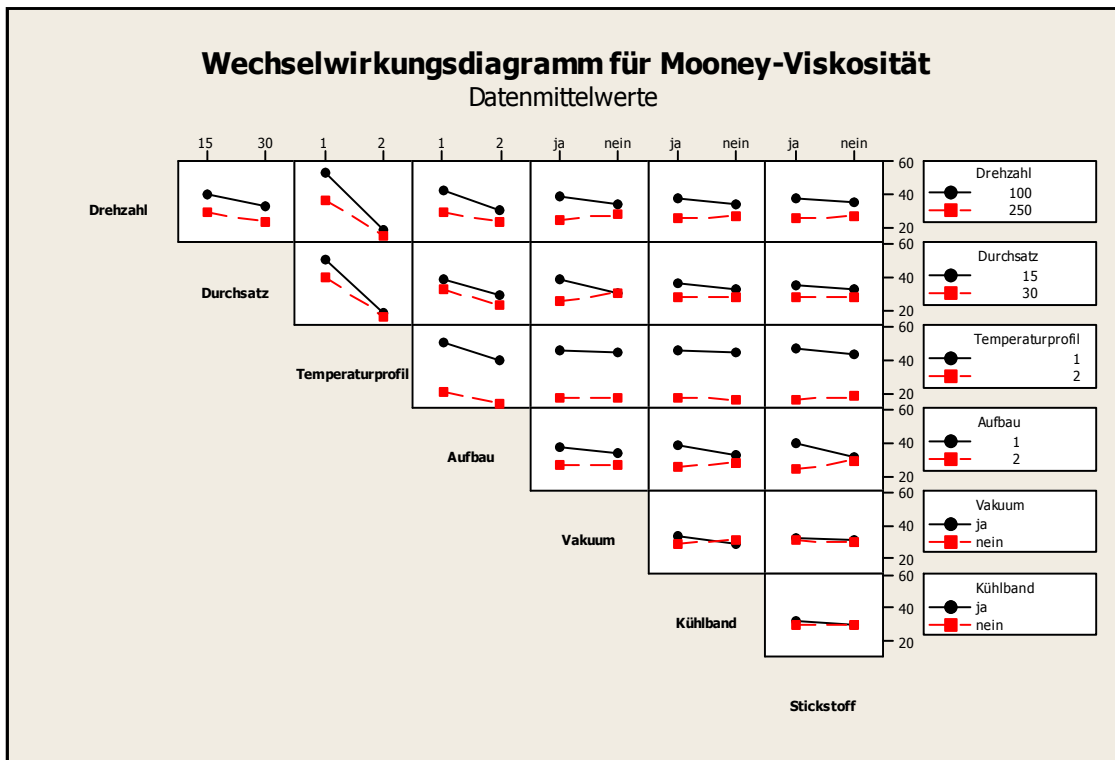
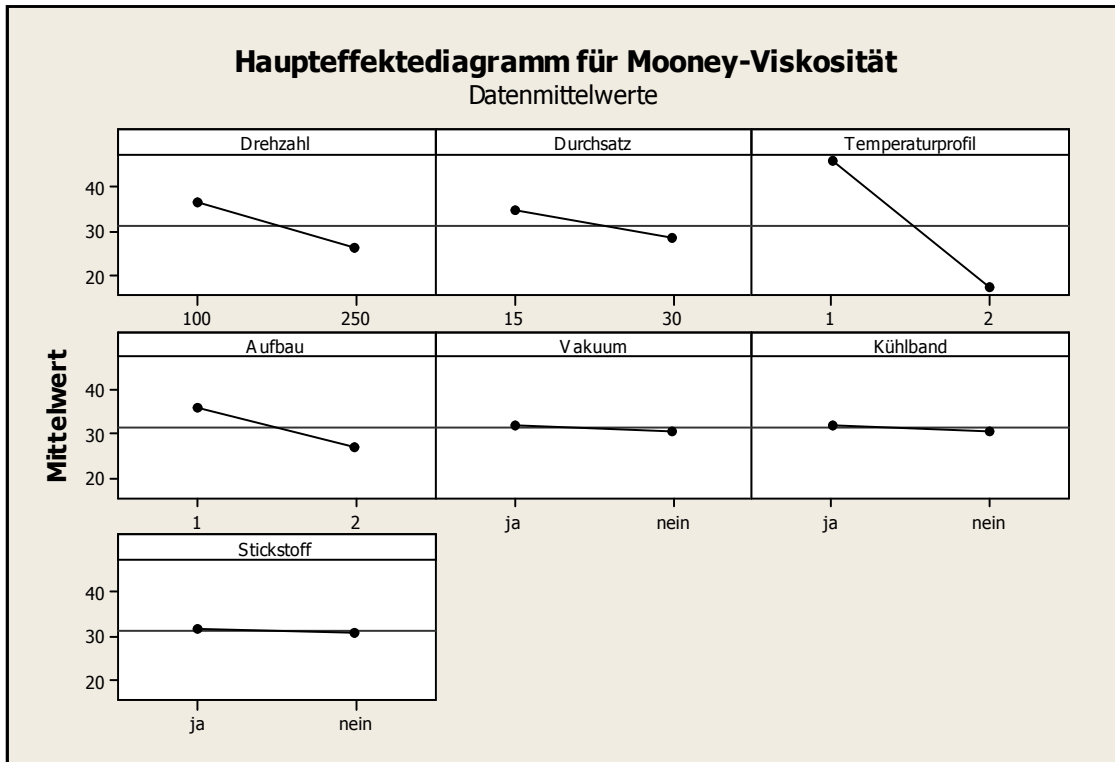
# Ermittelte physikalischen Werte

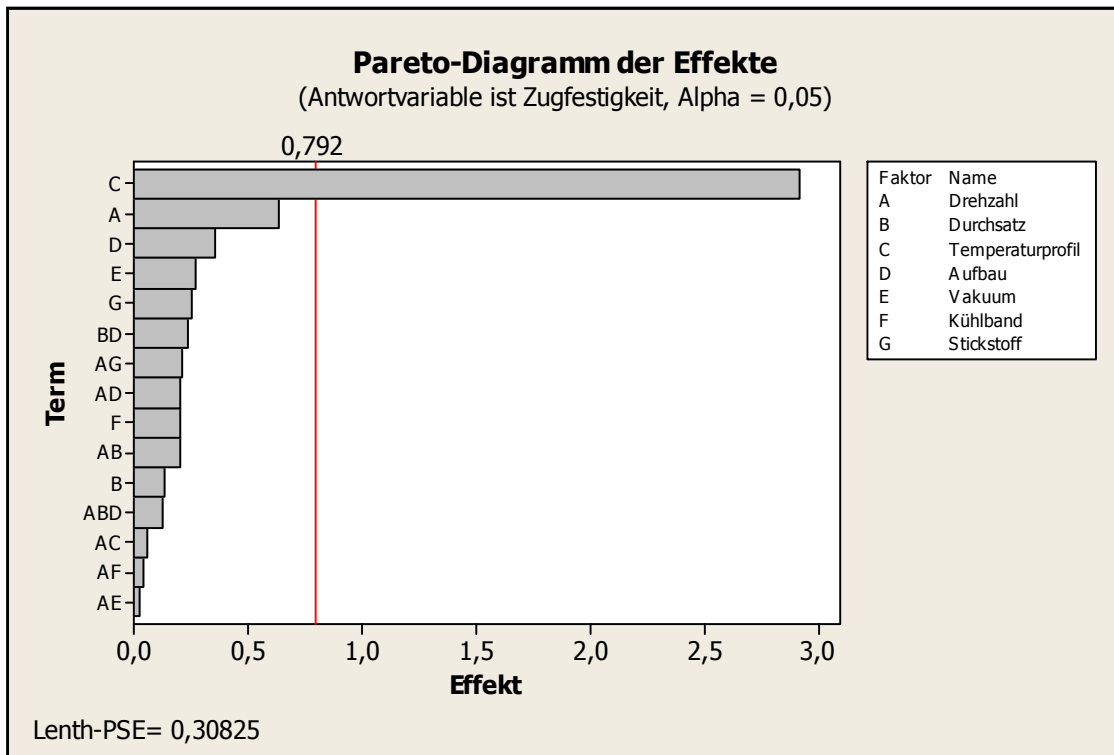
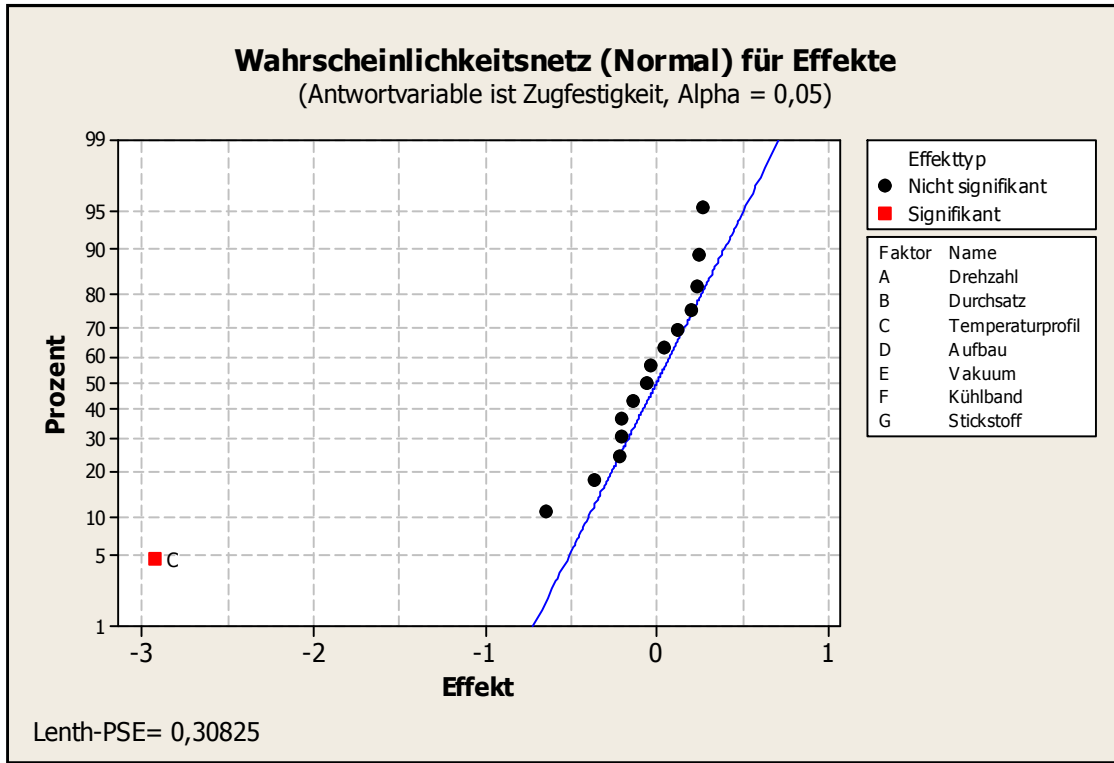


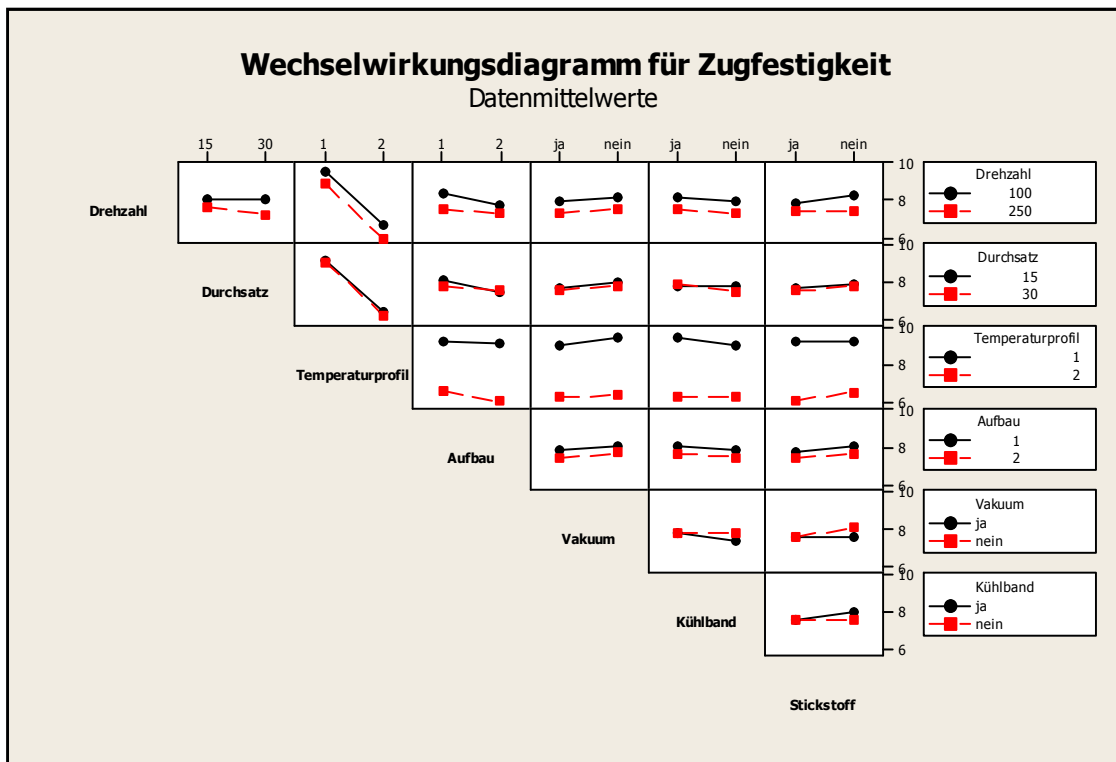
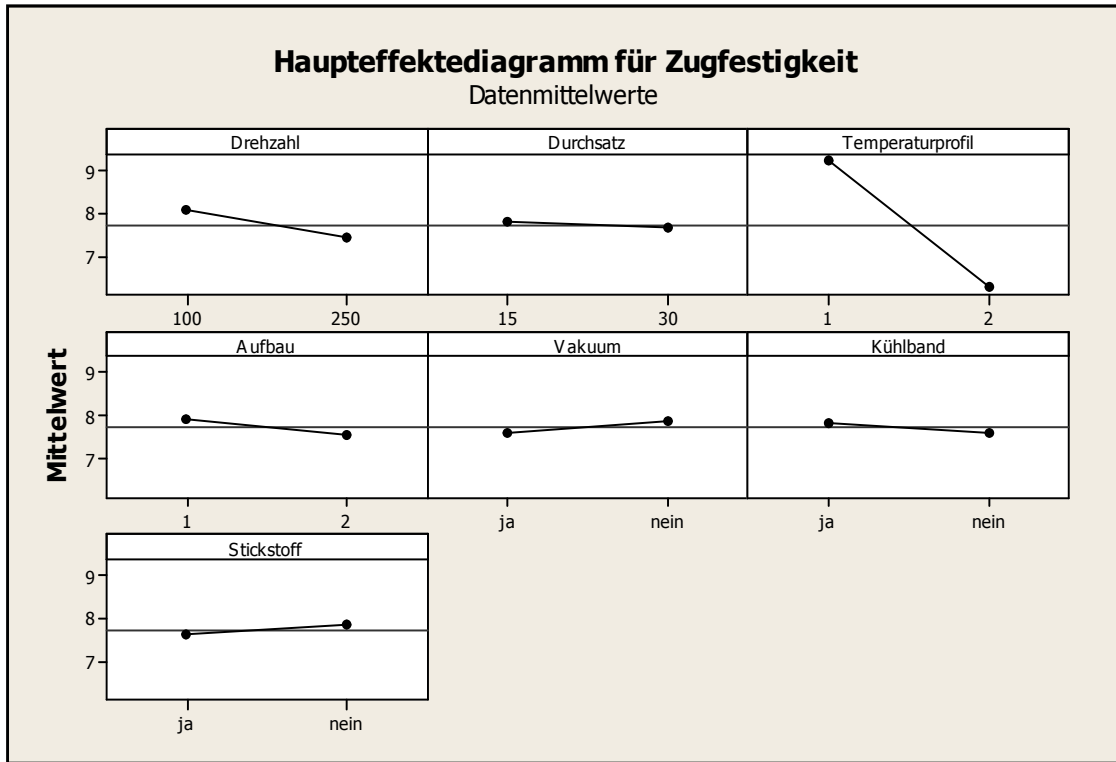
Dehnung		100%	200%	300%	400%	500%	$\sigma_R$	$\epsilon_R$	
11	1	2,400	6,400				9,600	261,000	Härte Shore A: 53 Dispersion:
	2	2,100	5,900				9,700	275,000	
	3	2,100	5,700				9,300	272,000	
	4	2,100	5,800				10,400	292,000	
	5	2,100	2,800				10,500	295,000	
Mittelwert		2,160	5,320				9,900	279,000	
Standardabw.							0,524	14,265	
Dehnung		100%	200%	300%	400%	500%	$\sigma_R$	$\epsilon_R$	
12	1	1,700	4,600				8,500	291,000	Härte Shore A: 50 Dispersion:
	2	1,800	4,700				8,400	288,000	
	3	1,800	4,800				8,600	291,000	
	4	1,800	4,700				9,300	305,000	
	5	1,700	4,600				9,100	321,000	
Mittelwert		1,760	4,680				8,780	299,200	
Standardabw.							0,396	13,864	
Dehnung		100%	200%	300%	400%	500%	$\sigma_R$	$\epsilon_R$	
13	1	1,800	4,700				6,000	237,000	Härte Shore A: 49 Dispersion:
	2	1,700	4,500				6,600	263,000	
	3	1,700	4,500				6,200	252,000	
	4	1,600	4,900				6,100	253,000	
	5	1,600	4,400				6,600	261,000	
Mittelwert		1,680	4,600				6,300	253,200	
Standardabw.							0,283	10,257	
Dehnung		100%	200%	300%	400%	500%	$\sigma_R$	$\epsilon_R$	
14	1	1,900	3,400				5,400	274,000	Härte Shore A: 44 Dispersion:
	2	1,500	4,000				6,400	272,000	
	3	1,500	4,100				5,600	245,000	
	4	1,600	4,100				6,200	262,000	
	5	1,600	4,000				5,500	242,000	
Mittelwert		1,620	3,920				5,820	259,000	
Standardabw.							0,449	14,900	
Dehnung		100%	200%	300%	400%	500%	$\sigma_R$	$\epsilon_R$	
15	1	4,500	4,000				5,800	258,000	Härte Shore A: 45 Dispersion:
	2	4,600	4,000				5,600	251,000	
	3	4,600	4,200				6,700	273,000	
	4	4,600	4,300				6,100	248,000	
	5	4,700	4,800				5,400	226,000	
Mittelwert		4,600	4,260				5,920	251,200	
Standardabw.							0,507	17,079	
Dehnung		100%	200%	300%	400%	500%	$\sigma_R$	$\epsilon_R$	
16	1	4,600	4,100				5,800	252,000	Härte Shore A: 46 Dispersion: 7-18
	2	4,500	3,800				5,900	268,000	
	3	4,500	3,900				5,400	262,000	
	4	4,500	4,000				6,600	261,000	
	5	4,500	3,900				5,900	264,000	
Mittelwert		4,520	3,940				5,920	261,400	
Standardabw.							0,432	5,899	
Dehnung		100%	200%	300%	400%	500%	$\sigma_R$	$\epsilon_R$	
B01	1	1,900	5,100				6,400	235,000	Härte Shore A: 52 Dispersion: 5-25
	2	1,800	5,000				5,800	221,000	
	3	1,900	5,100				5,800	217,000	
	4	1,900	5,300				6,100	225,000	
	5	1,900	5,200				6,000	222,000	
Mittelwert		1,880	5,140				6,020	224,000	
Standardabw.							0,249	6,782	
Dehnung		100%	200%	300%	400%	500%	$\sigma_R$	$\epsilon_R$	
	1								Härte Shore A: Dispersion:
	2								
	3								
	4								
	5								
Mittelwert									
Standardabw.									
Dehnung		100%	200%	300%	400%	500%	$\sigma_R$	$\epsilon_R$	
	1								Härte Shore A: Dispersion:
	2								
	3								
	4								
	5								
Mittelwert									
Standardabw.									
Dehnung		100%	200%	300%	400%	500%	$\sigma_R$	$\epsilon_R$	
	1								Härte Shore A: Dispersion:
	2								
	3								
	4								
	5								
Mittelwert									
Standardabw.									

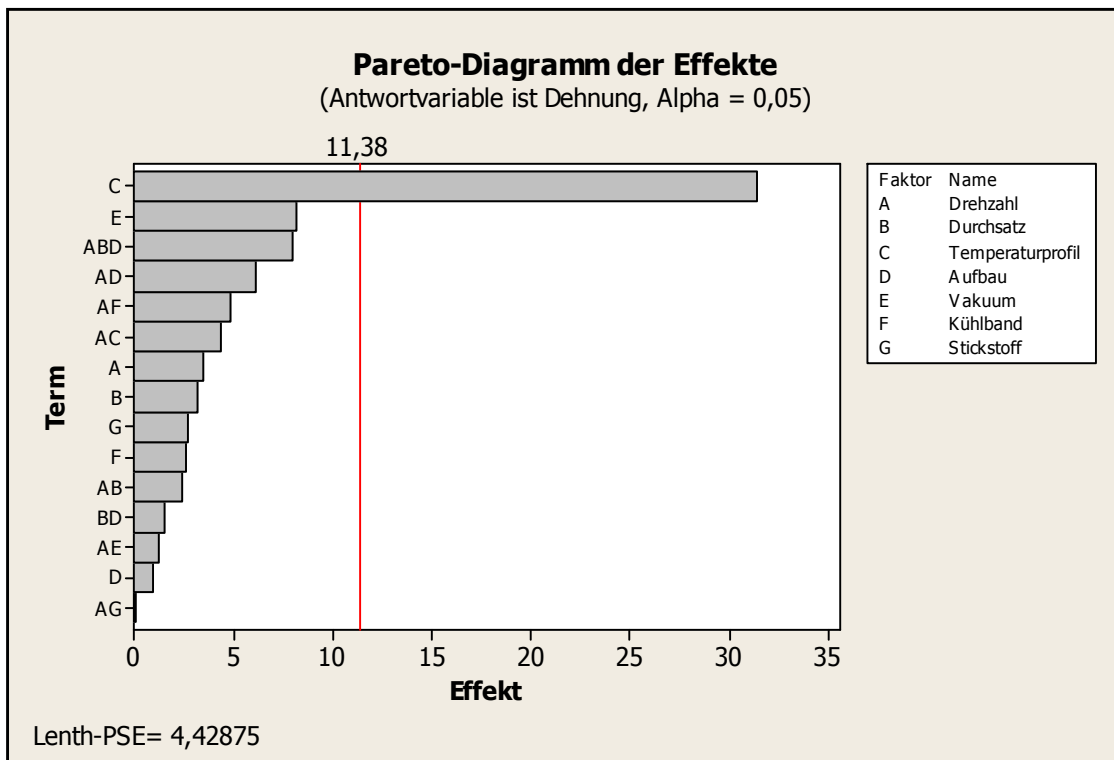
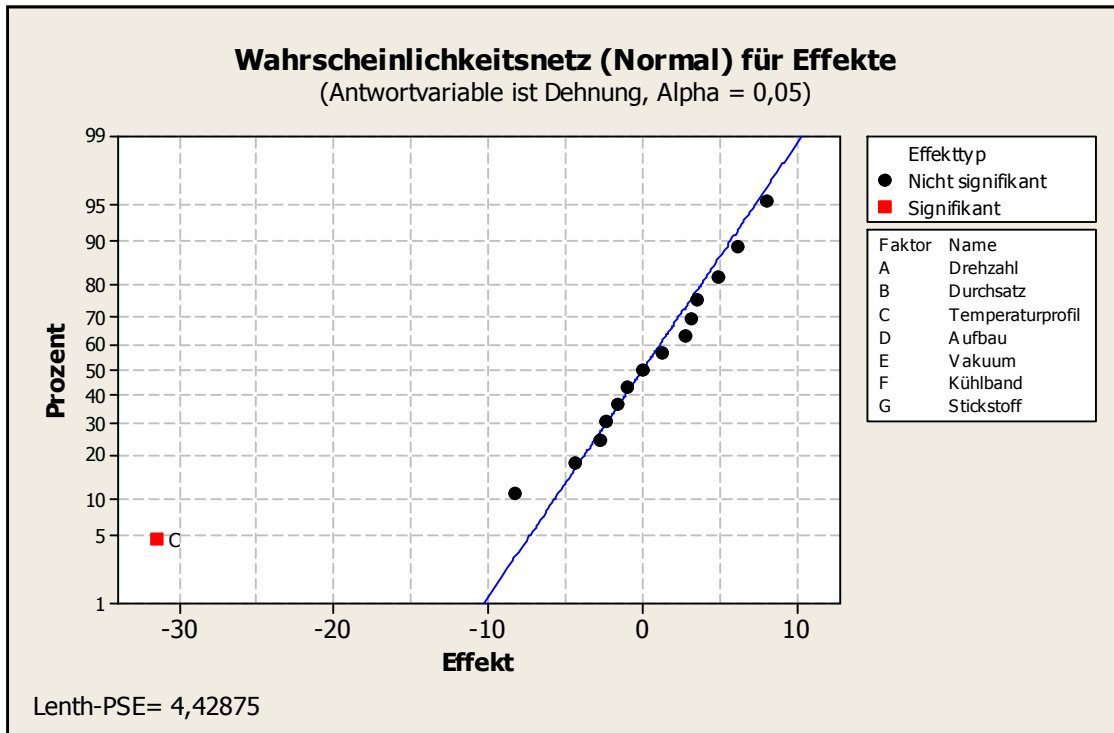


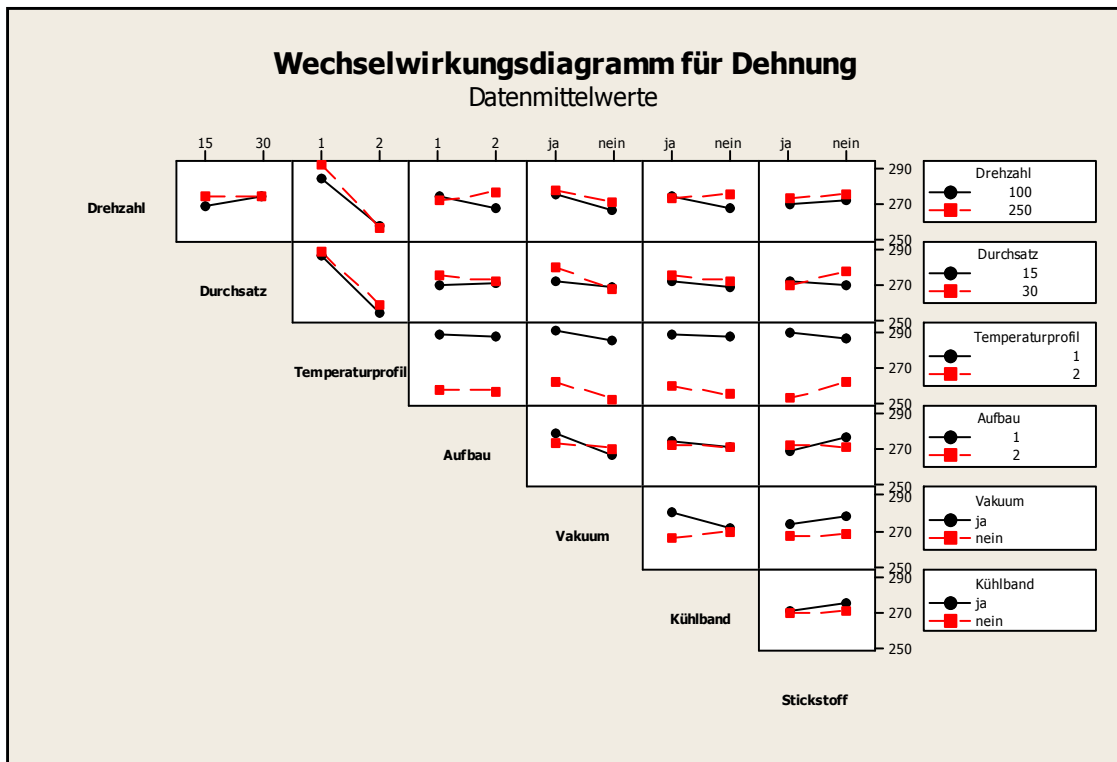
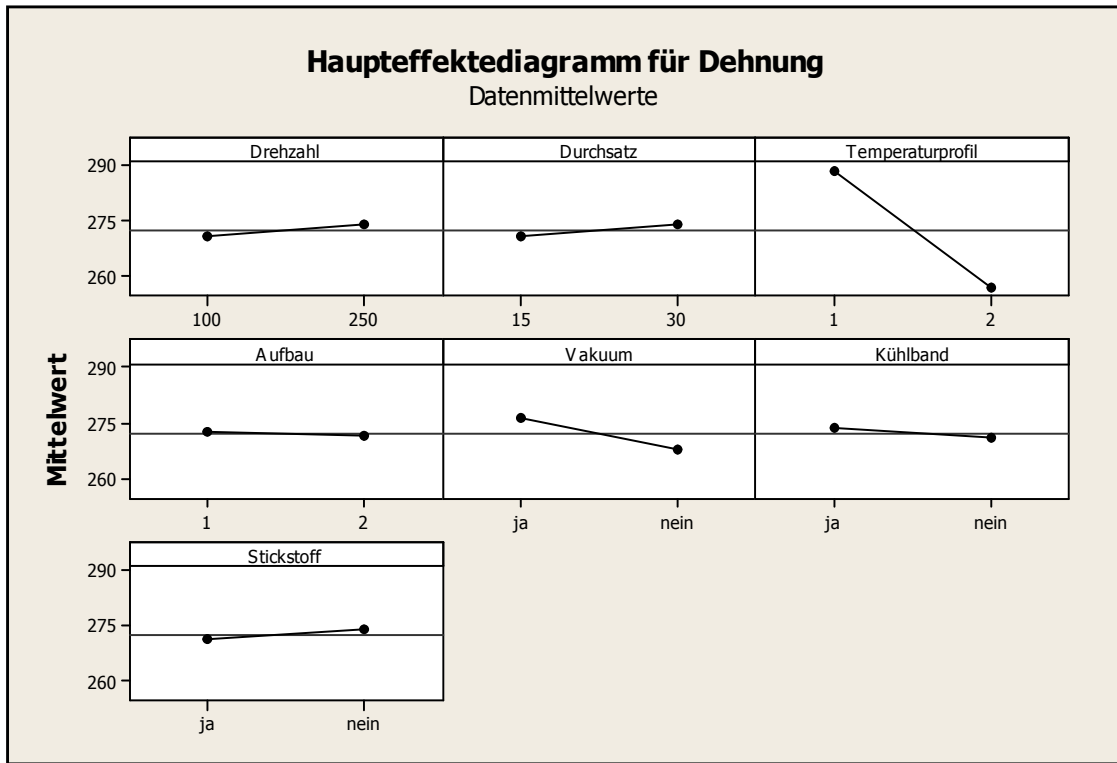


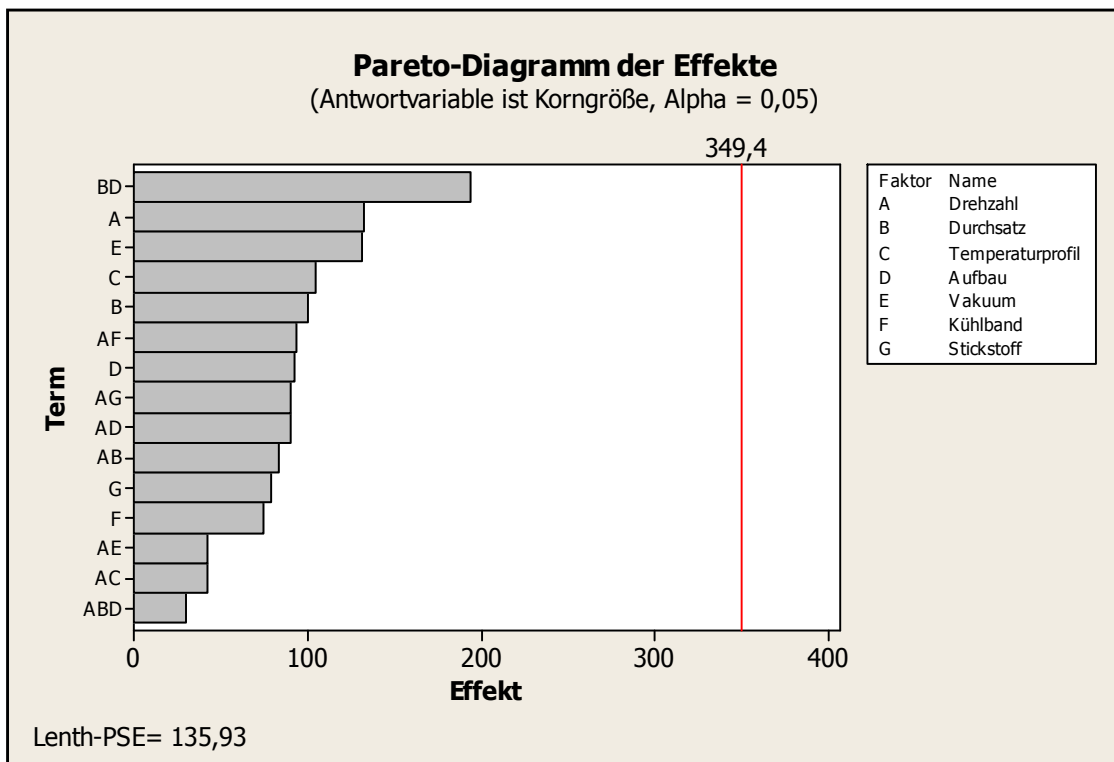
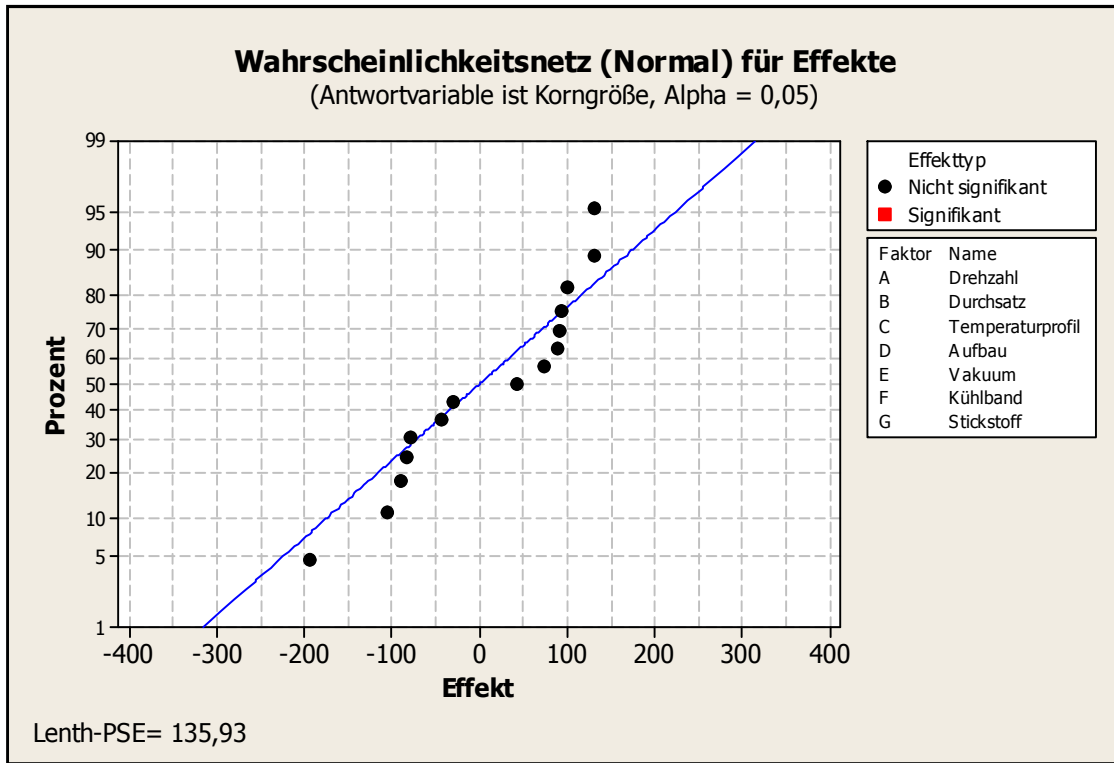


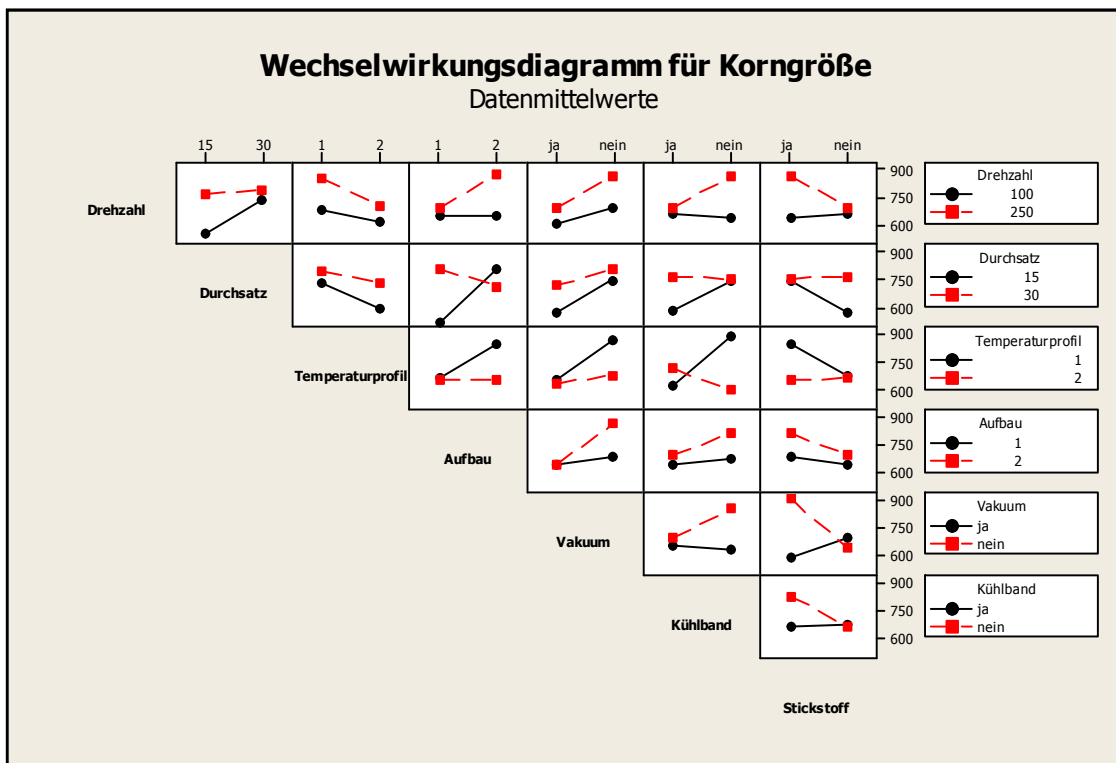
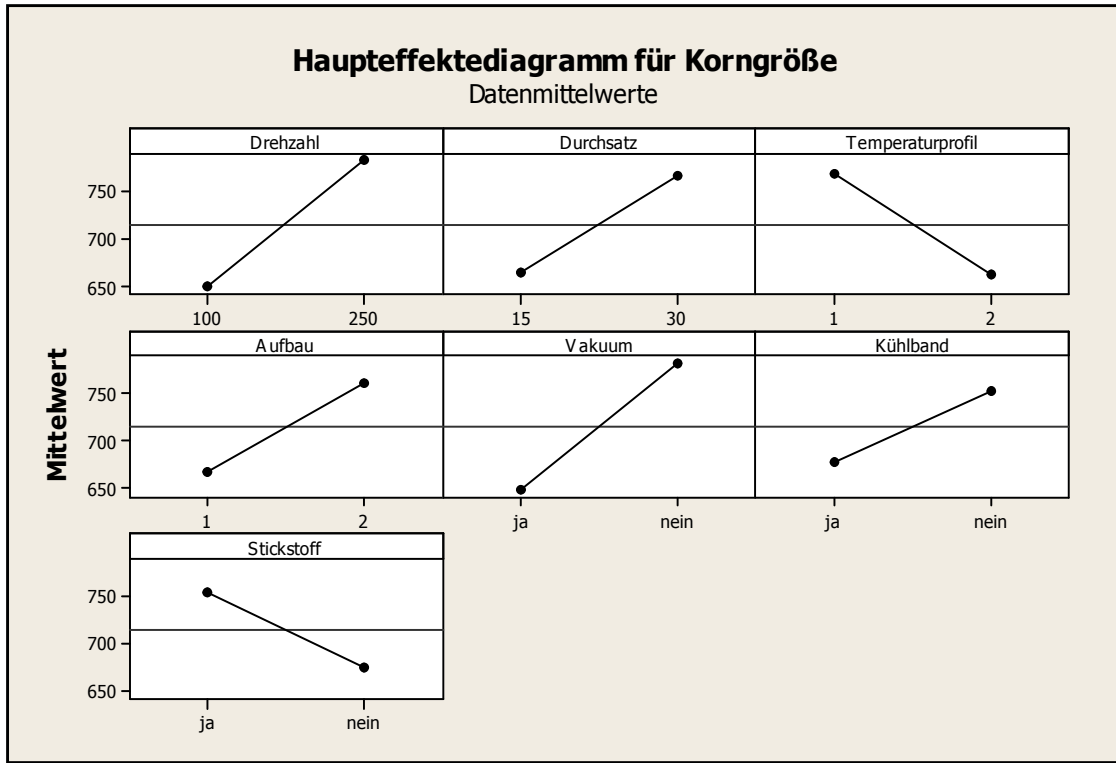


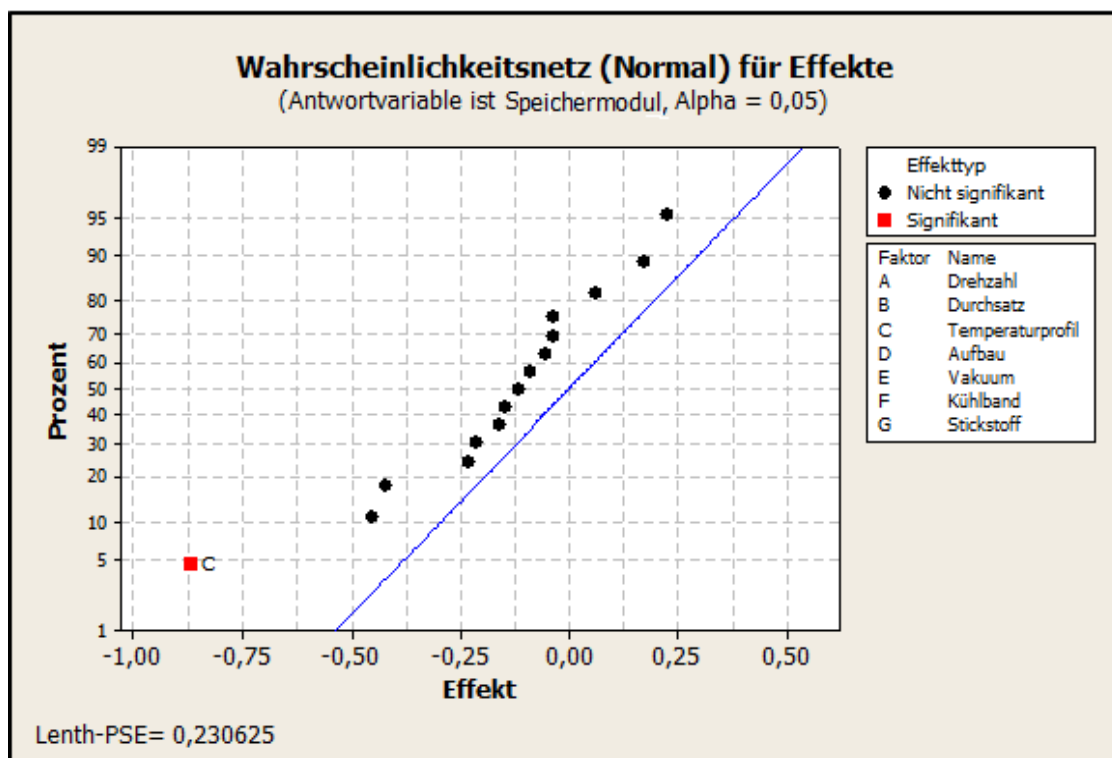
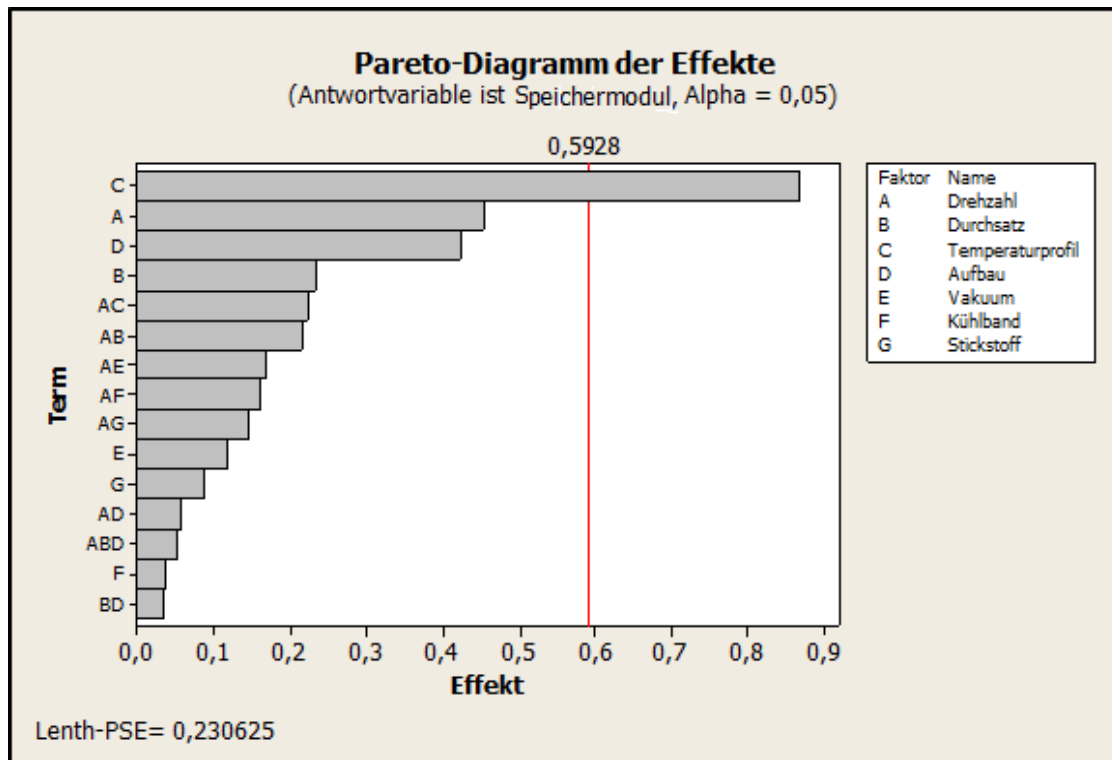




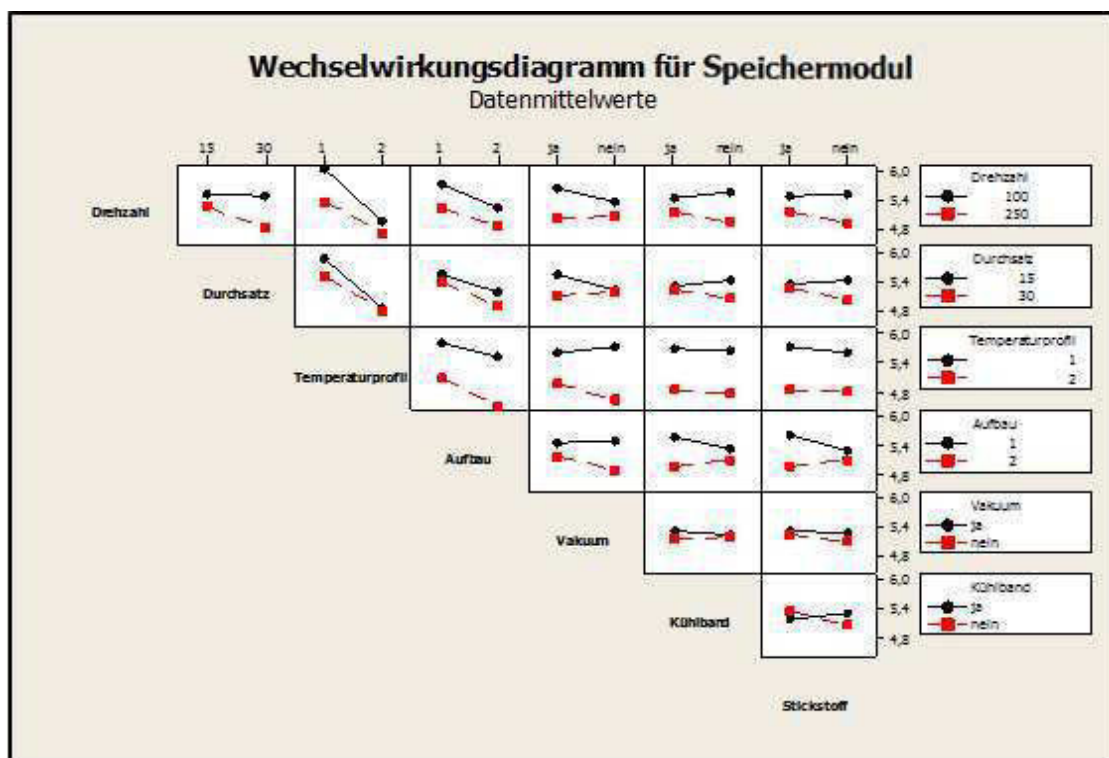
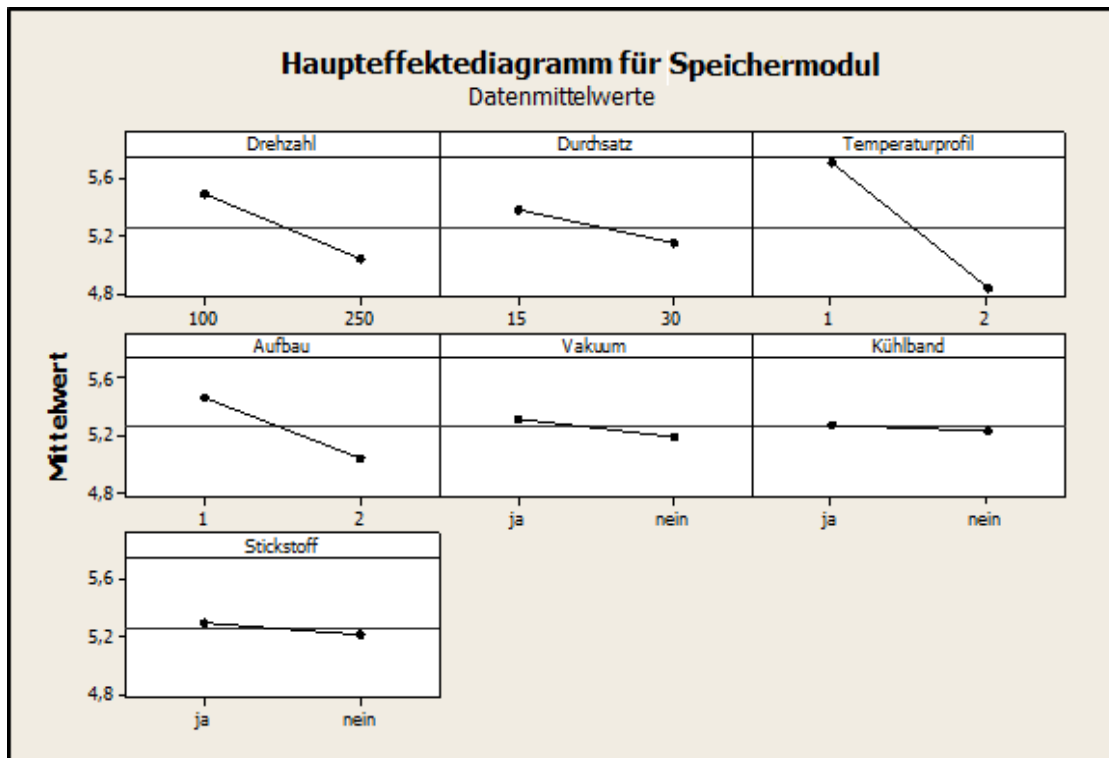


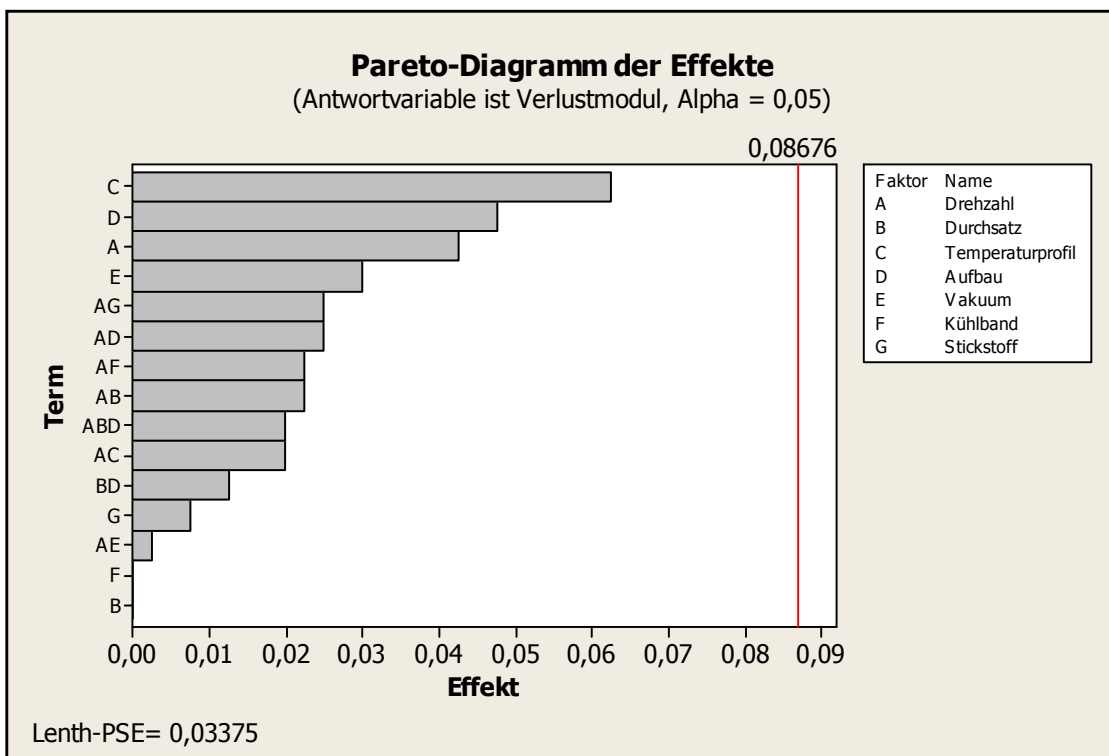
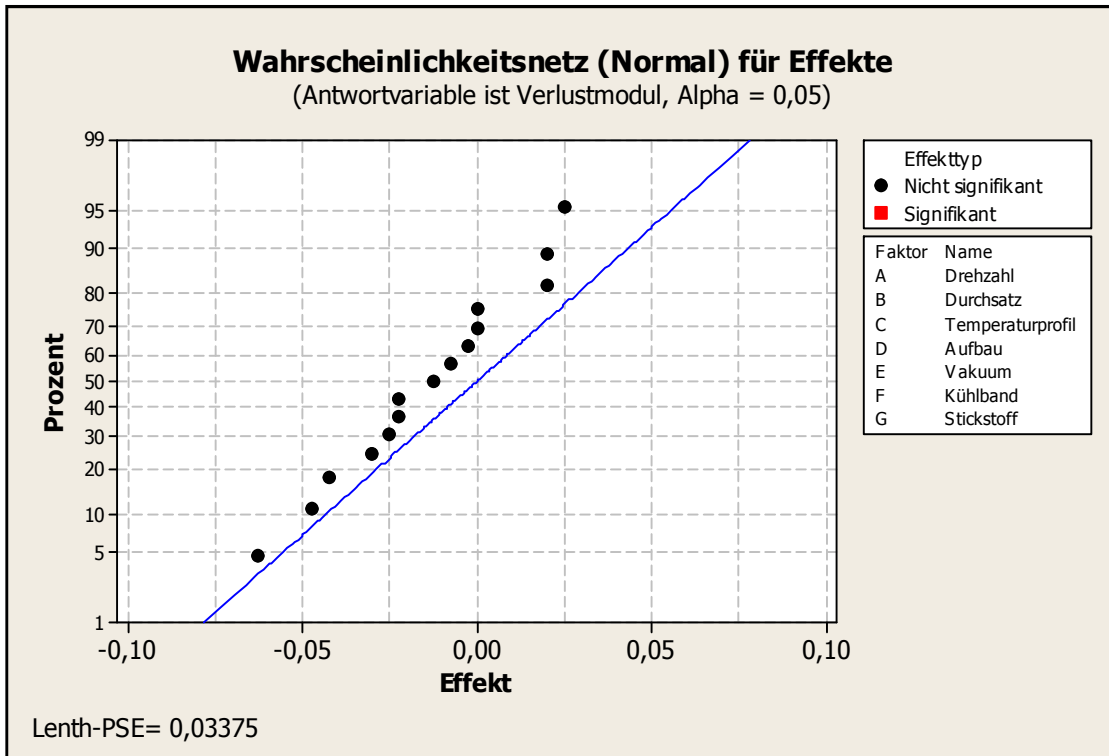


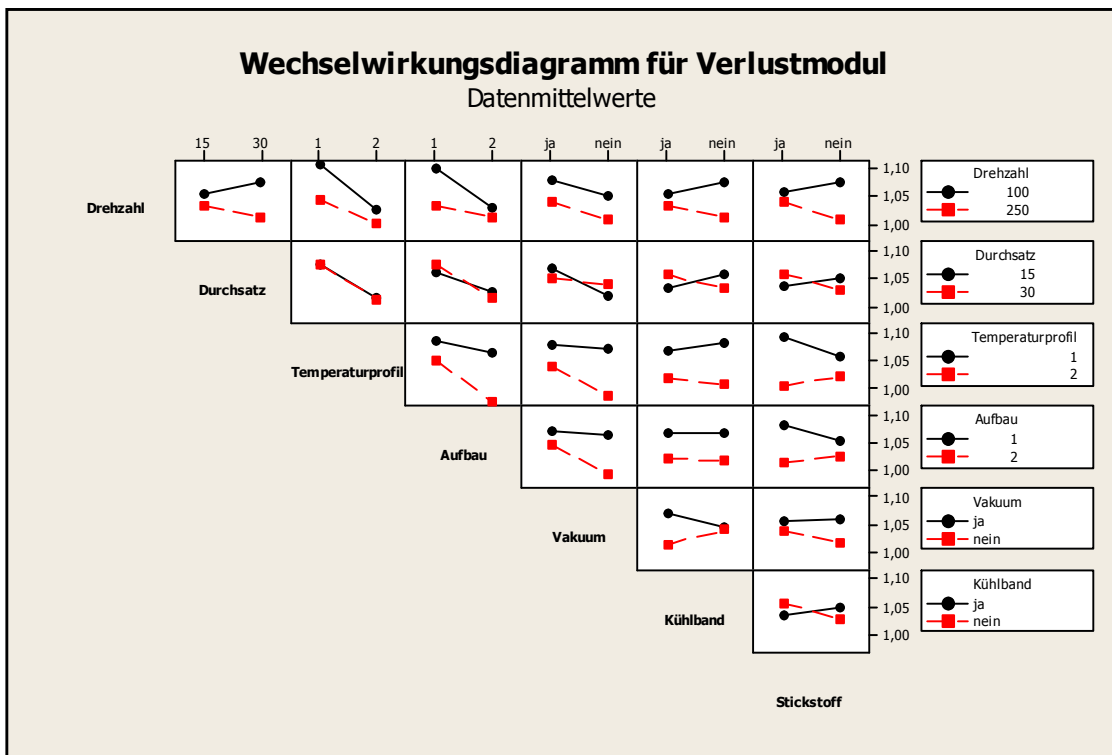
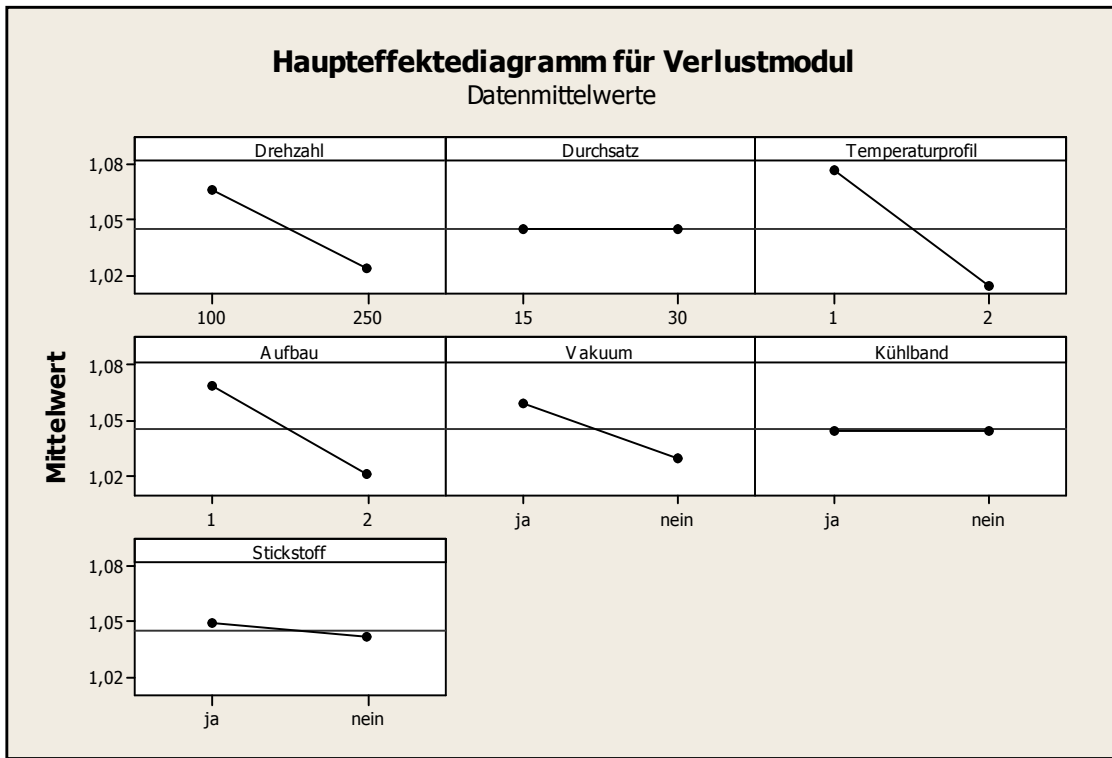


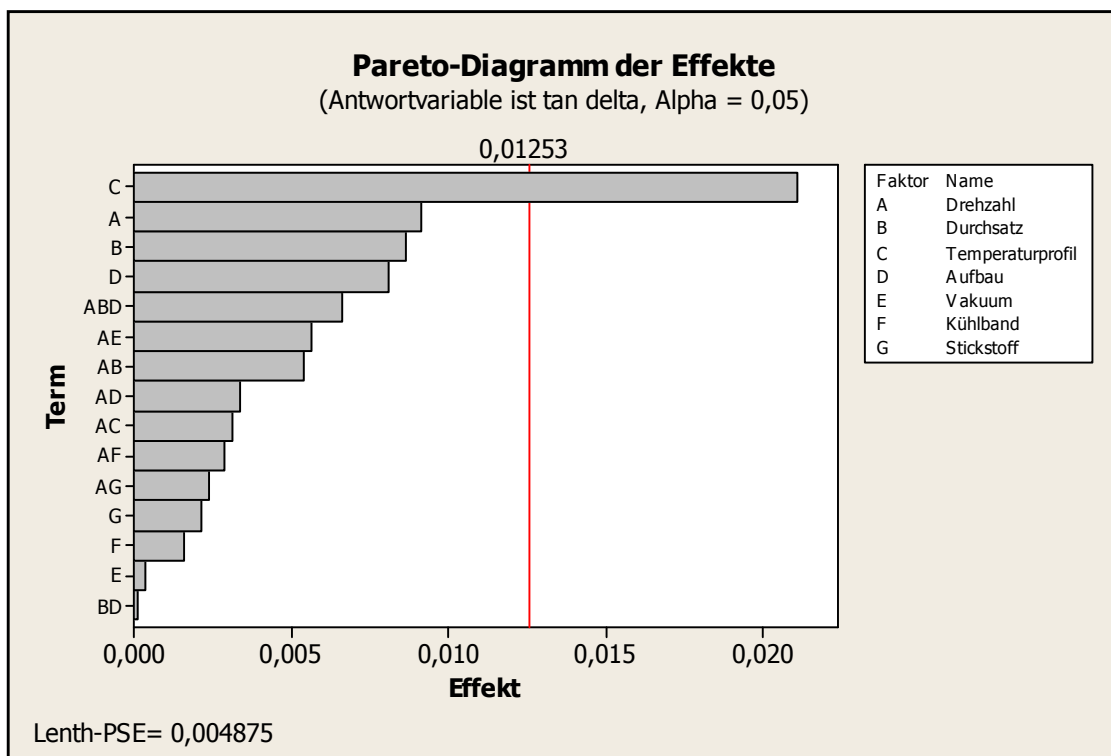
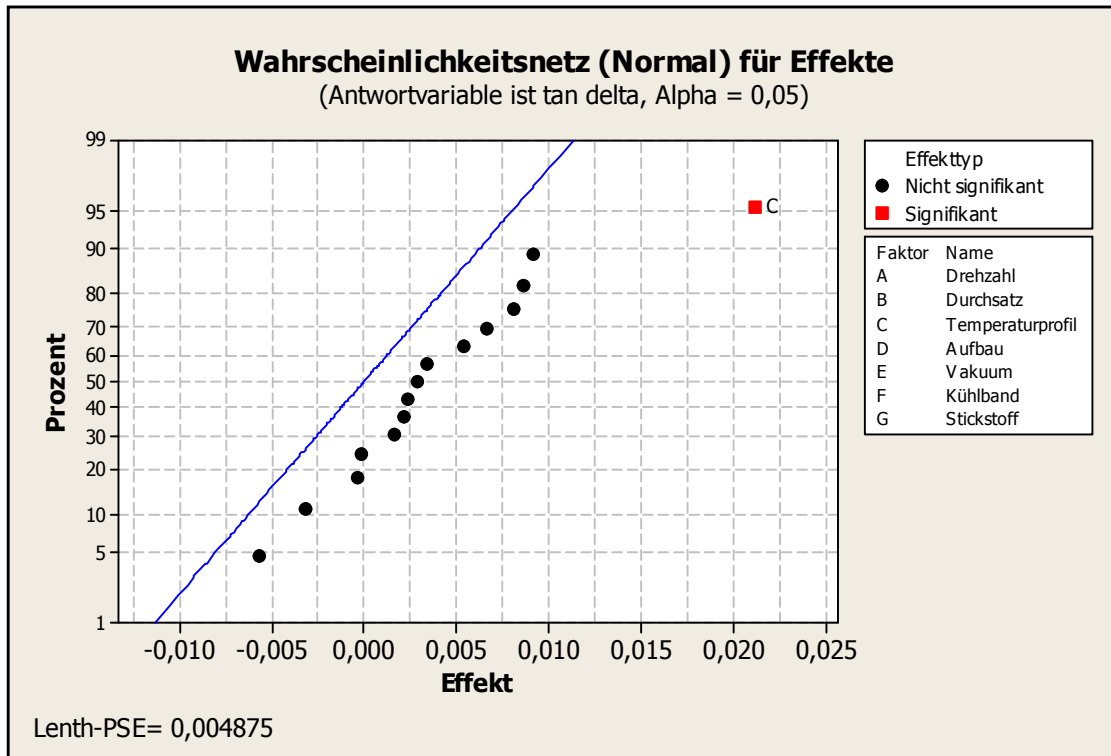


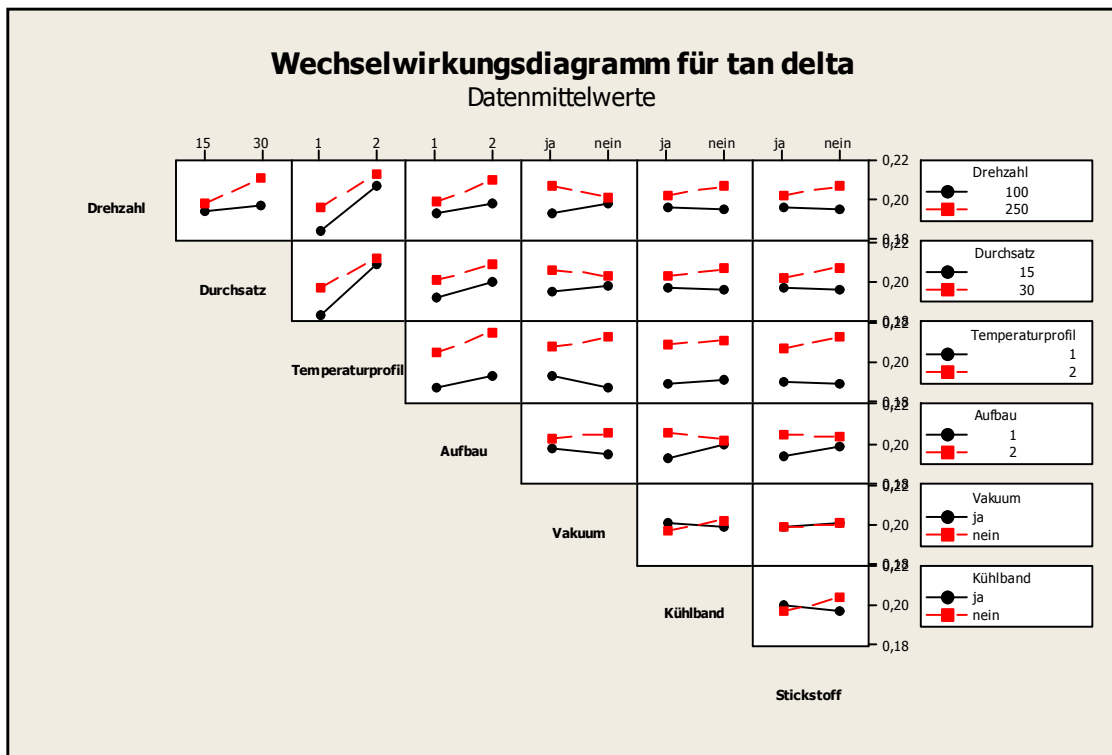
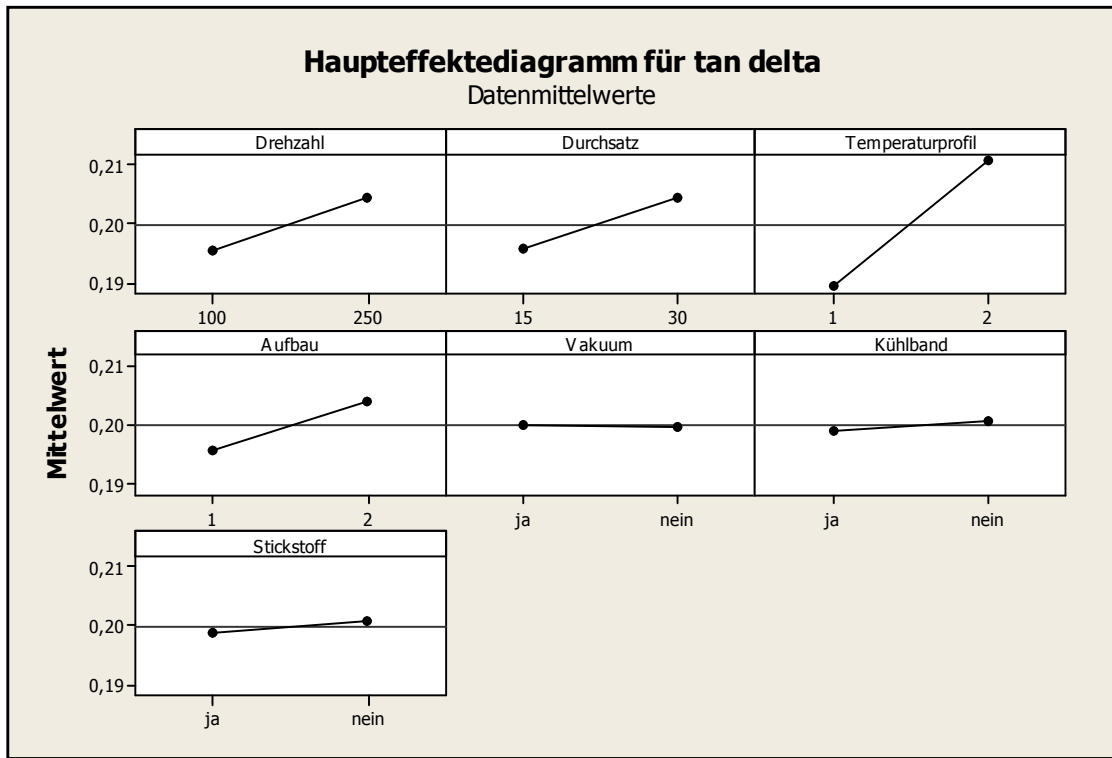


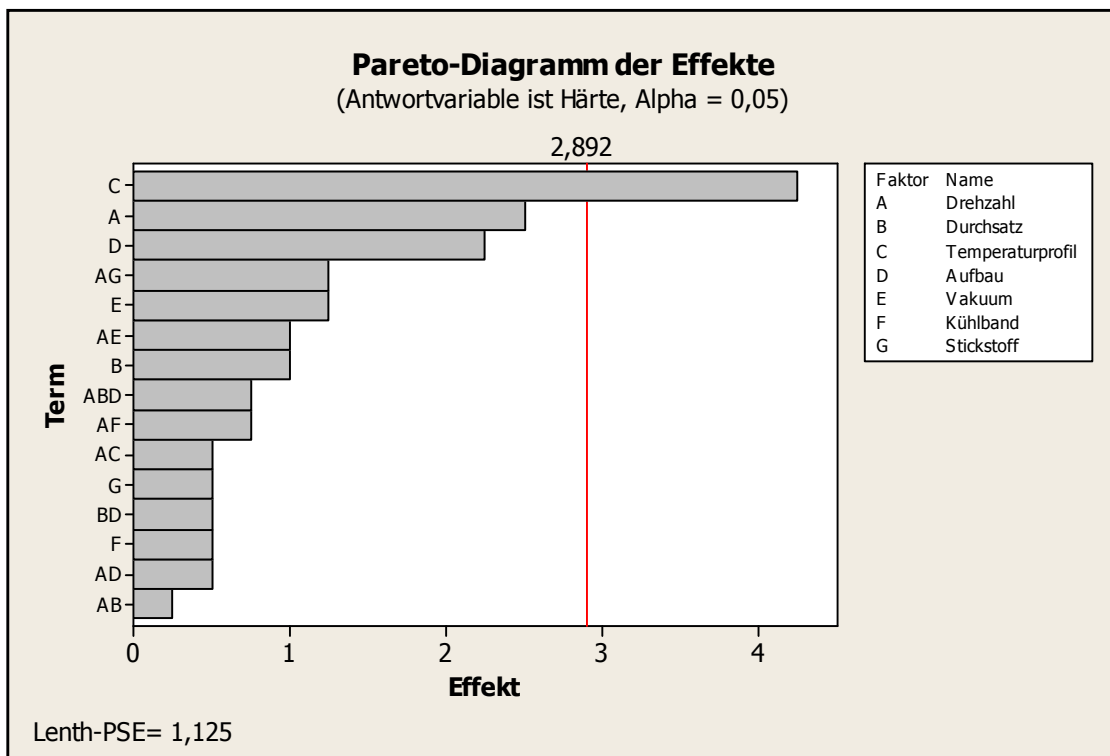
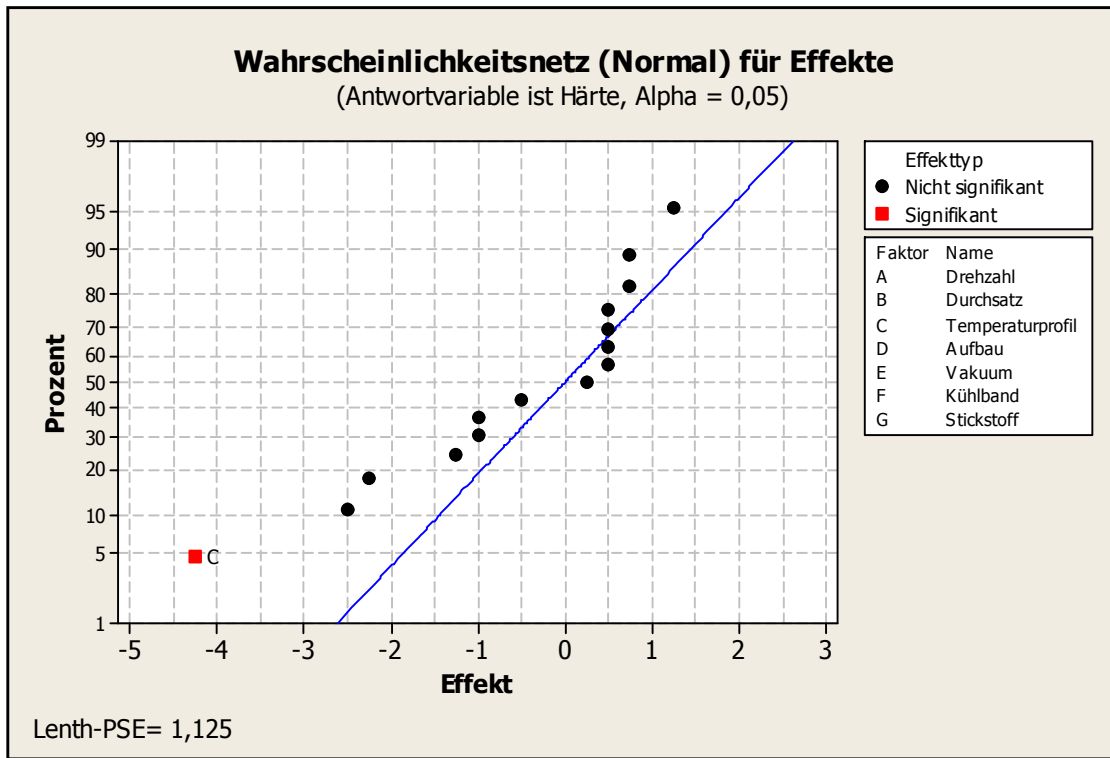


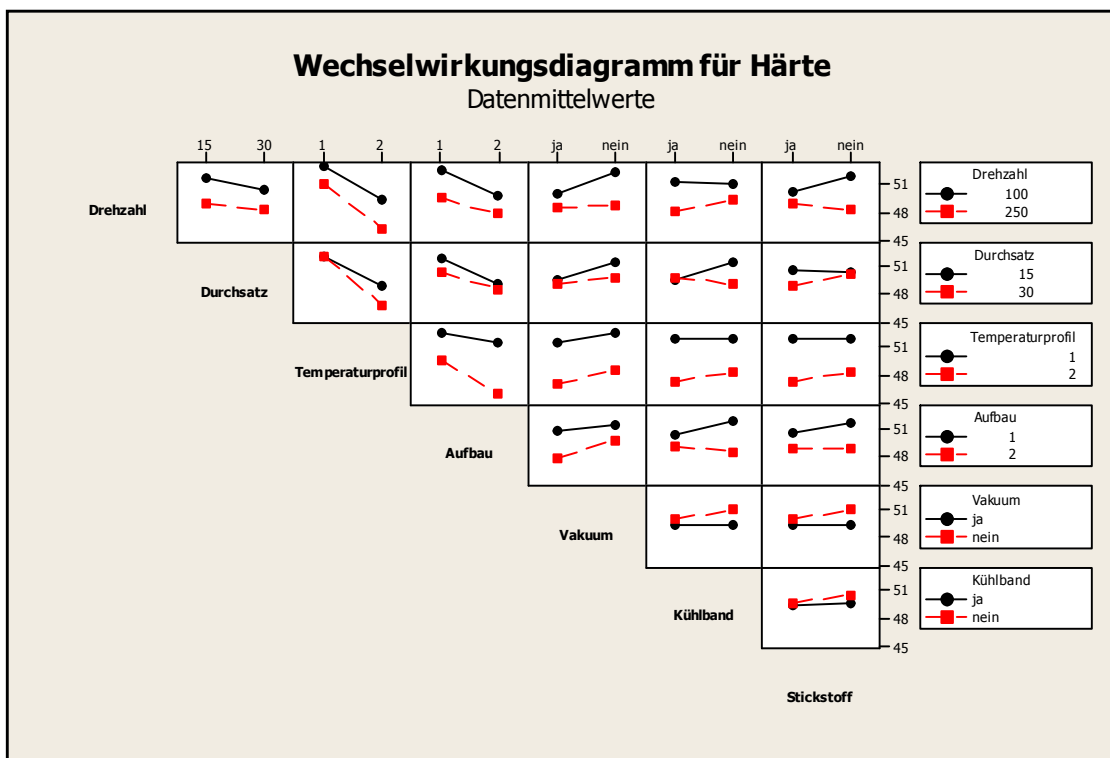
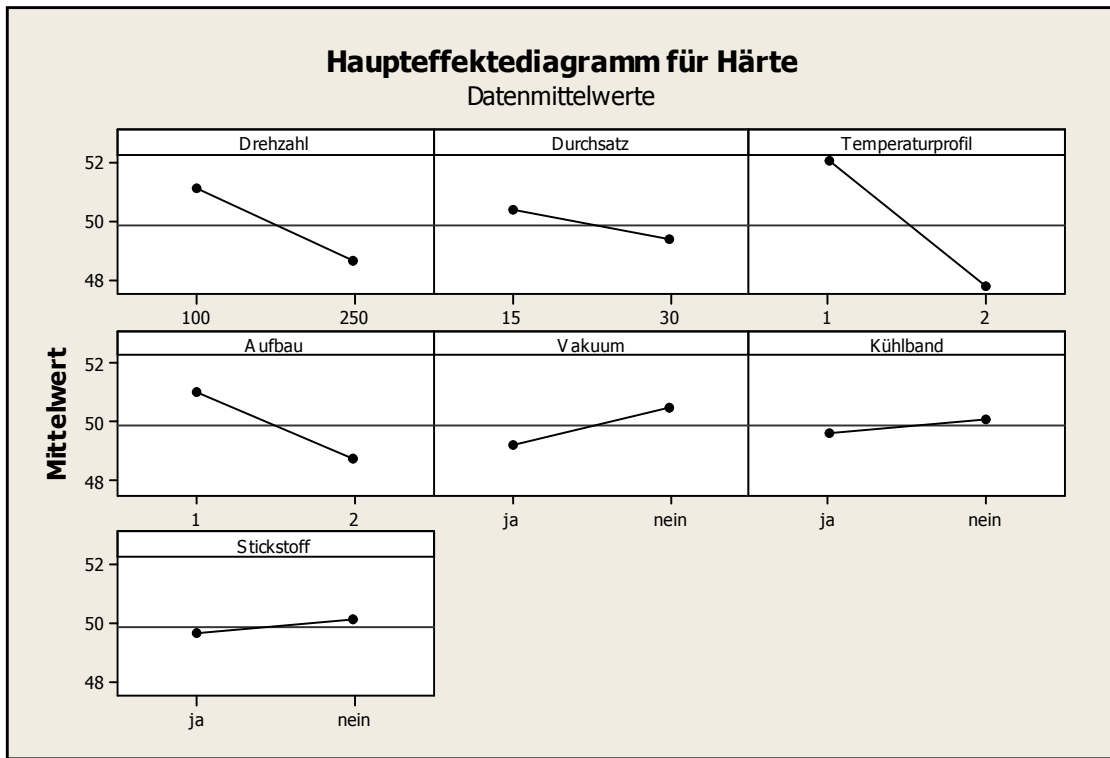


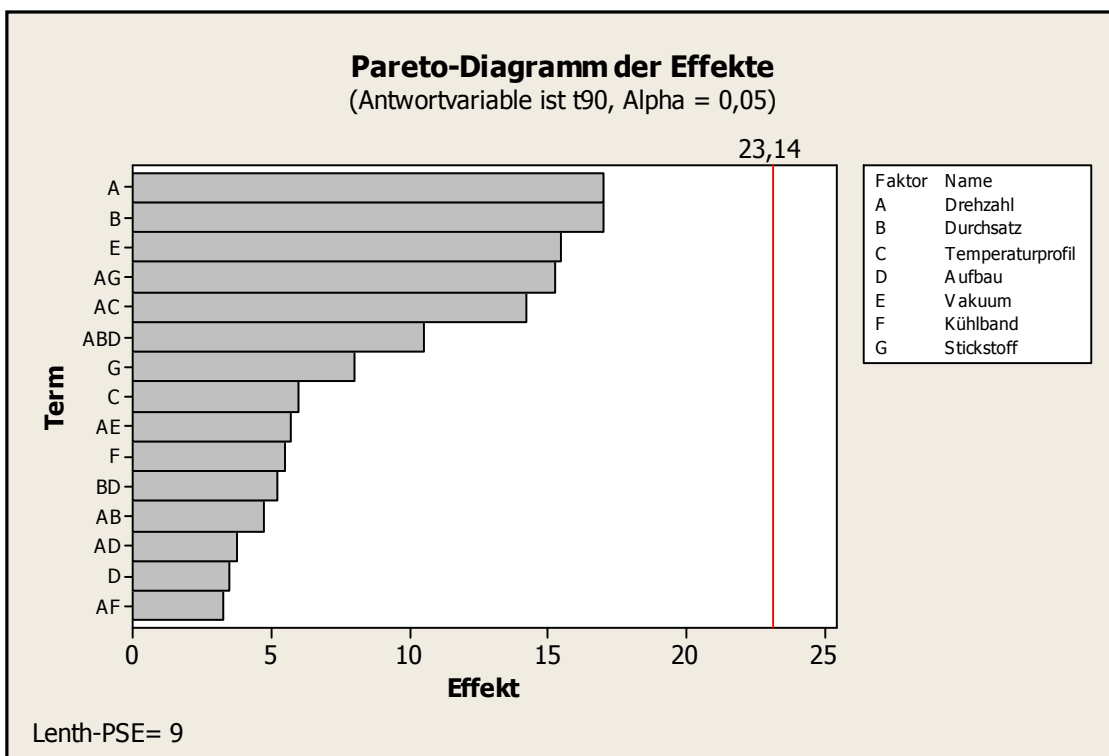
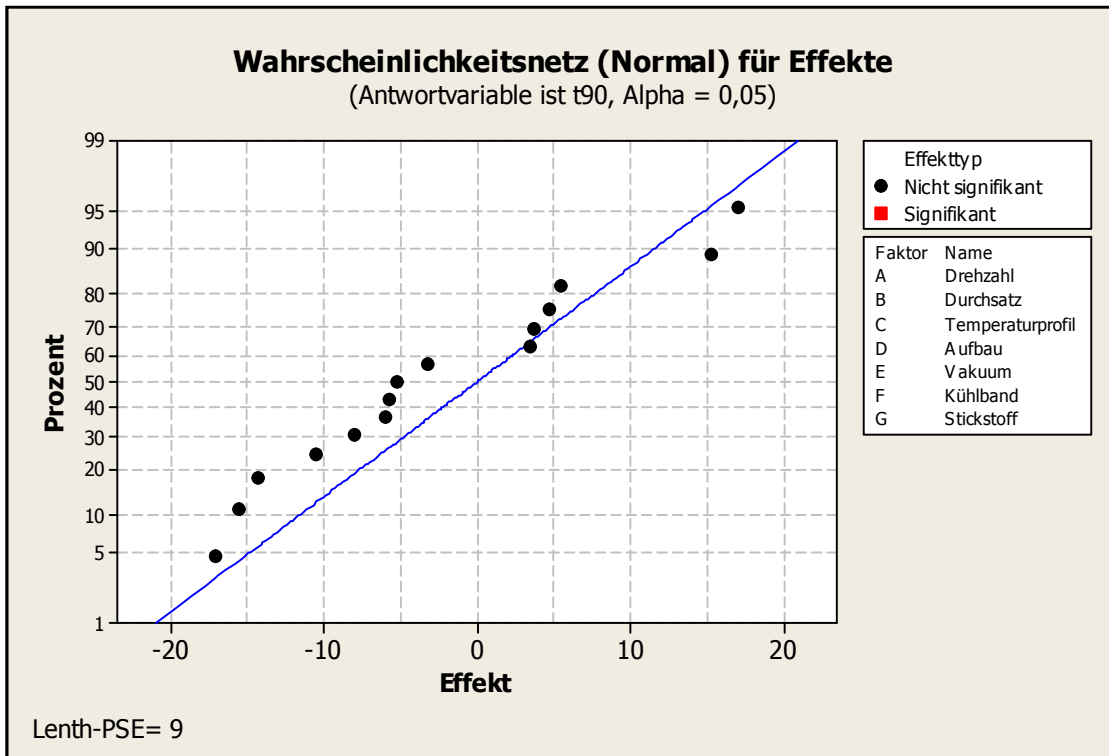




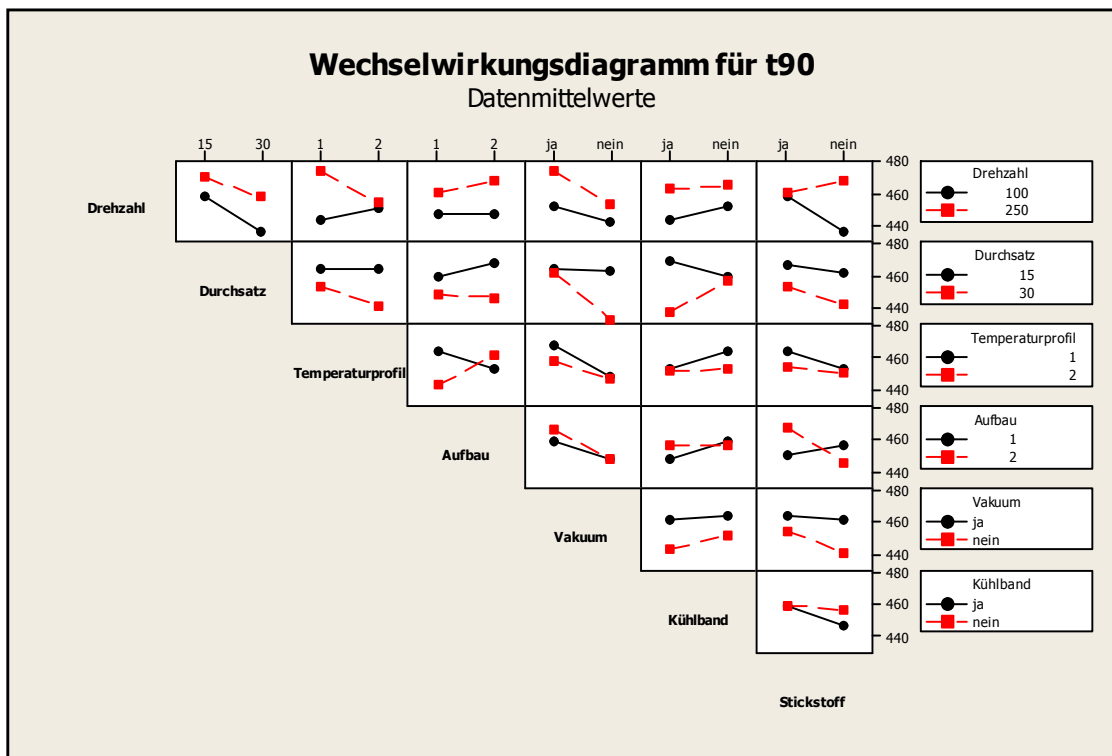
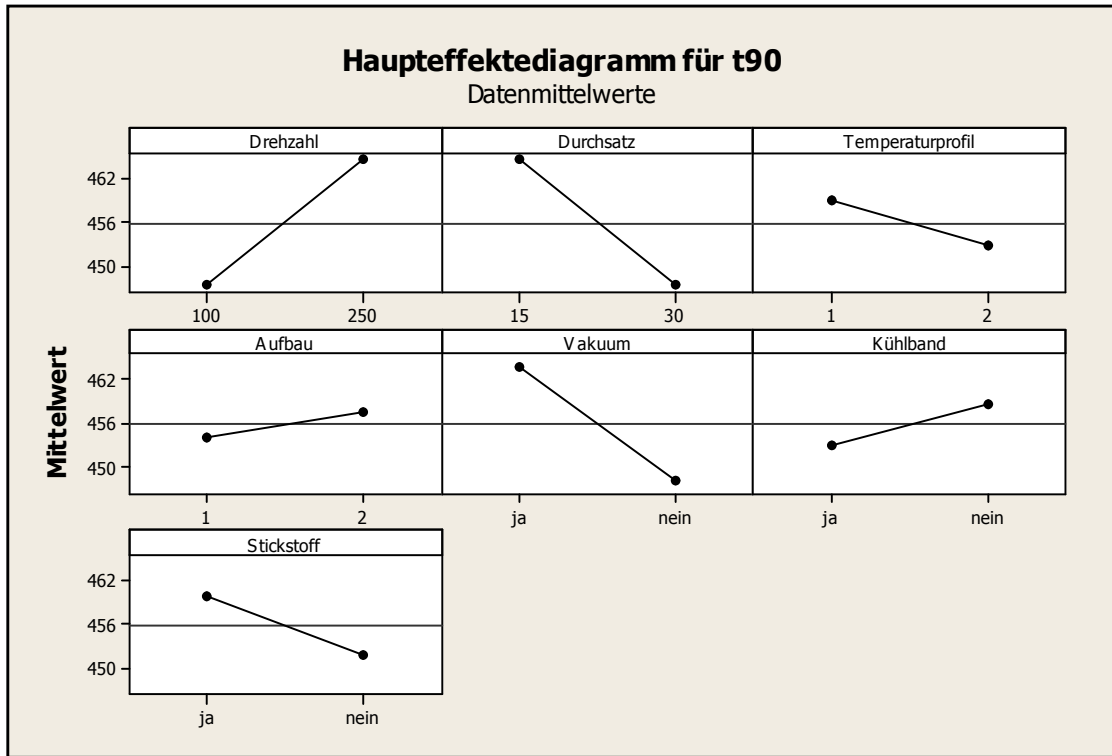


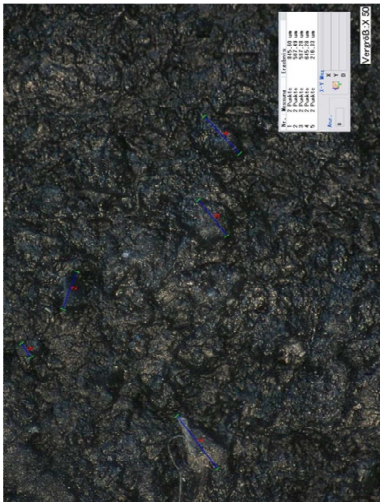




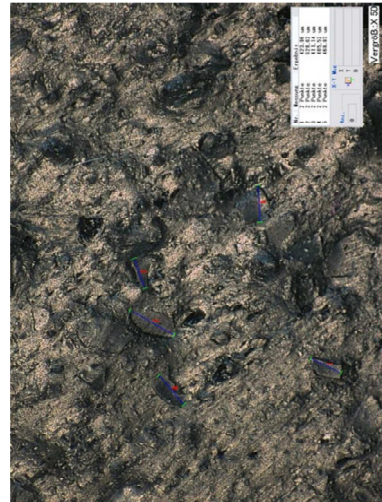




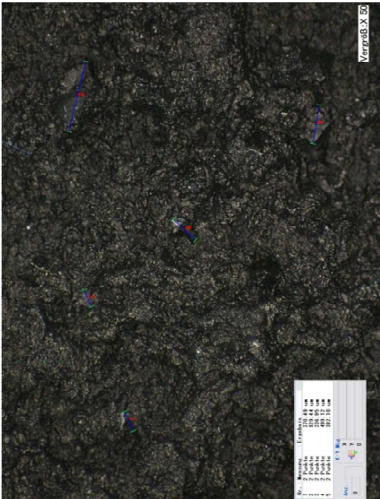




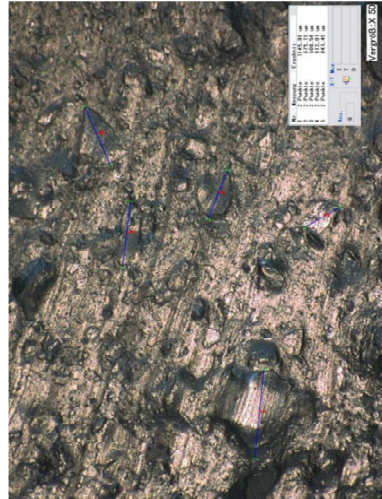
Einstellung 2



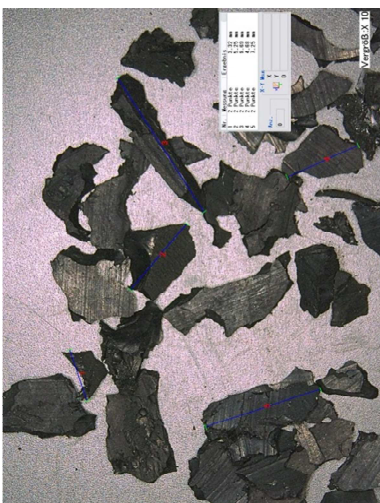
Einstellung 5



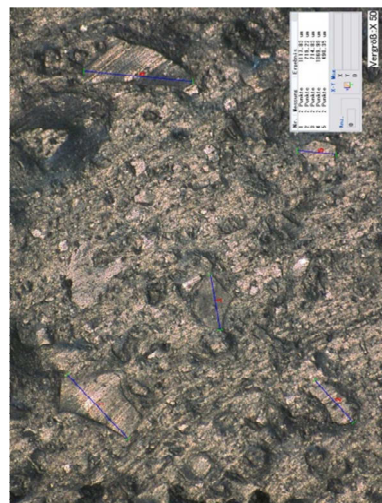
Einstellung 1



Einstellung 4



Rohmaterial

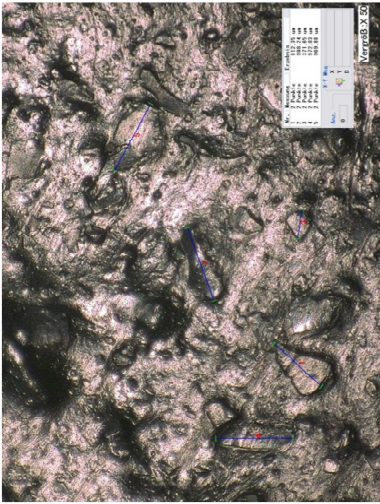


Einstellung 3

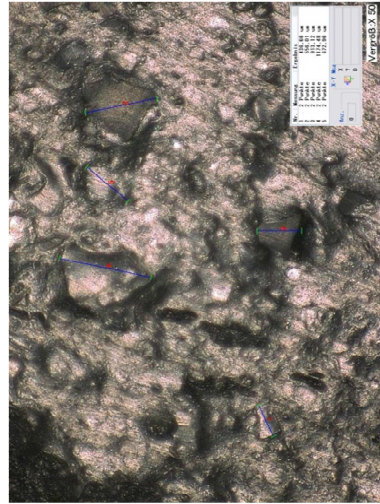
Diese Informationen sind Eigentum der Fa. ENTEX Rust Mitschke GmbH. Nutzung der Unterlagen, z.B. zum Einreichen von Schutzrechten oder Patenten, nur mit ausdrücklicher Genehmigung durch die Fa. ENTEX.

Schutzvermerk nach DIN 34.

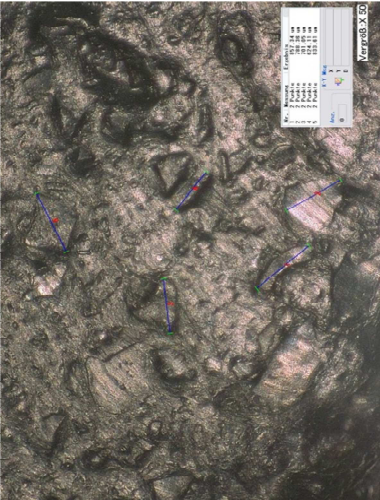




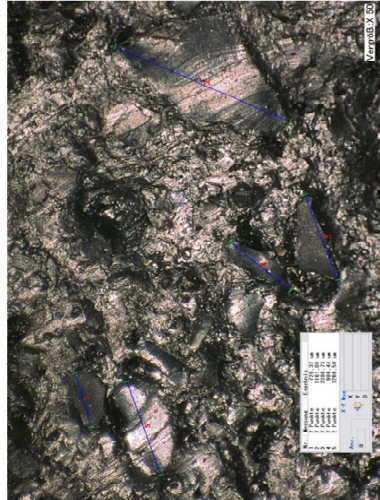
Einstellung 8



Einstellung 11



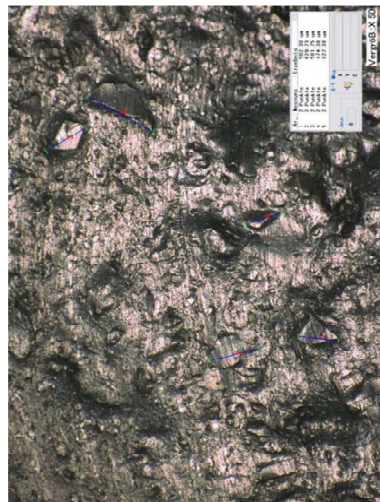
Einstellung 7



Einstellung 10



Einstellung 6

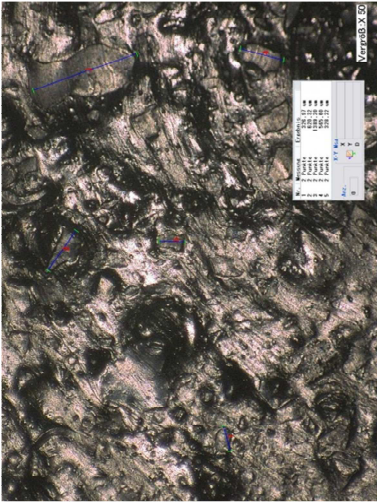


Einstellung 9

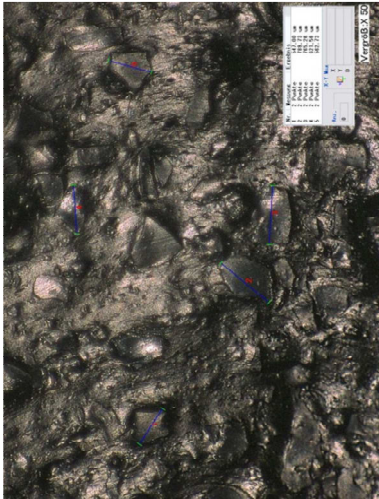
Diese Informationen sind Eigentum der Fa. ENTEX Rust Mitschke GmbH. Nutzung der Unterlagen, z.B. zum Einreichen von Schutzrechten oder Patenten, nur mit ausdrücklicher Genehmigung durch die Fa. ENTEX.

Schutzvermerk nach DIN 34.

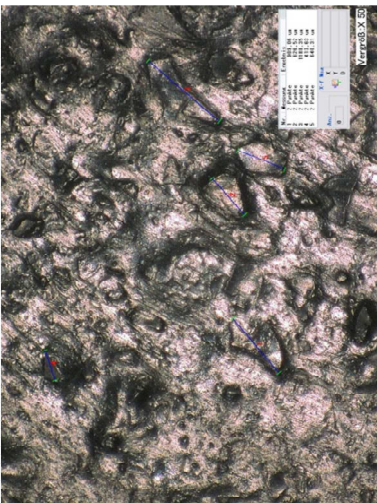




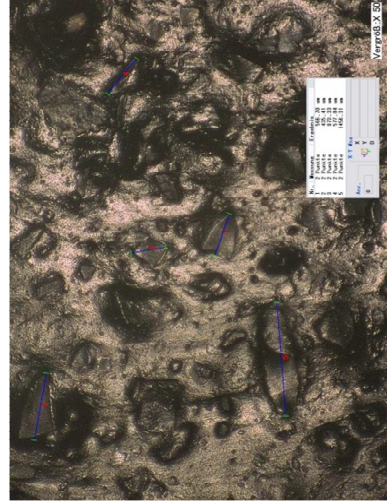
Einstellung 14



Einstellung 13



Einstellung 12



Einstellung 16




Einstellung 15

Diese Informationen sind Eigentum der Fa. ENTEX Rust Mitschke GmbH. Nutzung der Unterlagen, z.B. zum Einreichen von Schutzrechten oder Patenten, nur mit ausdrücklicher Genehmigung durch die Fa. ENTEX.

Schutzvermerk nach DIN 34.

# Versuchsprotokoll

TP-WE 70/1600 M4

Firma: <b>ENTEX</b>		Kommissionsnummer: <b>ohne</b>							
Ort: TK - Bochum									
Name: M. Gerdon									
Datum: 2013-01-04+07									
Einstellung	Ref.	1	2	3	4	5	6	Bemerkung	
Datum:		04.01.	04.01.	04.01.	04.01.	07.01.	07.01.		
Uhrzeit		13:05	13:35	14:35	15:40	13:30	14:40		
Versuchsaufbau		1	1	1	2	1	1		
<b>Extruder</b>									
Leistung (P-max = 46 KW)	KW	18,6	19,5	19,3	19,5	18	20	21	<b>Einstellung 1</b> Nachstellen der Versuche aus der Masterthesis vom 2012-04-17 Die Temperaturen sind deutlich höher als bei den Versuchen zur Masterthesis
Drehmoment min	Nm	148	154	142	142	134	148	69	
Drehmoment motor-max = 170 Nm	Nm	152	156	146	144	135	150	70	
Drehzahl (n-max = 250min-1)	min-1	100	100	110	110	110	110	250	
<b>dosing units</b>									
Reifenmehl	kg/h	30	30	30	30	30	30	30	Der Drehmoment auch.
<b>temperating system</b>									
Temp. Kühlwasser	°C	14	14	16	16	16	17	17	<b>Einstellung 2</b> Einstellen der optimalen Verfahrensparameter (Drehzahl und Temperaturprofil)
Temp. Füllteil	°C	105	105	105	105	105	105	105	
Eingestellte Temperatur ZSP	°C	190	190	170	190	210	190	190	
Temp. Zentralspindel Vorlauf	°C	191	189	176	192	210	192	191	
Temp. Zentralspindel Rücklauf	°C	182	176	161	175	190	175	176	<b>Einstellung 3</b> Tauschen des Vorlaufes gegen den Rücklauf an der ZSP siehe Aufbau 2 kein Unterschied in der Temperatur
Volumenstrom Zentralspindel	m³/min	0,001	0,001	0,001	0,002	0,002	0,001	0,001	
Wärmeenergie Zentralspindel	kW	0,3	0,4	0,5	1,1	1,3	0,5	0,5	
Eingestellte Temperatur WZ-1	°C	160	160	160	160	190	160	160	
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-1 Vorlauf	°C	160	161	161	159	186	159	161	<b>Einstellung 4</b> Durch eine Temperaturerhöhung bleiben die Materialtemp. konst. aber das Drehmoment ändert sich
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-1 Rücklauf	°C	160	161	161	161	186			
Volumenstrom WZ-1	m³/min	0,053	0,053	0,053	0,053	0,053			
Wärmeenergie WZ-1	kW	0,0	0,0	0,0	-3,3	0,0	0,0	0,0	
Eingestellte Temperatur WZ-2	°C	200	200	200	200	200	200	200	<b>Einstellung 5</b> reproduzieren von Einstellung 3
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-2 Vorlauf	°C	202	205	206	206	201	201	205	
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-2 Rücklauf	°C	201	204	205	205	200	200	204	
Volumenstrom WZ-2	m³/min	0,029	0,085	0,085	0,085	0,085	0,085	0,085	
Wärmeenergie WZ-2	kW	0,9	2,7	2,7	2,7	2,7	2,7	2,7	<b>Einstellung 6</b> Da die Mooney-Viskosität bei allen Proben nicht reproduzierbar war (deutlich zu hoch) wird eine weitere Einstellung mit hohen Drehzahlen gefahren.
Eingestellte Temperatur WZ-3	°C	200	200	200	200	200	200	200	
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-3 Vorlauf	°C	201	200	200	200	200	201	201	
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-3 Rücklauf	°C	201	201	200	200	200	200	200	
Volumenstrom WZ-3	m³/min	0,033	0,035	0,035	0,035	0,035	0,035	0,035	<b>Einstellung 6</b> Da die Mooney-Viskosität bei allen Proben nicht reproduzierbar war (deutlich zu hoch) wird eine weitere Einstellung mit hohen Drehzahlen gefahren.
Wärmeenergie WZ-3	kW	0,0	-1,1	0,0	0,0	0,0	1,1	1,1	
Eingestellte Temperatur WZ-4	°C	100	100	100	100	100	100	100	
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-4 Vorlauf	°C	99,2	102,5	102,1	102,5	102,5	102,3	102,6	
Temp. Heiz-/Kühlkreislauf WZ-4 Rücklauf	°C	100,1	103,1	102,8	103,1	103,1	103	103,3	<b>Einstellung 6</b> Da die Mooney-Viskosität bei allen Proben nicht reproduzierbar war (deutlich zu hoch) wird eine weitere Einstellung mit hohen Drehzahlen gefahren.
Volumenstrom WZ-4	m³/min	0,052	0,055	0,054	0,054	0,054	0,054	0,054	
Wärmeenergie WZ-4	kW	-2,5	-1,7	-2,0	-1,7	-1,7	-2,0	-2,0	
Wärmeenergie gesamt	kW	-1,3	0,2	1,2	-1,2	2,2	2,3	2,3	
Düsentemp.	°C	180	180	180	180	180	180	180	Einstellung mit hohen Drehzahlen gefahren.
Düsendurchmesser (ohne Einsatz)	mm	32	32	32	32	32	32	32	
Mooney-Viskosität ML(1+4)100°C		37	73,45	71,8	66,95	69	69	45	
p1 Schmelzedruck WZ-1 & WZ-2	bar	1,3	4	5	5	5	6	7	
p2 Schmelzedruck WZ-2 & WZ-3	bar	0,05	7	7	9	9	10,0	10	
p3 Schmelzedruck WZ-3 & WZ-4	bar	0,6	5	6	3	3	3,0	2	
p4 Schmelzedruck an der Düse	bar	2,2	2	2	2	2,4	2,5	1,5	
Tm1 Schmelzetemp. WZ-1 & WZ-2	°C	253,8	280	281	281	284	280	290	
Tm2 Schmelzetemp. WZ-2 & WZ-3	°C	284,2	269	270	271	268	271	280	
Tm3 Schmelzetemp. WZ-3 & WZ-4	°C	206,3	-	-	-	-	-	-	
Tm4 Schmelzetemp. Auslass (manuel)	°C	175	171	170	170	174	175	179	
Vacuum am Side-Feeder in WZ-4	mbar	ohne	50	50	50	50	50	50	
Pspez.	KWh/kg	0,62	0,65	0,6433	0,65	0,6	0,6667	0,7	
Massedurchsatz	kg/h	30	30	30	30	30	30	30	

