

**Prozessüberwachung und -optimierung in der Elastomerverarbeitung auf
der Basis statistischer Versuchsmethodik und mathematischer
Prozessmodelle**

*Process Control and Optimization in the Elastomer Processing based on
Statistical Design of Experiments and Mathematical Process Models*

**Von Fakultät für Maschinenwesen der
Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen**

**zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktors der Ingenieurwissenschaften
genehmigte Dissertation**

**vorgelegt von
Diplom-Ingenieur Peter Jaroslaw Ryzko
aus Kattowitz/Polen**

**Berichter: Univ.-Prof. Dr.-Ing. E. Haberstroh
Univ.-Prof. Dr.-Ing. A. Limper**

Tag der mündlichen Prüfung: 13. November 2001

Diese Dissertation ist auf den Internetseiten der Hochschulbibliothek online verfügbar.

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Kunststoffverarbeitung (IKV) an der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule (RWTH) Aachen in Jahren 1996-2001.

Herrn Prof.-Dr. Edmund Haberstroh, dem Inhaber des Lehr- und Forschungsgebiets Kautschuktechnologie, danke ich für seine wertvollen Anregungen, Hinweise und die zahlreichen Diskussionen sowie für die Betreuung und die kritische Durchsicht dieser Arbeit. Weiterhin möchte ich mich für die Übernahme des Referats bedanken

Herrn Prof. Dr.-Ing. Dr.-Ing. E.h. Walter Michaeli, dem Leiter des Institutes, gilt mein besonderer Dank für die stete Unterstützung und den mir gewährten großen Freiraum bei der Durchführung dieser Arbeit.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Andreas Limper, dem Inhaber des Fachgebiets Kunststoff- und Elastomerverarbeitung am Institut für Kunststofftechnik an der Universität Paderborn, danke ich für seine fachlichen Hinweise und Anregungen, für die Übernahme des Korreferats sowie die Durchsicht dieser Arbeit.

Für fachliche Unterstützung und Diskussionen danke ich den Mitgliedern der Fachbeiratsgruppe Kautschuktechnologie sowie den Kollegen aus dem Arbeitskreis „Vernetzende Formmassen“. Ein großer Teil der hier vorliegenden Untersuchungen wurde maßgeblich gefördert und finanziell unterstützt von der Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen e.V. (AiF) und dem Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie (BMWi) über die Deutsche Kautschuk Gesellschaft e.V. (DKG) (AiF/DKG Nr. 10815 N, AiF/DKG 11778 N). Die Firmen Bayer, ContiTech, CR-Elastomere, Freudenberg, Hutchinson, Meteor Gummiwerke, Semperit, Thyssen Krupp Elastomertechnik, WOCO und Vredestein stellten Versuchsanlagen und -materialien zur Verfügung und ermöglichten die Durchführung von Versuchen im Labor und auf Produktionsanlagen. Dem BMWi, der AiF, der DKG und den Firmen sei an dieser Stelle Dank.

Mein Dank gilt weiterhin allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des IKV, die durch das freundschaftliche und kooperative Arbeitsklima am erfolgreichen Abschluss dieser Arbeit beteiligt waren. Allen Studien- und Diplomarbeitern sowie allen studentischen Hilfskräften meiner Arbeitsgruppe danke ich herzlich für ihren persönlichen Einsatz und die freundschaftliche Zusammenarbeit. Insbesondere möchte ich mich bei Frank Fuchs, Christoph Lettowsky, Christian Linhart, Tim Pohl und Michael Wollenhaupt, die durch ihre Eigeninitiative und Kreativität sowie ihren unermüdlichen Einsatz für die Arbeitsgruppe zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben, bedanken.

Zahlreiche Anregungen für diese Arbeit entstanden außerdem in so mancher fachlichen Diskussion mit meinen Kollegen Jochen Hauck, Robert Heinz, Arndt Kremers, Oliver Schnerr-Häselbarth, Martin Schmeitz und Hendrik Wehr. Für die kritische Durchsicht meiner Arbeit danke ich insbesondere Jochen Hauck. Zudem danke ich meinen langjährigen Kollegen Dirk Kropp und Uwe Meiertoberens, die einen großen Anteil an meinem Werdegang hatten.

Ein besonderer Dank gebührt jedoch meiner Frau Karina, die mich stets unterstützt und zum Gelingen dieser Arbeit durch ihre große Toleranz und Geduld und tatkräftige Hilfe beigetragen hat.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Zielsetzung	1
1.1	Einleitung	1
1.2	Zielsetzung	6
2	Stand der Technik	8
2.1	Herstellungskette in der Kautschukverarbeitung	8
2.1.1	Mischungsherstellung in einem Innenmischer	8
2.1.1.1	Mischvorgang	10
2.1.1.1.1	Mastikation	12
2.1.1.1.2	Füllstofffeinarbeitung (-inkorporation)	12
2.1.1.1.3	Weichmachereinarbeitung	12
2.1.1.1.4	Fertigmischen	13
2.1.2	Weiterverarbeitung und Konfektionierung	13
2.1.3	Formgebung und Vulkanisation	14
2.2	Qualitätssicherung der Kunststoff- und der Kautschukverarbeitung	14
2.3	Grundlagen der statistischen Prozess- und Produktkontrolle	16
2.4	Online-Prozessüberwachung	17
2.4.1	Mischungsaufbereitung	17
2.4.2	Spritzgießen	18
2.5	Online-Qualitätsüberwachung	19
2.5.1	Online-Qualitätsüberwachung bei der Elastomerverarbeitung	21
2.5.1.1	Mischungsaufbereitung	21
2.5.1.2	Spritzgießen	23
2.5.2	Prozessübergreifende Qualitätssicherungskonzepte in der Elastomerverarbeitung.	25
2.6	Fazit	27
3	Lösungsweg	28
4	Qualitätssicherung mittels Statistischer Versuchsmethodik - Grundlagen	32
4.1	Ablauf der Statistischen Versuchsmethodik	36
4.1.1	Phase I: Faktorenauswahl - Screening Experiment	40
4.1.2	Phase II: Experimentelle Optimumsuche	41
4.1.3	Untersuchung im Optimalgebiet	41
4.2	Statistische Auswertemethoden und statistische Modellbildung	42
4.2.1	Effektanalyse	43
4.2.2	Varianzanalyse	43
4.2.3	Überprüfung der quadratischen Beziehungen im Versuchsraum	44
4.2.4	Korrelationsanalyse	47
4.2.5	Regressionsanalyse - Modellbildung	48
4.2.6	Kenngroßenbildung	52
4.2.6.1	Mischprozess	52
4.2.6.2	Spritzgießprozess	54
5	Auswahl von prozess- und bauteilrelevanten Mischungscharakterisierungsmethoden ...	56

5.1	Mischungscharakterisierung	56
5.1.1	Stand der Technik bei der Mischungsprüfung	57
5.1.2	Mischungsprüfmethoden.....	59
5.1.2.1	Mooney-Viskosimeter.....	60
5.1.2.2	Vulkameter.....	62
5.1.2.3	Rheovulkameter	64
5.1.2.4	Rußdispersionsmessung	68
5.1.2.5	Hochdruckkapillarviskosimeter	72
5.2	Konzept zur Auswahl von verarbeitungsrelevanten Mischungseigenschaften.....	75
5.2.1	Mathematische Modellierung des Mischprozesses.....	78
5.2.2	Versuche mit einer Reifenmischung – Zusammenhänge zwischen der Mischungsherstellung und den Mischungscharakterisierungsmethoden.....	79
5.2.2.1	Regressionsanalytische Untersuchungen	81
5.2.2.1.1	Modelle für Mooney-Viskosität.....	81
5.2.2.1.2	Modelle für Zugfestigkeit	82
5.2.2.1.3	Modelle für die Dauerfestigkeit	83
5.2.2.2	Zusammenfassung der Ergebnisse für die NR-SBR-BR-Reifenmischung.....	85
5.2.3	Versuche mit einer SBR-Standardspritzgießmischung – Ermittlung der verarbeitungs- und bauteilrelevanten Mischungsprüfmethoden.....	87
5.2.3.1	Versuchseinstellungen bei der Aufbereitung und Verarbeitung der SBR- Standardspritzgießmischung	88
5.2.3.2	Erster Analyseschritt – Zusammenhänge zwischen der Mischungsherstellung und den Mischungseigenschaften.....	90
5.2.3.2.1	Korrelationen zwischen den Kenngrößen und den Mischungseigenschaften und.....	91
5.2.3.2.2	Regressionsmodelle	97
	Mooney-Viskosität.....	97
	Rubber Process Analyzer (RPA)-Untersuchungen	100
5.2.3.3	Zusammenfassung der Ergebnisse aus Kapitel 5.2.3.....	104
5.2.4	Zweiter Analyseschritt – Auswahl der spritzgießprozessrelevanten Mischungseigenschaften	105
5.2.5	Dritter Analyseschritt – Auswahl der produktrelevanten Mischungseigenschaften	108
5.3	Zusammenfassung des Kapitels 5.....	111
6	Betriebspunktoptimierung bei der Aufbereitung und Weiterverarbeitung	113
6.1	Optimierung der Mooney-Viskosität einer Kautschukmischung mit Hilfe statistischer Optimierungsverfahren	115
6.1.1	Versuchsaufbau und Datenbasis für die Mooney-Viskositäts-optimierung	116
6.1.2	Einfaktormethode.....	117
6.1.2.1	Theorie	117
6.1.2.2	Optimierungsergebnisse.....	118
6.1.3	Methode des Steilsten Anstieges	121
6.1.3.1	Theorie	121
6.1.3.2	Optimierungsergebnisse.....	123
6.1.4	Simplex-Methode.....	127
6.1.4.1	Theorie	127
6.1.4.2	Optimierungsergebnisse.....	130

6.1.5	Zusammenfassung der Optimierungsergebnisse.....	132
6.2	Optimierungsmethoden für mehrkriterielle Optimierung am Beispiel der Herstellungskette einer Gummi-Metall-Feder	133
6.2.1	Datenbasis	133
6.2.2	Versuchsauswertung	137
6.2.2.1	Angewendete Bauteilprüfmethode.....	137
6.2.2.2	Auswahl des Optimalpunktes für mehrere Zielgrößen mit Hilfe der grafischen Auswerteverfahren	138
6.2.2.3	Optimalpunktermittlung.....	139
6.3	Zusammenfassung der Ergebnisse	143
7	Mathematische Modellierung unterschiedlicher Mischungseigenschaften um einen stabilen Mischprozessarbeitspunkt.....	145
7.1	Datenbasis für die Modellierung der Mischungseigenschaften	145
7.2	Angewendete Mischungsrezepturen und Versuchseinstellungen.....	146
7.3	Modellierung des Mischprozesses auf der Datenbasis aus statistischer Versuchsmethodik.....	146
7.3.1	Regressionsmodelle	147
7.3.1.1	SBR-Mischung.....	147
7.3.1.2	SSBR-Silicamischung.....	149
7.3.2	Modelle auf Basis Neuronaler Netzwerke	155
7.3.2.1	Neuronale Netzwerke – Grundlagen.....	155
7.3.2.1.1	Aufbau.....	155
7.3.2.1.2	Funktionsweise	156
7.3.2.2	Einsatz Neuronaler Netzwerke für die Modellierung der SSBR-Silicamischung	158
7.4	Modellierung des Mischprozesses auf der Basis natürlicher Streuung aus der laufenden Produktion	160
7.4.1	Versuchsablauf und Mischungszusammensetzung.....	160
7.4.2	Regressionsmodelle	161
7.4.3	Modelle auf Basis Neuronaler Netzwerke	163
7.4.3.1	Ergebnisse der Variation der Netzwerkstruktur.....	165
7.5	Online-Berechnung der Mischungseigenschaften	169
7.6	Zusammenfassung der Vorhersageergebnisse aus Kapitel 7	172
8	Zusammenfassung und Summary	173
9	Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen und Zeichen	178
10	Literaturverzeichnis	181
11	Anhang: Kenngrößenverzeichnis.....	199
11.1	Systematische Bezeichnung von Prozesskenngrößen im Mischprozess	199
11.2	Systematische Bezeichnung von Prozesskenngrößen im Spritzgießprozess	200

1 Einleitung und Zielsetzung

1.1 Einleitung

Viele Unternehmen in der deutschen Kautschukindustrie befinden sich zur Zeit in der Phase der Neuorientierung. Die Qualitätssicherung und das Qualitätsmanagement gewinnen in diesem Wandel zunehmend an Bedeutung. Die Gründe hierfür liegen einerseits in den steigenden Anforderungen der Kunden und der Käufer. Andererseits werden die Elastomerbauteile und komplexe Gesamtsysteme technisch immer anspruchsvoller. Dazu kommt ein sehr harter Preiswettbewerb insbesondere im Automobilzulieferersektor durch den die Unternehmen in erheblichen Kostendruck geraten. Die Bedeutung des magischen Dreiecks ZEIT–KOSTEN–QUALITÄT wird in diesem Industriezweig besonders deutlich.

Insbesondere im europäischen Kultur- und Konsumentenkreis ist die Produktqualität das wichtigste Kaufargument (48%) und liegt deutlich vor dem Preis des Produktes (30 %) [Baru96]. Es ist ebenfalls bewiesen [Pfei96], dass bei einer Unzufriedenheit über die Qualität des erworbenen Produktes, die Abnehmer zu anderen Anbietern wechseln. Dies führt gezwungenermaßen auf lange Sicht zu geringeren Marktanteilen und Gewinneinbussen bei dem Hersteller.

Diese Qualitätsproblematik ist bei den Kautschukverarbeitern von besonderer Bedeutung, weil sie, anders als die Thermoplastverarbeiter, einen zusätzlichen Verfahrensschritt – die Rohstoffherstellung (Mischungsherstellung) überwiegend im eigenen Hause realisieren müssen. Dieser Schritt, der meistens in einem diskontinuierlich arbeitenden Mischer geschieht, hat einen entscheidenden Einfluss auf die endgültige Bauteilqualität. Diese Diskontinuität des Mischprozesses resultiert oft in chargenbezogenen Eigenschaftsunterschieden der hergestellten Mischungen. Diese Unterschiede werden durch die Weiterverarbeitungsschritte bis zum Fertigprodukt mitgezogen und/oder teilweise sogar verstärkt. Hier wird es deutlich, dass die Qualität ab dem ersten Herstellungsschritt erzeugt wird und nur eine Betrachtung aller Produktionsschritte und deren Berücksichtigung in einem umfassenden Vorteile im harten Wettbewerb bringen kann. Unabhängig davon, ob die gesamte Prozesskette oder einzelne Prozessschritte betrachtet werden, hängt die Endproduktqualität von der Qualität der jeweiligen

Zwischenprodukte ab. Für die Herstellung von Elastomerformteilen heißt dies, dass sämtliche Schritte der Prozesskette, von der Mischungsherstellung (inklusive Walzen oder Strainern) über Zwischenschritte (wie z.B. Streifen- oder Plattenherstellung), bis hin zur Spritzgieß- oder Extrusionsverarbeitung, bei einem durchgängigen Qualitätssicherungskonzept berücksichtigt werden müssen (Bild 1-1). Dabei sollen die anfallenden Informationen aus dem Prozessdaten sowie die Eigenschaften der jeweiligen Produkte (wie Mischung, Halbzeug oder Fertigteil) in einem QS-Konzept sinnvoll kombiniert und genutzt werden.

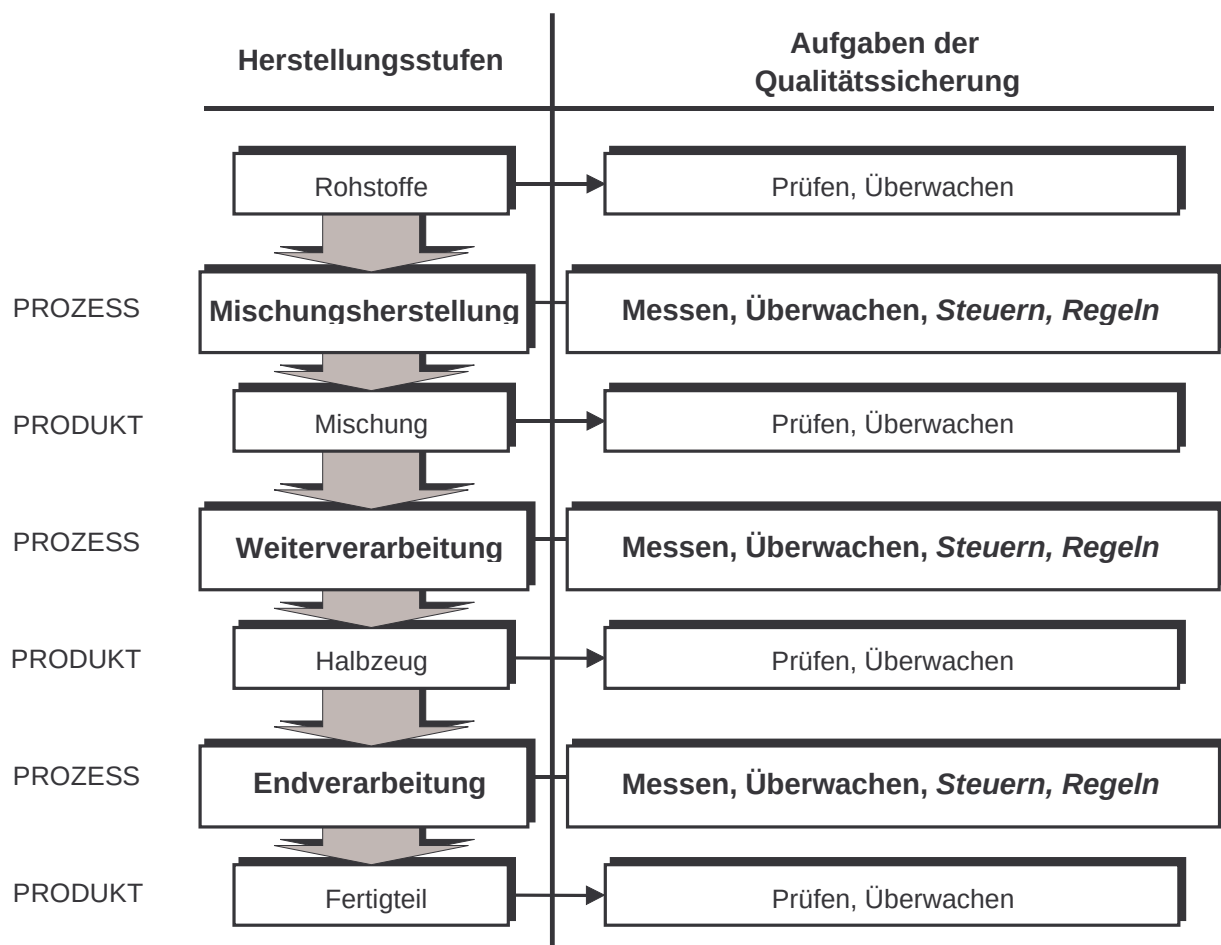


Bild 1-1: Herstellungskette und Aufgaben der Qualitätssicherung in der Kautschukverarbeitung

Fig. 1-1: Production chain and functions of the quality assurance in the rubber processing

Hier wird deutlich, welche Aufgaben und Anforderungen bei diesem Konzept zu erfüllen sind. Wenn bei den PRODUKTEN die Eigenschaften geprüft und deren Lage im Vergleich mit den geforderten Spezifikationen überwacht werden, sind während eines PROZESSES dessen Prozessparameter, -einstellungen zu messen, zu überwachen. Wenn die Kenntnisse über die Prozesse ausreichend sind, ist optional (*kursiv in Bild 1-2*) eine Steuerung oder Regelung in diesem Konzept vorstellbar. Jeder dieser einzelnen Prozessschritte beeinflusst die Bauteilqualität in erheblichem Maße und erfordert daher die Untersuchung der Zusammenhänge zwischen den Prozessparametern der jeweiligen Herstellungsschritte und den Produkteigenschaften.

Ein weiteres Problem in der kautschukverarbeitenden Industrie stellt eine zuverlässige Beschreibung der Qualität von Zwischenprodukten, wie z.B. einer Kautschukmischung dar. Es ist bisher nicht ohne weiteres möglich, aus der Fülle der existierenden Prüfmethoden diejenigen auszuwählen, die in einem Zusammenhang mit dem nachfolgenden Verarbeitungsprozess oder mit den Fertigteileigenschaften stehen. Dieser Zusammenhang wird hier vereinfachend für 4 Stufen des QS-Konzeptes: Mischprozess-Mischung-Weiterverarbeitung-Produkt ist in Bild 1-2 dargestellt.

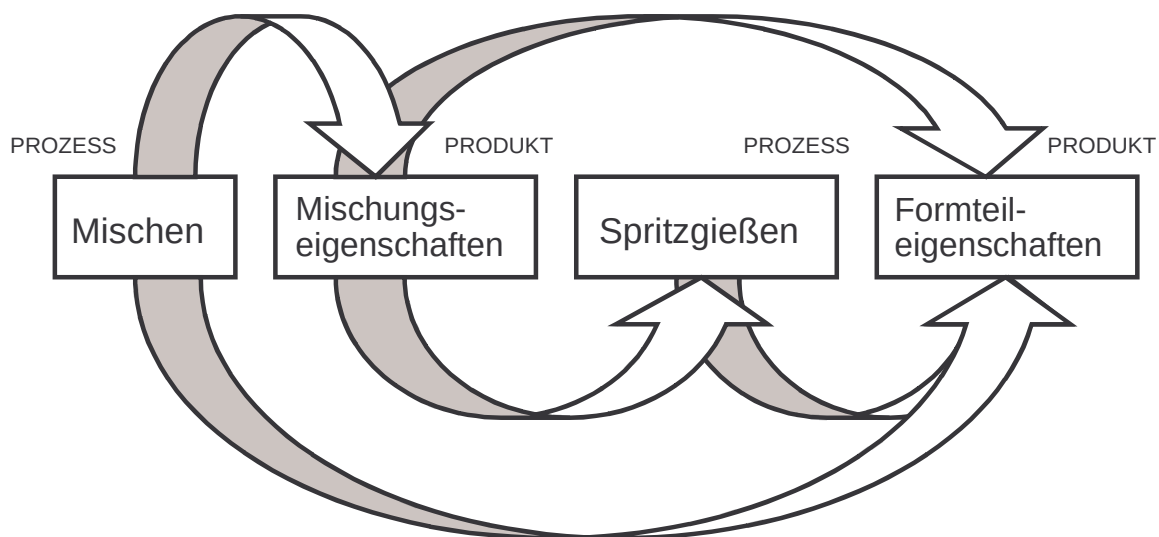


Bild 1-2: Zusammenhang: Mischprozess-Mischung-Weiterverarbeitung-Produkt

Fig. 1-2: Influences: mixing process – rubber compound - further processing - product

Ein weiterer allgemeiner Punkt, der nicht nur die Kautschuktechnologie betrifft, ist auch die stärkere Betrachtung der Prozessqualität und die entsprechende Gestaltung der Unternehmensorganisation nach den Vorschlägen der DIN EN ISO 9000ff. die immer noch nicht ausreichend ist, wie Bild 1-3 zeigt. Vielmehr muss bei allen beteiligten Personen(-gruppen) der Wertschöpfungskette, also Lieferanten, Verarbeitern, Mitarbeitern und Kunden, ein Qualitätsbewusstsein und ein kooperatives Verhältnis entstehen. Dies zu erreichen, ist Ziel des Total Quality Managements. Im Unterschied zum reinen Qualitätsmanagement (kurz QM), wo Aufbau- und Ablauforganisation, Verantwortlichkeiten und Verfahren zu Erreichung der Qualitätsziele geregelt werden, ist TQM eine umfassende Strategie für langfristige Unternehmenserfolge.

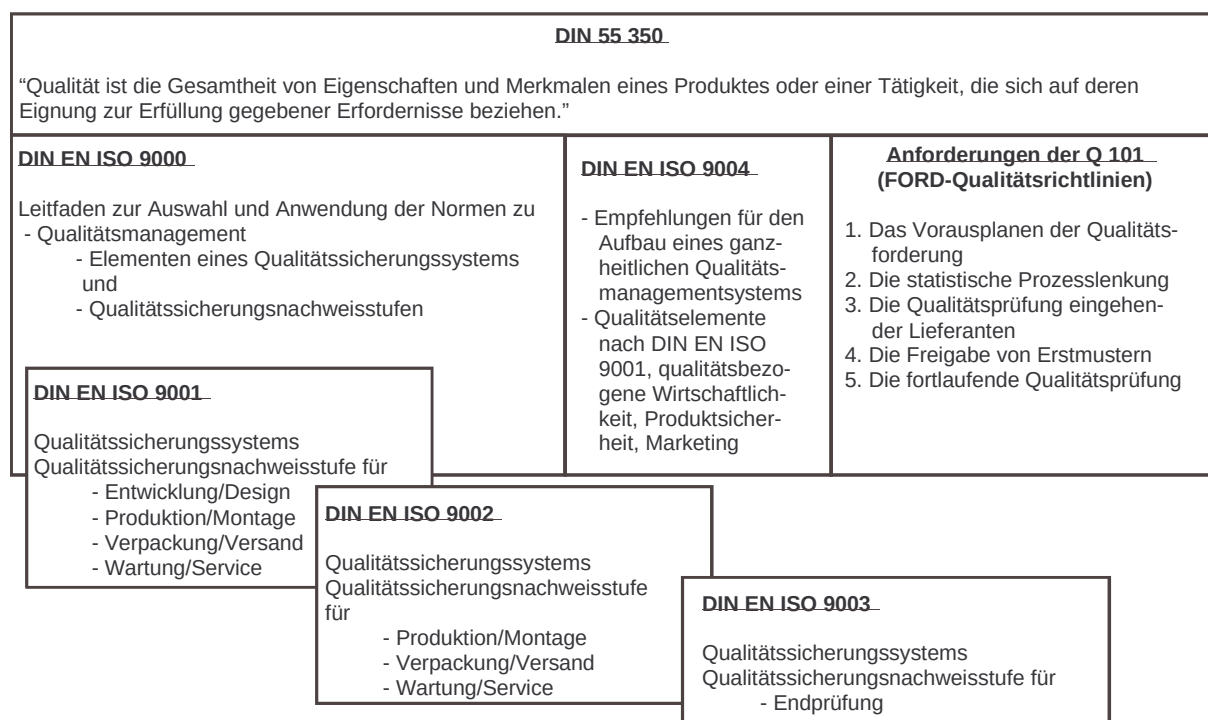


Bild 1-3: Qualitätsmanagementsysteme und Normung – eine Übersicht

Fig. 1-3: Quality Management systems and standardization - an outline.

Insbesondere unter Berücksichtigung immer kürzerer Entwicklungszyklen und gestraffter Kostenpläne bringen hier die effektiven und effizienten Methoden der Prozessanalyse und der Versuchsmethodik besondere Vorteile. Weiterhin wird in den ISO 9000 "Normen zum Qua-

litätsmanagement und zur Qualitätssicherung /QM-Darlegung“ die Anwendung der statistischen Versuchsmethodik empfohlen, um zu ermitteln, welche der untersuchten und/oder überwachten Prozesseinstellungen und Prozessparameter einen wesentlichen Einfluss auf den Prozess oder das Produkt haben. Ein weiterer wichtiger Punkt ist die Quantifizierung dieses Einflusses. Nach Aussage von K. Bhote ist die mit Vernunft angewendete Statistische Versuchsmethodik „Key to the magic kingdom of quality“ [Bhot91].

Die bislang in der industriellen Praxis eingesetzten Konzepte zur Prozessführung und -optimierung in der Kautschukindustrie beruhen hauptsächlich auf der Nutzung von Erfahrungswissen. Durch die Verschärfung des nationalen sowie des internationalen Wettbewerbs wird den Qualitätssicherungstechniken jedoch ein wachsender Stellenwert eingeräumt. An dieser Stelle müssen präventive Methoden der Qualitätslenkung und -sicherung eingesetzt werden, die die Möglichkeit geben, die Prozesse zuverlässig beschreiben, überwachen und optimieren zu können. Einer Optimierung mit dem Ziel, die entsprechenden Produkteigenschaften zu erreichen und Herstellungsprozesse robuster gegen Schwankungen zu gestalten, kommt eine große Bedeutung zu. Die Optimierungsmethoden die hier zur Verfügung stehen, werden bereits zuverlässig in anderen Bereichen, wie z.B. dem Thermoplastspritzgießen [Vacu96] oder auch in der chemischen Verfahrenstechnik [Abel00] erfolgreich eingesetzt.

1.2 Zielsetzung

Das Ziel der Qualitätssicherung bei der Herstellung von Elastomerprodukten ist die „Sicherstellung“ der entsprechenden Qualität des Endproduktes. Unter dem Begriff „Qualität“ werden hier diejenigen Merkmale des Produktes verstanden, die die volle Produktfunktionalität nach den Kundenanforderungen charakterisieren. Nach dem Grad der Erfüllung dieser Anforderungen (wie viele und in welchem Maße) werden die Hersteller durch den Kunden beurteilt und ausgewählt. Die Frage, mit welchen Maßnahmen und Werkzeugen diese Ziele erreicht wurden, ist für den Endkunden nur von zweitrangiger Bedeutung. Für den Produzenten ist allerdings die Auswahl der während der gesamten Wertschöpfungskette zu treffenden Qualitätsmaßnahmen sowie eine produktgerechte und wirtschaftliche Anwendung der Qualitätssicherungswerkzeuge entscheidend für eine zuverlässige und preisbewusste Produktion und somit für seine Position auf dem Markt.

Zielsetzung dieser Arbeit ist die Festlegung von Richtlinien und Wegen für eine effiziente und zuverlässige Prozessanalyse und -optimierung in der Kautschukverarbeitung. Insbesondere wird hier auf die material- und verfahrensspezifischen Unterschiede zu anderen Herstellungsprozessen Rücksicht genommen. Es sollen dabei diverse Methoden der Prozessanalyse, -optimierung und -modellierung angewendet und näher gebracht werden, mit Hilfe derer, die sehr komplexen Zusammenhänge bei der Kautschukaufbereitung, -verarbeitung und der Bauteilherstellung beschreibbar und transparenter gemacht werden können.

Hierbei werden detailliert Methoden vorgestellt, die es erlauben, einzelne Verfahrensschritte, insbesondere das Mischen, zu analysieren und zu optimieren, um so sichere und robuste Prozesse zu entwickeln und somit konstantere Produkteigenschaften zu erreichen. Dazu werden aus den Untersuchungen der ausgewählten Glieder der gesamten Produktionskette, von der Mischungsherstellung im Innenmischer, bis hin zu der Endverarbeitung in einer Spritzgießmaschine, Optimierungskonzepte entwickelt. Weiterhin soll hier das Thema der Materialcharakterisierung und dessen Bedeutung in der Elastomerbranche ausführlich bearbeitet werden. Insbesondere unter Berücksichtigung der großen Anzahl der zur Verfügung stehenden Prüfmethoden sowie wegen der oft mangelnden Aussagefähigkeit dieser Methoden, verlangt diese Thematik eine innovative und praxistaugliche Problemlösung. Eine gezielte Methoden-

auswahl unter Berücksichtigung der prozess- und produktrelevanten Zusammenhänge würde den bisher unerheblichen Prüfungsaufwand deutlich reduzieren.

Ein weiteres Ziel ist die Entwicklung und praktische Umsetzung von Modellen zur Online-Prognose der Mischungseigenschaften für die Mischungsherstellung im Innenmischer mit Hilfe von künstlichen Neuronalen Netzwerken und der Regressionsanalyse. Weiterhin werden Methoden und Vorgehensweisen bei der Prozessmodellierung für eine Umsetzung in die industrielle Praxis entwickelt bzw. untersucht.

Der Einsatz von Neuronalen Netzwerken neben der Regressionsanalyse als Modellierungsmethode, soll hier die Möglichkeit geben, die unzähligen nichtlinearen Zusammenhänge zwischen Prozessparameteränderungen, den Störgrößen und den Mischungseigenschaften im Mischprozess im Innenmischer aufzuzeigen und zu beschreiben. Das zu verwendende „Black-Box-Verfahren“ soll erlauben, die Mischungseigenschaften direkt aus den tatsächlichen Prozessparametern online zu ermitteln. Da in der technischen Praxis meistens mehrere Messungen der Mischungseigenschaften für eine Chargenfreigabe notwendig sind, soll die Möglichkeit erörtert werden, mehrere Zielgrößen (Mischungseigenschaften) vorherzusagen.

Hier sollen insbesondere Mischungen mit unterschiedlichen Kautschuk- und Füllstoffarten (Ruß, Silica) auf ihre Modellierbarkeit hin untersucht werden. Zum anderen werden unterschiedliche Mischungsbeurteilungsmethoden (insbesondere neuere Verfahren zur Charakterisierung von viskosen bzw. elastischen Mischungseigenschaften) bei der Bildung von Vorhersagemodellen berücksichtigt.

Um die vorgegebenen Ziele zu erreichen, sowie die Notwendigkeit der Forschung in den angesprochen Bereichen deutlich zu machen, werden im Folgenden die bisher in der Elastomerverarbeitung angewendeten Qualitätssicherungswerkzeuge sowie einige Mischungscharakterisierungsmethoden vorgestellt und kritisch betrachtet. Aus den daraus resultierenden einigen Defiziten werden in Kapitel 3 „Lösungsweg“ die im Rahmen dieser Arbeit ausgearbeitete neue Methoden und Lösungen angesprochener Qualitätsaspekte in der Kautschukaufbereitung und -weiterverarbeitung abgeleitet und vorgestellt.

2 Stand der Technik

2.1 *Herstellungskette in der Kautschukverarbeitung*

Um den Lesern die komplexen Zusammenhänge bei der Elastomerverarbeitung näher zu bringen, werden in diesem Unterkapitel die Hauptverarbeitungsprozesse soweit beschrieben, wie es für das Verständnis dieser Arbeit notwendig ist. Hierbei handelt es sich um folgende Verfahrenssegmente:

- ◆ Mischen im Innenmischer,
- ◆ Weiterverarbeiten und Konfektionieren,
- ◆ Formgebung und Vulkanisation.

Da der Schwerpunkt der Untersuchungen beim Mischprozess liegt, wird dessen Ablauf detaillierter vorgestellt. Weiterführende Informationen können der Literatur entnommen werden [Graj88, Sund92, Limp91, Habe96, Kamm98].

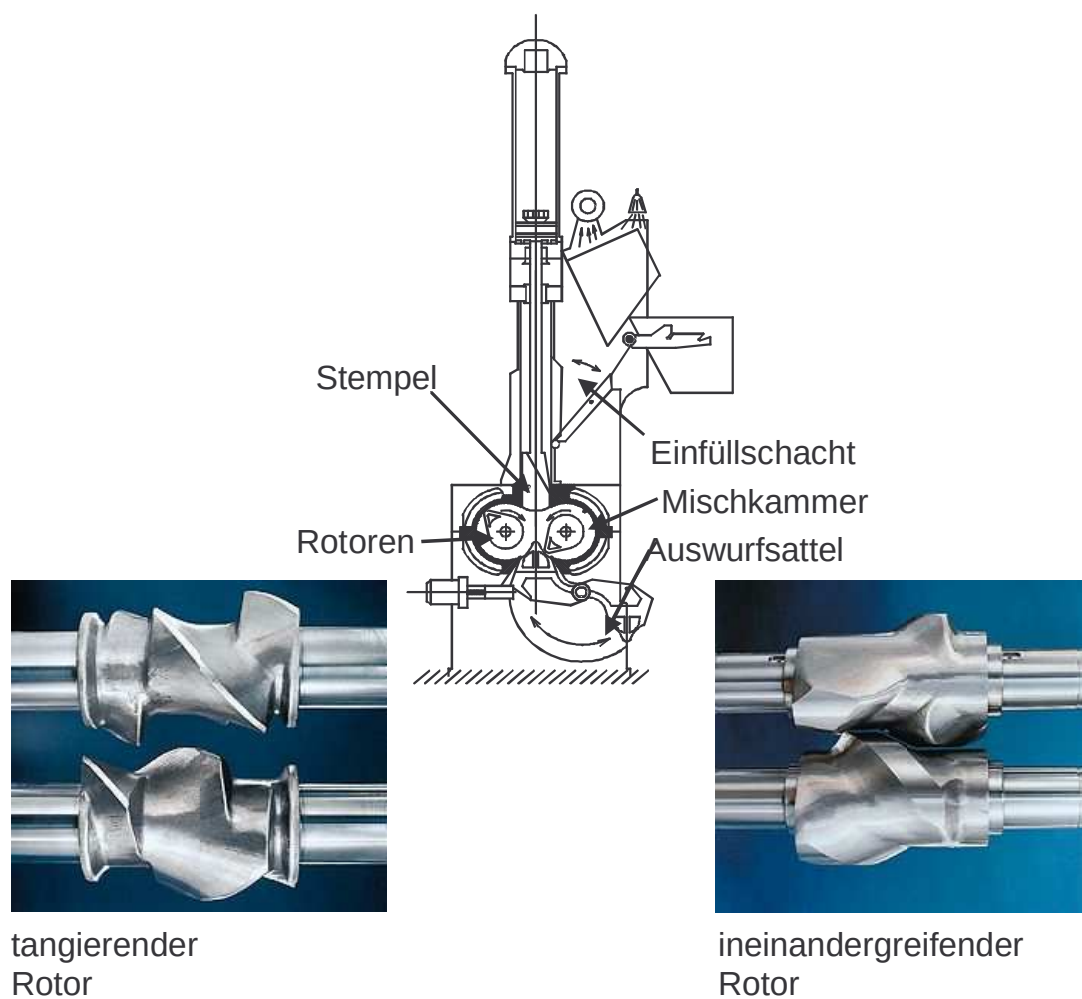
2.1.1 Mischungsherstellung in einem Innenmischer

Wie bereits in der Einleitung erwähnt, werden Kautschukmischungen überwiegend in diskontinuierlich arbeitenden Innenmischern hergestellt. Diese werden in Abhängigkeit vom jeweiligen Einsatzschwerpunkt mit verschiedenen Rotorgeometrien ausgestattet:

- mit tangierenden oder
- mit ineinandergreifenden Rotoren .

Diese konkurrierenden Rotorsysteme sind in Bild 2-1 dargestellt. Energieeinbringung, thermisches Verhalten und Mischwirkung sind im allgemeinen bei ineinandergreifenden Rotoren besser. Aufgrund der besseren Temperaturführung werden ineinandergreifende Rotoren auch zur Produktion von Reifenmischungen in der letzten Zeit zunehmend eingesetzt. Da immer häufiger Kieselsäure als Füllstoff zum Einsatz kommt, wobei im Innenmischer chemische Reaktionen ablaufen, wird eine exaktere Temperaturführung erforderlich [Herb96]. Diese kann besser mit einer ineinandergreifenden Rotorgeometrie erreicht werden. Durch schnelles Einarbeiten von Füllstoffen und insbesondere Weichmachern sorgen Neuentwicklungen im

Mischersektor für eine beachtliche Verringerung der Zykluszeiten. Darüber hinaus lassen sich aufgrund der günstigen Kühlverhältnisse vielfach Mischstufen einsparen und die Wirtschaftlichkeit steigern. Die Vorteile der tangierenden Rotoren liegen im günstigeren Einzugs- und Entleerungsverhalten und in der besseren Maschinenausnutzung, bedingt durch den möglichen höheren Füllgrad der Mischkammer. Dadurch lassen sich mit diesen Mixern bei thermisch wenig empfindlichen Mischungen hohe Ausstoßleistungen erzielen.



[Quelle: Thyssen Krupp Elastomertechnik, Freudenberg]

Bild 2-1: Innenmischeraufbau und angewendete Rotorgeometrien

Fig. 2-1: Structure of internal mixer and applied rotor geometry

2.1.1.1 Mischvorgang

Die in dieser Arbeit vorgestellten Mischprozesse können grundsätzlich in zwei Hauptphasen aufgeteilt werden:

- Herstellung der Rohmischung,
- Herstellung der Fertigmischung.

Die beiden Phasen können sowohl hintereinander in einem Prozess (einstufiger Mischprozess), als auch in zwei zeitlich und teilweise auch räumlich voneinander getrennt ablaufenden Prozessen realisiert werden. In Bild 2-2 ist ein solcher Mischablauf dargestellt. Den Verlauf der zugehörigen Prozessparameter enthält Bild 2-3.

Rohmischungsherstellung



Fertigmischungsherstellung



Bild 2-2: Zyklusablauf bei der Mischungsaufbereitung

Fig. 2-2: Process flow for the rubber compounding

Die erste Phase (Rohmischungsherstellung) kann folgendermaßen unterteilt werden:

- Mastikation,
- Füllstoffinkorporation,
- Weichmacherinkorporation.

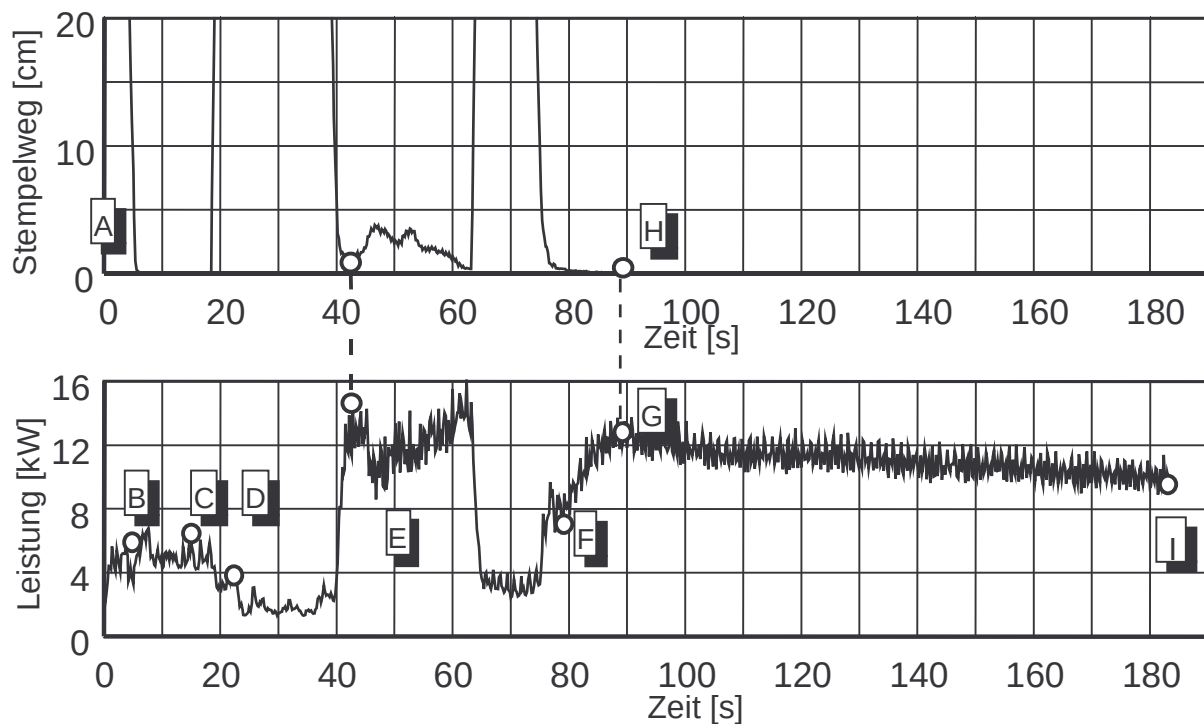


Bild 2-3: Verlauf der Leistungs- und Stempelwegkurve für einen Rohmischprozess in einem Labormischer GK-1,5 E; Thyssen Krupp Elastomertechnik,

Fig. 2-3: Process curves of the power and plunger way for a mixing process of raw compound in a laboratory mixer GK-1,5 E; Thyssen Krupp Elastomertechnik, Freudenberg

2.1.1.1.1 Mastikation

Nach dem Beschicken des Innenmischers mit Kautschuk (A siehe Bild 2-3) beginnt die Mastikationsphase. Beim Mischvorgang im Knetter werden laufend neue Oberflächen gebildet, so dass eine gegenseitige Durchdringung der Materialschichten aufgrund der hohen Scherkräfte erreicht wird. Dadurch stellt sich eine Viskosität ein, die nach Aufnahme der übrigen Mischungsbestandteile eine gute Verteilung gewährleistet [Mic90].

2.1.1.1.2 Füllstoffearbeitung (-inkorporation)

Nach dem Stempelöffnen (C) werden die Füllstoffe und sogenannte Kleinchemikalien der bereits homogenisierten Polymermasse zugeführt (D). Das Absenken des Stempels nach der Zugabe führt zu einem 1. Leistungsmaximum (E) und dem ersten Minimum der Stempelwegkurve. Diese Position wird aufgrund der kinetischen Energie des Stempels beim Schließen erreicht. Durch die Inkorporation der Füllstoffe geht der Stempel auf seine Endposition zu. Bevor dieser Zustand jedoch erreicht wird, erfolgt die Zugabe der Weichmacher in flüssiger Form. Die Zugabe erfolgt zu einem Zeitpunkt, zu dem sich ein Teil der Füllstoffe noch in dem Stempelschacht befindet. Eine solche Prozessführung ermöglicht eine teilweise Aufnahme des Weichmacheröls durch den Füllstoff und damit eine erhöhte Reproduzierbarkeit dieser Phase.

2.1.1.1.3 Weichmachereinarbeitung

In dieser Phase werden die flüssigen Ingredienzien einer Kautschukmischung eingearbeitet. Am Anfang ist ein Abfall der Leistungskurve zu beobachten (F). Dieser wird durch das Benetzen des Mischergehäuses und der Rotorenoberflächen mit Öl hervorgerufen. Nachdem die freien Rußagglomerate das Öl absorbiert haben und das Öl in die Polymermatrix eingearbeitet ist, erfolgt ein erneuter Leistungsanstieg. Der Stempel erreicht dann simultan mit dem Leistungsmaximum (G) seine endgültige Endlage (H). Der Auswurf (I) der Mischung erfolgt nach einer Temperatur- oder einer Zeitbedingung beim geschlossenen Stempel.

2.1.1.1.4 Fertigmischen

Beim Fertigmischen wird die abgekühlte Rohmischung zusammen mit dem Vernetzungssystem dem Innenmischer zugeführt. Um ein vorzeitiges Vernetzen der Mischung im Innenmischer zu verhindern, muss hierbei die Massetemperatur besonders überwacht werden. Der Abbruch des Prozesses erfolgt vor dem Erreichen der maximal zulässigen Mischungstemperatur.

2.1.2 Weiterverarbeitung und Konfektionierung

Dem Mischprozess im Innenmischer folgen weitere Schritte die einerseits eine weitere Abkühlung und Homogenisierung der Mischung zur Aufgabe haben. Andererseits werden die Mischungen in verschiedenen Konfektionierungsschritten in eine Form gebracht die die Endverarbeitung im Extrusions-, Press- oder Spritzgießprozess erlaubt. Alle diese Schritte haben folgendes gemeinsam: sie werden ausnahmslos mit einer unvulkanisierten Kautschukmischung durchgeführt. Tabelle 2-1 enthält einige dieser Schritte sowie die Aufgaben der Prozesse in der Herstellungskette. Detaillierte Beschreibungen dieser Prozesse sind Literatur zu entnehmen [Limp1, Habe96].

Schritt	Aufgaben
Walzen	Kühlen, Homogenisieren
Strainern	Homogenisieren, Reinigen
Refinern	Homogenisieren, Reinigen
Batch-Off	Kühlen
Kalandrieren	Konfektionieren
Rohlingsherstellung	Konfektionieren

Tabelle 2-1: Weiterverarbeitungsschritte und ihre Aufgaben

Tab. 2-1: Further processing steps and their functions

2.1.3 Formgebung und Vulkanisation

In der letzten Stufe eines Fertigungsprozesses wird die unvernetzte Mischung in die endgültige Form gebracht und ausvulkanisiert. Zu den meistverbreiteten Formgebungsverfahren gehören hier:

- ◆ Extrudieren,
- ◆ Pressen,
- ◆ Spritzprägen,
- ◆ Spritzgießen.

Das Extrudieren repräsentiert hier ein kontinuierliches Formgebungsverfahren bei dem die Vernetzung in einer nachgeschalteten Vernetzungsstrecke erfolgt. Bei den weiteren hier erwähnten Verfahren, handelt es sich um diskontinuierliche Formgebungsprozesse.

Die im Rahmen dieser Arbeit vorgestellten Untersuchungen konzentrieren sich auf die Gruppe der diskontinuierlichen Verfahren und hier insbesondere auf das Spritzgießen und das Pressen. Das Pressen ist das älteste Verfahren zur Formartikelherstellung aus Elastomeren. Dabei wird das geöffnete Werkzeug mit einer eventuell vorgeformten Kautschukmasse beschickt und anschließend verschlossen. Unter Zufuhr von Wärme wird die eingeschlossene Masse ausvulkanisiert. Beim Spritzgießen wird die Kautschukmasse in ein geschlossenes und geheiztes Werkzeug eindosiert und darin ausvulkanisiert. Der Vorteil dieser Methode (im Vergleich zum Pressen und Transferpressen) liegt in der besseren Reproduzierbarkeit der Produkteigenschaften sowie Automatisierbarkeit des Verfahrens. Diese beiden Verfahren werden in weiteren Kapiteln dieser Arbeit, die sich intensiver mit Fertigungsproblematik beschäftigen, genauer vorgestellt

2.2 Qualitätssicherung der Kunststoff- und der Kautschukverarbeitung

Die Beherrschung der komplexen Produktionsabläufe der Elastomerverarbeitung und damit die Lösung der auftretenden Probleme ist nur dann möglich, wenn flexible, zuverlässige und automatisierbare Prozessüberwachungs- und -steuerungssysteme angewendet werden. Dies

geschieht, indem den Produktionsprozessen Informationen entnommen und anschließend verarbeitet werden, die die gesamten Vorgänge in einem technischen Modell abbilden lassen. Dies ermöglicht dann eine zielgerichtete Beeinflussung der Abläufe und eine korrekte Beurteilung der Wirkung von Eingriffen in den Produktionsprozess, des Materialeinflusses sowie von weiteren Prozessrandbedingungen. Eine solche Herstellungskette für Elastomerbauteile ist in Bild 2-4 dargestellt.

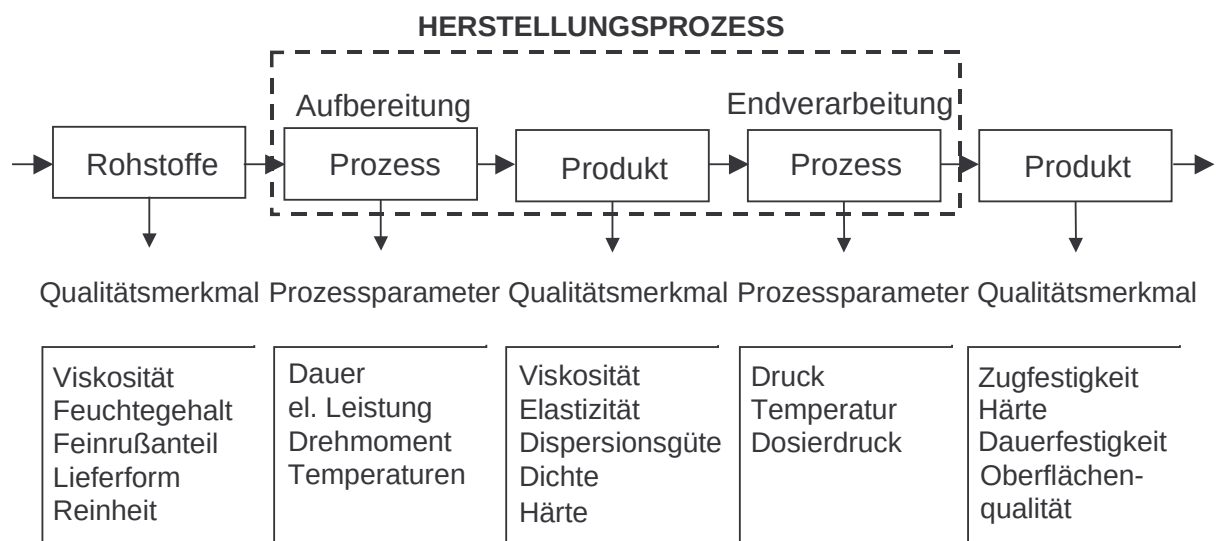


Bild 2-4: Schema eines Herstellungsprozesses (Phasenmodell)

Fig. 2-4: Phase model of a production process

Das hier abgebildete sogenannte Phasenmodell enthält eine Abwicklung eines ursprünglich einfachen Systems Rohstoff-Herstellungsprozess-Fertigprodukt. Wie komplex die Zusammenhänge in einem solchen System sind, verdeutlicht eine detailliertere Darstellung eines Teilprozesses in Bild 2-5. Hier wird sichtbar, wie umfangreich und aufwendig die Überwachung/ Regelung der Prozessparameter der jeweiligen Teilprozesse sowie die Ermittlung der jeweiligen Qualitätsmerkmale der Zwischenprodukte ist. Im Folgenden sollen einige der in der Kautschuk- und in der Kunststoffindustrie verwendeten Maßnahmen der Qualitätssicherung bei solchen komplexen Systemen vorgestellt werden.

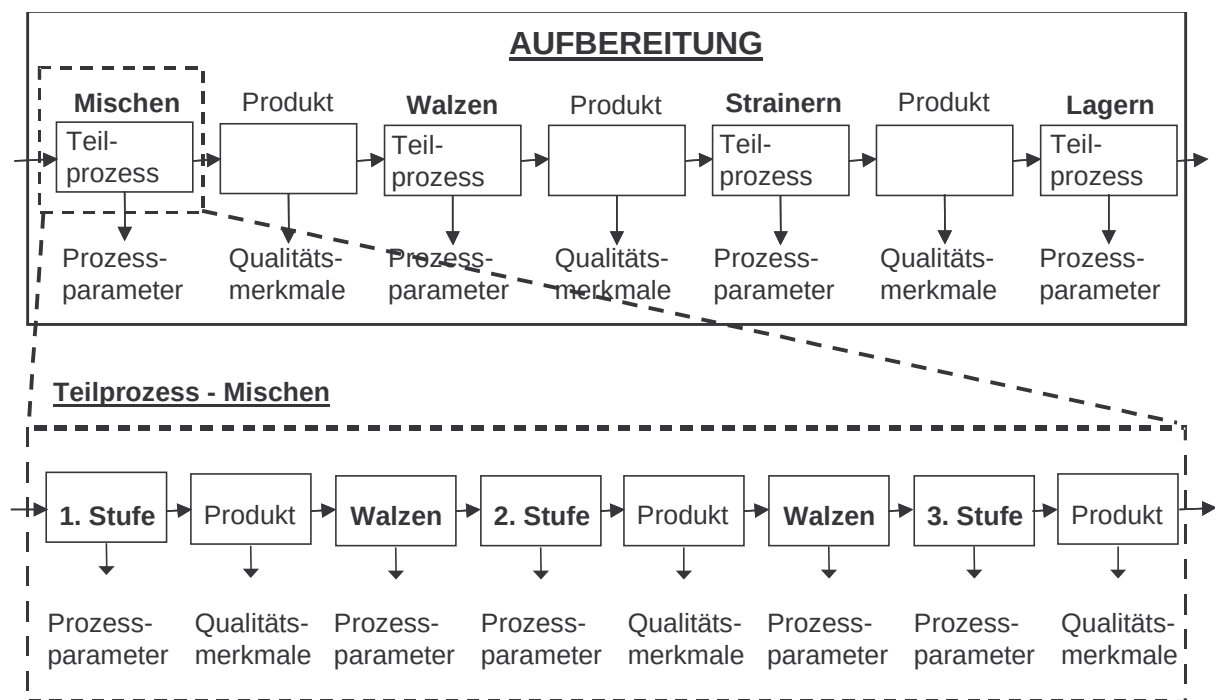


Bild 2-5: Aufbereitungsprozess und dessen Aufteilung in Unterprozesse am Beispiel des Mischprozesses

Fig. 2-5: Compounding process and subdivision in partial processes by the example of the mixing process

2.3 Grundlagen der statistischen Prozess- und Produktkontrolle

Ein wesentliches Hilfsmittel zur Qualitätssicherung im industriellen Bereich ist die statistische Prozesskontrolle. Die Robustheit einer Produktion kann mittels dieses auf Stichproben basierenden Verfahrens nachgewiesen werden [Pfei95, Seut92, Mesc93a, Mesc93b, Rabe93], bei dem Ergebnisse in Form von Regelkarten über Mittelwert/Spannweite oder Mittelwert/Standardabweichung [Shew31] dargestellt werden. Eine Beurteilung des Prozesszustands erfolgt mittels Warn- und Eingriffsgrenzen. Maschinen- und Prozessfähigkeitsindizes beschreiben die Robustheit der Produktion am geprüften Qualitätsmerkmal. Die Maschinenfähigkeitsindices erlauben eine Bewertung der Fertigungsmittel auf der Basis von 50 aufeinanderfolgend produzierten Teilen:

$$c_m = \frac{OSG - USG}{8 \cdot \sigma}$$

und

$$c_{mk} = \frac{\text{MIN}(OSG - \bar{x}; \bar{x} - USG)}{8 \cdot \sigma}$$

mit OSG und USG obere und untere Spezifikationsgrenze, $\bar{x}$ arithmetischer Mittelwert und σ Standardabweichung. Der Index c_{mk} berücksichtigt neben der Streuung auch die Lage des Mittelwerts im Toleranzband. Die Beurteilung der Serienproduktion erfolgt mit den Prozessfähigkeitsindices:

$$c_p = \frac{OSG - USG}{6 \cdot \sigma}$$

und

$$c_{pk} = \frac{\text{MIN}(OSG - \bar{x}; \bar{x} - USG)}{6 \cdot \sigma}.$$

Mindestforderungen an die Fähigkeitsindices liegen bei $c_{mk} > 1,66$ und $c_p > 1,33$.

Diese statistischen Indices sollen sowohl während der Produktion ermittelt als auch jeder Prozessanalyse vorgeschaltet werden, um eine Beherrschbarkeit und Robustheit des Prozesses sicherzustellen.

2.4 Online-Prozessüberwachung

2.4.1 Mischungsaufbereitung

Die Prozessüberwachung im Mischsaal umfasst heutzutage die Kontrolle der Dosier- und Verwiegeeinrichtungen sowie der Überwachung von vorgegebenen Maschineneinstellparameter beim Mischprozess. Weiterhin übernahmen einfache Steuerungs- und Überwachungskonzepte die Aufgabe, durch Anfahren einzelner oder mehrere “relevanter” Prozessgrößen, die Reproduzierbarkeit des Mischprozesses zu gewährleisten [Frey87, Müll84]. Dabei wird bei der Auswahl der entsprechenden Größen hauptsächlich auf Erfahrungswerte zurückgegriffen. Die Kriterien, nach denen diese Steuerungen arbeiten, sind im allgemeinen:

- Mischungstemperaturmarken,
- Zeitmarken,

- Energiemarken,
- Leistungsmarken,
- Anzahl der Überrollungen der Rotoren.

Beim Erreichen der entsprechenden Prozessmarke wird der Mischprozess bzw. die entsprechende Prozessphase abgebrochen und der Prozess geht in die nächste Phase über. Dadurch wird im Idealfall die Reproduzierbarkeit des Mischablaufes gesichert.

2.4.2 Spritzgießen

Zur Lösung dieser Problematik wurden Verfahren entwickelt, welche die Ist-Werte des Spritzgießprozesses als Bewertungskriterien für die gefertigte Qualität zugrunde legen. Bei diesen Systemen werden Prozessdaten, wie Massepolster, Hydraulikdruck oder Werkzeuginnendruck erfasst und Kennzahlen berechnet. Diese werden statistisch bewertet und entweder graphisch oder in Form von Listen dargestellt [Burr93, Wild90]]. Viele Maschinenhersteller haben diese oder ähnliche Vorgehensweisen in ihre Steuerungen integriert [Ferr99, Arbu99, Enge93, Desm00]. Diese nicht-qualitätsorientierte Überwachung von Prozessdaten reicht jedoch häufig nicht aus, um Aussagen über Formteileigenschaften zu treffen [Pote93, Gier92]. Die komplexen Zusammenhänge beim Spritzgießen werden durch unabhängige Kontrollen einzelner Prozessgrößen nicht berücksichtigt.

2.5 Online-Qualitätsüberwachung

Der logische Schritt von der *Prozessüberwachung* zur *Qualitätsüberwachung* erfolgt durch die Abbildung der komplexen Zusammenhänge von Prozessdaten und Formteileigenschaften über empirische Modelle. Die einfache *Prozessüberwachung* stellt nur sicher, dass die vorgegebenen Einstellungen und Prozessschritte ausgeführt und eingehalten werden. Der entscheidende Nachteil ist hier die Tatsache, dass eine Aussage über die Schwankungen der Produktqualität unter Berücksichtigung von Änderungen der Prozessparameter oder von Störungen im Prozessablauf mit den Prozessüberwachungssystemen nicht möglich ist. Dieses kann mit einer *Online-Qualitätsberechnung* ermöglicht werden. Das von Michaeli et al. [Mich93, Gier92, Vacu96] entwickelte Verfahren nutzt das DOE (**D**esign **o**f **E**xperiments) im Vorfeld der Serienproduktion zur Gewinnung von Informationen über die Zusammenhänge von messbaren physikalischen Größen des Prozesses und den Qualitätsmerkmalen. Abgebildet werden diese über Regressionsgleichungen und zum Teil bereits über Neuronale Netzwerke [Vacu96]. Die Methodik wurde in das System PROMON [Prom95] und in die Steuerung einer Spritzgießmaschine integriert [Arbu99]. Darüber hinaus ist dieses System in zahlreichen industriellen Anwendungen umgesetzt [Schm97, Hohe94]. Auch in Sonderverfahren, wie dem Pulverspritzgießen, wurden erfolgreich Qualitätsmodelle gebildet und eingesetzt [Knot96, Hopm00]. Weiterhin wurde die Online-Qualitätsüberwachung für die Polyurethanverarbeitung [Henz97] und das Spritzgießen von Flüssigsilikonkautschuken [Henz99] realisiert. Beim Ultraschallschweißen wurden Modelle zur Überwachung der Schweißnahtfestigkeit eingesetzt. Ansätze zur Realisierung der Überwachung mit Modellen zur Berechnung des Verzugs beim Spritzgießen und Spritzprägen von Duroplasten wurden ebenfalls realisiert [Bert00].

Neben der von Michaeli [Mich93, Gier92, Vacu96] entwickelten Methodik existieren noch weitere Vorgehensweisen, die ebenfalls das Ziel der 100 %-Überwachung (ohne 100 %-Bauteilprüfung) verfolgen, aber auf unterschiedlichen Ansätzen beruhen. Die Unterschiede der beim Spritzgießen eingesetzten Verfahren liegen in

- 1) der Art der Informationsgewinnung:
 - Durchführung von Versuchen basiert auf DOE oder
 - Verwendung der natürlichen Streuung während der Produktion,
- 2) der zur Modellierung des Prozesses verwendeten Prozessdaten:
 - Einstellparameter der Maschine und/oder des Werkzeugs oder
 - Verwendung von Daten, die von Maschinenschnittstellen zur Verfügung gestellt werden,
- 3) der Art der Modellbildung:
 - Methoden der klassischen Statistik,
 - Künstliche Neuronale Netzwerke oder
 - Fuzzy Logic.

In der industriellen Praxis werden Prozessmodelle zur Online-Qualitätsüberwachung meist ohne Verwendung von DOE zur Generierung von Daten zur Modellbildung eingesetzt [Pote93]. In [Pote98] wird vorgeschlagen entweder Daten aus der kontinuierlichen Produktion oder Versuchspläne mit geringer Variationsbreite einzusetzen. Die Informationsgewinnung basierend nur auf der natürlichen Prozessstreuung schlagen Wortberg und Häußler [Wort91, Häuß93] vor. Als Messdaten aus dem Spritzgießprozess kommen im allgemeinen Daten zum Einsatz, die von der Steuerung der Spritzgießmaschinen zur Verfügung gestellt wurden. Anwendung finden neben den Modellbildungsmethoden der Statistik auch Neuronale Netzwerke [Häuß91, Häuß95]. Eine Netzwerkstruktur, die aus zwei einzelnen Neuronalen Netzwerken, einem „Prozessexperten-Netzwerk“ und einem „Qualitätsexperten-Netzwerk“ besteht, soll die erreichbare Modellgüte steigern. Durch die Integration einer adaptiven Komponente wird gewährleistet, dass die Modelle an veränderte Prozessbedingungen angepasst werden.

2.5.1 Online-Qualitätsüberwachung bei der Elastomerverarbeitung

2.5.1.1 Mischungsaufbereitung

Die Mischungsherstellung stellt in der Produktionskette ein wichtiges Glied dar und der Innenmischer wird heute zunehmend als Einzelaggregat im System „Mischsaal“ der gummi-verarbeitenden Industrie verstanden [Limp86]. Die Rohstoff- und Kautschukmischungsschwankungen, die auf den diskontinuierlichen Mischprozess zurückzuführen sind, können oft in den Weiterverarbeitungsschritten nicht ausgeglichen werden, sondern werden teilweise noch verstärkt. Die heute bekannten Steuerungssysteme arbeiten mit der vereinfachten Annahme, dass die gewünschte Reproduzierbarkeit des Mischprozesses durch Konstanthalten einer oder mehrerer relevanter Größen erreichbar ist [Frea92, Schm84].

Diese Steuerungen arbeiten nach bestimmten Marken (Zeit- und/oder Temperaturmarken) nach denen der Prozess oder die Prozessphase abgebrochen bzw. initiiert werden. Die entscheidende Unzulänglichkeit dieser Verfahren, liegt in ihrer Abhängigkeit von dem Zustand des Mixers und der Kühlleistung, die sich im Laufe der Betriebsdauer ändern. Eine sehr verbreitete Methode, zur Erhöhung der Reproduzierbarkeit der Mischungsherstellung, ist die Steuerung des Prozesses nach der von der Mischung aufgenommenen Energie. In modernen Steuerungen ist es bereits, möglich mehrere Prozessparameter und Maschinenstellgrößen mit Hilfe logischer Verknüpfungen wie „und“ und „oder“ in einer Steuerstrategie zu verknüpfen..

Da Schwankungen im Prozessverlauf (Mischer-, Mischungstemperaturentwicklung, Mischphasendauer) zwischen den angefahrenen Steuerungsmarken zum größten Teil unberücksichtigt bleiben, wird die Reproduzierbarkeit der Mischungseigenschaften nicht immer gewährleistet. Sie kann jedoch die einheitliche Temperaturentwicklung und gleichbleibende Mischungsqualität nicht gewährleisten. Dies erforderte die Einführung von Regelungssystemen, die in Abhängigkeit vom momentanen Mischzustand steuernd in den Mischprozess eingreifen und damit Veränderungen, verursacht durch aufgetretene Störungen, ausgleichen können. Beispiele für solche Regelungskonzepte sind:

- die Regelung nach Temperatur- bzw. Energiegradienten und
- die Regelung auf eine konstante Mischguttemperatur.

Beide Regelungskonzepte basieren auf empirisch ermittelten Zusammenhängen. So wird im Fall der Regelung nach Temperatur- und Energiegradienten der Ablauf des Mischprozesses durch Nachfahren einer im Vorfeld experimentell ermittelten Temperatur- oder Energiekurve geregelt [Bamb87]. Durch das Fahren des Prozesses nach einem ebenfalls im Vorfeld ermittelten Leistungs-Temperatur-Diagramms lässt sich die Regelung auf eine konstante Mischguttemperatur realisieren [Jenn83].

Da die Zusammenhänge empirisch ermittelt werden, haben die Regelungen nur für das jeweilige Compound, den jeweiligen Betriebspunkt und den entsprechenden Gummi-Knetter (GK) Gültigkeit. Darüber hinaus können mit derartigen Regelungen Rohstoffschwankungen nicht ausgeglichen werden. Dies, und die Tatsache, dass die Einrichtung der Regelungssysteme nur mit einem großen Arbeits- und Zeitaufwand möglich ist, haben dazu geführt, dass sich derartige Konzepte gegenüber den einfachen Steuerungen noch nicht durchsetzen konnten.

Grundlegende Arbeiten über die Beziehung zwischen den Prozesseinfluss-, Stör- und Qualitätsgrößen [Graj88, Frek92] ermöglichten die Untersuchung und Entwicklung von weiteren Regelungskonzepten, die Qualitätsschwankungen im Mischgut erkennen und ausgleichen sollen [Sund92]. Da es sich hierbei um Konzepte handelt, die auf einer vollständigen Beschreibung der physikalischen Gesetzmäßigkeiten basieren, die während des Mischprozesses ablaufen, sind sie allgemeingültig und können daher auf verschiedene Mischungen und Mischertypen übertragen werden. Nachteilig ist allerdings, dass für die Regelung bestimmter Mischungseigenschaften die entsprechenden physikalischen Zusammenhänge erst noch ermittelt werden müssen. Darüber hinaus bleibt der Einfluss der zum Teil unbekannten Störgrößen eines Mischprozesses meist unberücksichtigt. Daher haben sich auch diese Konzepte gegenüber den einfachen Steuerungen des Mischprozesses ebenfalls nicht durchgesetzt.

Neben den Bemühungen, Qualitätssicherungskonzepte auf der Basis physikalischer Gesetzmäßigkeiten auszuarbeiten, wurden in letzter Zeit verstärkt Qualitätssicherungskonzepte auf

Basis statistischer Prozessmodelle entwickelt. Statistische Prozessmodelle stellen rein mathematische Beschreibungen zwischen den Qualitätsmerkmalen und den Einflussgrößen des Prozesses dar, die im allgemeinen mit Hilfe statistischer Versuchsplanungen ermittelt werden [Sche86]. Sie bieten eine Reihe von Vorteilen [Meie97, Ryzk96, Ryzk99, Habe00].:

- Die genaue Kenntnis der physikalischen Zusammenhänge zwischen Qualität und Herstellungsbedingungen ist nicht erforderlich. Der Herstellungsprozess wird gewissermaßen als “Black-Box” betrachtet. Häufig wird durch diese Betrachtungsweise überhaupt erst eine Modellbildung möglich.
- Es werden auch unbekannte Störgrößen und Wirkungszusammenhänge durch eine entsprechende Bildung von Kenngrößen aus den Prozessparameter miterfasst.
- Es ist möglich, Modellzusammenhänge für optisch beurteilte, attributive Qualitätskriterien, wie z.B. die Art und Ausprägung von Oberflächenfehlern auf einem Extrudat oder Bauteil aufzustellen.
- Statistische Prozessmodelle ermöglichen bei hinreichender Genauigkeit den Aufbau einer Qualitätsregelung [Habe00].

Qualitätssicherungskonzepte auf der Basis statistisch ermittelter Prozessmodelle wurden bereits für einige Mischungen für die Vorhersage der Eigenschaften der auf Innenmischer hergestellten Elastormischungen mit entwickelt [Meie97, Ryzk96, Kemm95, Habe98].

2.5.1.2 Spritzgießen

Die Qualitätsüberwachung beim Elastomerspritzgießen ist ähnlich wie bei anderen Verarbeitungsprozessen mit Methoden realisierbar, die es erlauben, die Bedingungen während des Herstellungsprozesses mit den Qualitätsmerkmalen des Formteiles so zu verknüpfen, dass eine Aussage über die Produktqualität möglich ist. Die Informationen, die hierbei gewonnen werden, können dazu genutzt werden, eine Qualitätsweiche zu steuern, den Fertigungsprozess zu überwachen und im Hinblick auf ausgewählte Qualitätsmerkmale zu optimieren.

Für die Bildung dieser Qualitätsmodelle wurden beim SG, ähnlich wie beim Mischen, zwei Methoden verwendet, nämlich die Bildung physikalischer und die Aufstellung statistischer Prozessmodelle. Für die Bildung physikalischer Modelle ist die genaue Kenntnis der Zusam-

menhänge zwischen dem Qualitätsmerkmal (z.B. Shore-Härte), den Prozessparametern (z.B. Werkzeugtemperatur) und den Störgrößen (z.B. Umgebungstemperatur) nötig. Bis heute sind aber nur wenige dieser Zusammenhänge so weit quantifizierbar [Jank85, Fisc88, Maas92], dass sie eine Vorhersage des Merkmals mit vertretbarer Sicherheit zulassen. Ein Beispiel für den Einsatz solcher physikalischer Modelle sind sogenannte Heizzeitrechner, die aus den Haupteinflussgrößen (z.B. Werkzeugtemperatur, Massetemperatur) die erforderliche Heizzeit für jedes Elastomerformteil von Zyklus zu Zyklus neu berechnen. Der Hauptvorteil physikalischer Modelle liegt in ihrer leichteren Übertragbarkeit auf andere Prozesse. Weiterhin kommen sie mit vergleichsweise wenig Sensorik aus. Es müssen nur die Material- und eventuelle Maschinenkennwerte neu bestimmt werden, da die physikalischen Gesetzmäßigkeiten sich nicht verändern.

Prinzipiell setzen sowohl physikalische als auch statistische Prozessmodelle Messsignale, die während des Herstellungsprozesses aufgenommen worden, mit den Qualitätsmerkmalen des Formteils in Beziehung. Daraus folgt, dass die Aussagequalität eines Prozessmodells nur so gut sein kann wie die Wiedergabe einer Veränderung des Prozesses durch die Messsignale. Bei modernen Spritzgießmaschinen sind Umfang und Qualität der Standardmesssensorik in den letzten Jahren deutlich verbessert worden. Die Ursachen für Probleme in der Modellierung des Elastomerspritzgießprozesses sind vielschichtig. Der im Vergleich zum Erstarrungsvorgang bei Thermoplasten wesentlich komplexere Vernetzungsprozess im Formteil reagiert sehr empfindlich auf Schwankungen der Herstellungsbedingungen (Mischen, Walzen, Lagern, Spritzgießen). Zusätzlich verschlechtern die teilweise beträchtlichen Schwankungen der Materialeigenschaften von Elastomercharge zu Elastomercharge die Güte der Modelle [Limp91, Maas94]. Nicht zuletzt ist die herkömmliche Messsensorik häufig nicht in der Lage, Prozessschwankungen, die bereits deutliche Veränderungen der Formteilqualität zur Folge haben, sicher zu identifizieren bzw. wiederzugeben.

Am IKV sind deshalb in den letzten Jahren verstärkt Anstrengungen unternommen worden, die Vorhersagegenauigkeit der statistischen Prozessmodelle für den Elastomerspritzguss zu verbessern [Diem97]. Kammann verbesserte beim Elastomerspritzgießen durch den Einsatz von Wärmestromsensoren und Vernetzungskenngrößen die Modellgüte erheblich [Kamm98]. Mit der Messung des übertragenen Wärmestroms wurde ein Messsignal gefunden, das we-

sentlich besser mit bestimmten Formteileigenschaften korreliert als konventionelle Messsignale, wie Werkzeuginnendruck und Werkzeugtemperatur. Da der Wärmestromsensor die effektiv dem Formteil zugeführte Wärme erfasst, kann er auch Spritzgießprozessschwankungen, wie sie z.B. ein unterschiedlicher Trennmittelauftrag hervorruft, erkennen, die über die traditionellen Messgrößen nicht zu erfassen sind. Weiterhin wurde hier ein neuer Ansatz zur Verbesserung der Modellgüte durch die Einführung einer Vernetzungsgrad- bzw. Umsatzberechnung verfolgt.

2.5.2 Prozessübergreifende Qualitätssicherungskonzepte in der Elastomerverarbeitung

Die Komplexität des Herstellungsprozesses technischer Elastomerformteile erfordert die durchgängige Betrachtung aller Prozessschritte. Dies beginnt mit der Mischungsherstellung im Innenmischer. Prozessabweichungen sind hier in gewissen Grenzen unvermeidbar, so dass die Mischungs- und Bauteileigenschaften Schwankungen unterliegen. Ein zusätzliches Problem stellt die Vielzahl an Rezepturen, Mischvorschriften und unterschiedlichen Methoden der Qualitätsbeurteilung dar. Bisherige maschinen- bzw. rezepturseitige Entwicklungen sowie einfache Prozesssteuerungskonzepte konnten diese Probleme nicht vollständig lösen. Die heutigen Steuerkonzepte greifen nur auf die Prozessparameter (Drehmoment, elektrische Leistung, Temperatur) zurück und können deren aktuellen Einfluss auf die Materialparameter (Mischgüte, Viskosität oder Füllstoffdispersion) nicht erfassen bzw. erkennen.

Weiterhin führt die häufige geographische, organisatorische und prozesstechnische Trennung der Aufbereitungs- und der Weiterverarbeitungsschritte zu Schwierigkeiten bei der Analyse, der Fehlersuche und der Optimierung dieser eng verbundenen Prozessschritte. Unzureichende Prozessinformationen durch fehlende Sensorik und Ausschluss der Verarbeitungsschritte auf der Walze, im Strainer oder in der Batch-off-Anlage aus der Prozessanalyse verursachen Lücken in der ganzheitlichen Betrachtung des Herstellungsprozesses von Elastomerbauteilen. Ein weiteres Problem stellt, wie bereits erwähnt, die Mischungscharakterisierung dar. Die Vielzahl der verwendeten Prüfverfahren zur Mischungsfreigabe steht nicht zwangsläufig im Zusammenhang mit der Mischungsherstellung sowie der Verarbeitbarkeit in Folgeprozessen und den geforderten Bauteileigenschaften. Diese Problemstellung führte in

der Vergangenheit zur Intensivierung der Forschungsarbeiten zu diesem Thema. Im Rahmen des Gemeinschaftsforschungsprojektes „Verbesserte Elastomerbauteileigenschaften durch optimierten Aufbereitungsprozess“ wurden in Zusammenarbeit mit 9 Kautschukverarbeitern Untersuchungen durchgeführt [Habe98b]. Dabei wurden ausschließlich die Prozessschritte Mischen und Spritzgießen betrachtet. Es wurden wesentliche Einflussparameter während der Mischungsaufbereitung ermittelt, die die Verarbeitbarkeit der Mischung und ausgewählte Qualitätsmerkmale des Formteils signifikant beeinflussen. Ein wichtiges Ergebnis der durchgeführten Untersuchungen ist, dass eine Beschreibung der gesamten Herstellungskette mit statistischen Prozessmodellen mit einer hohen Genauigkeit möglich ist. Diese Prozessmodelle setzen sich aus charakteristischen Kenngrößen zusammen, die aus den tatsächlichen Prozessparameterverläufen aus dem Misch- und aus dem Spritzgießprozess ermittelt wurden. Es hat sich weiterhin gezeigt, dass der Einsatz entsprechender Sensorik sowohl im Innenmischer als auch in einer Spritzgießmaschine eine Grundvoraussetzung für eine genaue Beschreibung der Mischungs- und Bauteileigenschaften ist. Ein Konzept zu einer Übergreifenden Überwachung in der Elastomerverarbeitung wurde in [Kamm98] beschrieben (siehe Bild 2-6). Er präsentierte hier eine Möglichkeit, die anfallenden Daten und Qualitätsmodelle aus allen Herstellungsschritten in einem zentralen System mit einer Datenbank zu verknüpfen.

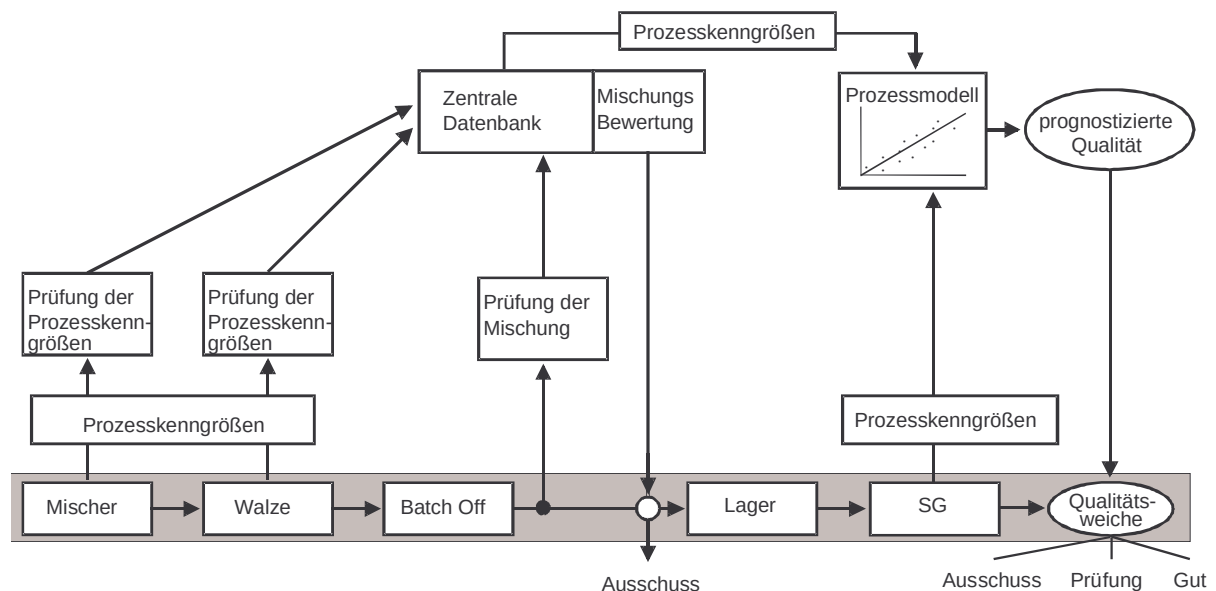


Bild 2-6: Durchgängige Qualitätsüberwachung in der Produktion [Kamm98]

Fig. 2-6: Comprehensive quality control in the production [Kamm98]

2.6 Fazit

Die im Kapitel 2 vorgeschlagenen Konzepte zur Verbesserung der Qualität mit Hilfe der SPC, des Qualitätsmanagements(QM) und des Total Quality Managements (TQM) sind für viele mittelständische Kautschukverarbeiter nur wenig geeignet, da sie eher auf große Unternehmen zugeschnitten sind. Weiterhin erfüllen diese allgemeinen Methoden selten die speziellen Anforderungen und Randbedingungen der Kautschukverarbeitung. Deswegen blieb eine industrielle Umsetzung vieler vorgestellter Konzepte bis heute noch aus. Als weiterer Grund kommt noch dazu, dass die Integration aller Informationen aus den jeweiligen Verarbeitungsschritten sehr aufwendig ist. Weiterhin stellte sich heraus, dass eine entsprechende Berücksichtigung der Lagerungszeiten sowie weiterer Umweltbedingungen sehr schwierig ist.

3 Lösungsweg

Ein Gesamtkonzept für die Einführung, Anwendung und Umsetzung der Qualitätssicherungsmethoden kann nur dann existieren, wenn die Methoden an die jeweiligen Prozesse und Abläufe angepasst werden. Dieser Aspekt ist insbesondere im Bereich der komplexen Kautschukverarbeitungsprozesse von entscheidender Bedeutung. Dies erfordert, dass die Gesamtheit der in dieser Arbeit ausgearbeiteten Prozessanalysemethoden die spezifischen Randbedingungen der Kautschukauf- und -verarbeitung berücksichtigen muss. Hierzu ist es ebenfalls erforderlich, dass die spezielle Problematik der effizienten und aussagefähigen Mischungsprüfung gelöst wird, da die Auswahl der Charakterisierungsmethoden, die die Verarbeitbarkeit einer Mischung in Folgeprozessen beurteilen und hinreichend Aussagen über die Endeigenschaften des Bauteils liefern können, sich besonders schwierig gestaltet. In dieser Arbeit wird diese Fragestellung mit Hilfe der statistischen Prozessanalyseverfahren bearbeitet. Die Methodik bei der Auswahl der prozess- und bauteilrelevanten Mischungscharakterisierungsmethoden sowie die Ergebnisse für ein spritzgegossenes Versuchsbauteil werden im Folgenden ausgearbeitet und ausführlich analysiert (Bild 3-1). Dazu werden messbare Mischungseigenschaften sowohl mit Prozessparameter, die den anschließenden Verarbeitungsprozess charakterisieren und damit ein Maß für die Verarbeitbarkeit sind, als auch mit ausgewählten Prüfgrößen, die die erzielte Produktqualität beschreiben, korreliert.

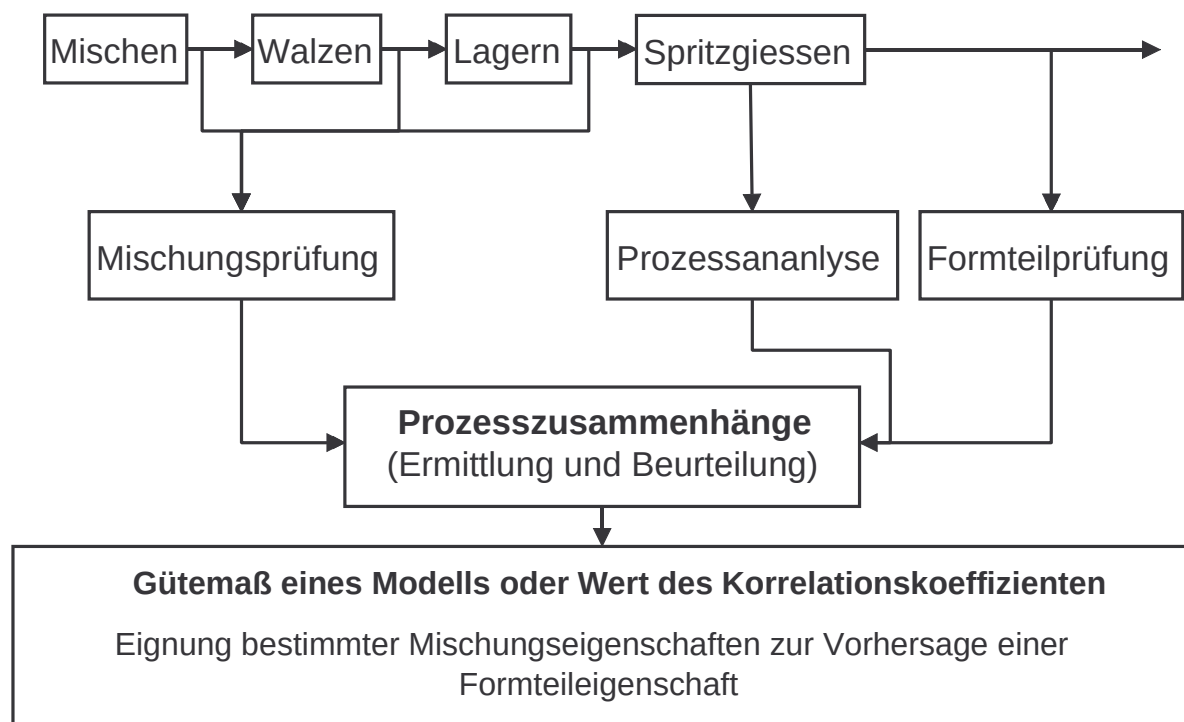


Bild 3-1: Ermittlung aussagekräftiger Mischungsmerkmale

Fig. 3-1: Determination of meaningful rubber compound properties

Weiterhin wird ein im Rahmen dieser Arbeit entwickeltes System vorgestellt, das es mit einer hohen Genauigkeit ermöglicht, verschiedene Mischungseigenschaften sowie die Verarbeitbarkeit der Mischung online zu ermitteln, um somit reproduzierbarere Mischungseigenschaften und eine konstantere Weiterverarbeitung und Bauteilherstellung sicherstellen zu können. Hier werden Vorhersagemodelle für diverse Mischungseigenschaften von ruß- und silicagefüllten Kautschukmischungen erstellt. Als Zielgrößen werden sowohl die typischen Mischungseigenschaften, wie Mooney-Viskosität, Vernetzungskinetik, als auch weitere Mischungseigenschaften, die mit Hilfe von modernen Kautschuk-Prüfgeräten ermittelt werden, untersucht. Als Modellierungsmethoden werden die Regressionsanalyse und Künstliche Neuronale Netzwerke angewendet. Der Ablauf einer solchen Modellierung ist in Bild 3-2 dargestellt.

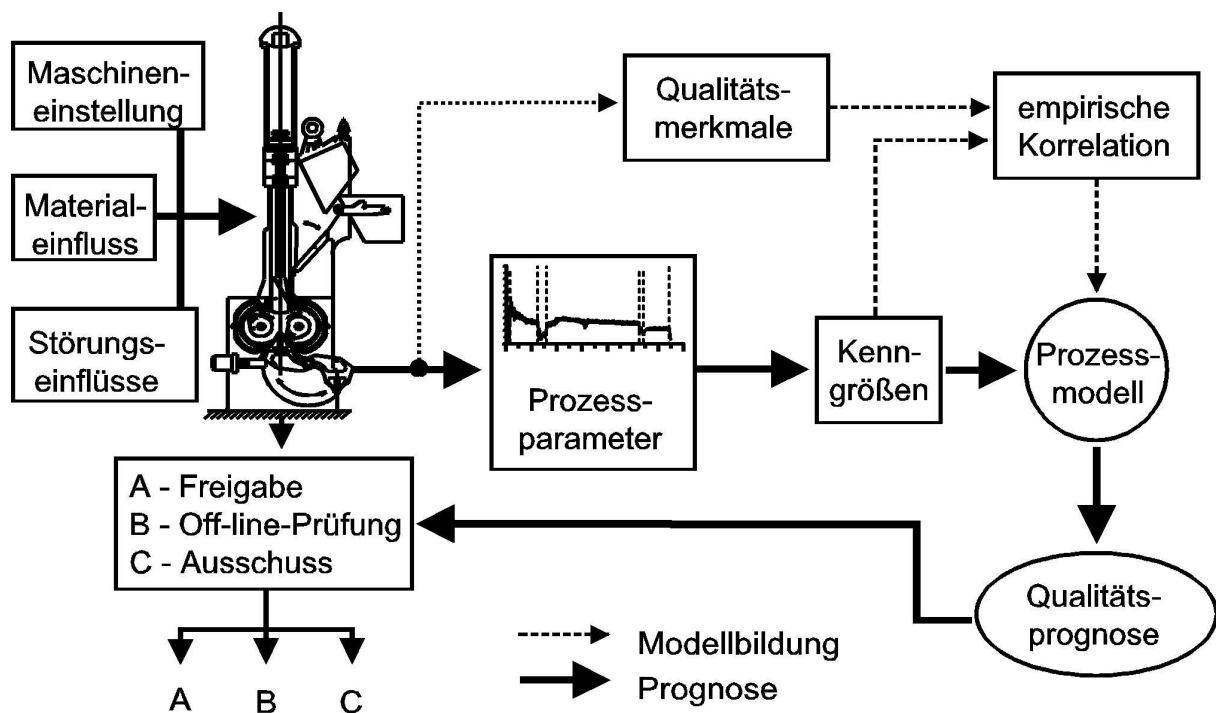


Bild 3-2: Konzept zur Online-Vorhersage von Mischungseigenschaften

Fig. 3-2: Concept for the on-line prediction of the rubber compound properties

In der Praxis der Kautschukverarbeitung enthalten die eingesetzten Prozessführungs-konzepte noch ein hohes Maß an Empirie („Mischungs-Know-how“). Diese Vorgehensweise ist jedoch bei den heutigen Rahmenbedingungen (globaler Wettbewerb, hohe Anforderungen an die Produktqualität) als unbefriedigend zu bezeichnen. Bei der Erprobung neuer Mischungen sowie bei der Entwicklung neuer Mischvorschriften bietet hier die Methodik der Statistischen Versuchsplanung ein modernes Hilfsmittel zur wirtschaftlichen Prozessoptimierung (Automatisierung => Konstanz der Fertigungsabläufe) und damit zu Qualitätssicherung. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wird die praktische Anwendbarkeit und Übertragbarkeit von Optimierungsalgorithmen am Beispiel des Kautschukmischprozesses und in einem weiteren Schritt am Beispiel einer Prozesskette Mischen-Konfektionieren-Pressen untersucht.

Um die Praxistauglichkeit der angewendeten Modellierungsmethoden, die zur Vorhersage der Mischungseigenschaften genutzt werden, sicherzustellen, werden ergänzend zu den Versuchen nach statistischer Versuchsmethodik Prozessdaten aus der laufenden Produktion bei der Herstellung einer Reifenmischung analysiert und als Basis für ein Vorhersagemodell (mit dem Zweck der verbesserten Qualitätsüberwachung) verwendet. Bei der Modellbildung aus

der laufenden Produktion werden als Schwankungen, die für die Modellierung notwendig sind, die natürlichen Variationen des Herstellungsprozesses berücksichtigt. Dadurch wird ein reduzierter Untersuchungsaufwand bei der Ermittlung von Vorhersagemodellen und dadurch eine deutliche Kostenreduzierung ermöglicht.

4 Qualitätssicherung mittels Statistischer Versuchsmethodik - Grundlagen

Hinsichtlich der Rahmenbedingungen der Betriebspraxis und des Wettbewerbs lautet die Forderung bei der Produkt- und Prozessentwicklung, den zeitlichen und materiellen/ personellen Aufwand zu minimieren d.h. mit der geringst möglichen Versuchsanzahl zu einem zufriedenstellenden Ergebnis zu gelangen. Die Durchführung von Versuchsreihen dient zur Klärung der Einflüsse von Einfluss- bzw. Eingangsgrößen oder deren Kombinationen (sog. Wechselwirkungen der Einflussgrößen) auf die Ziel- bzw. Ausgangsgrößen betrachteter Produkte oder Prozesse. Bei der herkömmlichen Versuchsplanung („Einfaktormethode“) kann die Anzahl der notwendigen Versuche sehr groß werden, wenn alle signifikanten Einflüsse berücksichtigt werden. Dabei werden schnell Größenordnungen erreicht, die unter betriebswirtschaftlichen Aspekten nicht mehr vertretbar sind. Die Unzulänglichkeiten der Einfaktormethode sind in Bild 4-1 dargestellt. Bei dieser Methode wird die Abhängigkeit einer Zielgröße (z.B. Mischungs- oder Bauteileigenschaft) ausschließlich von der Änderung einer Einflussgröße untersucht (alle anderen Einflussgrößen werden dabei konstant gehalten). Bei dieser Vorgehensweise ist es somit nicht möglich, eine Aussage über die Zielgröße zu treffen, wenn gleichzeitig zwei Einflussgrößen variiert werden.

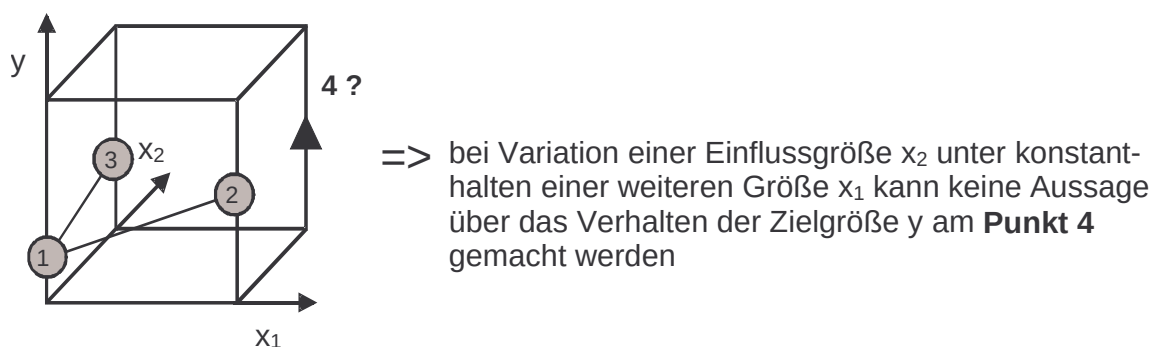


Bild 4-1: Unzulänglichkeiten der Einfaktormethode - Unbekannte Wirkungsrichtung der Kombination der Versuchseinstellungen im Punkt 4

Fig. 4-1: Underdevelopment of the a one factor method - unknown direction of the reaction in the point 4

Bild 4-2 ist zu entnehmen, dass durch die Vernachlässigung der Wechselwirkungen bei der Einfaktor-Methode Fehler bei der Einschätzung des Systemverhaltens gemacht werden können. Dabei wird als Wechselwirkung eine Abhängigkeit des Einflusses eines Faktors auf die Zielgröße von der Stufe des anderen Faktors verstanden.

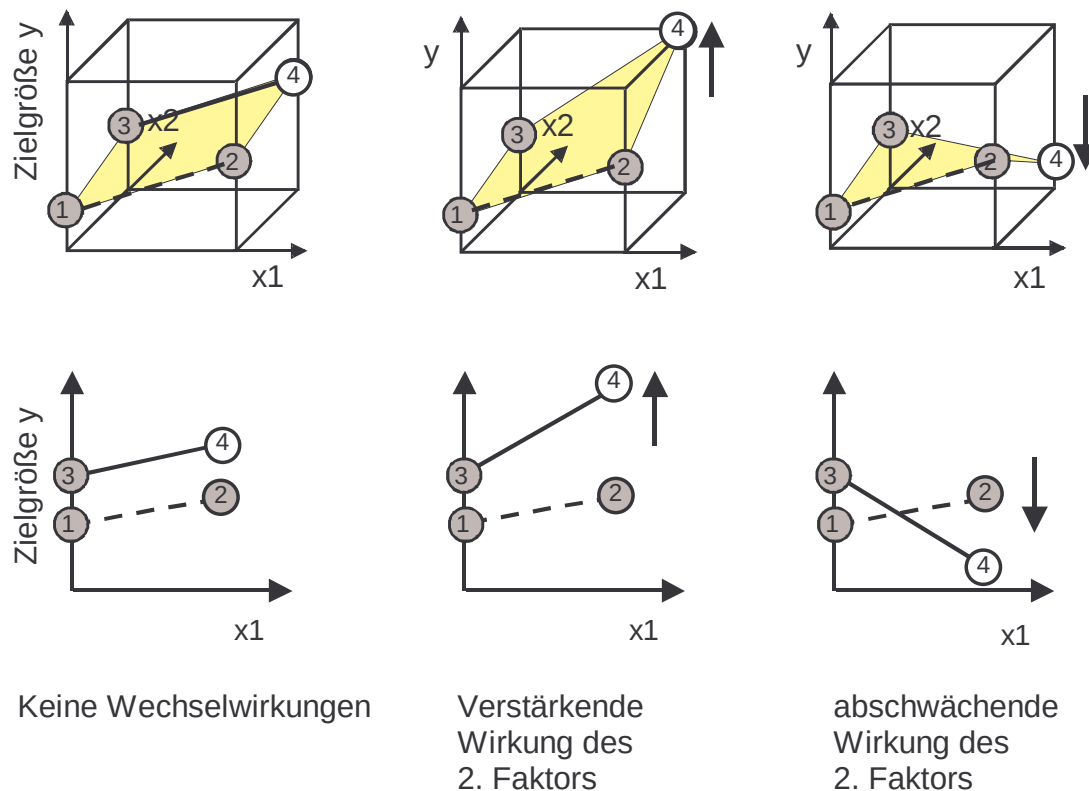


Bild 4-2: Mögliche Wechselwirkungsrichtungen bei 2 Einflussgrößen

Fig. 4-2: Possible interaction directions for two variables

Aus Versuchen nach der „Ein-Faktor-Methode“, wo keine Wechselwirkungen berücksichtigt werden, entspricht Versuchspunkt 4 in Bild 4-2 (links) dem vermutetem Systemverhalten. Die Systemreaktion kann aber verstärkend – eine Erhöhung der Zielgröße oder abschwächend – eine Absenkung der Zielgröße sein. An dieser Stelle helfen Methoden der Statistischen Versuchsmethodik, die Zusammenhänge mit einem vertretbaren Versuchsaufwand sicher und systematisch zu ermitteln.

Ein Hilfsmittel des Qualitätsmanagements (QM) zur Erfüllung gestellter Anforderungen an die Produktqualität (Qualitätssicherung - QS) unter Berücksichtigung betriebswirtschaftlicher Gesichtspunkte ist der Einsatz statistischer Versuchsplanung, -durchführung und -auswertung. In jedem Unternehmen gibt es eine Vielzahl von Aktivitäten, die darauf ausgerichtet sind, Prozesse und Produkte in einer laufenden Fertigung oder in der Entwicklung zu rationalisieren, zu verbessern oder zu optimieren. Die vorhandenen Prozesskenntnisse reichen normalerweise jedoch nicht aus, um ohne weiteres geeignete Vorgehensweisen für Verbesserungen festzulegen. Vielmehr bedarf es im Normalfall zuvor einer Diagnose oder Untersuchung durch gezielte Versuche. Die statistische Versuchsmethodik, das Planen und Auswerten von Versuchen mit Hilfe statistischer Methoden, ermöglicht in diesem Fall eine ökonomische und aussagekräftige Diagnose [Masi94]. Die Durchführung von Experimenten bei einer bestimmten Versuchsanordnung erlaubt in vielen Fällen eine Aussage darüber, welche Ursache-Wirkungs-Zusammenhänge in einem Produktionsprozess vorhanden sind.

Bei der Versuchsplanung muss festgelegt werden, welche Einflussgrößen eine Veränderung der Qualität verursachen oder verursachen können. Da die Versuchsanzahl mit der steigenden Zahl der Einflussgrößen und deren Stufen exponentiell ansteigt, muss man sich bei der Faktorenauswahl auf die wesentlichen Größen beschränken. Die Einflussgrößen, die im Versuchsplan nicht berücksichtigt bleiben, sollten für die Verbesserung der Aussagegenauigkeit während der Versuchsdurchführung konstant gehalten werden. Die statistische Versuchsmethodik stellt eine große Auswahl von Versuchsplänen zur Verfügung, die ausführlich in der Literatur beschrieben sind [Sche86, Kemm94, Hill93]. Der vollfaktorielle Versuchsplan untersucht und erfasst lineare und nicht lineare Zusammenhänge und Wechselwirkungen zwischen mehreren Versuchsparametern und den Zielgrößen. Die Versuchsparameter werden in diesem Plan auf n Faktorstufen variiert. Die Untersuchung von k Faktoren auf n Stufen ergibt n^k Versuchseinstellungen. In dem Fall, dass nur lineare Zusammenhänge zu vermuten sind, ist es ausreichend die Einflussfaktoren in zwei Stufen (Versuchsplan 1. Ordnung) zu variieren. Eine dreistufige Parametervariation (Versuchsplan 2. Ordnung) ist bei vermuteten nichtlinearen Zusammenhängen zu realisieren. Eine prinzipielle Darstellung eines Versuchsplanes 2. Ordnung für drei Einflussgrößen stellt Bild 4-3 dar. Die Aufnahme des Zentralpunktes in einen vollfaktoriellen Versuchsplan 1. Ordnung erlaubt die Überprüfung von eventuell vorhandenen quadratischen Zusammenhängen (siehe Kapitel 4.2.3). Die Statistische Versuchsmethodik (auch DOE De-

sign of Experiments genannt) wird ausführlich in [Ade74, Bark94, Box57, Box75, Box78, Coch50, Kemp52, Henz93, Hick64, Mont76, Pete91, Sche74, Sche86, Schm88, Schu91, Vacu94] beschrieben.

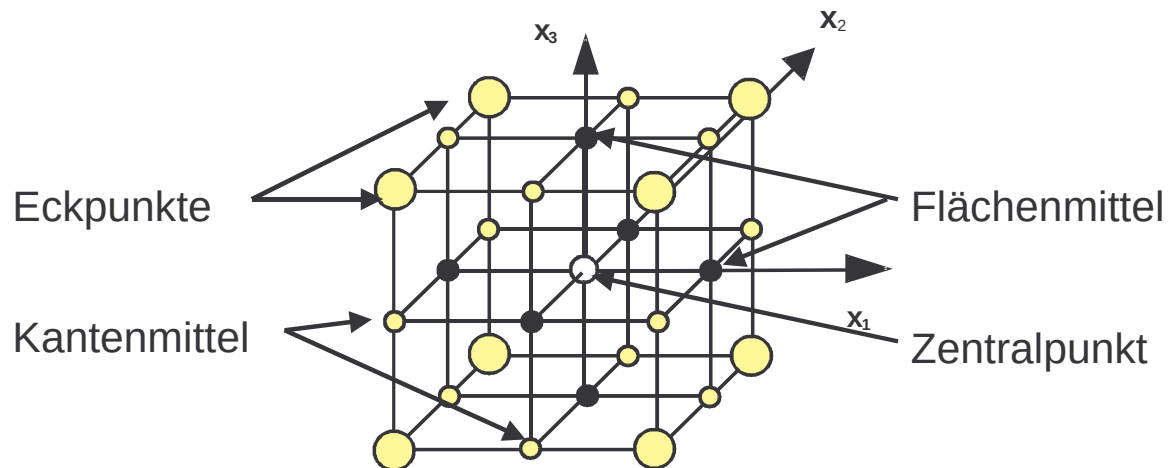


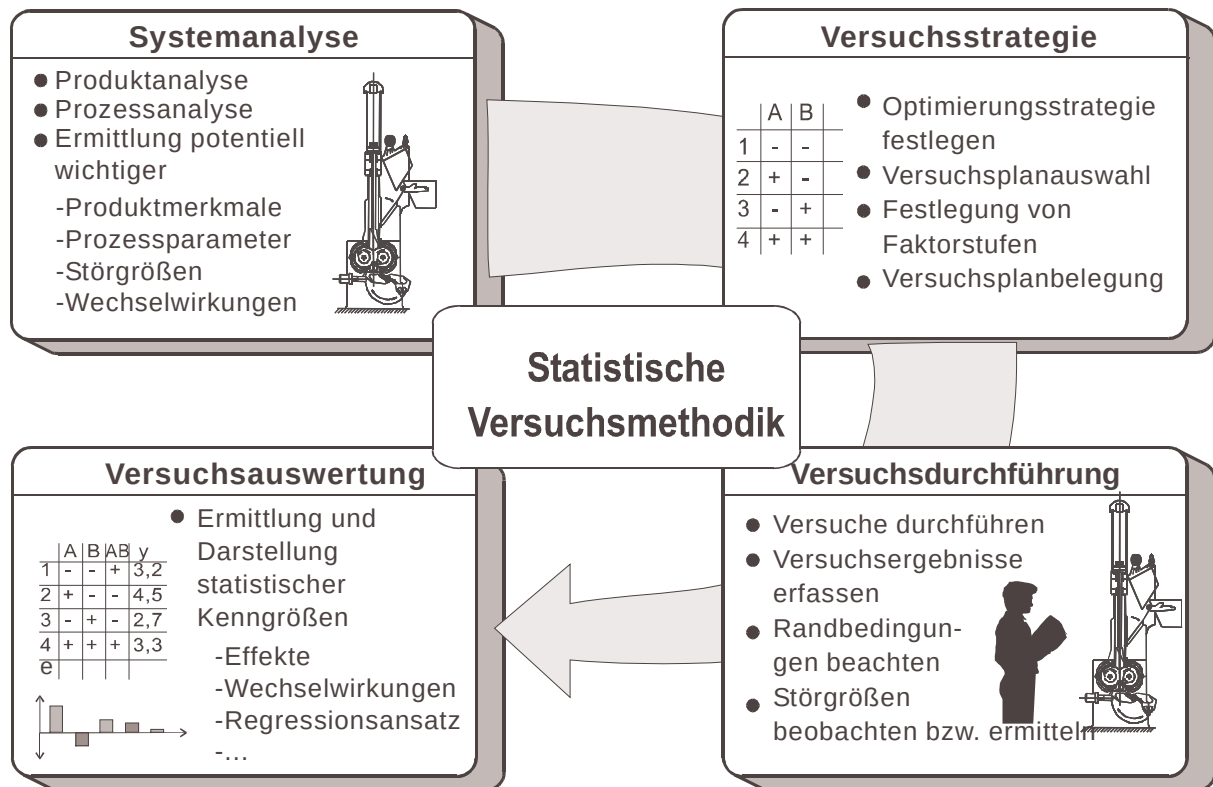
Bild 4-3: Konstruktion eines Versuchsplans 2. Ordnung für 3 Einflussgrößen

Fig. 4-3: Construction of an experimental design of 2. Order for 3 variables

Ziel der Statistischen Versuchsmethodik (SVM) ist es, bei der Optimierung von Prozessen und Produkten mit möglichst minimalem Versuchsaufwand geeignete Parametereinstellungen der Einflussgrößen zu finden, die einen maximalen Qualitätsstandard ermöglichen. Weiterhin sollen die gefundenen Parametereinstellungen des optimalen Betriebspunktes Schwankungen der Zielgröße reduzieren und deren Robustheit gegenüber potentiellen Störgrößeneinflüssen steigern. Die Reduzierung von Streuungen der Zielgröße ermöglicht eine gleichbleibend hohe Produkt- und Prozessqualität.

4.1 Ablauf der Statistischen Versuchsmethodik

Die Durchführung der Statistischen Versuchsmethodik kann nach [Pfei96] in vier Hauptabschnitte gegliedert werden, wie Bild 4-4 verdeutlicht.



Quelle: Pfei96

Bild 4-4: Ablauf der Statistischen Versuchsmethodik nach [Pfei96]

Fig. 4-4: Statistical design of experiments [Pfei96]

Schritt 1: Systemanalyse

Im Rahmen der Systemanalyse werden Fragen wie Problemstellung und Projektzielsetzung des zu optimierenden Produktes oder Prozesses erörtert. Anschließend werden relevante Zielgrößen festgelegt, die im Rahmen der Optimierungsstrategie verbessert werden sollen.

Ziel der Systemanalyse ist die möglichst vollständige Ermittlung aller Einfluss- und Störgrößen auf die zuvor definierten Zielgrößen.

Schritt 2: Versuchsstrategie

Zur Festlegung der Versuchsstrategie gehört die Auswahl geeigneter Versuchspläne und experimenteller Optimierungsmethoden für die vorliegende Problemstellung. Sorgfältige Planung der Versuchsstrategie reduziert den Versuchsaufwand und erhöht die Effizienz der durchzuführenden Versuche.

Schritt 3: Versuchsdurchführung

Bei der experimentellen Versuchsdurchführung werden die Einzelversuche gemäß dem zuvor festgelegten Versuchsplan realisiert. Bei Parametervariation ist auf exakte Einhaltung der Randbedingungen zu achten, um die Reproduzierbarkeit bei Versuchswiederholungen zu ermöglichen. Außerdem sollte die Schrittweite möglichst an die vorliegenden Versuchsbedingungen angepasst werden. Ist sie zu klein, können Einstell- und Messungenauigkeit der Versuchsanordnung die Effekte überlagern. Ist sie zu groß, kann das gesuchte Optimum verfehlt werden.

Schritt 4: Versuchsauswertung

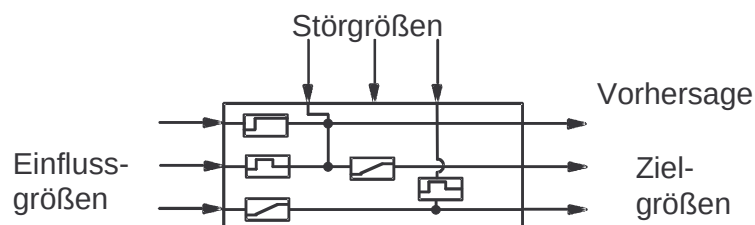
Entscheidende Aufgabe der anschließenden Versuchsauswertung ist es festzustellen, ob die Änderung der Zielgrößen aufgrund der Variation der Einflussgrößen (Effekte) erfolgt oder zufälligen Störungen (Rauschen) zuzuordnen ist. Die Interpretation der Versuchsergebnisse ermöglicht die Planung weiterer Optimierungsstrategien.

Bei den verschiedenen Methoden der Statistischen Versuchsplanung (SVP) wird der zu untersuchende Prozess weitestgehend als sog. „Black-Box“ behandelt. Dies bietet den Vorteil, dass die physikalischen Zusammenhänge und Gesetzmäßigkeiten des Prozesses nicht aufwendig vormodelliert werden bzw. gar nicht bekannt sein müssen. Der Versuch liefert in erster Linie die Information, dass bestimmte Ursachen bestimmte Wirkungen erzielen, jedoch nicht, warum Ereignisse eintreten.

Die Statistische Versuchsplanung orientiert sich ausschließlich an den beobachtbaren und messbaren Ein- und Ausgangsgrößen. Eine anschließende Regressionsanalyse erlaubt die Modellbildung, welche den mathematischen Zusammenhang zwischen den betrachteten Ein-

gangs- (Einflussgrößen) und Ausgangsgrößen (Zielgrößen) liefert. Hierbei sollten die gewählten Einflussgrößen möglichst unabhängig voneinander sein. Das Regressionsmodell hat strenggenommen nur innerhalb des untersuchten Parameterraumes Gültigkeit und ist in starkem Maße an die Versuchsergebnisse (Messgenauigkeit, Reproduzierbarkeit) rückgekoppelt. Bild 4-5 (unten) zeigt die Vorgehensweise der Black-Box-Betrachtung bei der mathematischen Prozessabbildung (Modellierung).

- Physikalische Prozessmodelle



( experimentell oder analytisch ermittelte physikalische Zusammenhänge)

- Mathematische Prozessmodelle

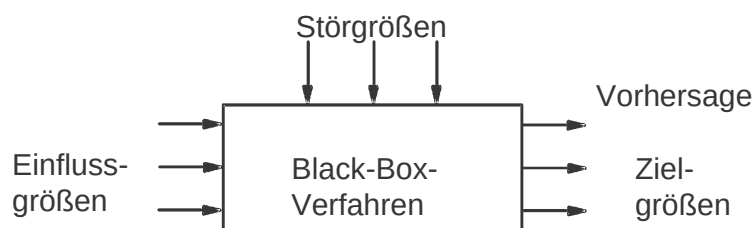


Bild 4-5: Vergleich des physikalischen und des mathematischen „Black-Box“-Modellierungsverfahrens [Meie97]

Fig. 4-5: Comparison of the physical and the mathematical Black-Box modelling method [Meie97]

Um die Zusammenhänge zwischen den Einfluss- und Zielgrößen zu ermitteln und in Form einer oder mehrerer Gleichungen abzubilden, werden bei der Black-Box-Betrachtung als Datenbasis überwiegend Versuche nach Statistischer Versuchsmethodik angewendet. Die

Realisierung einer Optimierungsstrategie im Rahmen der Statistischen Versuchsplanung lässt sich nach [Pfei95] in drei Phasen unterteilen:

- Phase I: Screening Experiment (Faktorensuche)
- Phase II: Experimentelle Optimumsuche,
- Phase III: Untersuchung im Optimalgebiet.

Nachfolgendes Bild 4-6 veranschaulicht die verschiedenen Phasen der Statistischen Versuchsplanung.

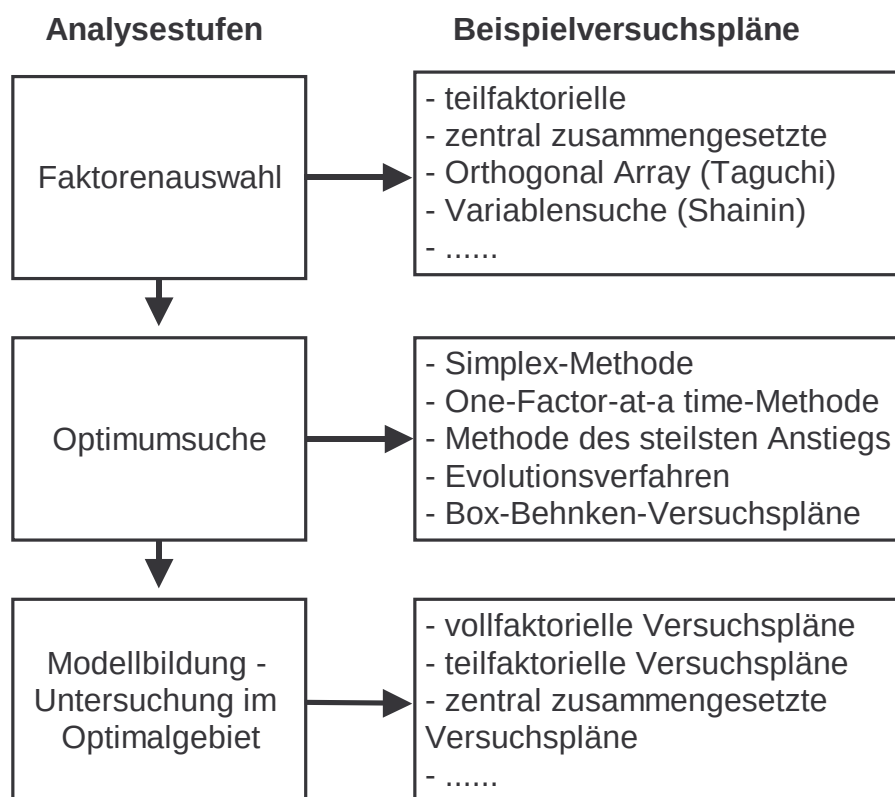


Bild 4-6: Ablauf der durchgängigen statistischen Prozessanalyse mittels Statistischer Versuchsmethodik

Fig. 4-6: Concept of the comprehensive statistical process analysis using design of experiments

4.1.1 Phase I: Faktorenauswahl - Screening Experiment

Ziel der Faktorenauswahl - „Screening Experiment“ (I. Phase) ist es, aus den im Versuchsplan berücksichtigten Einflussfaktoren auf die Zielgröße die jeweils relevanten bzw. signifikanten zu ermitteln („auszusieben“). Das „Screening Experiment“ kann also als „Orientierungsphase“ aufgefasst werden, die dazu dient, die Zahl der Einflussgrößen zu reduzieren und damit den Versuchsaufwand zu verringern. (Die Anzahl der Versuche n steigt exponentiell mit der Anzahl der zu untersuchenden Einflussgrößen k an! So beträgt diese bei einem zweistufigen vollfaktoriellen Versuchsplan $n=2^k$.)

Zu den im „Screening Experiment“ verwendeten theoretischen Methoden zählen in erster Linie auf die gegebene Problemstellung abgestimmte Versuchspläne. Im Rahmen dieser Arbeit wird nicht detailliert auf die unterschiedlichen Versuchspläne eingegangen. Hierzu sei auf Standardstatistiksoftware wie Statistica[®], SPSS[®], NCSS[®], StatGraphics[®], sowie auf die entsprechende Literatur verwiesen.

Zu den einsetzbaren Versuchsplänen im „Screening Experiment“ gehören:

- vollständige faktorielle Versuchspläne [Box78, Drey93, Jura88, Mass94, Mont91, Pete91, Pfei96, Sche86, Schm92, Spen91],
- teilfaktorielle Versuchspläne [Box78, Guns91, Klep92, Mont91, Pfei92, Pfei96, Sche86, Schm92, Snee85, Spen91],
- aggregierte teilfaktorhelle Versuchspläne [Box87, Elli95, Klei75], Mont91, Pfei92, Sche86, Schm92, Whee90],
- Plackett-Burmann Designs [Box78, Box87, Drey93, Harm74, Klei75, Mont91, Plac46, Sche86, Schm92, Spen91, Whee89, Whee90],
- Gruppensiebpläne [Drey93, Klei75, Pfei92, Sche86, Wats61, Whee89],
- verknüpfte faktorielle Versuchspläne [Pfei92, Sche86],
- Zufalls-Balance-Methode [Harm74, Müll78, Satt59, Pfei92, Sche86],
- Methoden von Shainin [Bhot91, Kuhn90, Mitt90, Klep92, Quen92, Quen94, Pfei96, Whee90, Zieb90].

4.1.2 Phase II: Experimentelle Optimumsuche

In dieser Phase werden sog „Response-Surface“-Methoden eingesetzt, die eine iterative Näherung an ein Optimum in diskreten Schritten ermöglichen. Ziel der experimentellen Methoden ist eine vergleichsweise schnelle Annäherung an ein gesuchtes Optimum. Sie dienen als Basis für anschließende genauere Untersuchungsmethoden im „Zielgebiet“ (Phase III). Als Auswahlkriterien sind die Konvergenzgeschwindigkeit und -sicherheit sowie die Robustheit gegenüber Störgrößen zu nennen. Zu den einsetzbaren experimentellen Methoden der Statistischen Versuchsplanung zählen:

- Einfaktormethode,
- Methode des steilsten Anstieges,
- Simplex / XPLEX-Methode,
- Evolutionäre Methoden.

Da sie das Hauptthema der vorliegenden Arbeit repräsentieren, wird in Kapitel 4 ausführlich auf die experimentellen Methoden eingegangen.

4.1.3 Untersuchung im Optimalgebiet

Ausgehend von dem in der II. Phase ermittelten Optimum werden in der Schlussphase der Statistischen Versuchsdurchführung die Auswirkungen der Einflussgrößen auf die Zielgröße in einem engeren Bereich detaillierter untersucht. Ziel der intensiveren Untersuchungen in der Nähe des Optimums sind Regressionsgleichungen zur Beschreibung der Zielgröße als Funktion der Einflussgrößen. In größerer Entfernung eines Extremums können Teilbereiche der Zielgrößen-Antwortfläche i.d.R. durch lineare Regressionsgleichungen („glatte“ Flächen) hinreichend genau beschrieben werden (s. Kapitel 6.1.3 „Methode des Steilsten Anstieges“). In der Nähe eines Extremums hingegen kann die Zielgrößen-Antwortfläche eine stärkere Krümmung aufweisen. Zur Beschreibung können dann auch Regressionspolynome 2. Ordnung oder Künstliche Neuronale Netzwerke (siehe Kapitel 7.3.2.1 „Neuronale Netzwerke – Grundlagen“) herangezogen werden.

In der Praxis müssen zur Berechnung der Regressionskoeffizienten mindestens so viele Versuchspunkte angefahren werden, wie Koeffizienten im Regressionspolynom vorhanden sind. Es wird sogar vorgeschlagen, dass man mindestens 10mal (besser 20mal) soviel Fälle haben soll, wie es Gleichungsfaktoren in einem Vorhersagemodell gibt. Insbesondere wenn man eine schrittweise Regression anwendet, spielt die Anzahl der Variablen eine große Rolle. Da bei der schrittweisen Regression jeweils der "signifikanteste" Zusammenhang ausgewählt wird, um die Regressionsgleichung aufzubauen, spielt man dem Zufall in die Hände. Es muss schon auf Grund von Zufallsschwankungen einige Prädiktoren (Gleichungsfaktoren) geben, die "signifikant" mit der abhängigen Variablen zusammenhängen. Je mehr Variablen man benutzt, desto größer wird das Problem. Ein weiteres Problem bildet die Stabilität der Schätzungen. Beide Probleme lassen sich eigentlich relativ leicht angehen: Man führt die Regression an einem Teil (z.B. der ersten Hälfte) des Datensatzes durch und benutzt die Ergebnisse der Regression aus dem "Lerndatensatz" in einem "Testdatensatz" (also z.B. der zweiten Hälfte). Ein Plot von vorhergesagten Y-Werten (auf der Basis der Regressionskoeffizienten aus dem Lerndatensatz) gegen die beobachteten Y-Werte im Testdatensatz zeigt, wie gut die Regression tatsächlich ist.

Zu den einsetzbaren Methoden für die Untersuchung im Optimalgebiet zählen:

- Zentralpunktversuche [Pete91, Sche86],
- faktorielle Versuchspläne [Pete91, Sche86],
- Box-Behnken-Versuchspläne [Box60, Pete91, Schm92, Sche86],
- zentrale zusammengesetzte Versuchspläne [Box51, Drey93, Harl59, Harm74, Pete91, Sche86, Schm92, Spen91],
- einfache drehbare Versuchspläne [Pete91, Sche86].

4.2 Statistische Auswertemethoden und statistische Modellbildung

An dieser Stelle werden grundlegende Informationen über Auswertemethoden beschrieben, die für das Verständnis der nachfolgenden Untersuchungsergebnisse in den Kapiteln 5 bis 7 unabdingbar sind.

4.2.1 Effektanalyse

Mit der Effektanalyse können Versuchsergebnisse aus statistischen Versuchsplänen auf recht einfache Weise analysiert werden. Dieser Analyseschritt wird mit Hilfe der sog. Plan- und Effektmatrix durchgeführt. Sie enthält die Qualitätsmesswerte und beschreibt die Effekte, die durch die Variationsparameter und deren Wechselwirkungen hervorgerufen wurden. Die Effektmatrix enthält die quantitative Änderung der Qualitätsgröße, die durch die Einflussgrößenvariation hervorgerufen wurde. Die Analyse dieser Matrix ermöglicht die Aussage, welchen Einfluss die untersuchten Faktoren oder ihre Wechselwirkungen auf die Qualitätsgröße haben.

Die berechneten Effekte berücksichtigen die Mittelwerte der untersuchten Antwortgrößen für die jeweilige Versuchseinstellung. Sie werden berechnet als Differenz zwischen dem Mittelwert aller Ergebnisse für das obere und dem Mittelwert aller Ergebnisse für das untere Einstellniveau dieser Einstellgröße. Ähnlich erfolgt die Berechnung der Wechselwirkungseffekte [Meie97].

4.2.2 Varianzanalyse

Mit Hilfe der Varianzanalyse können die signifikanten Einflussgrößen bzw. ihre Kombinationen ausgewählt werden. Die Entscheidung über die Signifikanz eines Faktors wird getroffen, indem die Variation der Zielgröße durch aktives variieren der Einflussfaktoren zufälliger Variation (Streuung) gegenübergestellt wird. Mit Hilfe der Varianzanalyse besteht keine Möglichkeit, die funktionellen Zusammenhänge zwischen den Versuchseinstellungen und den Antwortgrößen zu formulieren. Somit ist eine Modellbildung mit dieser Analysemethode nicht möglich.

In der Varianzanalyse geht es allgemein um die Fragestellung, wie sich eine oder mehrere unabhängige Variablen auf eine oder mehrere abhängige Variablen auswirken. Unabhängige Variablen werden im Zusammenhang mit der Varianzanalyse als **Faktoren** bezeichnet. Sie können ein beliebiges Skalenniveau aufweisen. Häufig handelt es sich um qualitative, nomi-

nalskalierte Variablen. Die einzelnen qualitativen Ausprägungen eines Faktors werden als **Faktorstufen** bezeichnet. Wichtig ist in diesem Zusammenhang, dass jeder Faktor eindeutig einer Faktorstufe beziehungsweise einer Kombination von verschiedenen Faktorstufen zugeordnet werden kann. Wird lediglich ein Faktor betrachtet, so spricht man von einer einfaktoriellen Varianzanalyse. Werden mehr als ein Faktor untersucht, so spricht man von einer **mehrfaktoriellen Varianzanalyse**. Im Gegensatz zu den Faktoren, handelt es sich bei den in einer Varianzanalyse betrachteten abhängigen Variablen immer um quantitative, intervallskalierte Variablen. Wird genau eine abhängige Variable betrachtet, so spricht man von einer **univariante Varianzanalyse**. Werden mehr als eine abhängige Variable untersucht, so spricht man von einer **multivariante Varianzanalyse**. Die verschiedenen, in der Varianzanalyse möglichen Variablenkonstellationen sind in der folgenden Tabelle nochmals zusammengefasst:

{PRIVATE}	Anzahl der unabhängigen Variablen	
Anzahl der abhängigen Variablen	1	> 1
1	einfaktorielle, univariante Varianzanalyse	mehrfaktorielle, univariante Varianzanalyse
> 1	einfaktorielle, multivariante Varianzanalyse	mehrfaktorielle, multivariante Varianzanalyse

Tabelle 4-1: Typen der Varianzanalyse [Stat00]

Tab. 4-1: Kinds of the variance analysis [Stat00]

4.2.3 Überprüfung der quadratischen Beziehungen im Versuchsraum

Die Versuchspläne 1. Ordnung können nur die linearen Beziehungen zwischen den variierten Faktoren und einer Zielgröße beschreiben. Es ist somit erforderlich die nichtlinearen Zusammenhänge auf ihre mögliche Signifikanz hin zu untersuchen. Im Falle, dass die quadratischen Beziehungen nicht vernachlässigbar sind, sollten ergänzende Versuche durchgeführt werden, die den Versuchsplan 1. Ordnung in einen Versuchsplan 2. Ordnung umwandeln.

Eine Aussage über die Signifikanz der quadratischen Terme gibt eine graphische Darstellung der Antwortgröße in Abhängigkeit der Einflussgrößen unter Berücksichtigung des Zentralpunktes. Weisen diese Funktionen eine Krümmung auf, sind die quadratischen Glieder nicht vernachlässigbar. Die Genauigkeit der Approximation durch ein Polynom aus dem Faktorenpfad 1. Ordnung wäre somit nicht ausreichend. Weiterhin kann ein Vergleich des Mittelwertes $\bar{y}_w$ aller Würfelpunktversuche mit dem Mittelwert der Zentralpunktversuche $\bar{y}_o$ zur Feststellung der Signifikanz der quadratischen Glieder benutzt werden.

Im Falle, dass sich die Differenz der Mittelwerte in einem t-Test [sche86] als signifikant erweist, ist das lineare Polynom unzulänglich. Der als t-Test bezeichnete Test geht von der Annahme aus, dass die Mittelwerte gleich sind. In Bild 4-7 ist die Überprüfung der Differenz $\bar{y}_w - \bar{y}_o$ qualitativ und zweidimensional dargestellt. Die Überprüfung erfolgt nach folgender Formel :

$$| \bar{y}_w - \bar{y}_o | > t(\nu; P) \times \sqrt{\text{var}(\bar{y}_w - \bar{y}_o)}$$

$$s^2 = \frac{v_W \times s_W^2 + v_0 \times s_0^2}{v_W + v_0}$$

mit Indizes:

W - Würfelpunkte

0 - Zentralpunkt

4.2.4 Korrelationsanalyse

Um eine erste Auswahl der relevanten Einflussgrößen zu treffen, wird eine Korrelationsanalyse durchgeführt. Dieses statistische Werkzeug bewertet den Zusammenhang zwischen zwei Größen. Das Ergebnis ist dabei unabhängig von den jeweiligen Maßeinheiten. Die Korrelation ergibt sich aus der Kovarianz $\text{Cov}(X, Y)$ zweier Gruppen (X, Y), dividiert durch das Produkt aus deren Standardabweichungen (σ_x, σ_y). Die Formel für den Korrelationskoeffizienten $R_{x,y}$ lautet:

$$R_{x,y} = \frac{\text{Cov}(X, Y)}{\sigma_x \times \sigma_y}$$

Dabei gilt: $-1 < R_{x,y} < 1$ und :

$$\text{Cov}(X, Y) = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n (x_j - \bar{x}) \times (y_j - \bar{y})$$

mit:

n - Anzahl der Wertepaare (x, y)

j - Index

Der Korrelationskoeffizient nimmt Werte im Bereich von -1 bis +1 an. Liegt der Wert nahe Null, besteht kein linearer Zusammenhang. Je näher die Korrelation bei +1 oder bei -1 liegt, um so stärker ist die Abhängigkeit der Größen. Aus der Korrelationsmatrix können weiterhin die Kolinearitäten, d.h. lineare Zusammenhänge der Kenngrößen untereinander erkannt werden. Die Verwendung kollinearier Kenngrößen sollte bei der Modellbildung vermieden werden, weil dadurch das statistische Modell instabil und ungenau wird.

4.2.5 Regressionsanalyse - Modellbildung

Bei der Regressionsrechnung geht es um die Ermittlung der Abhängigkeit zwischen einem oder mehreren quantitativen Faktoren und einer Ziel- oder Qualitätsgröße [Masi88]. In Abhängigkeit von den dazu herangezogenen Einflussgrößen werden in der Literatur zwei Modelltypen voneinander unterschieden [sche86]:

Modell I: Bestimmte Einflussgrößen werden auf bestimmten Stufen fest vorgegeben. Aus den Versuchsergebnissen wird ein Regressionspolynom abgeleitet, das den Zusammenhang zwischen relevanten Einflussgrößen und einer Zielgröße beschreibt.

Modell II: Die vorliegenden Daten sind zufällige Stichproben. Die betrachteten Einflussgrößen liegen auf zufälligen Stufen. Aus den Datensätzen wird ein Regressionspolynom abgeleitet, das den Zusammenhang zwischen relevanten Einflussgrößen und einer Zielgröße beschreibt.

Modelle für Ziel- und Einflussfaktoren aus statistischen Versuchsplänen, die hier zunächst betrachtet werden, entsprechen dem *Modelltyp I*. Diese Modelle erfassen neben den variierten Einflussgrößen keine zusätzlichen, unbekannten Störgrößen. Regressionsmodelle, die auf fest vorgegebenen Einstellgrößen basieren, ermöglichen in erster Linie eine Analyse bzw. eine Optimierung von Prozessen (siehe Kapitel 5 und 6). Die Auswahl der signifikanten Einstellgrößen erfolgt mit Hilfe der Effekt- und der Varianzanalyse (Kapiteln 4.2.1, 4.2.2).

Während bei der Varianzanalyse die Einflüsse der jeweiligen Maschineneinstellgrößen (Faktoren) auf die Zielgröße betrachtet werden, wird bei der Regressionsanalyse mit dem Modelltyp II mit Hilfe statistischer Kenngrößen ein mathematisches Modell für die Zielgröße bestimmt. Die Ermittlung der statistischen Kenngrößen (Kennzahlen) geschieht mittels der Messungen der unterschiedlichen Ist-Größen des jeweiligen Maschinenprozesses. Die in das Modell eingehenden Kenngrößen werden als Regressoren, die jeweilige Zielgröße als Regressant bezeichnet (Kapitel 7 „Mathematische Modellierung“).

Das Kriterium für die Güte des mathematischen Regressionsmodells stellt sowohl das Bestimmtheitsmaß R^2 (im englischen „R-squared“) als auch der F-Wert dar. Während der F-Wert wieder die Signifikanz des ermittelten Modells beschreibt, kennzeichnet das Bestimmtheitsmaß die Genauigkeit des Modells im Vergleich mit dem realen gemessenen Maschinenprozess. Der Wert des Bestimmtheitsmaßes liegt zwischen 100 % und 0 %. Der Wert 100 % steht hierbei für eine exakte Beschreibung des realen Maschinenprozesses durch das ermittelte Regressionsmodell. Über die Genauigkeit der Prognose für das Regressionsmodell lässt sich auch ein direkter Rückschluss auf das zuvor erläuterte Maschineneinstellgrößenmodell zu, welches als Ergebnis der Varianzanalyse aufgestellt werden kann. So bedeutet ein Regressionsmodell mit schlechtem Bestimmtheitsmaß und schlechter Signifikanz auch für ein zuvor aufgestelltes Varianzanalysenmodell für die Maschineneinstellgrößen, dass dieses ebenfalls mit der gleichen Unsicherheit bezüglich der realen messbaren Werte des Prozesses behaftet ist.

Ein weiteres, wichtiges Beurteilungskriterium für das Modell der Regressionsanalyse ist der t-Test. Der t-Test entspricht in seiner Aussageart dem F-Wert, bezieht sich jedoch auf die Koeffizienten der einzelnen Regressoren des ermittelten Modells. Die Angabe des berechneten t-Wertes erfolgt gemeinsam mit einem Wahrscheinlichkeitswert. Dieser Wahrscheinlichkeitswert gibt darüber Auskunft, wie signifikant der Koeffizient des Regressors in dem Modell ist. Ein recht geringer Wahrscheinlichkeitswert steht dabei dafür, dass der Wert des jeweiligen Koeffizienten mit recht hoher Wahrscheinlichkeit gesichert ist.

Zur Bildung eines Regressionsmodells ist es zunächst erforderlich, die in das Modell eingehenden Regressoren auszuwählen. Kriterium ist hierbei nicht allein der Einfluss der Kenngröße auf die Zielgröße, sondern zusätzlich auch das Maß der linearen Abhängigkeit der in das Modell eingehenden Kennzahlen untereinander. Sind zwischen den Kennzahlen starke lineare Abhängigkeiten vorhanden, verringert sich die Signifikanz des errechneten Modells.

Die entsprechenden Regressoren zu finden, verbindet zwei sich widersprechende Ziele: Zum einem soll das Regressionsmodell den realen Prozess so genau wie möglich beschreiben. Aber zugleich sollen auch nur wenige und untereinander unabhängige Regressoren in das Modell aufgenommen werden. Das zweite Ziel ist deswegen so wichtig, weil jeder in das

Modell aufgenommene Regressor neue, unterschiedlich starke Abhängigkeiten zu den anderen Regressoren in das Modell einbringt und dadurch die Genauigkeit der errechneten Regressionskoeffizienten vermindert.

Zur Untersuchung der Abhängigkeiten der Regressoren untereinander erfolgt mit Hilfe der Korrelationsanalyse (Kap. 4.2.4). Je größer der lineare Zusammenhang zwischen zwei Kennzahlen ist, desto näher liegt der Betrag des jeweiligen Matrixkoeffizienten an dem Wert 1. Eine Analyse der Matrix ermöglicht die gezielte Auswahl möglicher Regressoren.

Generell wird bei dieser Vorauswahl nach zwei unterschiedlichen Beurteilungskriterien vorgegangen. Das erste Beurteilungskriterium, welches die Relevanz der Kenngröße für das mögliche Regressionsmodell untersucht, ergibt sich aus dem Beitrag der Kenngröße zu dem gesamten Bestimmtheitsmaß. Eine Kenngröße, die einen hohen Beitrag zu dem Gesamtbestimmtheitsmaß liefert, wird dabei in das Modell aufgenommen. Wie hoch dieser Anteil am Gesamtbestimmtheitsmaß sein soll, hängt dabei von den Anforderungen an die gewünschte Anzahl der Modellregressionskoeffizienten ab. Das zweite Beurteilungskriterium untersucht die Streuung der Versuchswerte einer Kenngröße und berücksichtigt Kennzahlen mit geringer Streuung für das Regressionsmodell. Entscheidend ist der statistische MSE-Wert (Mean Square Error) des Gesamtmodells. Dieser MSE-Wert gibt den mittleren quadratischen Fehler des Gesamtmodells bezüglich der gemessenen Stichprobenwerte des Realprozesses an. Je stärker der Einfluss einer in das Regressionsmodell aufgenommenen Kenngröße ist, desto niedriger ist der MSE-Wert des Modells. Beide Beurteilungskriterien sind bezüglich ihrer Auswirkungen auf die Genauigkeit des Regressionsmodells gleichwertig. Während das erste Kriterium bei dem Algorithmus den Schwerpunkt auf das Gesamtbestimmtheitsmaß des Regressionsmodells legt, liegt der Hauptfokus des zweiten Algorithmus auf der Signifikanz des Regressionsmodells. Aufgrund dieser Algorithmen wird eine Vorauswahl derjenigen Kenngrößen getroffen, die entscheidenden Einfluss auf die Güte des Regressionsmodells haben. Diese Vorauswahl lässt jedoch keine Rückschlüsse darüber zu, ob die einzelnen Kenngrößen untereinander linear abhängig sind.

Die für die Regressionsanalyse ausgewählten Kenngrößen lassen sich anschließend in einer Korrelationsmatrix auf mögliche lineare Abhängigkeiten hin beurteilen. Diese Beurteilung ist

deshalb so wichtig, weil erst in der eigentlichen Regressionsanalyse genaue Werte für die Regressionskoeffizienten errechnet werden, eine Berücksichtigung möglicher linearer Abhängigkeiten in der Regressionsrechnung hingegen nicht erfolgt.

Außer dem Bestimmtheitsmaß und dem F-Wert des Regressionsmodells ist eine weitere Beurteilungsgrundlage für das errechnete Modell die Analyse der statistischen Fehler (Residuen). Diese Residuen beruhen auf den Abweichungen der berechneten und realen Kenngrößenwerte. Je genauer das berechnete Modell ist, um so geringer fällt die Streuung der Residuen innerhalb der Stichprobe aus. Mittels der Residuen ist es möglich, den Konfidenzbereich der Versuchsstreuung festzustellen, innerhalb der die messbaren Prozessgrößen liegen. Weitergehende Analysen der Residuen geben zudem Aufschluss darüber, ob in einem Prozess systematische Einflüsse vorliegen.

Diese Methodik, bei der die Zusammenhänge zwischen den Einflussgrößen und der Zielgrößen mit mathematischen Methoden ermittelbar sind, wurde in folgenden Kapiteln für verschiedene Problemstellungen erfolgreich angewendet. Bei der Mischungscharakterisierungsproblematik im Kapitel 5 wurden sie benutzt, um aus der Fülle der Mischungsprüfmethoden diejenigen herauszufiltern, die Informationen über den vorangegangenen Aufbereitungsprozess im Innenmischer, über die Weiterverarbeitbarkeit sowie über die zu erreichenden Bauteileigenschaften liefern.

4.2.6 Kenngrößenbildung

4.2.6.1 Mischprozess

Die Beschreibung und Analyse des Mischprozesses mit Hilfe der mathematischen Kenngrößen, die aus tatsächlichen Prozessparametern gebildet wurden, wurde bereits am IKV Aachen in vielen Forschungsarbeiten erfolgreich eingesetzt [Kemm95, Schm96, Ryzk96, Meie97, Habe00]. Die statistische Analyse der gemessenen Prozessparameter erforderte dabei eine Komprimierung der Informationen, da die gesamten Kurvenverläufe nicht auswertbar sind. Zu diesem Zweck wurden aus den aufgezeichneten Messgrößen des Mischprozesses mathematische Kenngrößen gebildet. Prinzipiell stehen folgende Kenngrößen zur Verfügung: Integrale, Maxima, Minima, Anfangs- und Endwerte, Mittelwerte, Differenzen, Differentiale, Gradienten, Kombinationen aus den erwähnten Kenngrößen. Diese Kenngrößen sind anders als oft verwendete Kennzahlen (z.B. Modelltheorie für Extruder [Limp86] nicht dimensionsfrei, was bei der Analyse der Prozessdaten und bei der Bestimmung von Gleichungsfaktoren mitberücksichtigt werden muss.

Um den Mischprozess möglichst genau zu beschreiben, werden aus allen aufgenommen Prozessparametern Kenngrößen ermittelt. Um den Informationsinhalt zu erhöhen, wird der Kautschukmischprozess in einzelne Phasen aufgeteilt. Die Aufteilung des Prozesses erfolgt nach der Position des Stempels. Die Festlegung der jeweiligen Prozessgrenzen richtet sich nach der Höhe der Flanken in dem Stempelpositionsverlauf. Aus dieser Aufteilung ergeben sich für einen zweistufigen Mischprozess folgende Prozessphasen (in Klammern die Nummerierung):

Rohmischung

- | | | |
|---------------------------------|-----|---------------|
| - Polymerzugabe | (1) | Stempel oben |
| - Mastikation (Plastifizierung) | (2) | Stempel unten |
| - Zugabe der Füllstoffe | (3) | Stempel oben |
| - Füllstoffeinarbeitung | (4) | Stempel unten |
| - Zugabe der Weichmacher | (5) | Stempel oben |
| - Weichmachereinarbeitung | (6) | Stempel unten |

Fertigmischung

- | | | |
|---------------------------------------|-----|---------------|
| - Zugabe des Vernetzungssystems | (1) | Stempel oben |
| - Einarbeitung des Vernetzungssystems | (2) | Stempel unten |
| - Lüften | (3) | Stempel oben |
| - Einarbeitung des Vernetzungssystems | (4) | Stempel unten |

Gesamtverzeichnis der gebildeten Kenngrößen ist dem Anhang zu entnehmen. Zur Veranschaulichung der Kenngrößenbildung enthält Bild 4-9 die charakteristischen Kenngrößen am Beispiel des Verlaufs der elektrischen Leistung sowie den dazugehörigen Stempelpositionsverlauf.

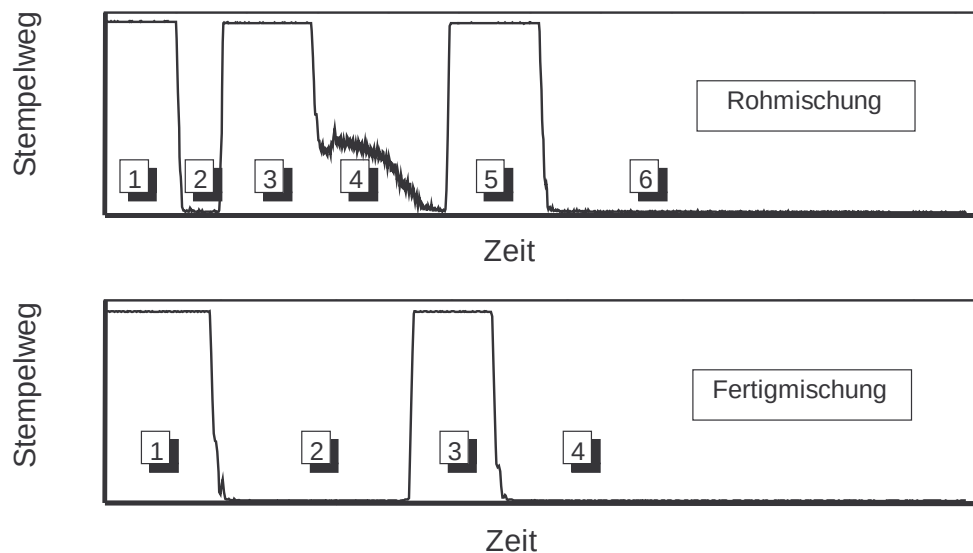


Bild 4-8: Phasenaufteilung beim Kautschukmischprozess anhand des Stempelweges

Fig. 4-8: Phases of the rubber mixing process based of the plunger way curve

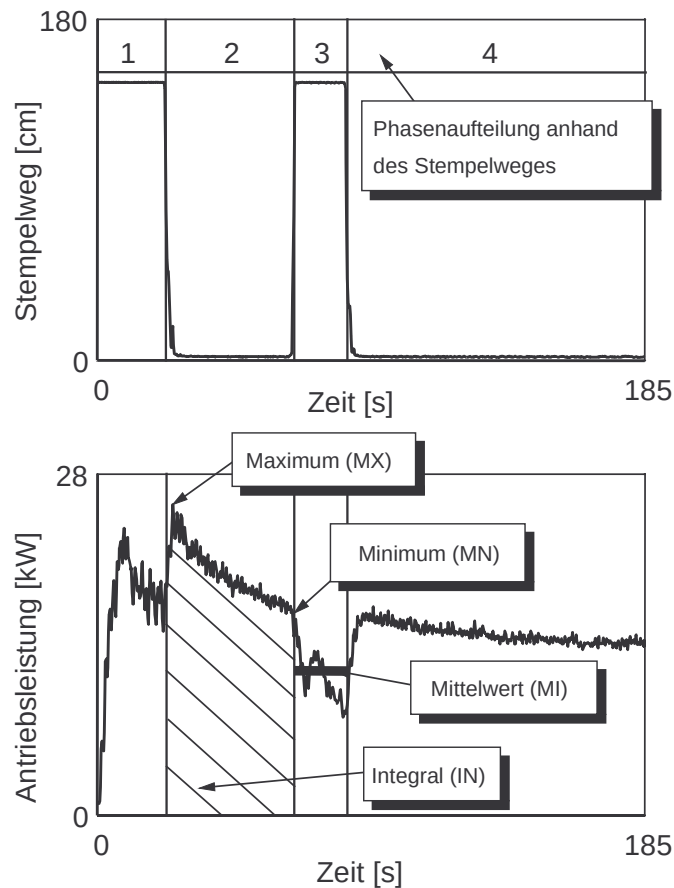


Bild 4-9: Kenngrößenbildung im Fertigmischprozess (SBR-Standardspritzgießmischung, s. Tabelle 5-4)

Fig. 4-9: Characteristic values for the compounding of the final compound (SBR standard injection molding compound s. Table 5-4)

4.2.6.2 Spritzgießprozess

Die Kenngrößenbildung für den Spritzgießprozess verläuft ähnlich der für den Mischprozess. Allerdings erfolgte die Messwerterfassung mit der Mess- und Analysesoftware PROMON [Prom96]. Hier war es möglich, die aufgenommenen Prozessverläufe mit derselben Software direkt zu weiterverarbeiten [Laufs98]. Die Verarbeitungsbereiche konnten anhand einer Auswahl an digitalen oder analogen Triggersignalen definiert und über diesen Bereichen verschiedene Kenngrößen wie z.B. Integrale, Maxima, Mittelwerte und Differentiale gebildet werden (Gesamtverzeichnis ist dem Anhang zu entnehmen). Ein typischer Verlauf der Spritzgießprozessparameter ist in Bild 4-10 dargestellt.

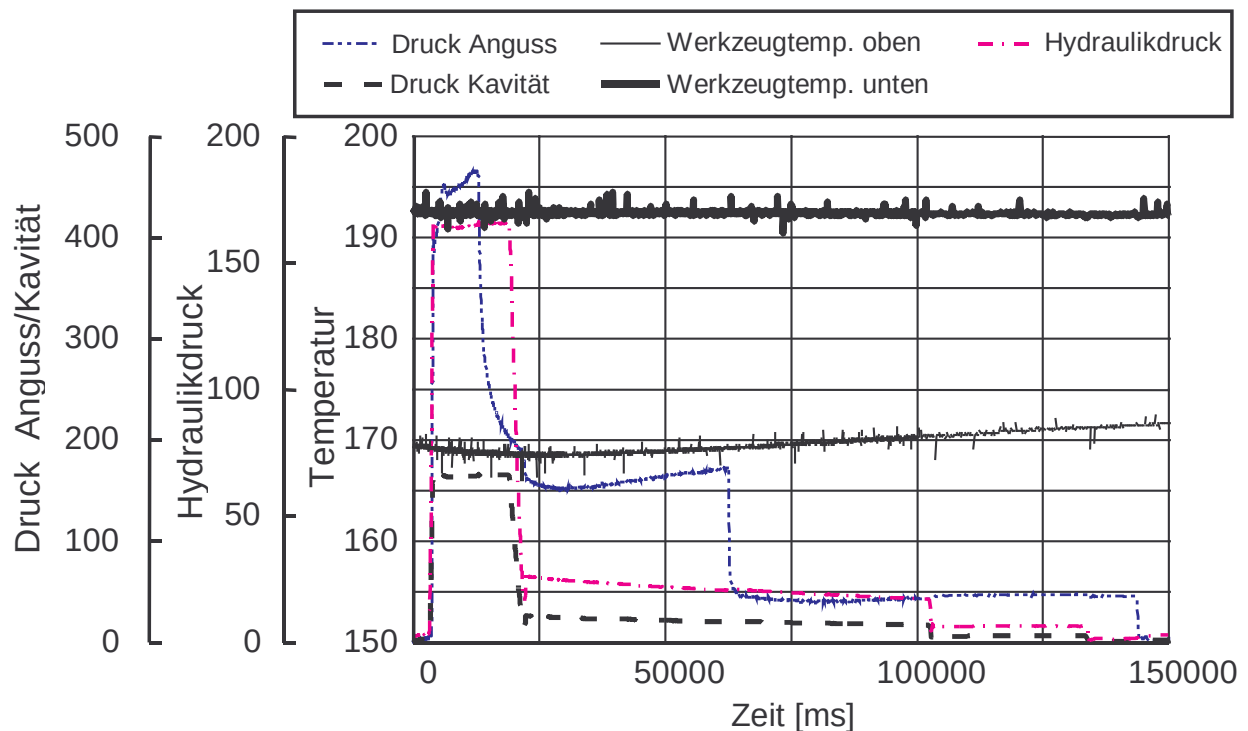


Bild 4-10: Prozesskurvenverläufe für den Spritzgießprozess

Fig. 4-10: Process parameter curves for the injection molding process

Da PROMON die Möglichkeit bietet, den Verlauf der aufgenommenen Prozessgrößen und die definierten Verarbeitungsbereiche in Diagrammen darzustellen, kann man hier die Abgrenzung der einzelnen Prozessphasen anhand definierter Triggersignale, wie z.B. Maximum, Minimum und Schwellwert überprüfen. Diese Überprüfung ist notwendig, um eine reproduzierbare Verarbeitungsbereichsbildung für alle Versuchspunkte sicherzustellen, da hierbei auftretende Fehler im nachhinein an den gebildeten Kenngrößen kaum zu detektieren sind. Wesentlich vereinfacht wird die Festlegung der Verarbeitungsbereiche durch die Erfassung von Digitalsignalen [Laufs98].

5 Auswahl von prozess- und bauteilrelevanten Mischungscharakterisierungsmethoden

5.1 *Mischungscharakterisierung*

Um bereits frühzeitig zu erkennen, welche Mischungen in den Folgeschritten nicht verarbeitbar sind oder zu Ausschussprodukten führen können, ist eine zuverlässige Mischungscharakterisierung dringend erforderlich. Infolgedessen stellt sich für die Elastomerverarbeiter die Frage nach aussagekräftigen Messgrößen sowie nach den für eine Erfassung dieser Größen geeigneten Analysemethoden. Es ist nämlich wünschenswert, anhand der Mischungsprüfung oder der Beobachtung und Analyse der Aufbereitungsprozesse bereits entscheiden zu können, ob geforderte Eigenschaften am Fertigteil nach der Vulkanisation erreicht werden können. Die Ursachen für die Schwankungen, die durch die Prüfmethoden erkannt werden können, liegen oft bei der angesprochenen diskontinuierlichen Aufbereitung der einzelnen Chargen. Die teilweise manuelle Maschinenbedienung, zahlreiche Zwischenverarbeitungsschritte und der nicht zu vernachlässigende Faktor Mensch beeinflussen zusätzlich stark die Mischungseigenschaften und somit die endgültige Bauteilqualität. Die Zusammenfassung wichtiger Einflüsse auf die Mischungseigenschaften ist in Bild 5-1 dargestellt. Wie sich einige dieser Einflüsse auf die Mischungsqualität und auf die weiteren Prozesse auswirken wird in diesem Kapitel detailliert untersucht.

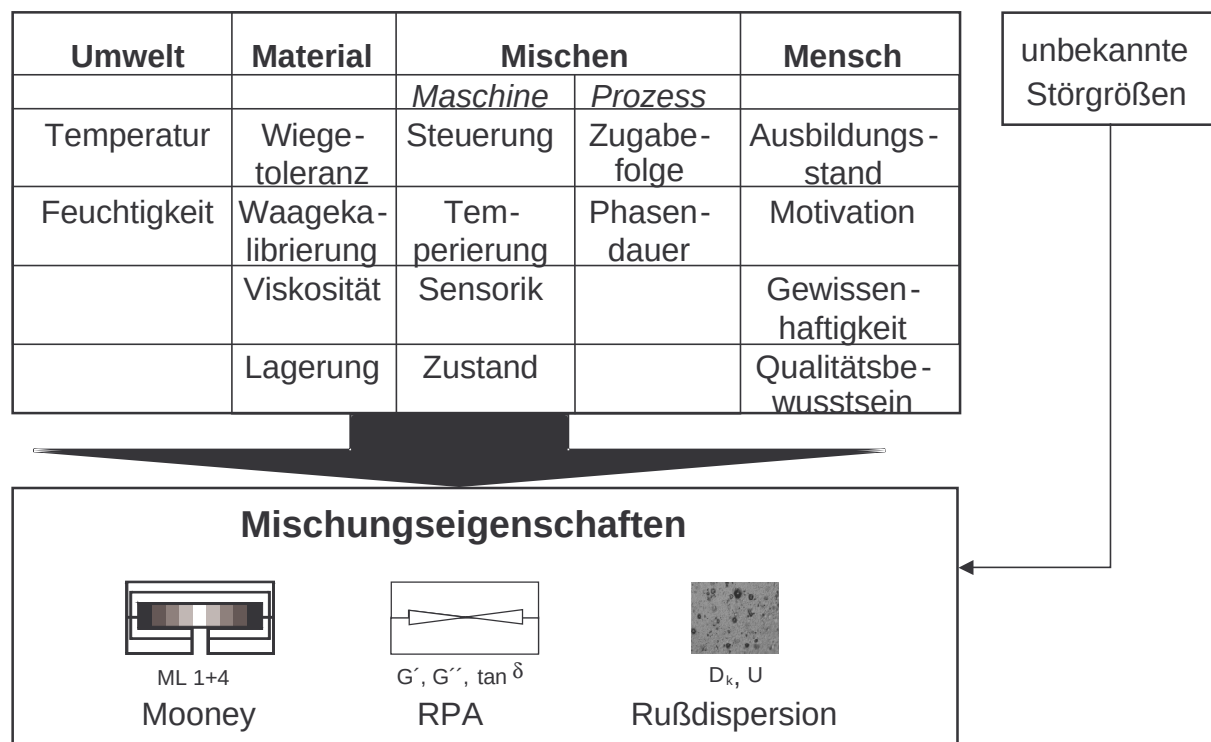


Bild 5-1: Einflüsse auf die Mischungseigenschaften

Fig. 5-1: Influences on the compound properties

5.1.1 Stand der Technik bei der Mischungsprüfung

Seit den 80-igen Jahren werden diverse Prüf- und Analysemethoden zur Charakterisierung von Mischungs- und Bauteileigenschaften entwickelt und ständig verbessert [Röth80, Meng86, Busc89, Levi90, Burh94]. Für diesen Bereich stellt sich jedoch in Zukunft immer mehr die Frage, inwieweit diese Mischungseigenschaften eine Beurteilung der Verarbeitbarkeit sowie eine Prognose von Fertigteileigenschaften zulassen. Eine Beantwortung wird aber nur dann möglich, wenn sowohl die Mischungsaufbereitung als auch der nachgeschaltete Verarbeitungsprozess in ausreichendem Maße berücksichtigt werden [Mich92]. Nachdem *Dannenberg* [Dann52] schon 1952 am Beispiel von SBR gezeigt hatte, dass die mechanischen Eigenschaften rußgefüllter Vulkanisate stark von der Mischzeit abhängen, widmeten sich zehn Jahre später *Boonstra* und *Medalia* [Bons63] noch eingehender diesem Thema. Es wurde festgestellt, dass die Viskosität mit zunehmender Mischzeit, d.h. auch mit zunehmendem

Dispersionsgrad, abnimmt und das Werteniveau der Verschleißeigenschaften angehoben wird. *Payne* [Payn65] zeigte unter Verwendung des gleichen Mischverfahrens, dass die Amplitude des Schubmoduls ebenfalls von der Mischzeit bzw. Dispersion abhängt. Die Abhängigkeit physikalischer Eigenschaften von der Drehzahl der Rotoren des Innenmischers und von der Art und Struktur des verwendeten Füllstoffes wurde ebenfalls ausführlich untersucht. Insbesondere *Hess* [Hess82, Hess84] untersuchte den Einfluss von Prozessparametern (Zeit, Drehzahl) sowie die Effekte durch Ruße unterschiedlicher Oberflächen und Strukturen in SBR- und EPDM-Mischungen. Als Zielgrößen dienten insbesondere Dispersion, Spritzquellung und Zugfestigkeit. Die Einflüsse der Prozessparametern und Mischungszusammensetzung auf die Produkteigenschaften werden dabei durch multiple lineare Regression charakterisiert. Der Schwerpunkt dieser und anderer Arbeiten von *Hess* bildete die Untersuchung der Füllstoffdispersion als Hauptursache für Mischungs- und Vulkanisateigenschaftsänderungen. Neben Weichmachereffekten und den Haupteinflussfaktoren Mischenergie und Rotordrehzahl wurde festgestellt, dass die Struktur der verwendeten Ruße die Füllstoffdispersion maßgeblich beeinflusst. Untersuchungen, die Änderungen von Feinrußanteil, Feuchtigkeit des Füllstoffs und Konzentrationsänderungen aufgrund von Verwiegetoleranzen berücksichtigen, werden zur Zeit im Rahmen eines EU-Projektes: „Minimum Default in Rubber Compounding“ durchgeführt. Im Sinne der Qualitätskontrolle während des Produktionsprozesses von Elastomeren sind gerade solche Erkenntnisse wünschenswert.

Die standardmäßig für die Mischungscharakterisierung eingesetzten Messmethoden erlauben, mit Ausnahme der Methoden zur Beurteilung der Füllstoffdispersion, zur Zeit hauptsächlich eine Beurteilung des Verarbeitungsverhaltens. Geprüft werden dabei vorrangig das Fließverhalten und/oder das Vulkanisationsverhalten. Die wichtigsten rheologischen Prüfgeräte sind das Kapillarrheometer und das Mooney-Scherscheiben-Viskosimeter [DIN83]. In der industriellen Praxis hat sich hierzu aufgrund des hohen Prüfaufwands und der noch nicht ausreichend erforschten Wandgleit- und -hafteffekte die Kapillarrheometerprüfung nicht durchsetzen können. Die Beurteilung des Vernetzungsverhaltens erfolgt in der Praxis mit Hilfe von Torsionsschub-Vulkametern [Burh92, Gött98]. Häufig ist die Aussagekraft dieser Prüfergebnisse jedoch häufig eingeschränkt, so dass immer wieder auch freigegebene Mischungen nicht verarbeitbar sind. Dies hat dazu geführt, dass Prüfmethoden entwickelt wurden, die sich stärker an den jeweiligen Verarbeitungsprozess anlehnen. Zu nennen sind hier in Anlehnung

an den Spritzgießprozess das Rheovulkameter, bei dem sich der Fließvorgang und der Vernetzungsvorgang überlagern [Gött82] oder in Anlehnung an den Extrusionsprozess das Visko-Elastometer [Röth80]. Beim letztgenannten wird u.a. die Spritzquellung des Materials aufgrund von elastisch gespeicherten Deformationen ermittelt. Es leuchtet jedoch ein, dass auch das Fließen beim Spritzgießen insbesondere bei großen Querschnittsübergängen von den viskoelastischen Eigenschaften einer Mischung abhängt. Die Ermittlung von elastisch gespeicherten Deformationen und Verlustanteilen ist aber auch mit Rheometern möglich, die die Mischungsproben einer oszillierenden Belastung aussetzen [Burh94].

Im weiteren werden kurz Mischungsprüfmethoden beschrieben, die für diese Arbeit relevant sind.

5.1.2 Mischungsprüfmethoden

Die Mischungskontrolle hat die Aufgabe, die Verarbeitbarkeit der Mischungen in den weiteren Verarbeitungsschritten zu untersuchen. Abhängig von den angestrebten Mischungs- oder Produkteigenschaften und der erforderlichen Messgenauigkeit stehen eine Reihe an Messverfahren zur Mischungskontrolle zur Verfügung. Die am häufigsten in der Praxis eingesetzten Prüfverfahren sind an dieser Stelle die Mooney-Viskosität oder die Vulkameterprüfung [Nijm00, Buss00]. Die relativen Messverfahren werden häufig bei der Optimierung und Analyse der laufenden Produktionsprozesse sowie bei der Ermittlung der relevanten Zusammenhänge zwischen Mischungseigenschaften, Verfahrensablauf und Bauteileigenschaften angewendet. Bei der großen Anzahl der relativen Methoden stellt sich jedoch für die Elastomerverarbeiter die Frage nach aussagekräftigen Messgrößen. Die grundsätzliche Frage ist dabei, welche der gemessenen Mischungseigenschaften in einem direkten Zusammenhang mit der Verarbeitbarkeit bzw. mit den Bauteileigenschaften stehen. Weitere Prüfverfahren (absolute Messverfahren) werden oft in der Forschung zur exakten Bestimmung rheologischer Stofffunktionen, wie z.B. der Viskositäts- und Fließkurven oder auch Normalspannungskoeffizienten für die Simulation der Verarbeitungsprozesse verwendet.

Die im Folgenden aufgeführten Mischungsprüfmethoden wurden ausgesucht, um die mischprozess- und bauteilrelevanten Mischungseigenschaften zu ermitteln, und in Gruppen nach dem Einsatzfeld aufgeteilt:

Fließcharakteristik

- Mooney-Viskosimeter (MV),
- Rubber Process Analyzer (RPA),
- Hochdruckkapillarviskosimeter (HKV),

Vernetzungscharakteristik

- Vulkameter (MDR),
- Rheovulkameter,
- Rubber Process Analyzer (RPA)

Füllstoffverteilung

- Rußdispersionsprüfung (DIAS).

Im folgenden werden bewährte und “neue” relative Methoden der Mischungscharakterisierung vorgestellt.

5.1.2.1 Mooney-Viskosimeter

Das bekannteste Verfahren ist sicherlich die Messung der Mooney-Viskosität. Hauptsächlich Einsatzgebiet dieser Messverfahren ist hier nicht die Verfahrensauslegung, sondern die Qualitätskontrolle. Diese spielt in der Kautschukverarbeitung aufgrund der diskontinuierlichen Mischungsaufbereitung beim Hersteller eine sehr große Rolle, wobei z. T. auch absolute Messverfahren zum Einsatz kommen [Moos97].

Die Ermittlung der Mooney-Viskosität erfolgt nach DIN 53 525 [DIN83]. Die Probe wird durch Rotation einer flachen Scheibe mit konstanter Drehzahl ($n = 2 \text{ min}^{-1}$) zwischen Kammer und Rotoroberfläche stationär geschert. Gemessen wird das an der Rotorwelle aufgenommene Drehmoment in Mooney-Einheiten ($1 \text{ ME} = 0,083 \text{ Nm}$, großer Rotor). Zur Beschreibung des elastischen Verhaltens der Probe kann im Anschluss an die genormte Methode ein Relaxationsversuch durchgeführt werden. Dazu wird der Rotor angehalten und der Wert

des Rückstelldrehmomentes nach einer gewissen Zeit – t_3 , als eine weitere rheologische Kenngröße - Mooney-Decay ermittelt (siehe Bild 5-3).

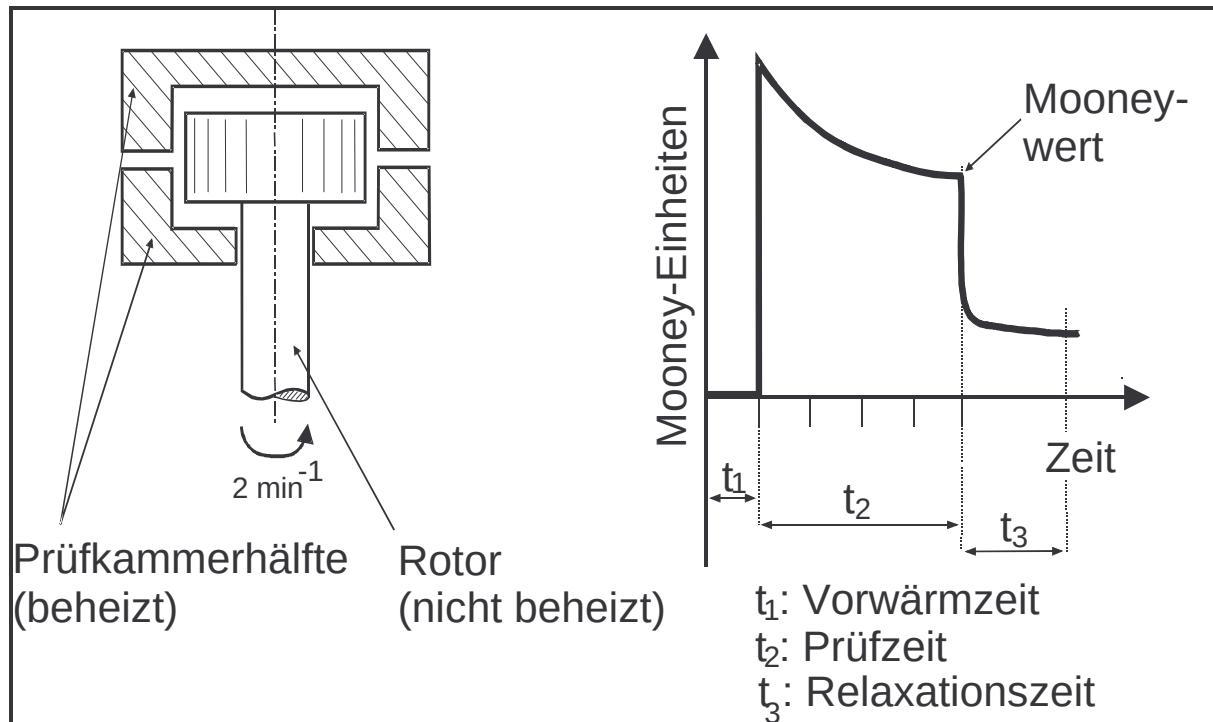


Bild 5-2: Prüfkammer und die Mooney-Messkurve

Fig. 5-2: Test chamber and Mooney-Curve

Aus dieser Messung können mit einer Fourier-Transformation der gesamten Messergebnisse Rückschlüsse auf die Scherviskositätsfunktion gezogen werden. Mit dieser Methode können Konsistenzfaktor K und Fließexponent n einer Kautschukmischung abgeschätzt werden [Venn91].

Die Ermittlung der Mooney-Viskosität gehört zu den einfachen, schnellen und in der Kautschukindustrie weitverbreiteten Meßmethoden. Sie wird vor allem in der Rohstoffeingangskontrolle (Rohkautschuk) und in der Mischungsprüfung eingesetzt. Sie liefert einen gerätespezifischen Viskositätskennwert. In weiteren Kapiteln 5.2.4 „Zweiter Analyseschritt – Auswahl der spritzgießprozessrelevanten Mischungseigenschaften“ sowie 5.2.5 „Dritter Analyseschritt – Auswahl der produktrelevanten Mischungseigenschaften“ wird aufgezeigt, dass sich

die Mooney-Viskosität der Mischung durchaus in den Eigenschaften des fertigen Produktes widerspiegelt und Korrelationen mit dem Verlauf des Spritzgießprozesses aufweist.

5.1.2.2 Vulkameter

Zur Charakterisierung des Materialverhaltens hinsichtlich der Vernetzungsreaktion haben sich im industriellen Alltag Vulkameter bewährt [DIN83b]. Es werden heute vorzugsweise rotorlose Rotationsschubvulkameter eingesetzt. Gemessen wird der zeitliche Verlauf des maximalen Drehmoments, der sich als Antwort des Materials auf eine ihm aufgeprägte sinusförmige oszillierende Scherdeformation ergibt. Somit wird über die Drehmomentmessung, der zeitliche Verlauf der Vernetzung verfolgt. Aus der Vulkameterkurve, Bild 5-3, lassen sich nun eine Reihe von Informationen gewinnen: Aus dem zeitlichen Verlauf der Vulkameterkurve lässt sich auf die optimalen Einstellungen des Vulkanisationsprozesses schließen (z.B. Heizzeitbestimmung mit einem Heizzeitrechner [Kamm98] anhand des t_{90} -Zeitpunktes). Wobei t_{90} einen Zeitpunkt beschreibt, bei dem 90% der Drehmomentdifferenz $M_{d, \max} - M_{d, \min}$ erreicht worden ist. Die Zeitpunkte T_{S1} und T_{S2} beschreiben entsprechend die Inkubationszeit (Beginn der Vernetzung). Außerdem wird der Wendepunkt der Vulkameterkurve (die maximale Vernetzungsgeschwindigkeit) als ein weiterer charakteristischer Wert verwendet.

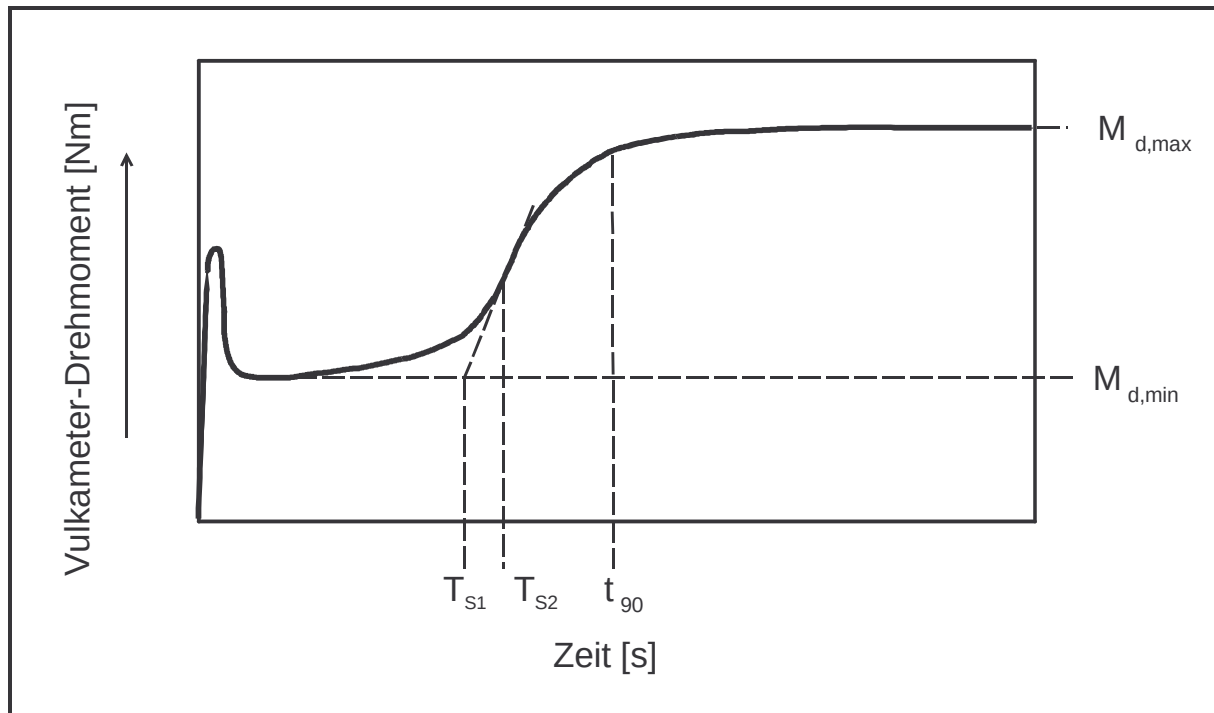


Bild 5-3: Ausgewählte Kennwerte der Vulkameterkurve

Fig. 5-3: Selected characteristic values of the Vulkameter curing curve

Die Vulkameterkurve ist zudem eine Art Steckbrief der Gummimischung. Eine Reihe von charakteristischen Messgrößen, wie z.B. das minimale Drehmoment $M_{d, \min}$, das maximale Drehmoment $M_{d, \max}$, die Inkubationszeit T_{S1} oder auch charakteristische wie t_{90} etc. eignen sich ebenfalls für die Mischungskontrolle. Geht man in der Auswertetechnik noch weiter, so lassen sich aus Vulkameterkurven reaktionskinetische Daten (Geschwindigkeit der Vernetzung, Aktivierungsenergie) ermitteln [Kram96]. Zudem gibt die Vulkameterkurve bei hinreichend langer Testdauer Auskunft über das Abbauverhalten der Mischung. Zusätzliche Normalkraftmessungen mit modernen Vulkametern (z.B. Elastograph "Vario"[Gött98]) sind besonders interessant für expandierende Stoffsysteme (z.B. Moosgummi). Die Messdaten einer Vulkametermessung geben bei einer weiteren mathematischen Verarbeitung (1. und 2. Ableitung) weitere Informationen über die Vernetzungsmechanismen, besonders dann, wenn mehrstufige Vernetzungsreaktionen ablaufen [Gött98].

Eine kombinierte Untersuchung des Fließ- und Vernetzungsverhaltens ermöglichen zwei im folgenden vorgestellte Prüfgeräte:

- Rheovulkameter (Hersteller: Göttfert)
- Rubber Process Analyzer - RPA 2000 (Hersteller: Alpha Technologies)

5.1.2.3 Rheovulkameter

Bei der Rheovulkametermessung [Rheo98] wird das unvernetzte Elastomer in einer Probenkammer zunächst auf Prüftemperatur erwärmt. Nach Erreichen der vorgegebenen Temperatur wird das Material durch die Bewegung eines Kolbens unter einem vorgegebenen Druck in eine Prüfform mit verzweigten Fließwegen eingespritzt, welche auf Werkzeugtemperatur temperiert ist. Während des Füllvorgangs beginnt das Material zu vernetzen, so dass die Fließfront langsamer wird und schließlich zum Stillstand kommt. Das eingespritzte Volumen bzw. das Gewicht der Fließspinne sowie die maximale Einspritzgeschwindigkeit können ausgewertet werden.

Rubber Process Analyzer

Der „Rubber Process Analyzer 2000“ (RPA2000) der Firma Alpha Technologies bietet eine Reihe von Möglichkeiten zur Untersuchung von Elastomeren [RPA96]. Diese Methode zeichnet sich durch eine sehr hohe Messgenauigkeit aus und ist in der Lage, Chargenschwankungen mit hoher Empfindlichkeit darzustellen. Die wichtigsten Anwendungsbereiche dieses Gerätes sind in Bild 5-4 dargestellt.

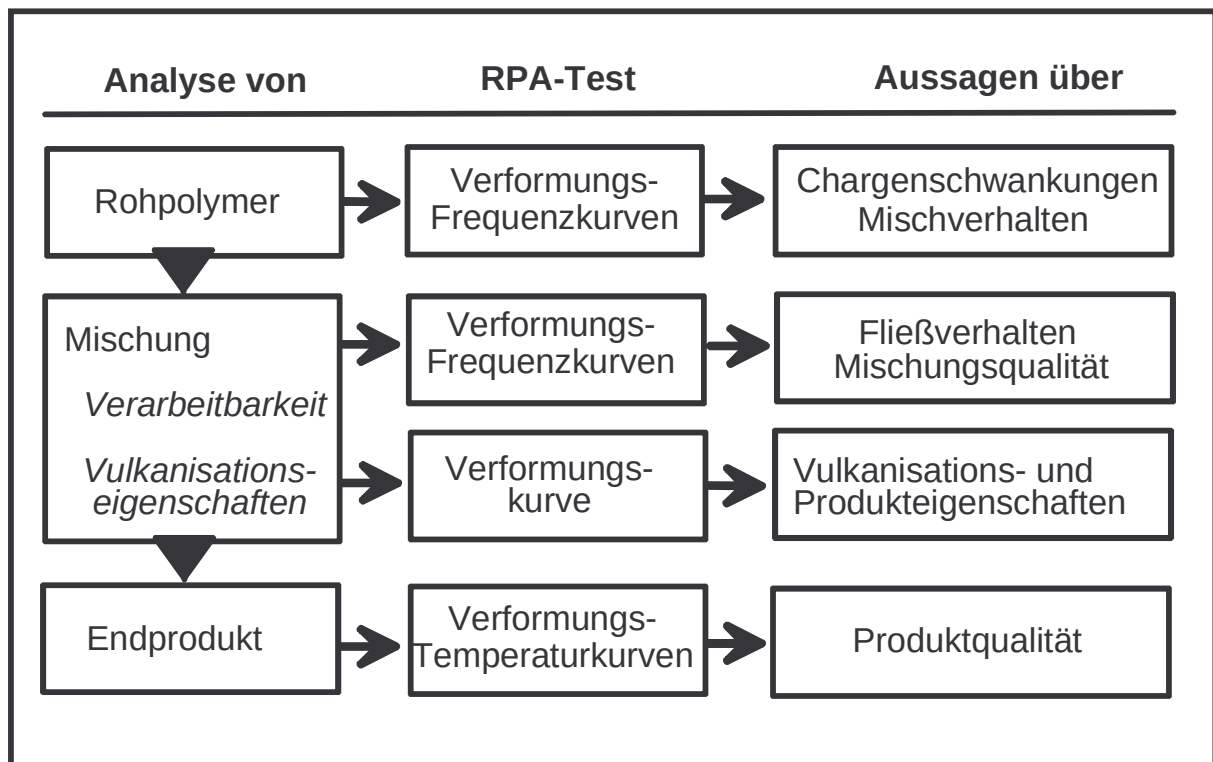


Bild 5-4: RPA 2000-Anwendungsbereiche

Fig. 5-4: RPA 2000 application areas

Dabei ist die Probe vor Einlegen in die Probenkammer unvernetzt. Sie kann vor, während und nach der Vernetzung untersucht werden. Dazu wird die Probe auf eine Kegel-Kegel-Geometrie verpresst, Bild 5-5, die, ähnlich wie bei der herkömmlichen Vulkameterprüfung, zur besseren Momentübertragung mit radialen Rippen versehen ist.

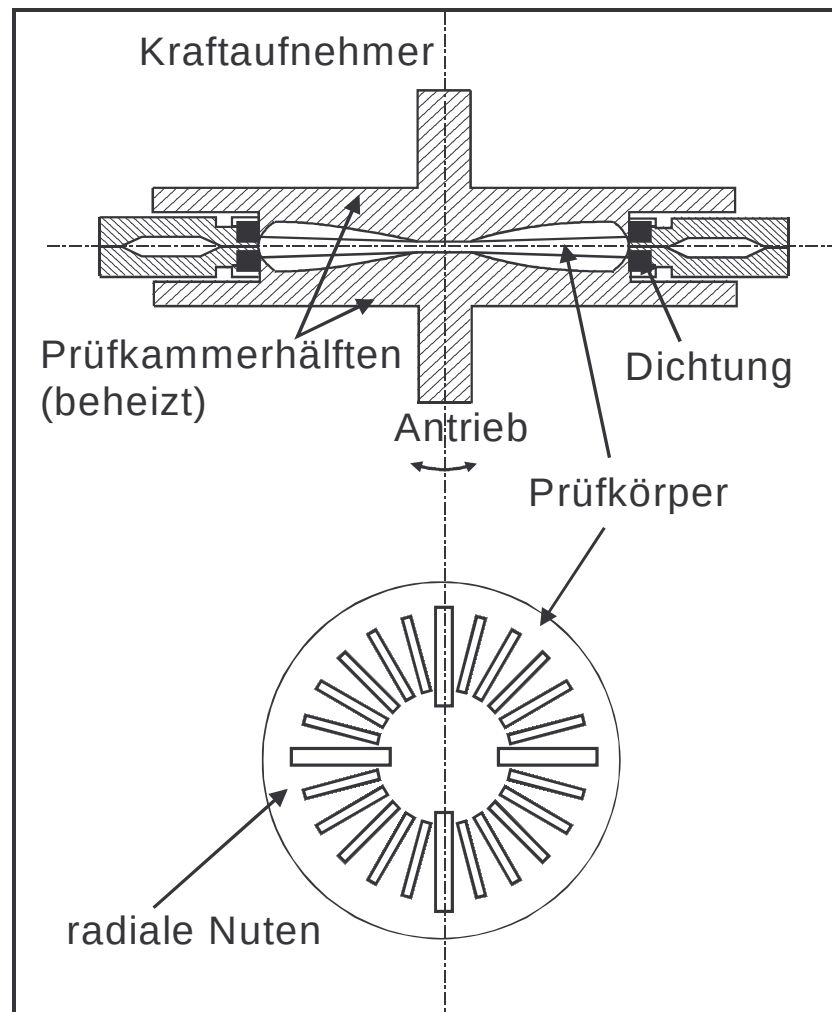


Bild 5-5: RPA 2000-Prüfkammer [RPA96]

Fig. 5-5: RPA 2000 - test chamber [RPA96]

Der Probekörper wird mit einer sinusförmig oszillierenden Scherdeformation beaufschlagt. Frequenz und Amplitude (Ausschlagwinkel) sind frei wählbar. Der RPA 2000 misst den zeitlichen Verlauf des resultierenden Torsionsmomentes und berechnet daraus die Wand Schubspannung, den komplexen Schubmodul und die komplexe Viskosität sowie die elastischen und viskosen Anteile dieser Messwerte.

Die veränderbaren Versuchsparameter und ihre Bereiche sind:

Frequenz	:	0,002...33,33 Hz
Ausschlagwinkel (Strain)	:	0,05...90°
Temperatur	:	40...230 °C

Dabei ist zu beachten, dass eine Schergeschwindigkeit von 30 s^{-1} nicht überschritten werden kann. Aufgrund der Kegel-Kegel-Geometrie ist die Schergeschwindigkeit im ganzen Probenbereich konstant und mit Ausschlagwinkel und Frequenz verknüpft:

$$\dot{\gamma}[\text{s}^{-1}] = C_1 \times f [\text{Hz}] \times \text{Strain}[^{\circ}]$$

mit: $C_1 = 0,8773[1/^{\circ}]$

Die hohe Reproduzierbarkeit der Messung und das hohe Auflösungsvermögen bzgl. der Eigenschaftsunterschiede ist in Bild 5-6 für eine im Laborinnenmischer GK 5 E hergestellte SBR-Spritzgießmischung dargestellt.

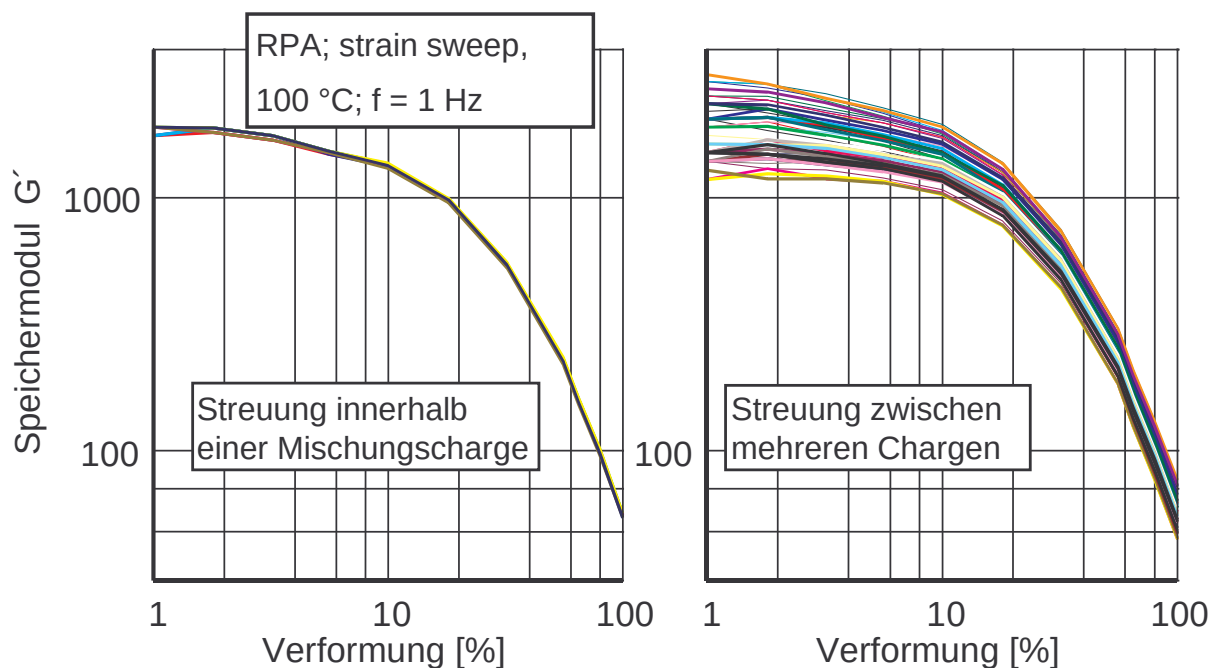


Bild 5-6: Streuungsvergleich für das RPA-Gerät (strain sweep, 100 °C, $f = 1 \text{ Hz}$, SBR-Standard-Spritzgießmischung, Labormischer GK-5 E)

Fig. 5-6: Comparison of the deviations of the measured properties for the RPA (strain sweep, 100 °C, $f = 1 \text{ cycles per second}$, SBR standard IM-compound, laboratory mixer GK-5 E)

Das linke Diagramm zeigt das Ergebnis einer RPA-Messung für eine Charge einer Kautschukmischung. Um die Zuverlässigkeit der Methode zu untersuchen, wurden aus dieser Charge von 9 unterschiedlichen Stellen Proben entnommen und gemessen. Das rechte Diagramm enthält Messkurven von mehreren Chargen einer Mischung, die mit unterschiedlichen Mischereinstellungen hergestellt worden sind. Die breite Streuung der Messwerte deutet, unter Berücksichtigung des linken Bildes, auf ein hohes Auflösungsvermögen des Messverfahrens hin.

5.1.2.4 Rußdispersionsmessung

Die Verteilung der Rußpartikel und die Größe der Rußagglomerate in einer Kautschukmischung haben einen bedeutenden Einfluss auf die Vulkanisateigenschaften. Während eines Mischprozesses werden die Rußagglomerate zerbrochen und durch dispersives Mischen in die Polymermatrix eingearbeitet. Je feiner der Grad der Zerkleinerung ist, desto größer wird die spezifische Rußoberfläche. Diese bestimmt die Wirkung des Rußes als aktiver Füllstoff bzw. Verstärkungsmittel. Eine größere spezifische Oberfläche, die einem hohen Oberflächen- zu Volumenverhältnis entspricht, spiegelt sich in entsprechenden Vulkanisateigenschaften wider. Durch die Rußeinarbeitung können unter anderem folgende Eigenschaften beeinflusst werden:

- Abriebwiderstand,
- Reißfestigkeit,
- Bruchenergie,
- Elastizitätsmodul.

Als Verfahren zur Ermittlung der Rußdispersion eignen sich prinzipiell die Licht- und Transmissions-Elektronenmikroskopie. Die beiden Analysemethoden sind in Tabelle 5-1 verglichen und in Bild 5-7 dargestellt.

	Transmissions- Elektronenmikroskopie	Lichtmikroskopie	
Methode		Durchlicht verfahren	Auflichtverfahren
Präparate	Dünnschnitt (0,05 μm)	Dünnschnitt (0,5 μm)	Glanzschnitt
Ergebnisse	- Partikelgrößenverteilung (0,02 - 5 μm)	- Partikelgrößenverteilung (30 - 500 μm) - Dispersionskoeffizient	
Charakteristik	- Ergänzungsmethode zur Lichtmikroskopie - Grundlagenforschung - zeitaufwendig - teuer	- zeitaufwendig - teuer	- schnelle Auswertung - kurze Präpara- tionszeit - kostengünstig

Tabelle 5-1: Verfahren zur Ermittlung der Rußdispersion (nach [Geis96]).

Diese Analysemethoden können, in Abhängigkeit von der Probenbestrahlungsrichtung, in Durch- und Auflichtverfahren aufgeteilt werden. Im Rahmen dieser Arbeit wurden die Rußdispersionsmessungen mit Hilfe des Auflichtverfahrens an Glanzschnitten mit einer 100-fachen Vergrößerung durchgeführt. Über ein Lichtmikroskop und einer auf dem Bildtubus installierten Videokamera wurden dabei Bildausschnitte in eine Bildverarbeitungseinrichtung eingelesen und digitalisiert. Anschließend wurden alle Bildpunkte, die einen Grauwert größer als eine festgelegte Grauwertschwelle aufweisen, als Bestandteil von Rußagglomeraten identifiziert. Die in die Bildverarbeitung eingelesenen Bildpunkte eines Rußagglomerats wurden anschließend zu einer Kreisfläche zusammengesetzt, deren Durchmesser gemessen wurde.

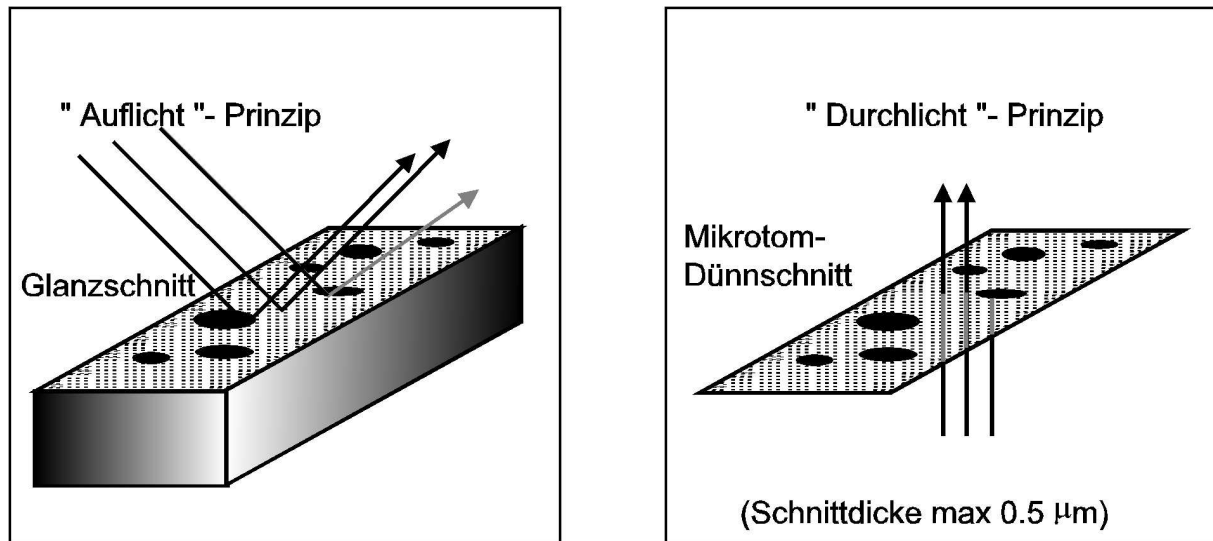


Bild 5-7: Mikroskopische Untersuchungsverfahren

Fig. 5-7: Microscopic analysis methods

Als Ergebnis wird der Rußdispersionskoeffizient D_K angegeben, der in Anlehnung an ASTM 2663 berechnet wird [ASTM]. Er bewertet die Fläche des im Mikroskop sichtbaren, nicht dispergierten Rußes. Ein D_K von 100 % wird gemessen, wenn unter dem Mikroskop keine Rußpartikel mehr zu sehen sind [Geis96, Mich98]. Er wird nach folgender Formel berechnet.

$$D_K = \left(1 - \frac{\sum f \times A_R}{\varphi_R \times \sum A_B}\right) \times 100\%$$

mit :

- f - empirisch ermittelter Medialfaktor [Meda63]
- A_R - Oberfläche eines sichtbaren Rußpartikels
- A_B - Oberfläche des untersuchten Bildausschnittes
- φ_R - Volumenanteil des Rußes

wobei

$$f = \left(\frac{\varphi_R}{100} + 0,78\right) \times 0,5$$

Ein hoher D_K -Koeffizient würde hier einen hohen Füllstoffinkorperationsgrad bedeuten. Aus der Verteilungskurve der Agglomerate (prozentualer Volumenanteil gegen den Rußdurchmesser (Bild 5-8)) lassen sich weitere Parameter berechnen; D_n , der den Mittelwert der Partikeldurchmesser und D_w die Gewichtung des Mittelwertes an der Gesamtverteilung. Aus den beiden lässt sich der Rußverteilungskoeffizient U berechnen, der die Breite der Verteilung um den Mittelwert D_n widerspiegelt.

$$D_n = \frac{\sum D_i \times n_i}{\sum n_i}$$

mit

D_i - Rußpartikeldurchmesser

n_i - Anzahl der Partikel mit dem Durchmesser D_i

$$D_w = \frac{\sum D_i^2 \times n_i}{\sum D_i \times n_i}$$

$$U = \frac{D_w}{D_n} 1$$

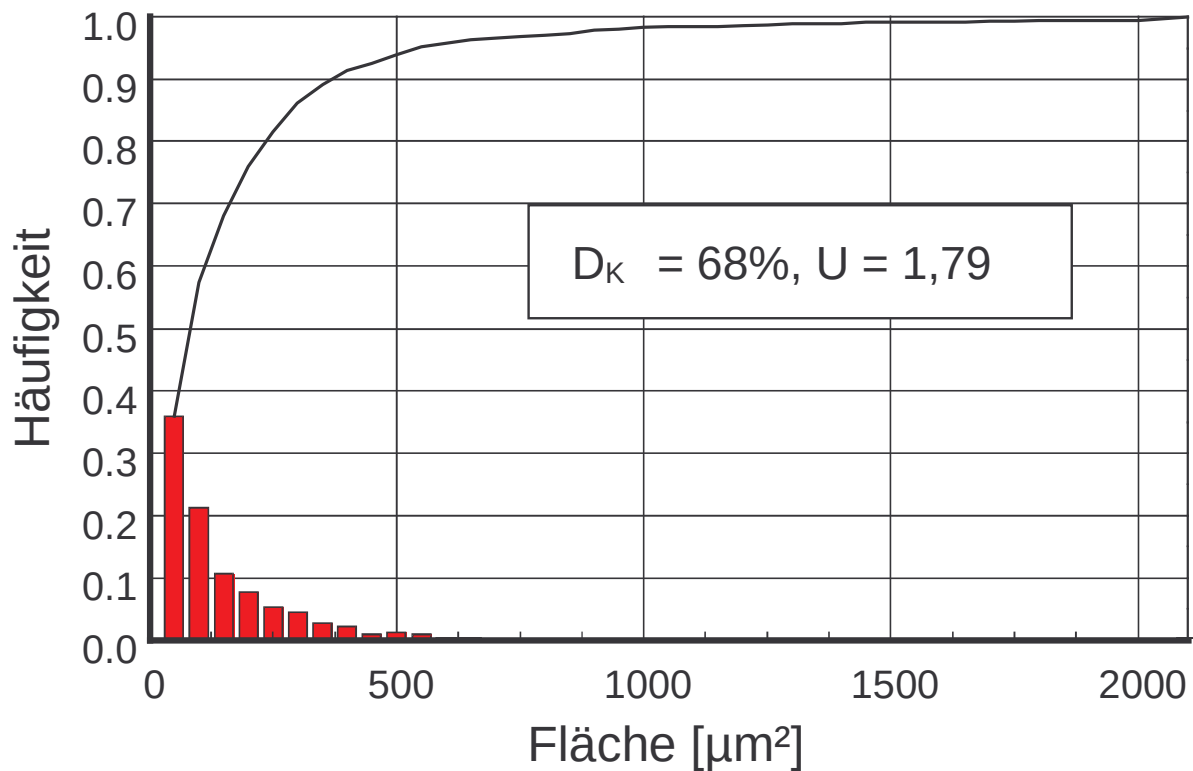


Bild 5-8: Verteilungskurve der Rußagglomerate (SBR-Standardmischung, Labor-mischer GK-1,5 E)

Fig. 5-8: Distribution curve of the carbon black agglomerates (SBR standard IM-compound, laboratory mixer GK-1,5 E)

5.1.2.5 Hochdruckkapillarviskosimeter

Wenn die Prüfbedingungen (hier die Schergeschwindigkeiten) mit den der Produktionsbedingungen beim Spritzgießen oder Extrusion verglichen werden, stellt man fest, dass die Messung im Hochdruckkapillarviskosimeter im Produktionsbereich liegt. Mit Hilfe dieser Methode können Viskositäten einer Kautschukmischung in einem weiten Schergeschwindigkeitsbereich ermittelt werden. Der größte Nachteil dieser Meßmethode der sie direkt für die Produktionspraxis ungeeignet macht, sind der relativ hohe Zeitbedarf und zusätzliche Effekte wie z.B. das Wandgleiten, welche die Auswertung erschweren oder sogar unmöglich machen können.

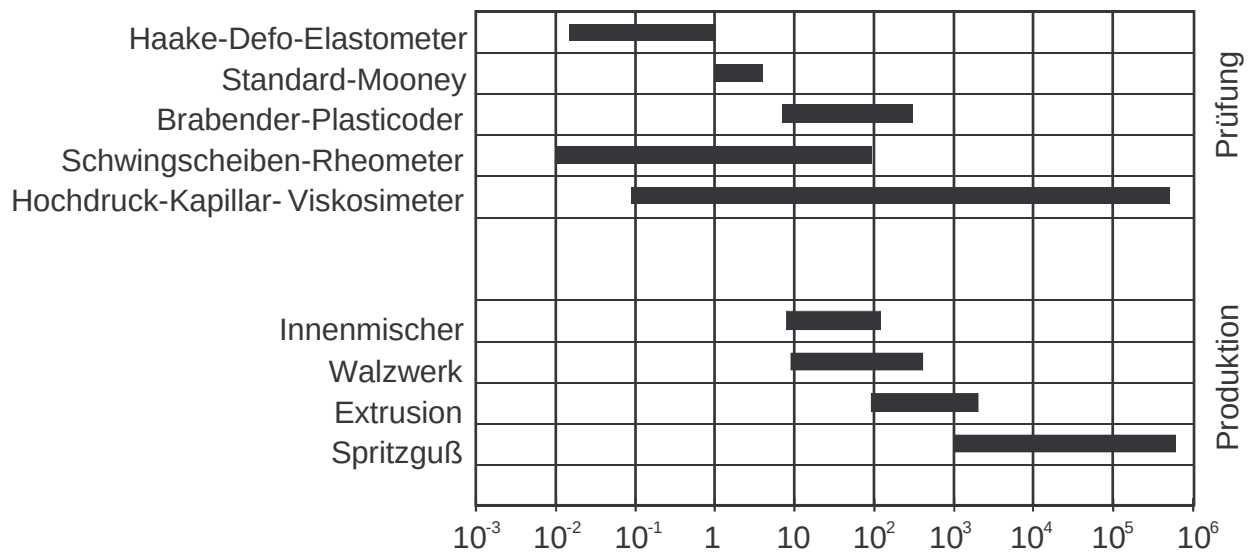


Bild 5-9: Schergeschwindigkeiten in Prüfung und Produktion

Fig. 5-9: Shear rates areas of measuring methods and production

Die zu untersuchende Mischung wird im Vorlagekanal zur Messung temperiert und durch eine Kapillare mit Kreis- oder Rechteckquerschnitt gepresst. Dabei sind bei diesen Geräten zwei Arbeitsweisen möglich:

- Vorgabe eines konstanten Volumenstromes und Messung des resultierenden Druckes,
- Vorgabe eines konstanten Druckes und Messung des resultierenden Volumenstromes. In der Regel wird die erste Variante bevorzugt.

Unter der Annahme, dass die Strömung in der Kapillare laminar, stationär und wandhaftend ist, kann das Fließen einer Newtonschen Flüssigkeit durch das Hagen-Poiseuillesche Gesetz beschrieben werden:

$$\dot{V} = \frac{\pi \times R^4 \times \Delta p}{8 \times \eta \times L}$$

Die Schubspannung τ_w an der Kapillarwand ($r=R$) berechnet sich :

$$\tau_w = \frac{R \times \Delta p}{2 \times L}$$

Es gilt für die Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}_w$ an der Wand:

$$\dot{\gamma}_w = \frac{4 \times \dot{V}}{\pi \times R^3}$$

Somit lässt sich aus bekannten geometrischen Größen (R, L), dem vorgegebenen Volumenstrom und der gemessenen Druckdifferenz die Viskosität ermitteln.

$$\eta = \frac{\tau_w}{\dot{\gamma}_w}$$

Da diese Beziehungen nur für Newtonsche Fluide gelten, bestimmt man bei nicht Newtonschen Fluiden, wie den strukturviskosen Kunststoffschmelzen und Kautschukmischungen, eine scheinbare Schergeschwindigkeit und somit auch eine scheinbare Viskosität. Um die wahren Schergeschwindigkeiten zu erhalten, sind zwei Korrekturverfahren gebräuchlich, zum einen die Rabinowitsch-Weissenberg-Korrektur, und zum anderen das Konzept der repräsentativen Viskosität [Mich92].

5.2 Konzept zur Auswahl von verarbeitungsrelevanten Mischungseigenschaften

Die effektive und an den jeweiligen Anwendungsfall angepasste Nutzung von Mischungsprüfmethoden und Prozessdaten bei der Freigabeprüfung war der Schwerpunkt folgend vorgestellter Untersuchungen. Um die in den Weiterverarbeitungsprozessen und in den Produkteigenschaften beobachteten Änderungen zu erfassen bzw. vorherzusagen, wurde hier ein mathematisches Verfahren zur Auswahl der Charakterisierungsmethoden angewendet. Die wesentlichen Prüfmethoden wurden hier ermittelt, indem sowohl die Mischungseigenschaften als auch die Informationen, die in den Prozessdaten aus dem Misch- sowie aus dem Weiterverarbeitungsprozess enthalten waren, mit ausgewählten Bauteileigenschaften korreliert wurden. Die prinzipielle Vorgehensweise ist in Bild 5-10 dargestellt.

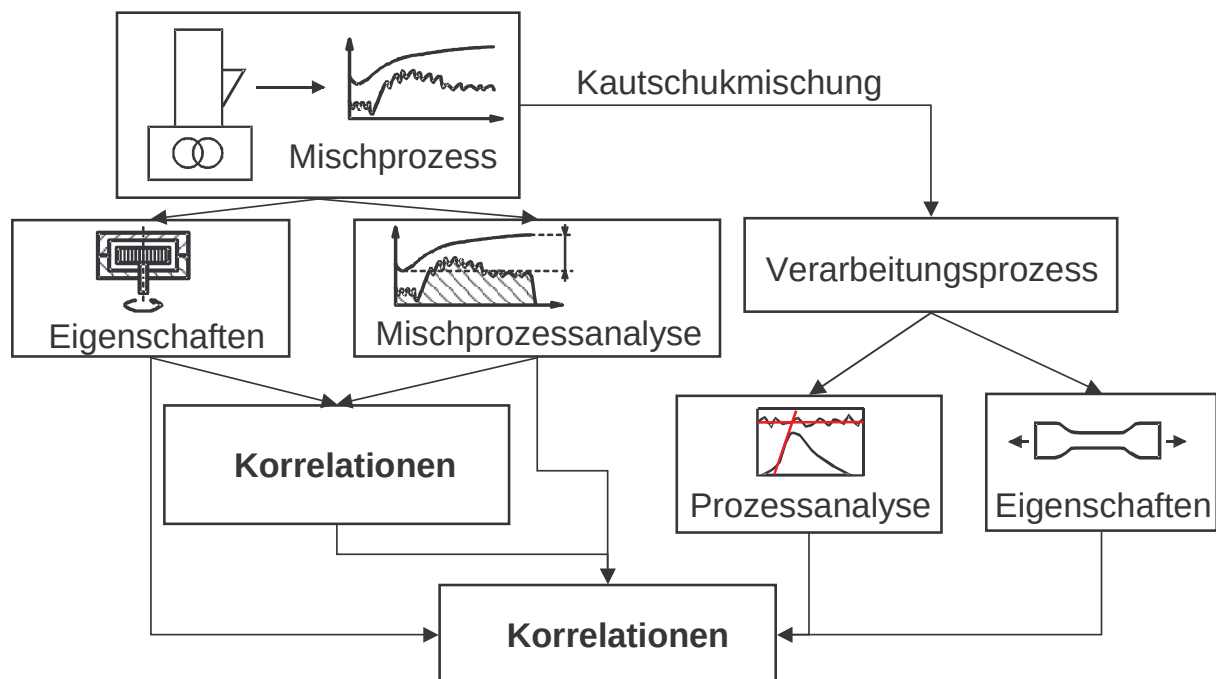


Bild 5-10: Ermittlung aussagekräftiger Mischungsmerkmale für die Bauteilprüfung

Fig. 5-10: Determination of relevant compound properties for the rubber part properties

Die grundlegende Vorgehensweise bei der Auswahl von Mischungscharakterisierungsmethoden beruhte auf der Annahme, dass diejenigen Mischungseigenschaften die Mischung am besten charakterisieren, die mit dem Verlauf des Mischprozesses am höchsten korrelieren.

Bei den meisten bekannten rotierenden oder oszillierenden Mischungsprüfgeräten, hier für Mooney-, Vulkameter-, als auch in den modernen Prüfgeräten (z.B. RPA), werden aus den Drehmomenten spezifische Kenngrößen ausgewertet (siehe Bild 5-11). Vergleicht man diese mit einer Mischkurve (Leistungs- oder Stempelwegkurve in Bild 5-12) sollen einige charakteristische Punkte der Prozessparameter- und der Messkurven der Kautschukprüfgeräte miteinander korrelieren. Dies bedeutet, dass eine Veränderung bzw. Störung des Mischprozesses die zu einer Veränderung der Prozessparameter führt, sich in den gemessenen Mischungseigenschaften bemerkbar machen sollte.

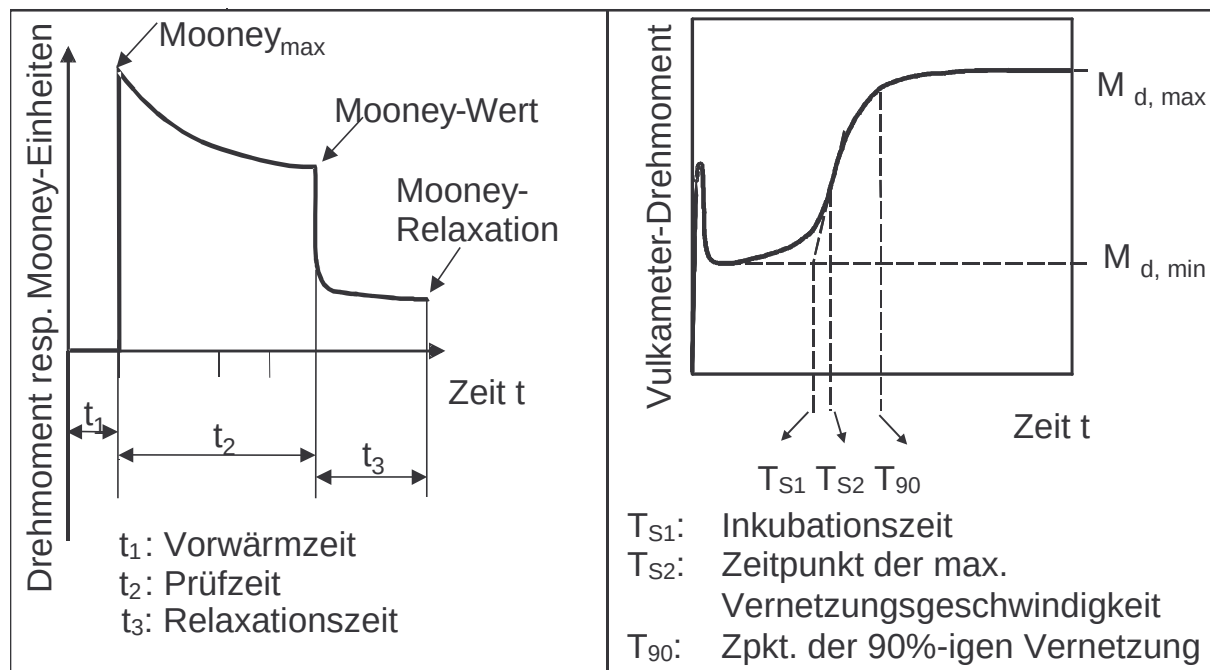


Bild 5-11: Ausgewählte Kenngrößen der Mooney-Viskosität- und der Vulkameterprüfung

Fig. 5-11: Selected characteristic values of the Mooney viscosity curve and of the Vulkameter curve

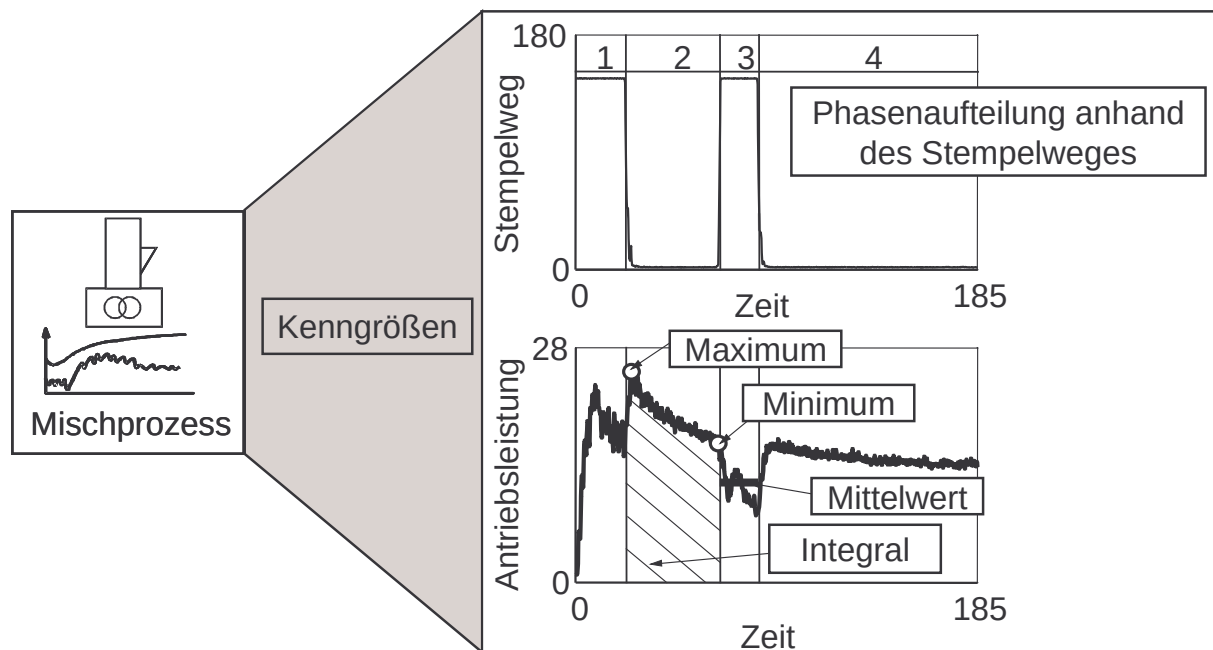


Bild 5-12: Ausgewählte Kenngrößen aus der Leistungskurve einer SBR-Fertigmischung (GK-5 E)

Fig. 5-12: Selected characteristic values from the power curve of a SBR final-mixture (GK-5 E)

5.2.1 Mathematische Modellierung des Mischprozesses

Das Auffinden von physikalischen Zusammenhängen zwischen Verarbeitungsparametern, Mischungseigenschaften und Bauteileigenschaften gestaltet sich in der komplexen Herstellungskette der Elastomerverarbeitung sehr schwierig. Deswegen sind andere Methoden gefragt, die es ermöglichen diese Zusammenhänge zu beschreiben und zu modellieren. Eine solche Methodik wurde im Rahmen dieser Arbeit für die Auswahl der aufbereitungsrelevanten Mischungseigenschaften mit Hilfe der Regressionsanalyse (Kapitel 4.2.5) entwickelt. Dabei wurde der Verlauf des Mischprozesses durch charakteristische Punkte (mathematische Kenngrößen) der Prozessparameter beschrieben. Die hier verwendeten Kenngrößen und die Vorgehensweise bei der Kenngrößenbildung wurden bereits in Kapitel 4.2.6 ausführlich beschrieben und sind beispielhaft in Bild 5-12 dargestellt .

Da auch beim Leerlauf des Mixers elektrische Leistung aufgenommen wird, wurde bei den im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Mischversuchen die Leistungskurve um den Leerlaufanteil korrigiert. Um den Einfluss der Maschinentemperierung zu untersuchen, wurden die Leerlaufleistungen bei verschiedenen Mischertemperaturen aufgenommen. Die Temperierungsvariation sollte die unterschiedlichen thermischen Bedingungen für die Rotorlagerreibung berücksichtigen. Als Wertepaare sind die gemessenen Leerlaufleistungen und die Rotordrehzahlen bei konstanten Vorlauftemperaturen abgespeichert worden. In einer Regressionsanalyse stellte sich heraus, dass die Vorlauftemperatur nur von sehr geringem Einfluss ist und für weitere Betrachtungen in diesem Zusammenhang vernachlässigt werden kann. So ist aus allen aufgezeichneten Werten eine lineare Gleichung für die Leerlaufleistung $L_{\text{Leer}} = f(\text{Rotordrehzahl})$ ermittelt worden. Mit dieser Gleichung wurden die mit dem Messwerterfassungssystem aufgenommenen Leistungen über ihren gesamten Verlauf korrigiert.

Die Anwendung der kenngrößenbasierten Analysemethodik zur Auswahl der aufbereitungsrelevanten Mischungsprüfmethoden wird in folgenden Kapiteln vorgestellt und für verschiedene Mischungen und unterschiedliche Mischergrößen überprüft.

5.2.2 Versuche mit einer Reifenmischung – Zusammenhänge zwischen der Mischungsherstellung und den Mischungscharakterisierungsmethoden

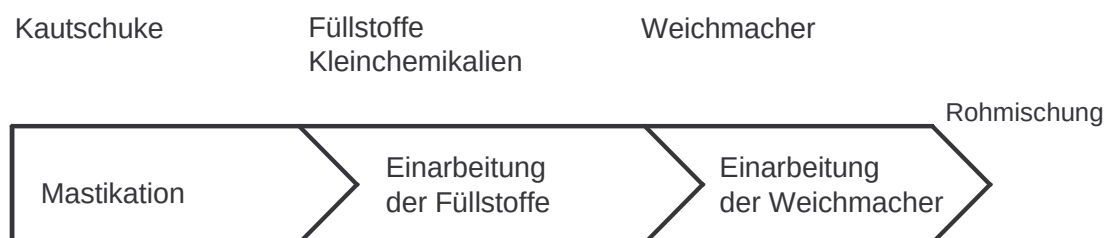
Die prinzipiell unterschiedlichen Aussagen der Kautschukprüfungen über den Mischprozess konnten bei der Auswertung einer Versuchsreihe mit einem NR-SBR-BR-Reifenmischung (Rezeptur siehe Tabelle 5-2) beobachtet werden [Ryzk00]. An dieser Stelle ist zu vermerken, dass die Ergebnisse dieser Untersuchungen die Prüfmethode nicht allgemeingültig bewerten sollen, sondern Informationen liefern, die die untersuchte Mischung-Mischer-Kombination betreffen und sollen nur die Vorgehensweise bei der Methodenauswahl deutlich machen.

Um die Abhängigkeiten systematisch zu untersuchen, wurden bei dieser Versuchsreihe folgende Mischparameter in einem Labormischer der Firma Thyssen Krupp Elastomertechnik GK 1,5 E variiert:

- Zugabezeitpunkt der Weichmacher,
- Drehzahl nach der Füllstoffzugabe,
- Dauer der Mastikationsphase,
- Dauer der Füllstoffeinarbeitungsphase.

Ein Prinzipieller Ablauf des Mischprozesses ist in Bild 5-13 dargestellt.

Rohmischungsherstellung



Fertigmischungsherstellung



Bild 5-13: Ablauf des Mischprozesses (NR-SBR-BR-Reifenmischung)

Fig. 5-13: Mixing process of the NR-SBR-BR tire compound

Diese Parameter wurden in einem linearen vollständigen Versuchsplan mit einem Zentralpunkt variiert. Um die statistische Aussagefähigkeit der Ergebnisse sicher zu stellen, wurden die Versuche jeweils 5 mal wiederholt. Die jeweiligen Prüfungen der Mischungschargen wurden aus dem selben Grund mehrmals wiederholt und die daraus ermittelten Mittelwerte als Prüfergebnis eingetragen.

Bestandteile:	[phr]
Naturkautschuk (NR)	65
Synthesekautschuk (SBR)	25
Synthesekautschuk (BR)	10
Ruß (N 375)	65
Weichmacheröl	20
Zinkoxid (ZnO)	<5
Stearinsäure	<5
Antioxidantien	<5
Ozon- u. Lichtschutzwachs	<5

Tabelle 5-2: Rezeptur der NR-SBR-BR-Reifenmischung

Die Mischungskomponenten wurden in zwei Mischstufen gemischt, wobei die zweite Mischstufe für alle Mischungen gleich abgelaufen ist. Die Stufenkombinationen des Versuchsplanes sind in Tabelle 5-3 enthalten.

Einflussgrößen {PRIVAT }	Bezeichnung{PRIVAT }		[]	-	+
variabel	(1)	Mastikationszeit	s	15	30
	(2)	Füllstofffeinarbeitungszeit	s	120	145
	(3)	Zeitpunkt für die Weichmacherzugabe (nach der Füllstoffzugabe)	s	15	30
	(4)	Rotordrehzahl nach der Füllstoffzugabe	min ⁻¹	40	50
konstant	Rotordrehzahl bis zur Füllstoffzugabe		min ⁻¹	40	
	Stempeldruck		bar	70	
	Füllgrad		%	65	

Tabelle 5-3: Versuchsplanstufen der NR-SBR-BR-Reifenmischung

5.2.2.1 Regressionsanalytische Untersuchungen

5.2.2.1.1 Modelle für Mooney-Viskosität

Zur Vorauswahl der signifikanten Prozesskenngrößen wurde in diesem Analyseschritt eine Korrelationsanalyse der Kenngrößen-Matrix mit den gemessenen Mischungseigenschaften durchgeführt. Anschließend wurde eine Regressionsanalyse unter besonderer Berücksichtigung, der mit Hilfe der Korrelationsanalyse ausgewählten Mischprozesskenngrößen und Mischungsprüfungen durchgeführt. Diese Vorgehensweise lieferte allerdings zunächst nur mäßige Bestimmtheitsmaße ($\sim 80\%$ mit 6 Prozesskenngrößen). Im weiteren wurde eine schrittweise Regressionsanalyse mit dem Statistiksoftwarepaket STATISTICA [Stat96] durchgeführt. Die Regressionsgleichung zur Berechnung der Mooney-Viskosität lautete wie folgt:

$$\begin{aligned} \text{Mooney - Viskosität} = & 110,5 - 0,02 \times \sum_{i=1}^6 \times (\text{LK}i\text{IN}) - 0,11 \times \text{LK}3\text{IN} + \\ & -1,85(\text{LK}4\text{IN} / \text{SS}4\text{IN}) + 0,17 \times (\text{LK}6\text{IN} / \text{SS}6\text{IN}) \end{aligned}$$

wobei Σ (LK_iIN) die Summe der Leistungsintegrale über alle Mischprozessphasen bedeutet. Weitere Kenngrößen sind dem Anhang zu entnehmen.

Es fallen in diesem Modell insbesondere die verfahrenstechnisch wichtigen Kenngrößen, die aufgenommene Energie in verschiedenen Mischphasen (LK_iIN, LK₃IN, LK₄IN, LK₆IN), auf. Weiterhin zeigt sich ein großer Einfluss des Stempelsetzverhaltens nach der Weichmacherzugabe auf die Mischungseigenschaften. Dieses Verhalten wird durch das Stempelwegintegral (SS₆IN) beschrieben. Es berücksichtigt die Geschwindigkeit, mit der die Füllstoffe und die Weichmacher in die Polymermatrix eingearbeitet werden. Insgesamt zeigt sich, dass die Erfassung des Stempelweges und eine Kenngrößenbildung mit diesem Parameter besonders wichtig ist und dass seine Veränderung sich direkt in den Mischungseigenschaften widerspiegelt. Das Stempelwegintegral kommt nämlich als kombinierte Kenngröße in zwei der vier Regressoren vor.

5.2.2.1.2 Modelle für Zugfestigkeit

Die Zugversuche wurden auf einem Zugprüfgerät der Firma ZWICK durchgeführt. Es wurden dabei die Reißspannung, Reißdehnung und –energie ermittelt. Die für die Zugversuche verwendeten Normstäbe S2 nach DIN 53 504 wurden aus 2 mm dicken Platten gestanzt, die mit einer Vulkanisierpresse bei 160°C und 10 Minuten Vulkanisationszeit hergestellt wurden. Aus jeder Platte wurden 6 Normstäbe gestanzt. Bei der standardmäßigen Chargenprüfung wird die Mischung vor der Plattenherstellung zu einem Fell von geringfügig mehr als 2 mm Dicke ausgewalzt. Durch die bei diesem Walzvorgang zusätzlich in die Mischung eingebrachte spezifische Energie werden weiterhin die mechanischen Eigenschaften verändert. Die ohnehin als gering zu erwartenden Unterschiede bei den verschiedenen Versuchspunkten wären durch diesen Walzvorgang verfälscht worden, so dass auf das Walzen verzichtet wurde, und die Proben direkt aus dem Fell ausgeschnitten wurden.

Die Ergebnisse der Zugprüfung in Abhängigkeit der zugeführten spezifischen Energie sind in Bild 5-14 dargestellt. Eine Abhängigkeit der gemessenen Reißspannung, Reißdehnung und –energie von der während des Mischprozesses in die Mischung eingebrachten spezifischen

Energie ist nicht zu erkennen. Eine Modellbildung mit einer zufriedenstellenden Vorhersagegenauigkeit war in diesem Fall unmöglich.

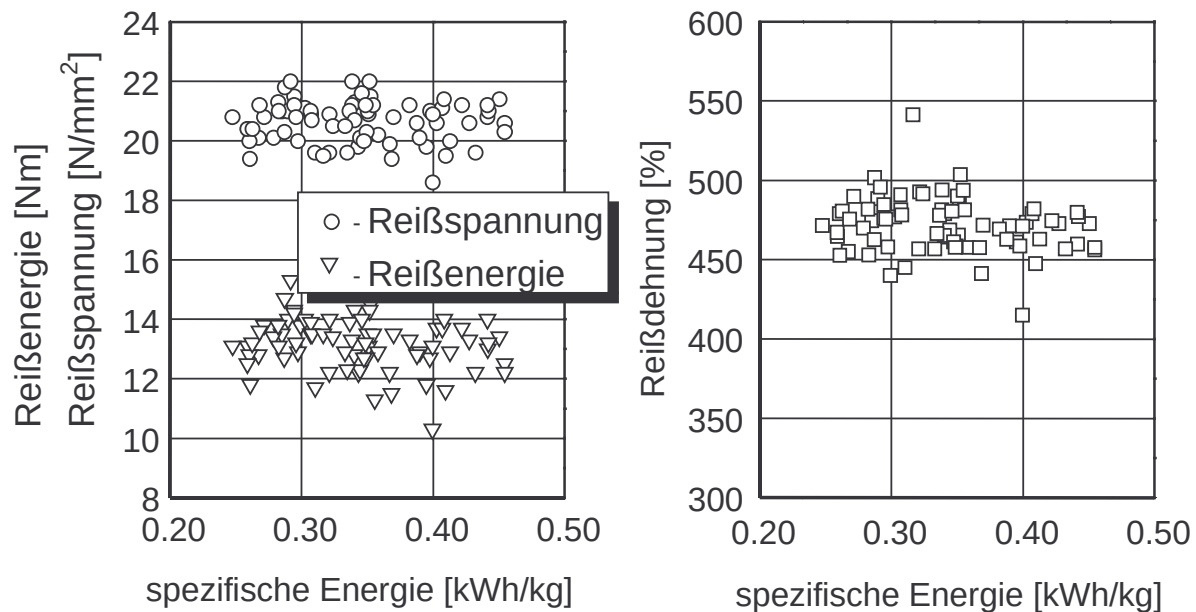


Bild 5-14: Zugfestigkeit in Abhängigkeit der eingebrachten spezifischen Energie (GK-1,5 E, NR-SBR-BR-Reifenmischung)

Fig. 5-14: Tensile strength in dependency of the specific energy (GK-1,5 E, NR-SBR-BR tire compound)

5.2.2.1.3 Modelle für die Dauerfestigkeit

Die Überprüfung der Materialermüdung wurde unter Zugschwellbelastung bis zum Reißen der Probe nach ASTM D4482 durchgeführt. Als Messwert wurde dabei die Anzahl der ertragenen Lastwechsel bestimmt. Zur Probenherstellung wurden Normstäbe S1 nach DIN 53 504 unter den gleichen Bedingungen wie bei den Zugversuchen angefertigt. Die Proben wurden mit einer Zugschwellbelastung von 200 Zyklen/Minute untersucht. Die Prüfkammertemperatur betrug 23 °C. Zur statistischen Absicherung der Messwerte wurden jeweils 9 dieser Stäbe gleichzeitig geprüft und der Medianwert der ertragenen Lastwechsel bestimmt. Der Median ist der mittlere Wert in einer geordneten Reihe der Einzelergebnisse bzw. der arithmetische Mittelwert der beiden mittleren Werte bei gerader Anzahl der geprüften Proben.

In Bild 5-15 sind die Ergebnisse der Dauerfestigkeitsmessung in Abhängigkeit der, der Mischung zugeführten spezifischen Energie dargestellt. Mit der steigenden Energie scheint die Anzahl, der von der Probe ertragenen Lastwechsel zu sinken. Da es aufgrund des großen Zeitaufwands nur einige der hergestellten Mischungen untersucht werden konnten, war eine Modellbildung jedoch nicht durchführbar.

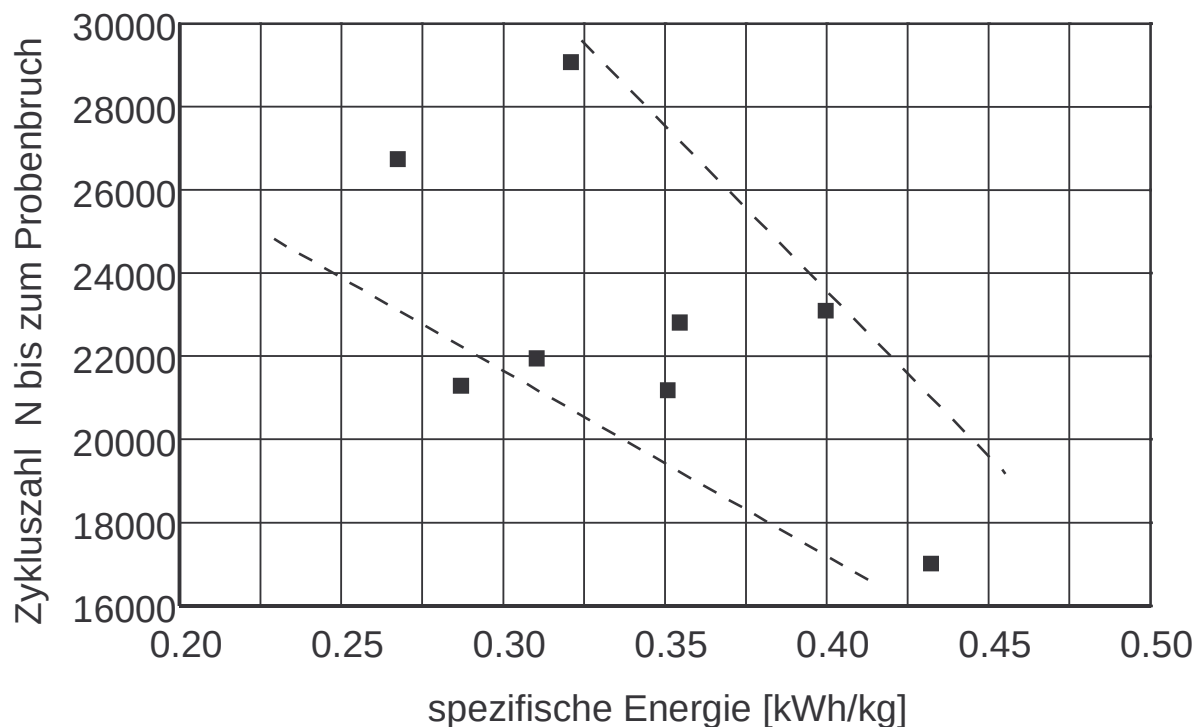


Bild 5-15: Dauerfestigkeit des Vulkanisats in Abhängigkeit der spezifischen Energie (GK-1,5 E, NR-SBR-BR-Reifenmischung)

Fig. 5-15: Fatigue strength of the vulkanisats in dependency of the specific energy (GK-1,5 E, NR-SBR-BR-tire compound)

5.2.2.2 Zusammenfassung der Ergebnisse für die NR-SBR-BR-Reifenmischung

In Bild 5-16 werden die angewendeten Mischungscharakterisierungsmethoden anhand der erreichten Bestimmtheitsmaße (Modellgenauigkeiten) verglichen. Ein hohes Bestimmtheitsmaß R^2 bedeutet in diesem Fall, dass der Verlauf des Mischprozesses, ausgedrückt durch die Kenngrößen sich in den erreichten Eigenschaften sehr gut widerspiegelt. Bild 5-16 enthält zusätzlich korrigierte Bestimmtheitsmaße R^2_{kor} , das die Anzahl der Variablen (Regressoren) im Modell berücksichtigt und sich somit für den Vergleich von Modellen mit unterschiedlicher Regressorenanzahl sehr gut eignet.

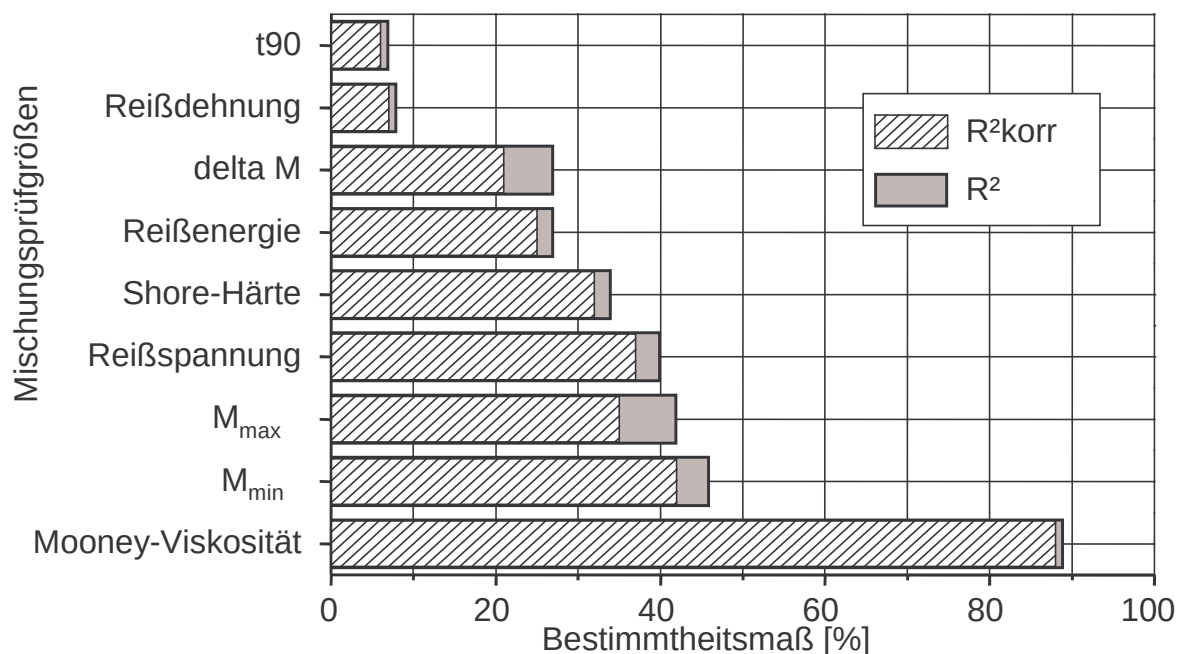


Bild 5-16: Bestimmtheitsmaß (R^2) bei der Bestimmung der Mischungseigenschaften mit mathematischen Kenngrößen aus dem Mischprozess (GK-1,5 E, NR-SBR-BR-Reifenmischung)

Fig. 5-15: Accuracy R^2 of the rubber properties determination based on mathematical characteristic values (GK-1,5 E, NR-SBR-BR-tire compound)

Wie dem Ergebnis, hier dem hohen Bestimmtheitsmaß von $R^2=88\%$ für die Mooney-Viskosität zu entnehmen ist, spiegelt sich der Verlauf (die Streuung/Schwankung) der Pro-

zessparameter des Mischprozesses am besten in der Mooney-Viskosität. Diese lässt sich hier mit Hilfe der Mischprozesskenngrößen (siehe auch 5.2.2.1.1) am besten beschreiben. Die niedrigen Bestimmtheitsmasse anderer Prüfmethoden deuten darauf hin, dass diese Methoden die mit Prozessparametern erfassten Prozessveränderungen nicht detektieren können. Eine weitere genauere Analyse der verwendeten Mischungsprüfmethode und ein Vergleich der Genauigkeiten der Modelle für die Reißspannung und für die Mooney-Viskosität (Bild 5-17) zeigt eine deutliche Abweichung bzw. eine fast zufällige Verteilung der berechneten Werte für die Reißfestigkeit.

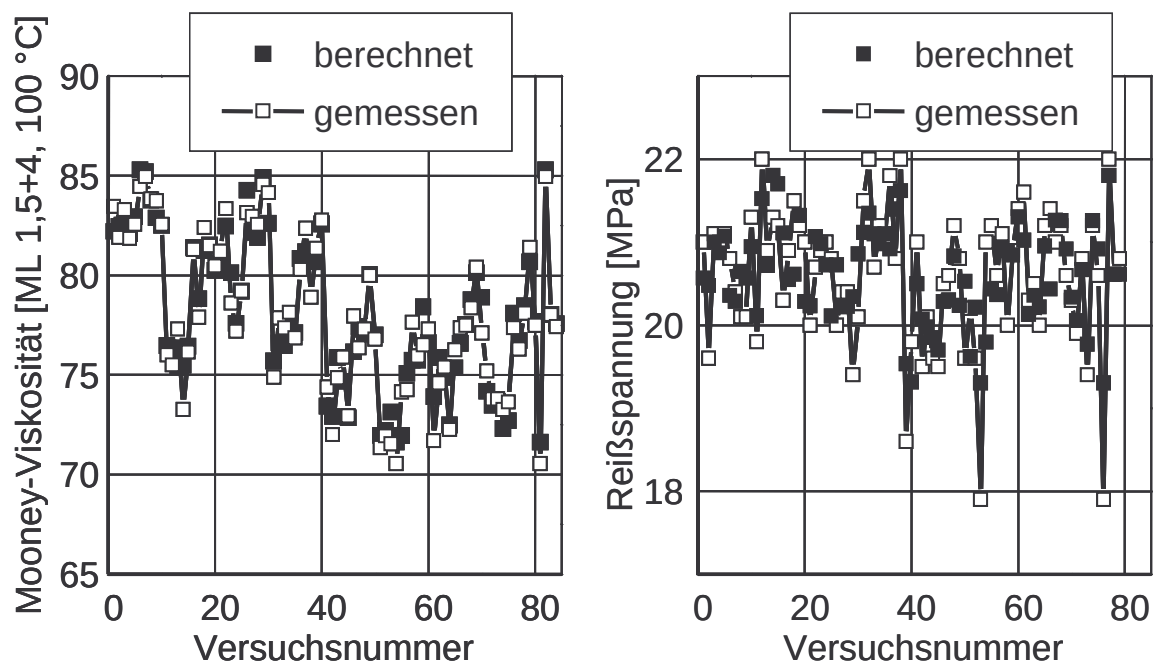


Bild 5-17: Berechnete und gemessene Mooney-Viskosität und Reißspannung (GK-1,5 E, NR-SBR-BR-Reifenmischung)

Fig. 5-17: Calculated and measured Mooney-Viscosity and tear strength (GK-1,5 E, NR-SBR-BR-tire compound)

Dieses Ergebnis sagt aus, dass der für jede Mischungscharge spezifische Verlauf des Mischprozesses (der Prozessparameter) keinen Beitrag zur Erklärung der erreichten Reißfestigkeit liefert. Aufgrund dieses fehlenden Zusammenhangs der Prüfung mit dem Aufbereitungsprozess, ist diese Prüfmethode nicht als Chargenprüfung geeignet. Die hier dargestellten Ergebnisse zeigen, dass nur die Mooney-Viskosität genaue Aussagen über die Gleichmäßigkeit des

untersuchten Mischprozesses liefert. Die anderen Charakterisierungsmethoden sind aufgrund der niedrigen Modellbestimmtheitsmaße für diese Aufgabenstellung nicht geeignet.

Wie die vorgestellten Ergebnisse der Modellierung zeigten, ergab sich für die untersuchte Kautschukmischung, den Mischprozess und die meisten untersuchten Mischungsfreigabe-Prüfverfahren kein eindeutiger Zusammenhang mit der Mischungsherstellung. Daraus kann man schließen, dass in diesem Fall die angewendeten Prüfmethoden für die Qualitätsüberwachung der Gleichmäßigkeit des Mischprozesses nicht wirklich geeignet sind.

5.2.3 Versuche mit einer SBR-Standardspritzgießmischung – Ermittlung der verarbeitungs- und bauteilrelevanten Mischungsprüfmethoden

Angesichts der Ergebnisse der Mischprozessanalyse (Kap. 5.2.2) sowie der allgemeinen Problematik der zuverlässigen Mischungscharakterisierung wurde im Rahmen eines gemeinsamen Projektes zwischen IKV Aachen und DIK Hannover diese Problemstellung intensiv untersucht [Mich98]. Dazu wurden auf der Basis von statistischen Versuchsplänen im Innenmischer Mischungen mit unterschiedlichen Eigenschaften hergestellt. Dabei wurden in verschiedenen Versuchsreihen zum einen Prozessparameter, wie z.B. die Kühlwassertemperatur oder die Mischzeit, variiert und zum anderen in der Praxis auftretende Rezepturabweichungen im Rahmen von zulässigen Verwiegetoleranzen nachgestellt. Weiterhin wurden der Feuchtegehalt des Rußes und der Feinanteil variiert [Mich98].

Der bei den in dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen verwendete Styrol-Butadien-Kautschuk (SBR) gehört zu den Standardelastomeren. Er charakterisiert sich durch seine sehr hohe Zugfestigkeit und eine hohe Stoßelastizität mit verstärkenden Füllstoffen. Durch die sehr gute Abriebbeständigkeit und eine Einsatztemperatur zwischen -50 °C und 100 °C sind Anwendungsgebiete wie Pkw-Reifen, Förderbänder, Faltenbälge und Schläuche möglich [Baye96]. Aufgrund der weiten Verbreitung dieses Polymers in Elastomerprodukten wurden die nachfolgend beschriebenen Untersuchungen mit einer Spritzgießmischung auf SBR-Basis durchgeführt (Tabelle 5-4) .

Einsatzstoff	phr
Rohmischung	
SBR 1500	100
Ruß N 550	50
Weichmacher	10
Zinkoxid RS	5
Stearinsäure	1
Fertigmischung	
Vulkacit CZ/C	1,3
Vulkanox 4010NA und 4020	2
Vulkacit Thiuram	1
Schwefel	0,5
Summe	170.8

Tabelle 5-4: Rezeptur der SBR- Standardspritzgießmischung

Die gesamte Untersuchung der komplizierten Zusammenhänge der gesamten Produktionskette wurde in folgenden drei Stufen durchgeführt:

- Erster Analyseschritt – Zusammenhänge zwischen der Mischungsherstellung und den Mischungseigenschaften (Kapitel 5.2.3.2)
- Zweiter Analyseschritt – Auswahl der spritzgießprozessrelevanten Mischungseigenschaften (Kapitel 5.2.4)
- Dritter Analyseschritt – Auswahl der produktrelevanten Mischungseigenschaften (Kapitel 5.2.5)

5.2.3.1 Versuchseinstellungen bei der Aufbereitung und Verarbeitung der SBR- Standardspritzgießmischung

In dieser Versuchsreihe wurden, um die zuverlässigen Mischungsprüfmethoden zu ermitteln, folgende Einstellungen im Mischprozess variiert:

- Temperatur der Rotoren und der Mischkammer,
- Drehzahl,

- Füllgrad,
- Zugabereihenfolge von Ruß und Weichmacher,
- Mischzeit (siehe Tabelle 5-5).

	Parameter	[]	-1	0	1
Rohmischung					
1	Temperatur (Kammer = Rotor)	°C	50	70	90
2	Drehzahl	U/min	30	40	50
3	Füllgrad Mischkammer	%	65	70	75
4	Zugabe von Ruß und Weichmacher in 1. Füllstoffzugabephase (3. Phase – siehe Bild 5-18; oben) Die restlichen Ruß- und Weichmacheranteile wurden in der 5. Phase (siehe Bild 5-18; oben) zugegeben.	%	90 + 0	95 + 50	100 + 100
5	Dauer der 6. Phase	min	2	02:15	02:30
Fertigmischung					
6	Temperatur (Kammer = Rotor)	°C		40	
7	Drehzahl	U/min		25	
8	Gesamtdauer	min		03:05	

Tabelle 5-5: Versuchseinstellungen für die SBR-Spritzgießmischung

Ein typischer Mischprozessverlauf mit der Bezeichnung der jeweiligen Mischphasen ist in Bild dargestellt. Durch diese Variationen entstanden nach einem statistischen Versuchsplan 54 Mischungen. Die allgemeinen Einflüsse der ausgewählten Mischereinstellungen und ihre verfahrenstechnische Bedeutung wurden bereits in mehreren Fachveröffentlichungen erläutert [Graj88, Sund92, Meie96]. Deswegen wird hier auf die Beschreibung der Auswirkungen und Begründung der Auswahl verzichtet.

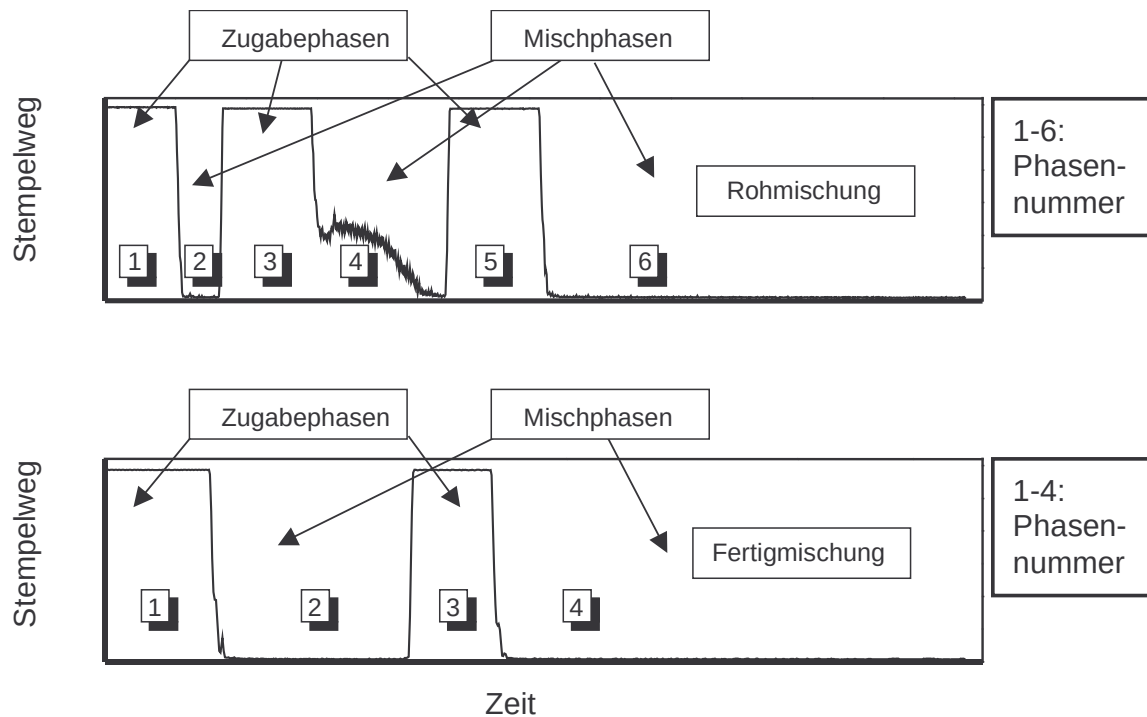


Bild 5-18: Mischprozessablauf (SBR-Standardspritzgießmischung)

Fig. 5-18: Mixing process cycle (SBR standard IM-compound)

Aus den 54 Mischungen wurden im Rahmen dieser Arbeit jeweils 15 Probekörper auf einer Spritzgießmaschine verarbeitet, von denen jedoch nur die letzten zehn für die Auswertung verwendet wurden, damit ein relativ „stationärer“ Prozess mit möglichst wenig Störgrößen gewährleistet wurde.

5.2.3.2 Erster Analyseschritt – Zusammenhänge zwischen der Mischungsherstellung und den Mischungseigenschaften

Aufbauend auf den Ergebnissen der Reifenmischung wurden in einem ersten Analyseschritt Mischungscharakterisierungsmethoden ermittelt, in deren sich der Mischprozessverlauf, bzw. die Mischprozessänderungen widerspiegelt. Um die Informationen über die Zusammenhänge herauszufinden, wurden hier folgende statistische Analysemethoden angewendet:

- die Korrelationsanalyse (Erläuterungen in Kapitel 4.2.4),
- die Regressionsanalyse (Erläuterungen in Kapitel 4.2.5).

Anders als bei den Regressionsmodellen mit mehreren Einflussgrößen aus Kapitel 5.2.2 „Versuche mit einer Reifenmischung – Zusammenhänge zwischen der Mischungsherstellung und den Mischungscharakterisierungsmethoden“ wurden hier mit Hilfe der Korrelationsanalyse die direkten, die sogenannten bidirektionalen Zusammenhänge zwischen den Einflussgrößen (Kenngrößen) und den Zielgrößen (Mischungseigenschaften) ermittelt. Die dazu zu berechneten Korrelationskoeffizienten zeigen sowohl den Veränderungsbetrag als auch die Veränderungsrichtung der Mischungseigenschaften in Abhängigkeit von der Veränderung einer Prozesseinstellung oder einer Prozesskenngröße, die aus den kontinuierlichen Prozessparametern berechnet wird.

5.2.3.2.1 Korrelationen zwischen den Kenngrößen und den Mischungseigenschaften und

Die gemessenen Eigenschaften der SBR-Mischung wurden hier systematisch mit allen Einstellungen aus dem Versuchsplan als auch mit den Kenngrößen aus dem Mischprozess korreliert. In Bild 5-19 sind die ausgewählten Korrelationen der Hochdruckkapillarviskosimetermessungen (HKV) mit den Leistungskennzahlen des Mischprozesses dargestellt. Hier fallen insbesondere die sehr hohen Korrelationskoeffizienten von ca. -0.8 der Viskosität bei der Schergeschwindigkeit von $\dot{\gamma}=2000$ 1/s mit den Kennzahlen, die aus der Leistungskurve des Mischprozesses gebildet worden sind, auf. Die negativen Korrelationskoeffizienten (insbesondere für die Viskosität bei der Schergeschwindigkeit von $\dot{\gamma}=2000$ 1/s und Leistungskenngrößen LK..) bedeuten hier, dass eine erhöhte Leistungszufuhr zu einer Absenkung der Mischungsviskosität führt.

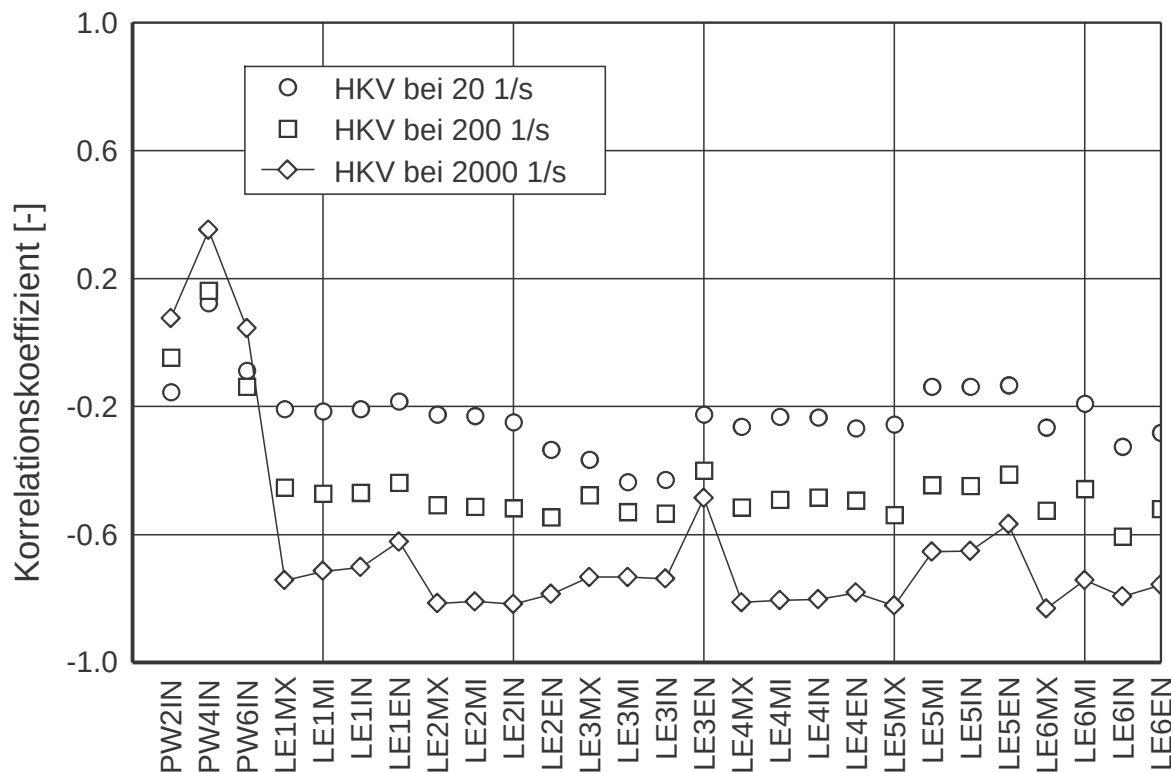


Bild 5-19: Korrelationen zwischen der Mischungviskosität (gemessen mit HKV) und den Kenngrößen aus der Stempelweg- und der Leistungskurve des Innenmischers (SBR-Mischung, Labormischer GK-5 E)

Fig. 5-19: Correlations between the mixture viscosity (measured with HKV) and the characteristic values from the plunger way and the power curve of the internal mixer (SBR-compound, laboratory mixer GK-5 E)

Mit dieser Darstellungsmethode der Korrelationen war es hier möglich, große Datenmenge zu bearbeiten und direkt zu interpretieren. Bild 5-19 ist es zu entnehmen, dass nicht alle Messpunkte der Viskosimeterkurve (gemessen bei Schergeschwindigkeiten $\dot{\gamma}$ von 20, 200 und 2000 1/s) mit den charakteristischen Prozesskenngößen gleichermaßen korrelieren. Bei einer weiteren Analyse wurden weiterhin festgestellt, dass die Bedeutung und somit auch die Aussagefähigkeit der Viskositätsmessung bei hohen Schergeschwindigkeiten in einem HKV fast durchgehend (siehe auch Bild 5-20) höhere Korrelationen mit den Prozesskenngößen als diejenigen, die bei niedrigeren Schergeschwindigkeiten (20 und 200 1/s) gemessen worden sind, aufweist. Bild 5-20 stellt die Korrelationskoeffizienten der HKV-Messungen mit den Kenngrößen, die aus Temperaturdifferenzen (TD..) zwischen Mischungstemperatur und der Mischerwandtemperatur gebildet worden sind, dar. Diese Temperaturdifferenzen sind ein

Maß für die ausgetauschten Wärmeströme zwischen dem Material und der Verarbeitungsmaschine. Hier ist deutlich sichtbar, dass mit dem Prozessablauf immer höher werdenden Temperaturdifferenz (TD1.. bis TD6..) die Korrelation signifikanter wird. Die negativen Korrelationskoeffizienten bedeuten in diesem Fall, dass ein Anstieg der Temperaturdifferenz zum Ende des Mischprozesses eine Absenkung der Mischungsviskosität zu Folge hat. An dieser Stelle ist es notwendig zu betonen, dass bei anderen Mischungszusammensetzungen (z.B. mit einem hohen Weichmacheranteil [Pohl97]) zu Schwierigkeiten bei der Viskositätsmessung aufgrund des abwechselnden Wandgleitens und -haftens (Stick-Slip-Effekt) kommen kann.

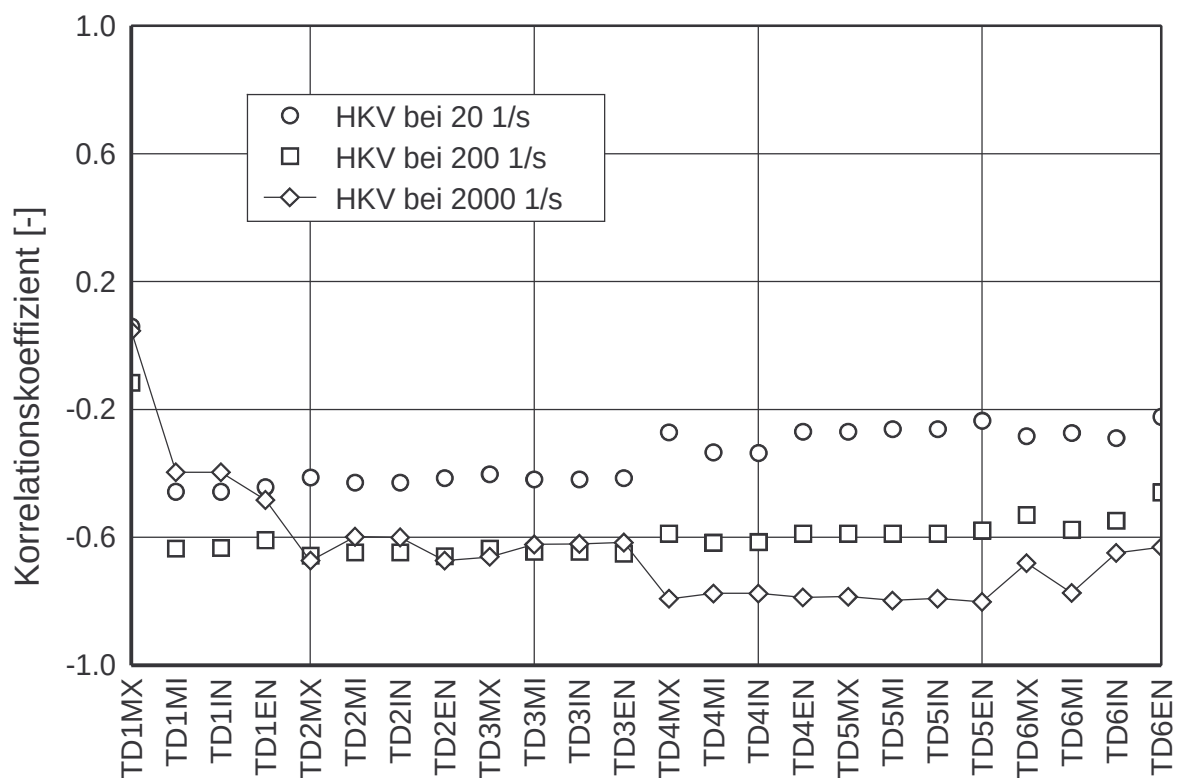


Bild 5-20: Korrelationen zwischen der Mischungsviskosität (gemessen mit HKV) und den Kenngrößen aus der Temperaturdifferenz zwischen der Mischung und dem Innenmischer (SBR-Mischung, Labormischer GK-5 E)

Fig. 5-20: Correlations between the mixture viscosity (measured with HKV) and the characteristic values from the temperature difference between the mixture and the internal mixer (SBR-compound, laboratory mixer GK-5 E)

In einem weiteren Schritt wurden Korrelationen zwischen Mischungseigenschaften, die mit Hilfe des RPA-Gerätes ermittelt worden sind, mit den Kenngrößen aus dem Mischprozess

berechnet. Hier wurden die Mischungseigenschaften (Speicher-, Verlustmodul und Tangens delta) mit Hilfe eines „frequency sweeps“ bei einer Temperatur von 100 °C und einer konstanten Auslenkung von 10% ermittelt. Die Proben wurden bei den Frequenzen $f = 0.01$ Hz, 0.018 Hz, 0.032 Hz, 0.056 Hz, 0.1 Hz, 0.18 Hz, 0.316 Hz, 0.562 Hz, 1 Hz, 1.8 Hz, 3.16 Hz, 5.62 Hz und 10 Hz geprüft. Da aus mathematischen Gründen nicht die gesamten Messverläufe analysiert werden konnte, wurden die Korrelationen mit ausgewählten Punkten bei verschiedenen Prüffrequenzen ermittelt. Die Korrelationen mit den Prozesskenngrößen, in diesem Fall aus der Leistungskurve, mit den Speichermoduln G' sind in Bild 5-21 dargestellt. Dieses auffallend hohe negative Korrelationsniveau war mit fast allen während des Mischprozesses aufgenommenen Prozesskenngrößen vorhanden.

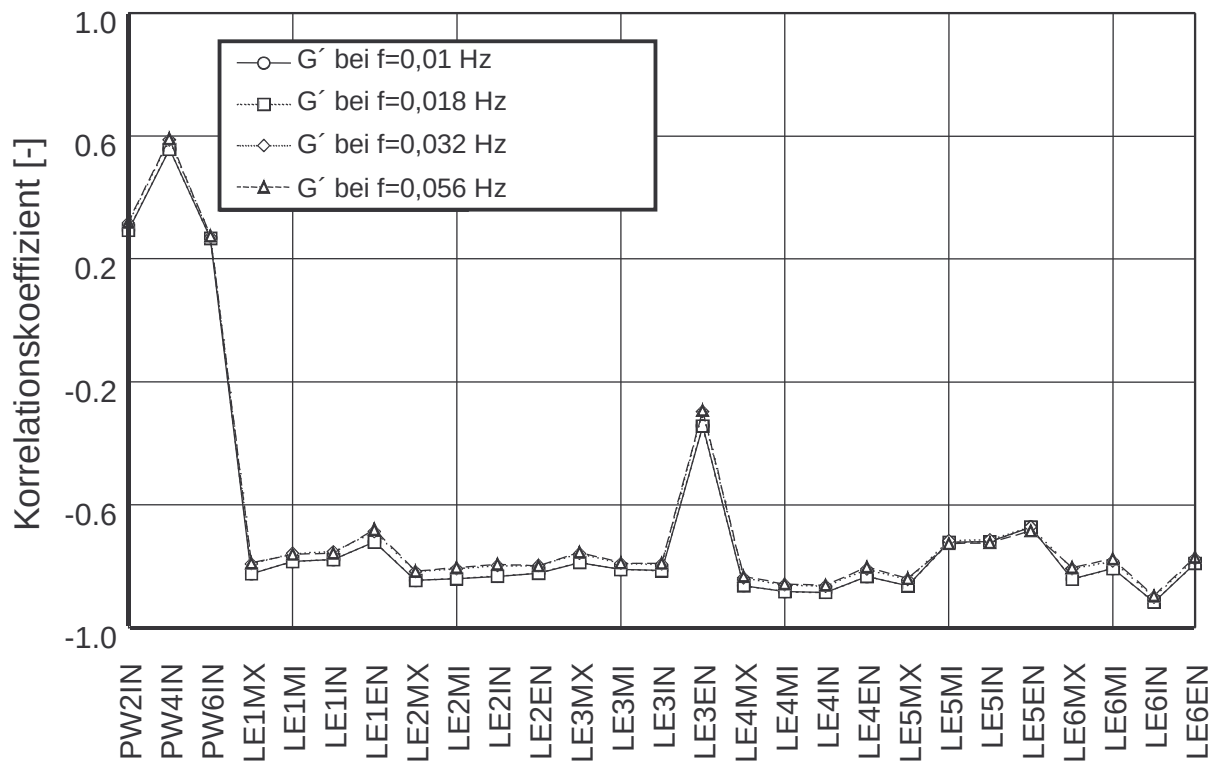


Bild 5-21: Korrelationen zwischen dem Speichermodul (gemessen mit RPA, frequency sweep, 100 °C, 10 %-Dehnung) und den Kenngrößen aus der Stempelweg- und der Leistungskurve des Innenmischers (SBR-Mischung, Labor-mischer GK-5 E)

Fig. 5-21: Correlations between the storage modulus (measured with RPA, frequency sweep, 100 °C, 10 %- strain rate) and the characteristic values from the plunger way and the power curve of the internal mixer (SBR-compound, laboratory mixer GK-5 E)

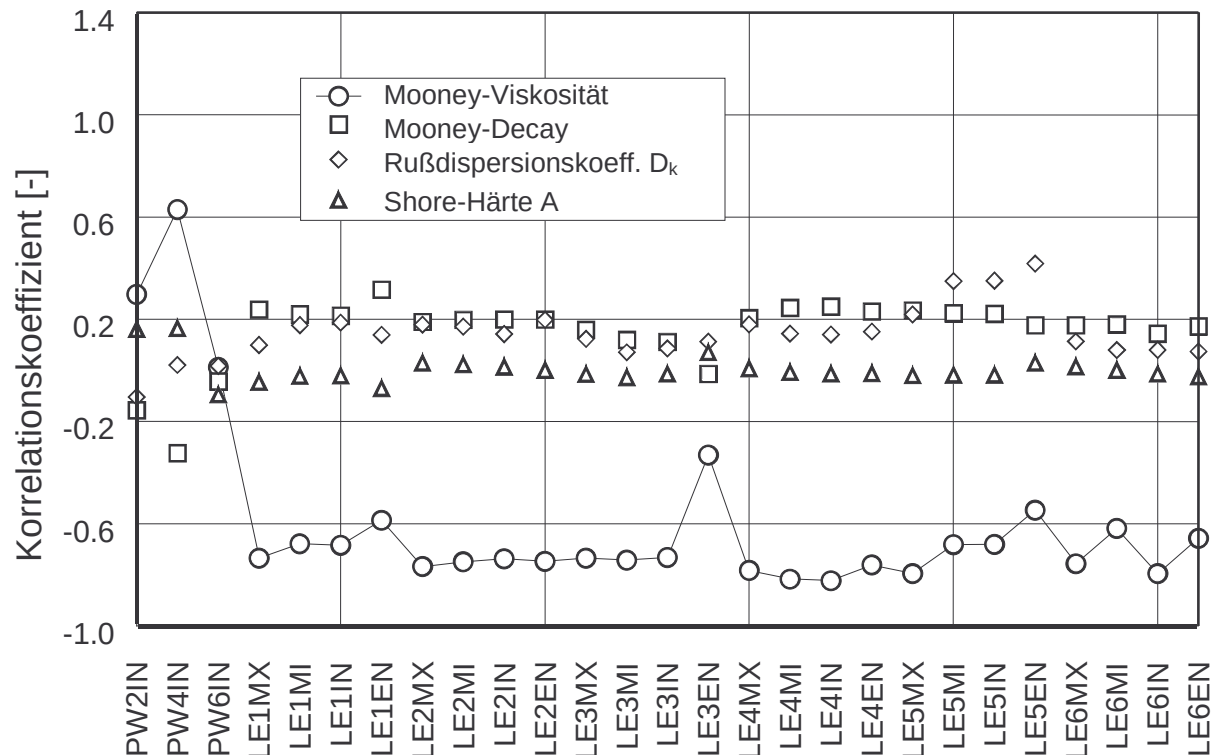


Bild 5-22: Korrelationen zwischen den Standardmischungscharakterisierungsmethoden und den Kenngrößen aus der Stempelweg- und der Leistungskurve des Innenmischers (SBR-Mischung, Labormischer GK-5 E)

Fig. 5-22: Correlations between the standard characterisation methods and the characteristic values from the plunger way and the power curve of the internal mixer (SBR-compound, laboratory mixer GK-5 E)

Bild 5-22 ist ebenfalls zu entnehmen, dass die untersuchten Mischungseigenschaften, wie die Shore-Härte-Messung (der Prüfplatte), die Rußdispersions- oder Mooney-Viskositätsmessung sehr unterschiedliche Aussagen über den Verlauf des Mischprozesses liefern. Insbesondere die niedrigen Korrelationen (0,3) der Rußdispersion und der Shore-Härte A fallen hier auf. Ein gegenteiliges Bild liefert hier die Mooney-Viskosität [ML 1+4, 100 °C]. Die Korrelationen (über 0,6) mit dem Stempelwegintegral in der Füllstofffeinarbeitungsphase (PW4IN) sowie die hohen Korrelationen (ca. -0,8) mit den Leistungskenngrößen (LE...) deuten auf einen deutlichen Zusammenhang zwischen der Prüfmethode und dem Mischprozessverlauf hin. Die Aussagefähigkeit dieser Methode über den Mischprozessablauf, Mischprozessabwei-

chungen oder –schwankungen wurde hier (vergl. auch Kapitel 5.2.2) mit dieser Analyse-
methode bestätigt. Eine Zusammenstellung der Ergebnisse der Korrelationsanalyse enthält Bild
5-23. Um die Korrelationskoeffizienten mit unterschiedlichen Vorzeichen vergleichen zu
können, wurden nur die Beträge der Koeffizienten analysiert. Anhand der hohen Korrelati-
onskoeffizienten wird deutlich, dass für die untersuchte Mischung die rheologischen Eigen-
schaften, die mit dem RPA-, dem Mooney-Gerät oder mit dem Hochdruckkapillarviskosime-
ter sehr gut mit den Veränderungen des Mischprozesses korrelieren. Diese Prüfmethode
reagieren sehr empfindlich auf Abweichungen des Mischprozesses (hier mit einen Versuchs-
plan erzeugt) und sind somit für die Beurteilung der Gleichmäßigkeit des Mischprozesses
geeignet. Die weiteren Prüfmethode, die mit vulkanisierten Proben arbeiten, zeigen deutlich
schlechtere Korrelationen auf. Dies deutet unter anderem auf einen großen Einfluss der Pro-
benvorbereitung und des Vulkanisationsprozesses hin.

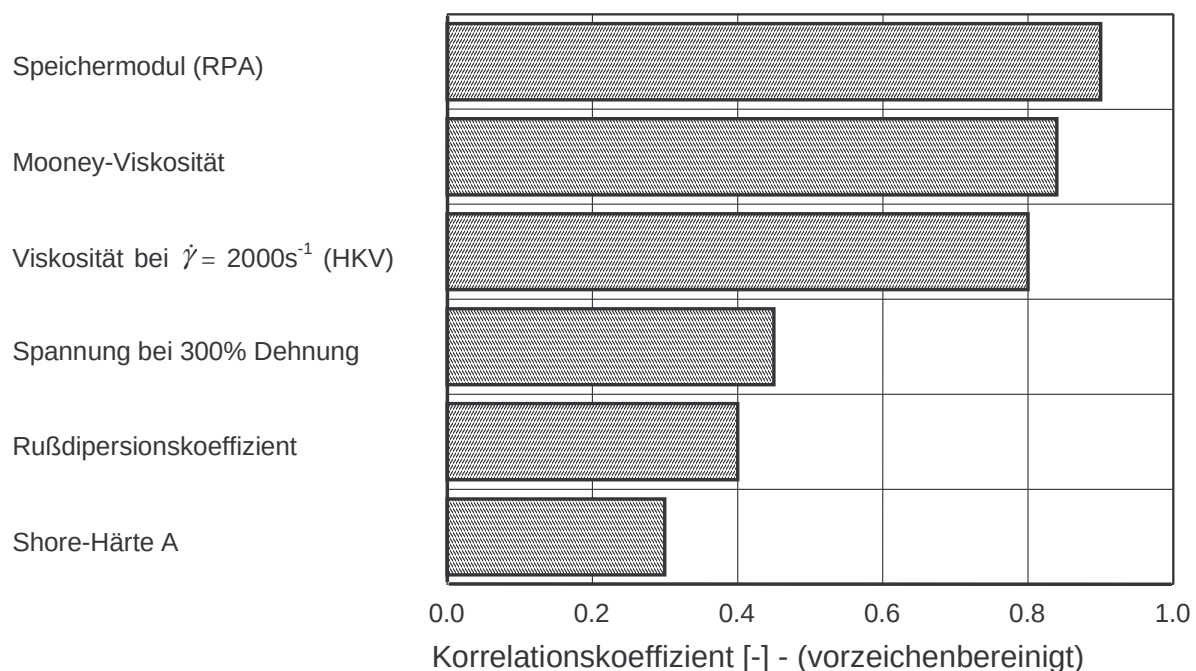


Bild 5-23: Zusammenfassung der Korrelationsanalyse zwischen den Mischungskenn-
zahlen und den Mischungsprüfergebnissen (SBR-Mischung, Labormi-
scher GK-5 E)

Fig. 5-23: Summary of the correlation analysis between mixing process characte-
ristic values and the rubber compound properties (SBR-compound, labo-
ratory mixer GK-5 E)

Mit Hilfe der Korrelationsanalyse können auf einfache Art Zusammenhänge jeweils zwischen einer Einfluss- und eine Zielgröße aufgezeigt und quantifiziert werden. Da die Mischungseigenschaften von mehreren Faktoren während des Mischprozesse beeinflusst werden können, wurde der Zusammenhang von mehreren Mischprozessparametern und den Mischungseigenschaften mit einer weiteren Analysemethode, mit Hilfe der Regressionsanalyse ermittelt.

5.2.3.2.2 Regressionsmodelle

Durch die Anwendung von statistischen Prozessmodellen, die auf mehreren Kenngrößen aus dem Mischprozess basieren, wird in diesem Kapitel die Auswahlmethodik verbessert und durch die Anwendung mathematischer Testverfahren überprüft. Modelle, die auf Prozesskenngrößen beruhen, sind im Stande auch Störeinflüsse auf den Mischprozess erfassen. Die hier ermittelten Regressionspolynome wurden mit Hilfe der schrittweisen Regression mit dem Statistikprogramm STATISTICA [stat96] aufgestellt. Die Datenbasis für die Modellbildung wurde hier die Mischversuche (Tabelle 5-5) nach einem statistischen Versuchsplan mit SBR-Standardspritzgießmischung (Tabelle 5-4) verwendet.

Mooney-Viskosität

Die Mooney-Viskosität zeichnet sich durch ihre Genauigkeit und hohe Reproduzierbarkeit aus. Bei Wiederholungsmessungen an einer Charge zeigten sich Abweichungen der einzelnen Messungen untereinander von weniger als einer Mooney-Einheit. Damit eignet sich die Mooney-Viskosität hervorragend zur Detektierung von qualitätsrelevanten Unterschieden zwischen einzelnen Chargen und somit auch zur Modellbildung.

Anschließend wurde ein Modell erstellt, das den Zusammenhang zwischen den in der vorgeschalteten Varianzanalyse als signifikant ermittelten Einstellgrößen und einer Zielgröße beschreibt, aufgestellt. Das Modell stützte sich alleine auf den Mischereinstellungen und konnte somit nur die gezielten Variationen/Veränderungen des Mischprozesses berücksichtigen. Das

Modell beschreibt die Eigenschaft – die Mooney-Viskosität (MV) in Abhängigkeit von den Maschineneinstellparametern und ist wie folgt aufgebaut.

$$MV = 67,6 - 2,4 \times D - 1,4 \times F \times Ze + 0,9 \times T - 0,8 \times MZ - 0,4 \times Zu$$

mit

Zu - Zugabezeitpunkt der Weichmacher (nach der Füllstoffzugabephase)

D - Drehzahl nach der Füllstoffzugabe

MZ - Dauer der Mastikationsphase

F - Dauer der Füllstofffeinarbeitungsphase

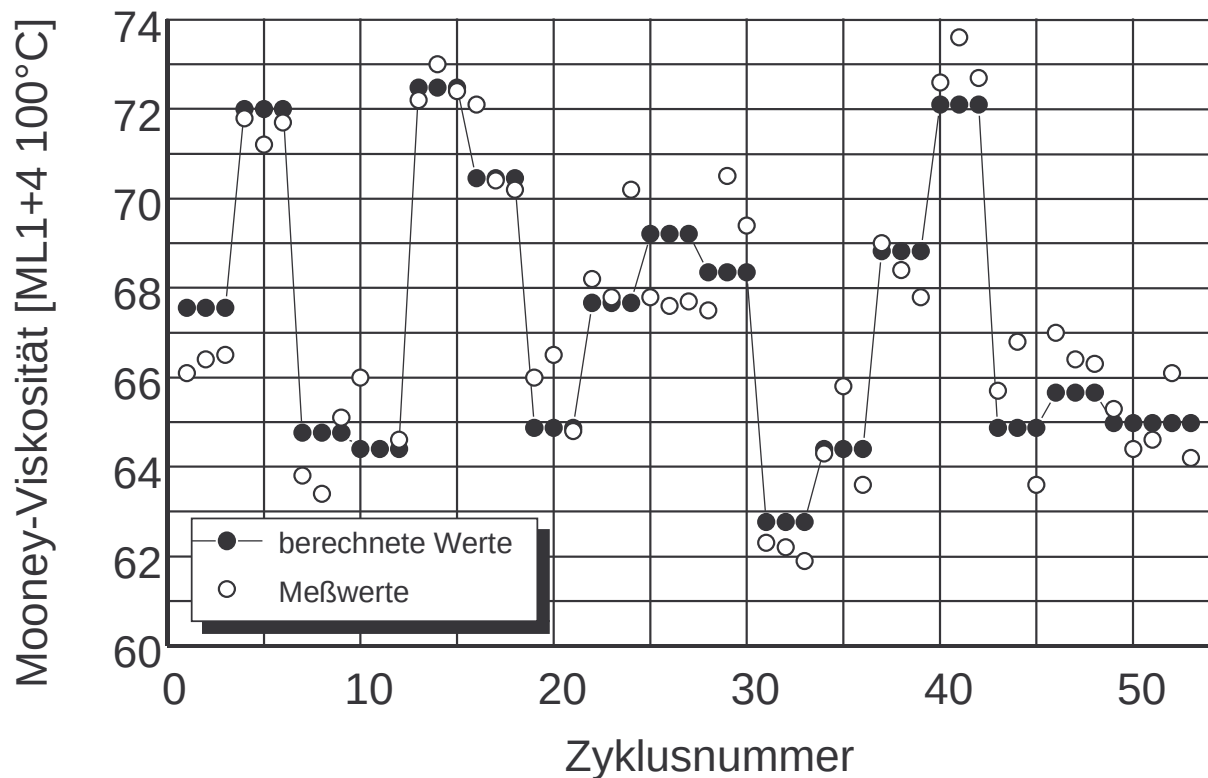


Bild 5-24: Vergleich von gemessenen und berechneten Werten - Regressionsmodell mit Einstellgrößen (SBR-Standardmischung, Labormischer GK-5 E)

Fig. 5-24: Comparison of measured and calculated values – regression model with machine settings (SBR-compound, laboratory mixer GK-5 E)

Das Bestimmtheitsmaß R^2 für dieses Modell beträgt 92 %. In Bild 5-24 sind die gemessenen über den berechneten Viskositäten dargestellt. Dieses Modell eignet sich in erster Linie für eine Prozessanalyse bzw. eine Prozessoptimierung, zeigt aber mit seiner sehr hohen Genauig-

keit, dass die vorgenommenen Prozessänderungen sich direkt in der Mooney-Viskosität widerspiegeln. Es hat den Nachteil, dass durch Unregelmäßigkeiten in der Prozessführung immer vorhandene Störungen nicht berücksichtigt werden. Das hohe Bestimmtheitsmaß ($R^2=92\%$) des Modells ist ein Hinweis darauf, dass die Mischungsherstellung bei konstanten Randbedingungen fehlerlos und fachgerecht durchgeführt worden ist. Zum anderen zeigt es, dass es durchaus möglich ist, Modelle auch mit Einstellgrößen zu bilden, wenn die zu erwartenden Störeinflüsse gering sind.

Im weiteren wurden in die Regressionsanalyse die mathematischen Kenngrößen aus dem Mischprozess miteinbezogen. Diese geben im Vergleich mit Maschineneinstellungen den Verlauf des Mischprozesses und die evtl. auftretenden Prozessschwankungen besser wieder. Die Ergebnisse einer solchen Regressionsanalyse mit charakteristischen Prozesskenngrößen für die Mooney-Viskosität(MV) sind in Bild 5-25 dargestellt. Die Regressionsgleichung lautet:

$$\begin{aligned} \text{MooneyViscosity} = & 79,454 - 0,065 \times LK4IN - 0,029 \times LK6IN + 0,005 \times LK0IN + 1,715 \times LK1MI \\ & - 0,254 \times TD6MI - 0,563 \times LK5EN - 0,0001 \times SS6IN + 1,88 \times LK2MI \end{aligned}$$

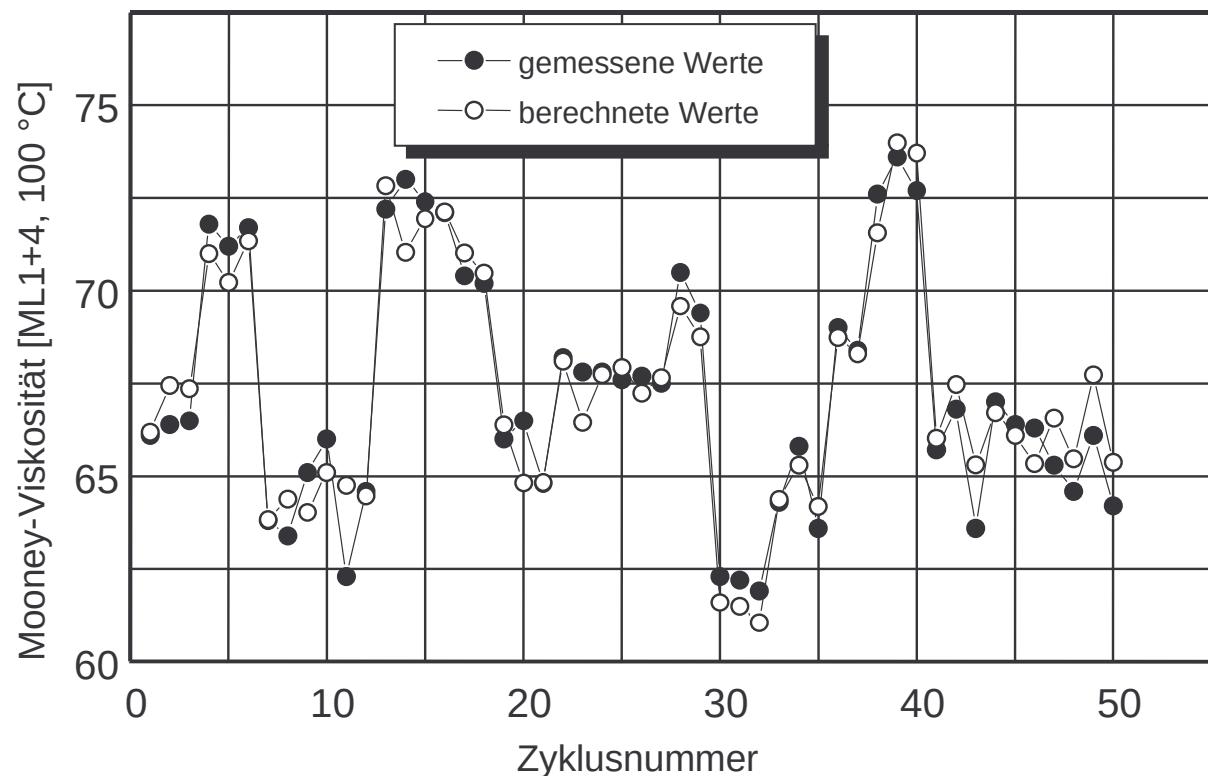


Bild 5-25: Vergleich von gemessenen und berechneten Werten - Regressionsmodell mit Kenngrößen (SBR-Standardmischung, Labormischer GK-5 E)

Fig. 5-25: Comparison of measured and calculated values – regression model with characteristic values (SBR-compound, laboratory mixer GK-5 E)

Der Vorteil eines Prozessgrößenmodells wird beim Vergleich von Bild 5-24 und Bild 5-25 deutlich. Die berechneten Werte des Einstellgrößenmodells liegen für einen Versuchspunkt zwangsläufig auf einem konstanten Niveau. Schwankungen im Herstellungsprozess, die sich in dem unterschiedlichen Niveau der Messwerte der Wiederholungen eines Versuchspunktes äußern, können nicht erfasst werden. Mit Kenngrößen berechnete Werte (Bild 5-25) folgen den Veränderungen der gemessenen Werte für die Mooney-Viskosität.

Rubber Process Analyzer (RPA)-Untersuchungen

Die Untersuchungen der Mischungen mit der RPA-Gerät werden hier detaillierter vorgestellt, weil bei der Fülle der ermittelbaren Werte eine Vorauswahl notwendig ist. Das RPA-Gerät

zeichnet sich neben der einfachen Testdurchführung besonders durch die hohe Genauigkeit und gute Reproduzierbarkeit der Messung aus. Als Nachteil stehen diesen gegenüber die aufwendige Testprogrammerstellung sowie die erwähnte Datenflut, die dem Bediener geliefert wird. Im folgenden sollen für diese beiden Testvarianten die Kenngrößen komplexer Schubmodul G^* , Speicher- G' und Verlustmodul G'' als auch Tangens delta im Hinblick auf ihre Verwendbarkeit in statistischen Modellen überprüft werden.

Es sollte hier nun untersucht werden, für welche der angesteuerten Frequenzen sich Modelle mit einer **hohen Güte = hoher Zusammenhang zwischen dem Mischprozess und der Mischungseigenschaft** erstellen lassen. Für die betrachteten Messgrößen G' , G'' , G^* und $\tan \delta$ wurde bei den 13 angesteuerten Frequenzen jeweils ein Prozessmodell erstellt. Die Vorhersagegenauigkeit der Größen G' , G'' und G^* zeigt dabei jeweils den gleichen Trend (Bild 5-26): Die Modellgüten bis zu Frequenzen von $f = 0,1$ Hz liegen auf ungefähr dem gleichen Niveau. Zwischen Frequenzen von $f = 0,1$ bis 1 Hz stellt sich ein leichter Abfall und zwischen $f = 1$ und 10 Hz ein starker Abfall des Bestimmtheitsmaßes ein. Die Kurven verlaufen allerdings auf unterschiedlichen Niveaus: Das höchste Niveau der Modellgüte weist die Kurve für G' auf, G'' und G^* liegen auf etwa dem gleichen, etwas niedrigeren Niveau. Für $\tan \delta$ wurde keine Modellgüte-Kurve erstellt, da sich nur bei einigen wenigen Frequenzen Modelle bilden ließen. Die erreichten Bestimmtheitsmaße lagen durchweg auf geringeren Niveaus als bei den übrigen Messgrößen. Der Nachteil bei der Betrachtung von einzelnen Kenngrößen wie G' , G'' usw. bei diskreten Frequenzen ist, dass es sich wie bei der Mooney-Viskosität nur um Einzelmessungen handelt, die das Materialverhalten über einen breiteren Beanspruchungsbereich nur bedingt widerspiegeln.

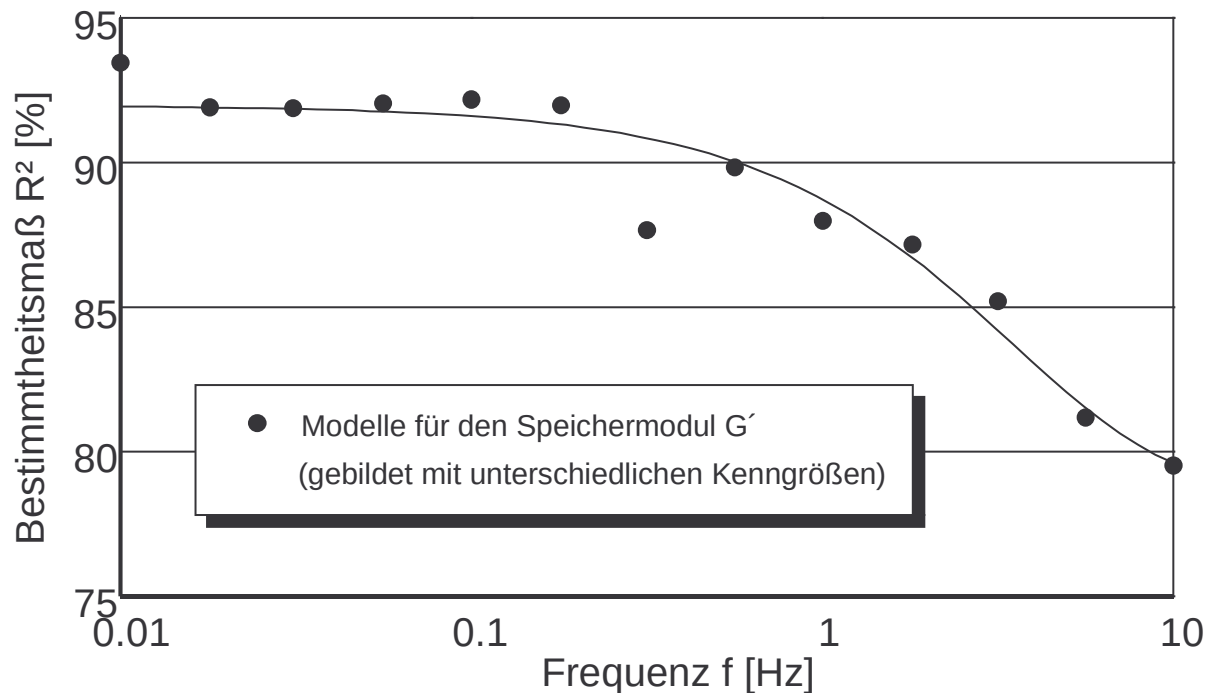


Bild 5-26: Einfluss der Prüffrequenz im RPA-Gerät auf die Güte des statistischen Prozessmodells für G' (SBR-Standardmischung, Labormischer GK-5 E)

Fig. 5-26: Influence of the test frequency in the RPA on the quality of the statistical process model G' (SBR-compound, laboratory mixer GK-5 E)

Im folgenden soll daher aus den Einzelmesswerten des elastischen Moduls G' eines frequency sweeps ein Wert gebildet werden, der sich zur Charakterisierung des Materialverhaltens über einen breiteren Frequenzbereich eignet. Dazu wurde die Kurve der gemessenen Einzelwerte eines vollständigen frequency sweeps durch einen Funktionsansatz der Form $y = a \cdot x^b$ angenähert. Als Kennwert zur Beschreibung des Materialverhaltens über einen breiteren Beanspruchungsbereich wurde das Integral von jeweils $f = 0,01$ Hz bis 0,1 Hz, 1 Hz und 10 Hz gebildet. Die Vergrößerung der Auswertebereiche führte allerdings zu einer Verschlechterung der Beschreibungsgenauigkeit (Tabelle 5-6).

Bereich des Integrals	Bestimmtheitsmaß R^2 [%]
$f = 0,01 \text{ Hz}$ bis $f = 0,1 \text{ Hz}$	93
$f = 0,01 \text{ Hz}$ bis $f = 1 \text{ Hz}$	88
$f = 0,01 \text{ Hz}$ bis $f = 10 \text{ Hz}$	82

Tabelle 5-6: Bestimmtheitsmaße für aus Integralen gebildete Qualitätsgrößen

Eine andere Möglichkeit zur Berücksichtigung des Materialverhaltens über einen breiteren Beanspruchungsbereich besteht in der Bildung von Summen. Dazu wurden die gemessenen Speichermoduln G' von 0,01 Hz bis auf jeweils 0,1 Hz, 1 Hz und 10 Hz aufaddiert (siehe Tabelle 5-7).

Bereich der gebildeten Summe	Bestimmtheitsmaß [%]
$f = 0,01 \text{ Hz}$ bis $f = 0,1 \text{ Hz}$	94
$f = 0,01 \text{ Hz}$ bis $f = 1 \text{ Hz}$	90
$f = 0,01 \text{ Hz}$ bis $f = 10 \text{ Hz}$	90

Tabelle 5-7: Bestimmtheitsmaße für aus Summen gebildete Qualitätsgrößen

Es fällt auf, dass die Bestimmtheitsmaße für die aus Summen gebildeten Modelle für den selben Frequenzbereich grundsätzlich höher liegen, als die jeweiligen aus den Integralen gebildeten Modelle. So lässt sich für die Summe der gemessenen Speichermoduln von $f = 0,01 \text{ Hz}$ bis $f = 0,1 \text{ Hz}$ das beste Modell mit $R^2 = 94\%$ für Speichermodulsummen bilden. Die Steigerung der Modellgüte gegenüber den besten aus Einzelmesswerten gebildeten Modellen ist kaum detektierbar. Es ist daher offensichtlich möglich, die bei bestimmten, angesteuerten Frequenzen ermittelten Messwerte von G' , G'' usw. zur Materialcharakterisierung heranzuziehen.

Zwar weisen die Prozessmodelle für G' im Durchschnitt die höchsten Werte für das Bestimmtheitsmaß auf, das beste Modell ließ jedoch für G'' bei einer Frequenz von $f = 0,031 \text{ Hz}$ erstellen. R^2 beträgt 94%, der F-Wert 94,1.

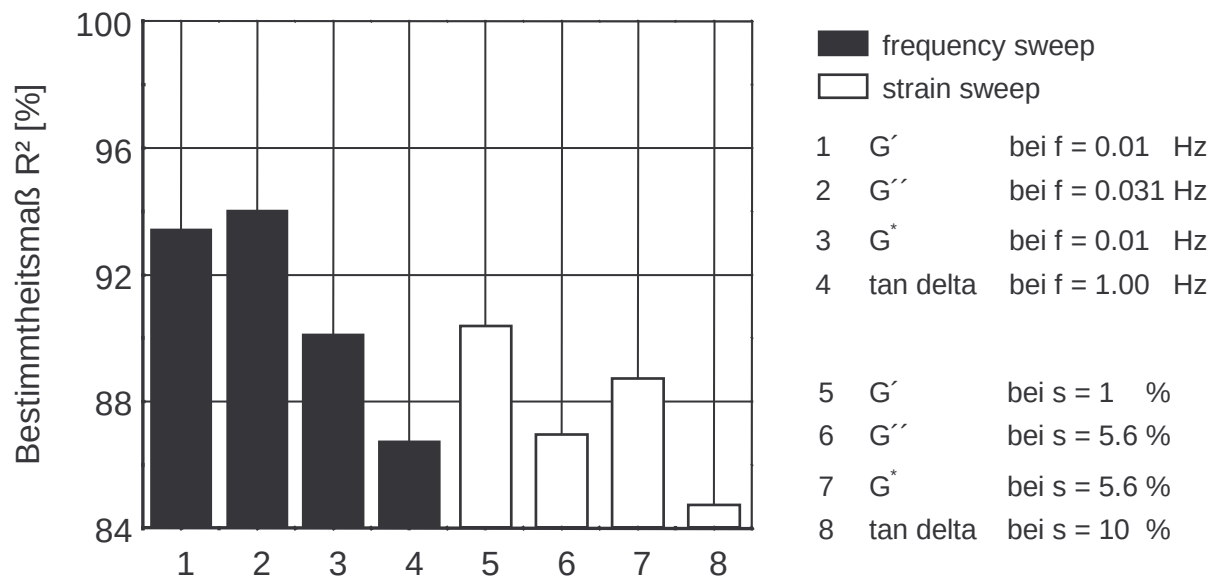


Bild 5-27: Vergleich der maximalen Modellgüten für RPA-Werte (SBR-Standardmischung, Labormischer GK-5 E)

Fig. 5-27: Comparison of the maximal model accuracy for RPA data (SBR-compound, laboratory mixer GK-5 E)

Beim Vergleich der jeweils besten Modellgüten zwischen den beiden Testmöglichkeiten, fällt es auf, dass der im frequency sweep ermittelten Moduln durchweg besser zur Modellbildung geeignet sind, als die im strain sweep ermittelten (Bild 5-27). Zusammenfassend lässt sich sagen, dass sich für die untersuchte Mischung und für den betrachteten Prozess insbesondere die im frequency sweep bei Frequenzen von 0,1 bis 1 Hz ermittelten elastischen Moduln zur Charakterisierung des Materials und somit auch zur Modellbildung eignen.

5.2.3.3 Zusammenfassung der Ergebnisse aus Kapitel 5.2.3

Wie Bild 5-28 zu entnehmen ist, ließen sich für einige der Prüfmethoden die Mischungseigenschaften besser mit den aus den Mischprozessdaten ermittelten Kenngrößen bestimmen. Besonders die Methoden (MV und RPA), die für ihre hohe Genauigkeit und hohe Reproduzierbarkeit bekannt sind, eignen sich hervorragend zur Detektierung von qualitätsrelevanten Unterschieden zwischen einzelnen Chargen. Die HKV-Messung liefert ebenfalls gute Ergeb-

nisse, die Anwendung dieser Methode in der Praxis ist allerdings aufgrund des hohen Probenvorbereitungsaufwands auf wenige Fälle eingeschränkt.

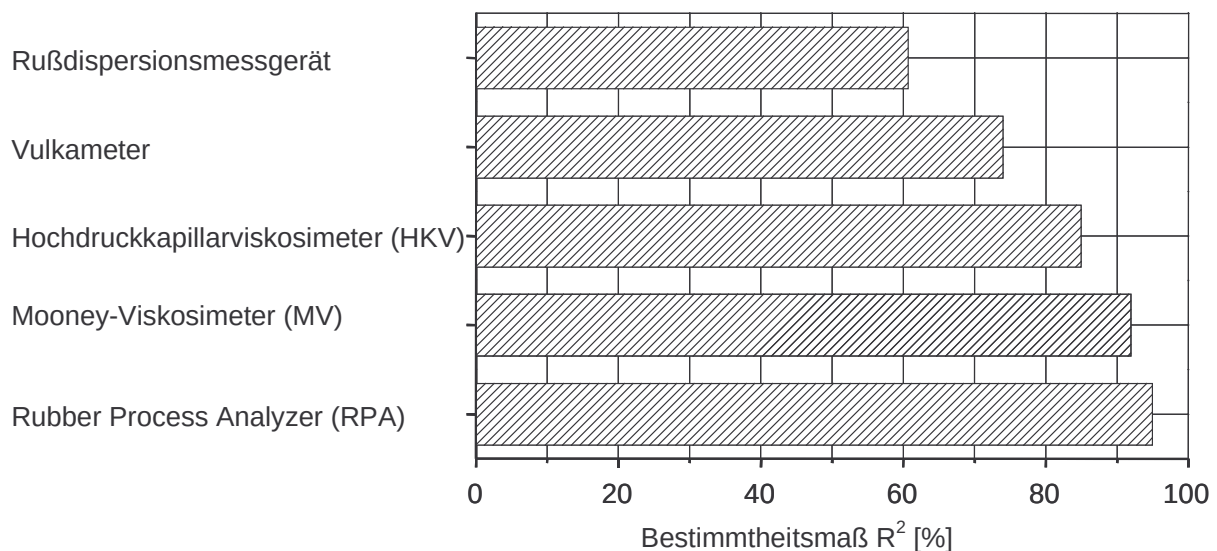


Bild 5-28: Vergleich der Genauigkeiten von Modellen auf der Basis von charakteristischen Prozesskenngrößen für unterschiedliche Mischungsprüfverfahren (SBR-Standardmischung, GK-5 E)

Fig. 5-28: Comparison of the accuracies of models on the basis of characteristic process values for different compound testing methods (SBR Standardmischung, GK-5 E)

5.2.4 Zweiter Analyseschritt – Auswahl der spritzgießprozessrelevanten Mischungseigenschaften

Die Bedeutung und Aussagefähigkeit bzgl. der Weiterverarbeitung der im vorherigem Kapitel ausgewählten Mischungsprüfverfahren wird bei einer weiteren Analyse des gesamten Herstellungsprozesses noch deutlicher.

Hierzu wurde der Verlauf des Verarbeitungsprozesses des Spritzgießens mit Hilfe umfangreicher Sensorik (Druck-, Temperatur-, Wärmestromsensoren, siehe Bild 5-29) aufgenommen und statistisch ausgewertet. Die Spritzgießversuche wurden dabei auf einer Spritzgießmaschi-

ne ARBURG Allrounder 370V vom Typ 800-315 durchgeführt. Die technischen Daten dieser Maschine enthält Tabelle 5-8.

Schneckendurchmesser	35 mm
Maximaler Einspritzdruck	1550 bar
Schließkraft	800 kN
Flüssigtemperierung Plastifizieraggregat	Wasser
Temperierung Werkzeug	Heizstäbe

Tabelle 5-8: Technische Daten der Spritzgießmaschine (ARBURG Allrounder 370V)

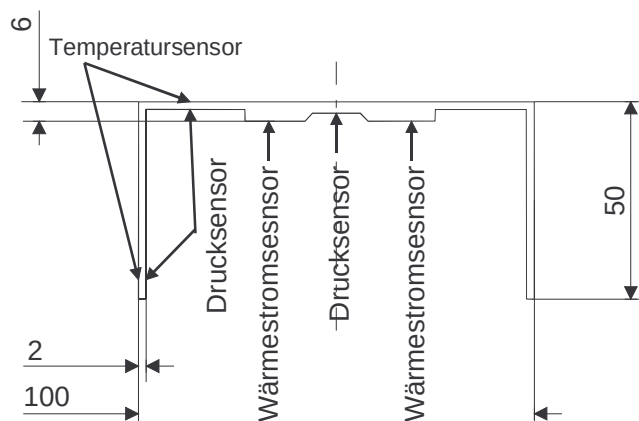
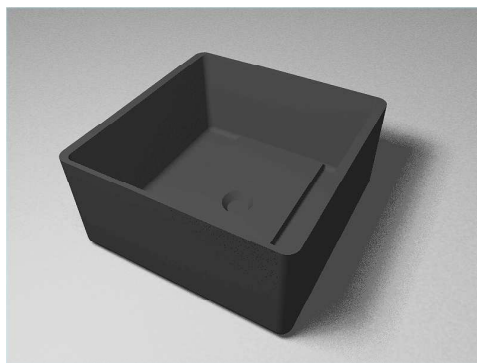


Bild 5-29: Testbauteil und Sensorpositionierung im Spritzgießwerkzeug

Fig. 5-29: Test rubber part and sensor positioning in the mold

Beim Spritzgießen wurde der Gesamtzyklus in Einspritzphase, Nachdruckphase, Dosierphase und Restheizphase eingeteilt. Um den Informationsgehalt über den Prozessverlauf zu erhöhen, wurden für sämtliche Messstellen im Werkzeug sowie in der Plastifiziereinheit phasenbezogene Kenngrößen gebildet. Es wurden für die einzelnen Phasen mathematische Kenngrößen, wie Maxima, Minima, Integrale gebildet. Die so erhaltenen Prozessinformationen und die Eigenschaften der jeweils verarbeiteten Mischungsladung wurden dann mit Hilfe statistischer Auswerteverfahren (Korrelationsanalyse, Regressionsanalyse) analysiert. Das Bewertungskriterium wurde Korrelationskoeffizient R gewählt. Die Ergebnisse in den Bildern Bild 5-30 und Bild 5-31 zeigen einen direkten Zusammenhang zwischen den Eigenschaften einer

SBR-1-Spritzgußmischung und charakteristischen Werten aus den Spritzgießparameterverläufen.

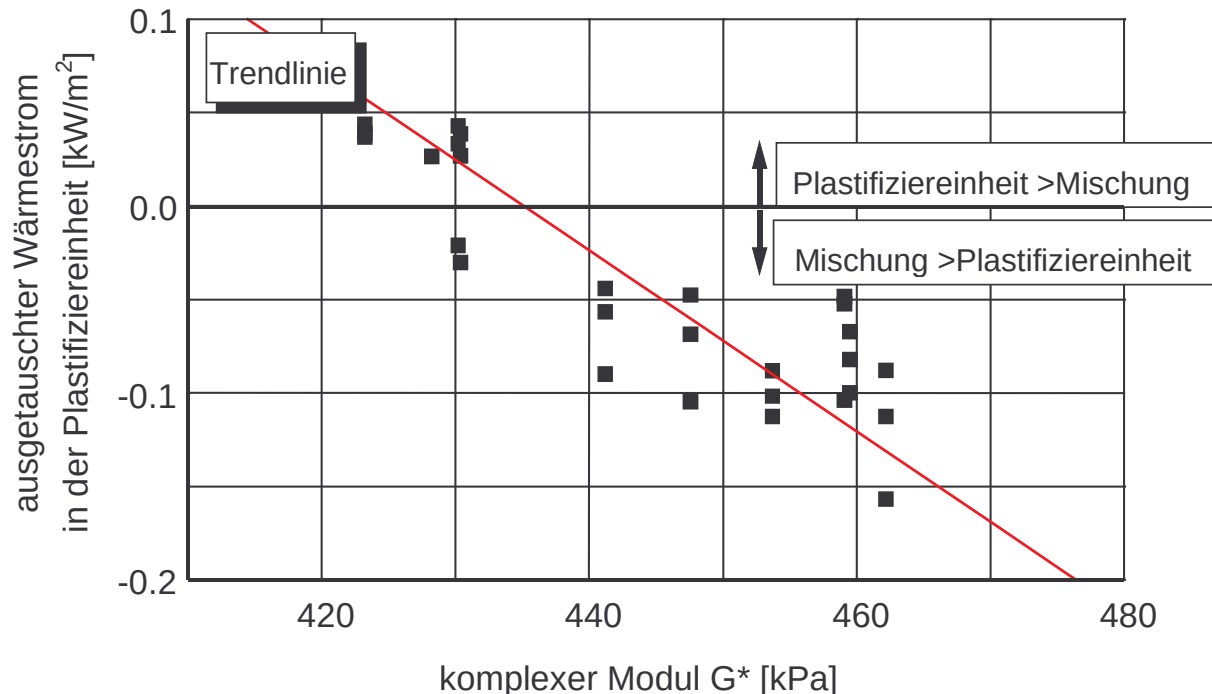


Bild 5-30: Korrelation zwischen komplexem Modul G^* (RPA; frequency sweep; 10 % Dehnung; $f = 5,6$ Hz; 100°C) und ausgetauschten Wärmeströmen in der Plastifiziereinheit für SBR-Standardmischung

Fig. 5-30: Correlation between complex modulus G^* (RPA; frequency sweep; 10 % strain; $f = 5.6$ cycles per second; 100°C) and exchanged heat flow in the plastification unit for SBR-compound

Bild 5-30 stellt den Wärmestrom, der zwischen der geheizten Plastifiziereinheit und der jeweiligen Mischung ausgetauscht wird, in Abhängigkeit von dem Schubmodul der Mischung dar. Da der Spritzgießprozess bei konstanten Maschineneinstellungen geführt wurde, liegt die Ursache für die an dieser Stelle beobachteten Veränderungen (abgebildet durch den Wärmestrom) ausschließlich in den Eigenschaftsunterschieden zwischen den Kautschukchargen. In diesem Fall führt eine hochviskose Mischung (hoher Modul) zum erhöhten Scherenergiebedarf in der Einzugsphase des Spritzgießprozesses. Dies führt zur Erwärmung der Mischung und zum negativen Wärmefluss von der Mischung in Richtung der Plastifiziereinheit (die Wärme wird der Mischung entzogen).

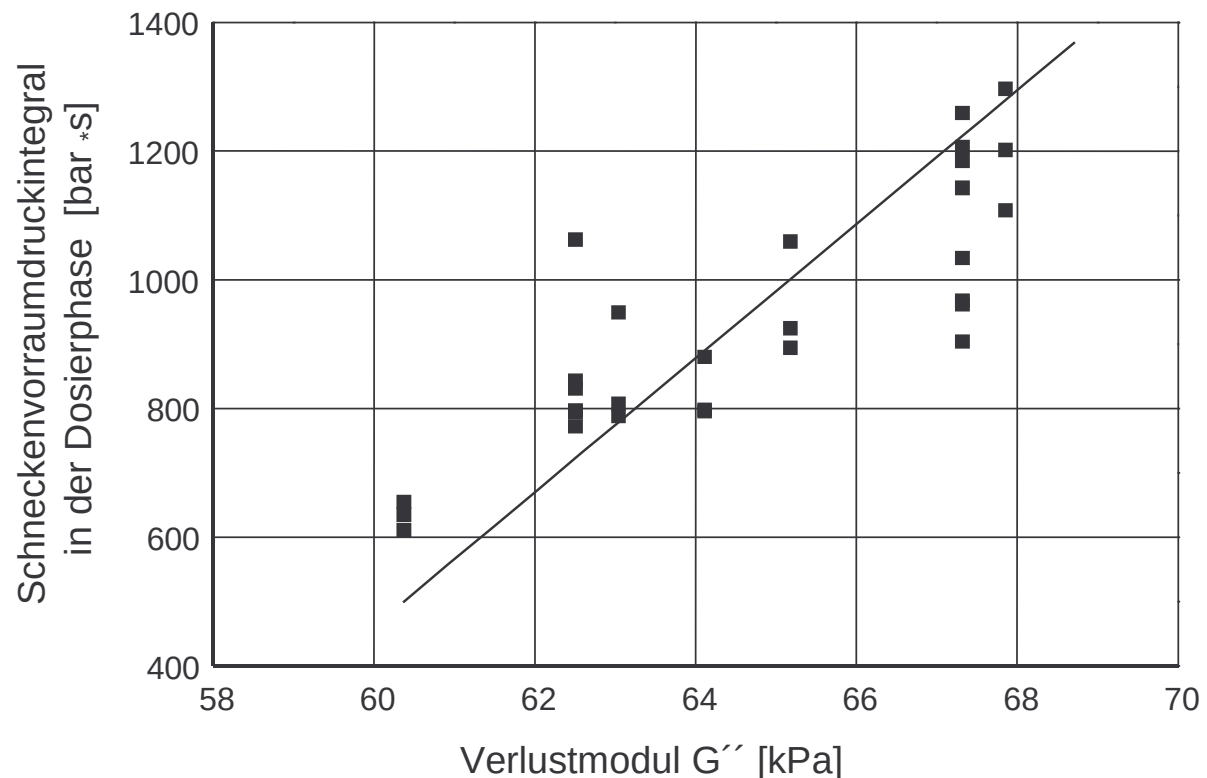


Bild 5-31: Korrelation zwischen dem Verlustmodul G'' (RPA; frequency sweep; 10 % Dehnung, $f = 0,1$ Hz, 100°C) und dem Schneckenorraumdruckintegral in der Dosierphase

Fig. 5-31: Correlation between the loss modulus G'' (RPA; frequency sweep; 10 % stain, $f=0.1$ cycles per second, 100°C) and integral of the pressure in the dosing phase

Wie Bild 5-31 zeigt, führt eine hochviskose Mischung (X-Achse), zu einem erhöhten Druck im Schneckenorraum und einer Verlängerung der Dosierphase, was der Erhöhung des Schneckenorraumdruckintegrals (Y-Achse) entspricht.

5.2.5 Dritter Analyseschritt – Auswahl der produktrelevanten Mischungseigenschaften

Die mit dem kenngrößengestützten Auswahlverfahren erörterten relevanten Mischungseigenschaften wurden in einem weiteren Schritt der Untersuchungen mit den Eigenschaften von spritzgegossenen Bauteilen korreliert. Da die Bauteile (Kästchen mit unterschiedlichen

Wanddicken – siehe Bild 5-29) bei konstanten Spritzgießeinstellungen hergestellt wurden, konnte ein direkter Zusammenhang Mischung – Bauteil ermittelt werden.

Wie im ersten Projektschritt stellte sich heraus, dass nur einige wenige Mischungseigenschaften mit den erreichten Produkteigenschaften korrelieren. Die gemessenen Veränderungen der Mooney-Viskosität und der RPA-Messdaten haben sich sehr gut in den Änderungen der Produkteigenschaften widerspiegelt. Ihr Einfluss auf die Shore-Härte und den viskosen Anteil der dynamischen Federsteifigkeit (gemessen mit dem CAS-Jidoka-Messgerät) konnte ermittelt werden. Bild 5-32 zeigt deutlich, dass Mischungen mit einer hohen Mooney-Viskosität zu hohen dynamischen Federsteifigkeiten bei den fertigen Bauteilen führen. Aus Kautschukmischungen mit hohen Verlustmoduln könnten wiederum laut Bild 5-33 Bauteile hoher Shore-Härte hergestellt werden.

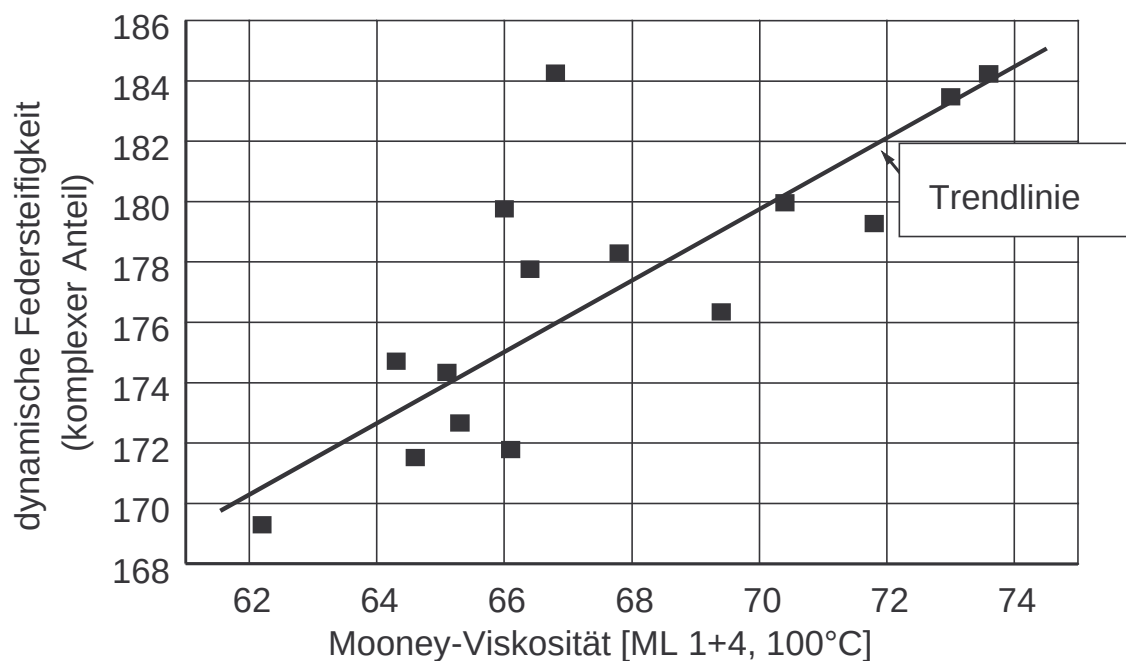


Bild 5-32: Zusammenhang zwischen den Mischungs- und Bauteileigenschaften; Mooney-Viskosität <-> dynamische Federsteifigkeit für SBR-Standardmischung

Fig. 5-32: Relation between the compound and part properties; Mooney viscosity & dynamic spring rate for SBR compound

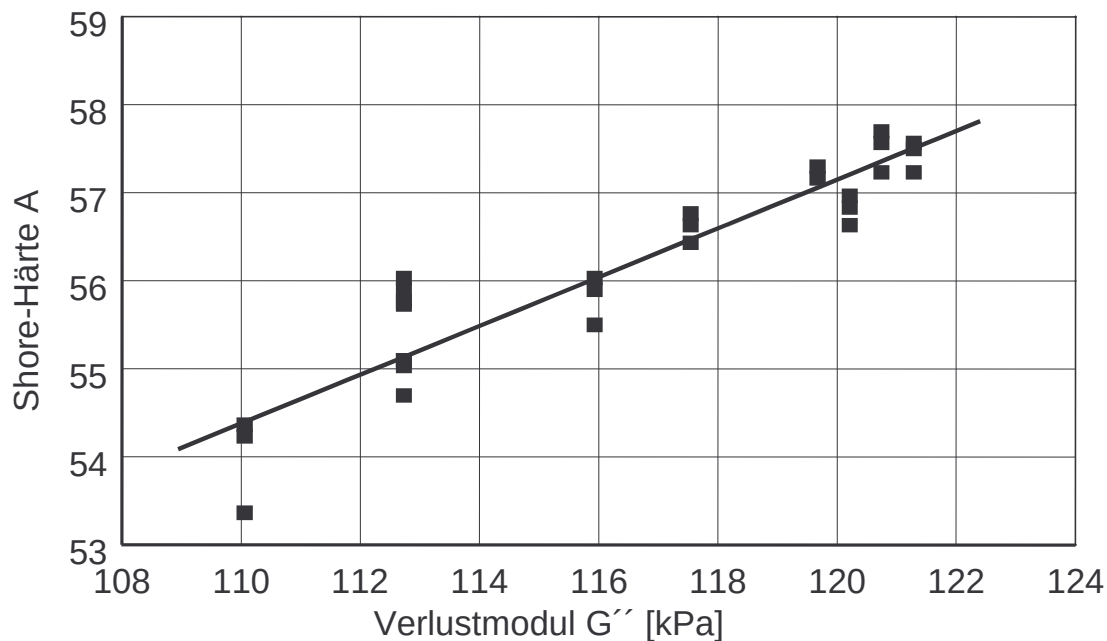


Bild 5-33: Zusammenhang zwischen den Mischungs- und Bauteileigenschaften; Shore-Härte <-> Verlustmodul (RPA; frequency sweep; 10% Dehnung; $f=0,56$ Hz; 100 °C) für SBR-Standardmischung

Fig. 5-33: Relation between the compound and part properties; ; Shore & loss modulus for SBR compound characteristics (RPA; frequency sweep; 10% strain; $f=0,56$ cycles per second; 100 °C)

Wie in den vorherigen Untersuchungen, lieferten allgemein die Verlust- und die Speichermodule auch hier den wesentlichen Beitrag bei der Ermittlung der Prozesszusammenhänge. Eine hohe Korrelation dieser Daten besonders mit der Standardprüfung, Shore-Härte A zeigt, dass die im RPA-Gerät gemessenen Werte sehr genau diejenigen Mischungseigenschaften beschreiben, die in einem Zusammenhang mit resultierenden Bauteileigenschaften stehen. Diese Informationen könnten somit bei der Mischungsfreigabe die notwendigen Hinweise über die Verarbeitbarkeit und über die Eigenschaften im Spritzgießprozess hergestellter Formteile liefern.

5.3 Zusammenfassung des Kapitels 5

In diesem Kapitel wurde die Problematik der effektiven und der aussagekräftigen Mischungsprüfung, sowie der industriellen Mischungsfreigabe bearbeitet. Um diese Fragestellungen zu lösen, wurde hier ein mathematisches Konzept ausgearbeitet, mit dem die Zusammenhänge zwischen der Mischungs- und den Bauteileigenschaften auf einfache Weise ermittelbar sind. Somit war es möglich, produktrelevante Mischungseigenschaften und die entsprechenden Prüfmethoden zu bestimmen. Alle untersuchten Methoden in der gesamten Herstellungskette hatten eines gemeinsam, eine deutliche Relevanz der viskosen und elastischen Mischungseigenschaften für die erzielbaren Bauteileigenschaften. Unter vielen untersuchten Charakterisierungsmethoden, wie z.B. Hochdruckkapillarviskosimeter, Vulkameter, Rheovulkameter, Mooney-Viskosimeter, erwies sich die Messung der Mischungseigenschaften mit dem Mooney-Gerät und mit dem Rubber Process Analyzer als besonders aussagekräftig und aufgrund des niedrigen Probenaufbereitungsaufwands besonders praxistauglich. Sie zeichneten sich außerdem durch eine hohe Genauigkeit, Reproduzierbarkeit und hohes Auflösungsvermögen aus. Diese Vorteile sowie eine einfache Versuchsdurchführung sprechen für den Einsatz dieser Methoden für die zuverlässige und mischprozessnahe Mischungskontrolle. Weiterhin hat sich bei den vorliegenden Untersuchungen die Charakterisierung der Mischung unter dynamischer oszillierenden Scherdeformation bei kleinen Deformationen und niedrigen Frequenzen im Rubber Process Analyzer als wesentlich geeigneter erwiesen als die Charakterisierung unter stationärer Scherung bei hohen Schergeschwindigkeiten im Hochdruckkapillarviskosimeter (HKV). Mit anderen Worten: die dynamische Messung der viskoelastischen Eigenschaften der Mischung bei geeigneten Frequenzen erwies sich als aussagekräftiger gegenüber der stationären Messung der Scherviskosität. Weitere Mischungsprüfmethoden, wie Zugfestigkeitsprüfung, Shore-Härte- oder Rußdispersionsmessung eigneten sich nach [Mich98] besonders für die Bemusterungsversuche neuer Mischungen, aber weniger für die Beurteilung und Analyse des Mischprozesses während der laufenden Produktion und für die Rückschlüsse auf die zu erreichenden Bauteileigenschaften. Die oft angewandte Vulkameterprüfung stand ebenfalls in keinem Zusammenhang mit dem Verlauf des Mischungsherstellungsprozesses sowie mit den Bauteileigenschaften und konnte nur Hinweise auf Fehler bei der Zudosierung von Vernetzungsaktivatoren oder Vernetzungschemikalien aufzeigen.

Diese Aussage gilt natürlich zunächst für die untersuchten Mischungen und muss in weiteren Untersuchungen für andere Mischungen überprüft werden. Die in dieser Untersuchung vorgestellte bauteilbezogene Auswahl der Prüfmethoden könnte somit in einem Produktionsbetrieb zu einer Reduzierung der notwendigen Offline-Prüfungen und zur Vermeidung von Ausschussteilen führen.

Nachdem in diesem Kapitel die verarbeitungs- und bauteilrelevanten Mischungseigenschaften ermittelt worden sind, stellt sich die Frage, mit welchen Prozesseinstellungen optimale Eigenschaften zu erreichen sind. An dieser Stelle stehen mehrere mathematische Optimierungsmethoden zur Verfügung, die es mit einem relativ geringem Aufwand ermöglichen, die Maschinen- oder Prozesseinstellungen zu finden, um die gewünschten Eigenschaften zu erreichen. Mit diesem Thema beschäftigt sich das folgende Kapitel „Betriebspunktoptimierung bei der Aufbereitung und Weiterverarbeitung“.

6 Betriebspunktoptimierung bei der Aufbereitung und Weiterverarbeitung

Einen weiteren Schritt in Richtung eines stabilen und optimalen Prozesses stellt die Prozessoptimierung dar. Nach der Auswahl der Optimierungszielgrößen im Kapitel 5 und der jeweiligen Haupteinflussgrößen in den Screening-Versuchen wird hier auf die mathematischen Optimierungsmethoden eingegangen. Weiterhin werden die in diesem Kapitel untersuchten Methoden bezüglich ihrer Zuverlässigkeit und des Versuchsaufwands untersucht und miteinander verglichen. Warum ein Optimierungsschritt notwendig ist, verdeutlicht folgendes Bild 6-1. Entgegen der bisherigen Meinung, die bei der Standard-SPC (statistischen Prozesskontrolle) weit verbreitet ist, ist der Qualitätsverlust tatsächlich eine quadratische Funktion der Abweichung vom Sollwert.

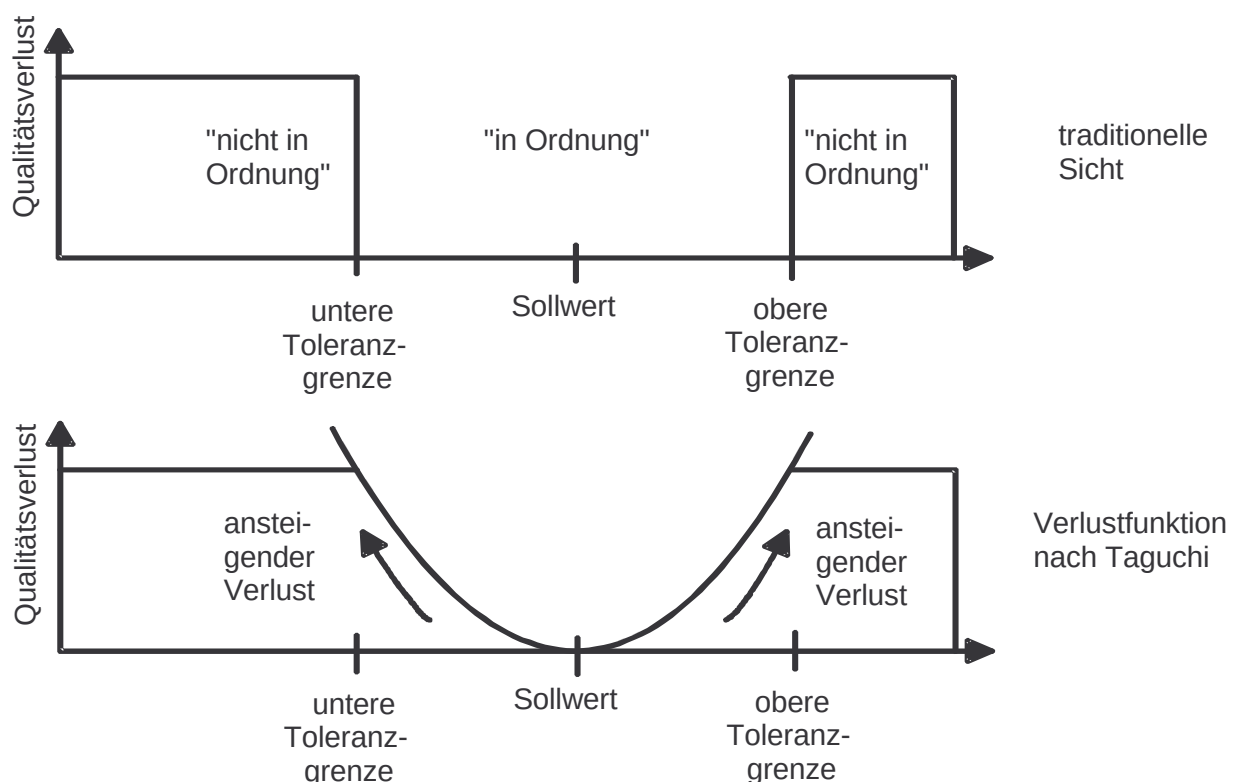


Bild 6-1: Vergleich der traditionellen und der Qualitätsfunktion nach Taguchi

Fig.6-1: Comparison of the traditional and the Taguchi's quality function

Nach der traditionellen Sicht der gewöhnlichen SPC-Verfahren ist der Qualitätsverlust gleich Null wenn der Prozess oder eine überwachte Produkteigenschaft innerhalb der Toleranzgrenzen liegt, bewegt man sich aber aus den Toleranzgrenzen heraus, wird der Qualitätsverlust als inakzeptabel erklärt. Hier ist die Verlustfunktion eine unstetige Sprung- oder Treppenfunktion. Es wurde in der industriellen Praxis jedoch oft festgestellt, dass Abweichungen von den Sollwerten keine proportionalen Auswirkungen auf den Verlust haben, sondern eher quadratische Zuwächse des Qualitätsverlustes erzeugen. Deswegen sollte das Ziel einer Qualitätsverbesserungen oder -optimierung darin bestehen, die quadratischen Abweichungen oder die Varianz der Prozess- oder Produktspezifikationen um den Sollwert (Idealwert, Betriebspunkt) zu minimieren, anstatt die Anzahl der Einheiten innerhalb der Spezifikationsgrenzen zu maximieren. Ergänzt wird dies durch den Schritt der Verschiebung des Betriebspunktes in die gewünschte Lage innerhalb der Spezifikationsgrenzen (Bild 6-2). Die Realisierung dieser beiden Schritte stellt ein Ausgangspunkt für weitere Prozessanalyseschritte (wie z.B. die Prozessmodellierung) dar.

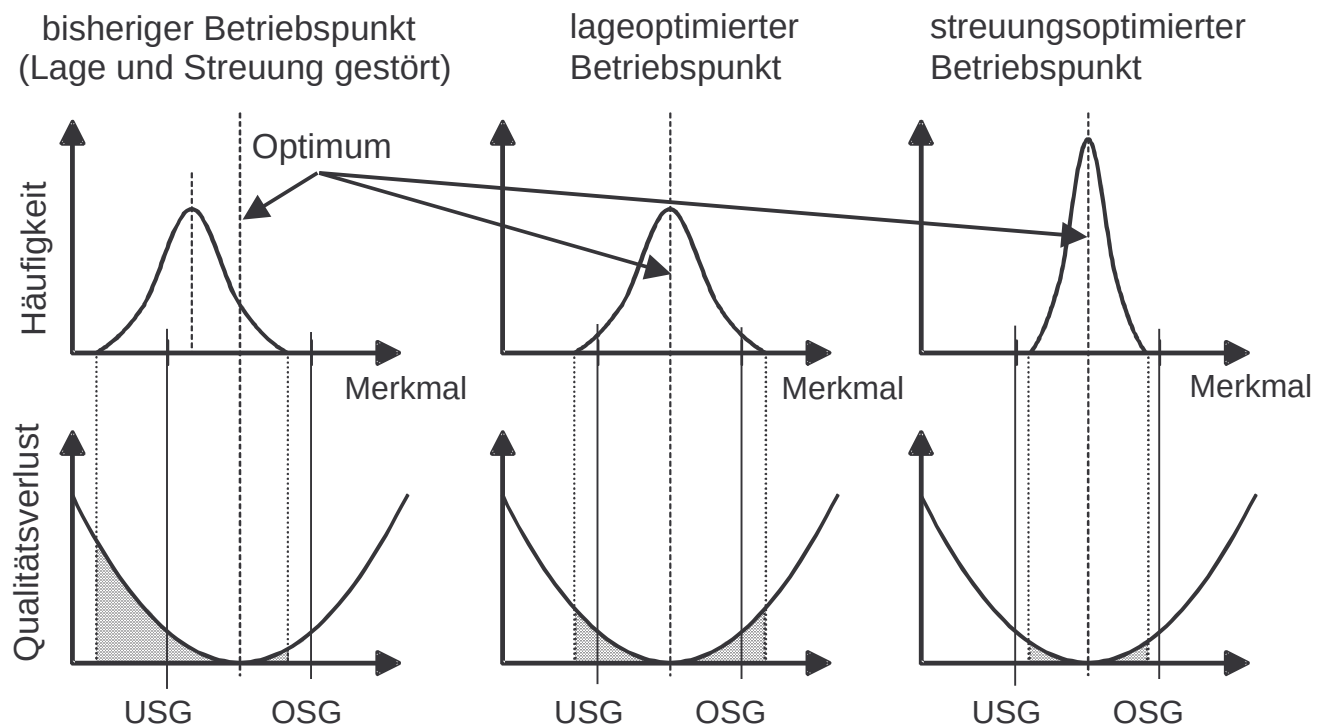


Bild 6-2: Optimierungsphasen und dazugehörige quadratische Qualitätsverlustfunktion nach Taguchi [Meie97]

Fig. 6-2: Optimization steps and Taguchi's square quality loss function [Meie97]

6.1 Optimierung der Mooney-Viskosität einer Kautschukmischung mit Hilfe statistischer Optimierungsverfahren

Bei der Erprobung neuer Mischungen sowie bei der Entwicklung neuer Mischvorschriften und Herstellungsverfahren bietet die Methodik der Statistischen Versuchsplanung (s. Kap. 3) ein modernes Hilfsmittel zur wirtschaftlichen Prozessoptimierung (Automatisierung => Konstanz der Fertigungsabläufe) und damit zu Qualitätssicherung. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde die praktische Anwendbarkeit und Übertragbarkeit von Optimierungsalgorithmen der Statistischen Versuchsmethodik auf Prozesse der Kautschukverarbeitung untersucht.

Bei der statistischen Optimierung wird auf der Basis von durchgeführten Experimenten das Prozessergebnis (im hier untersuchten Fall ist es die Mooney-Viskosität einer Kautschukmi-

schung) verbessert. Eine Optimierung mittels in der Produktion ermittelter Daten nur auf der Basis von natürlichen Streuungen und Auswertungen der aus diesen gebildeten Modellen [Wor98] müsste jedoch kritisch hinterfragt werden, da eine Beeinflussung des Prozesses - auch bzgl. seiner Robustheit - innerhalb natürlicher Streubreiten von Einstellparametern ausgeschlossen ist. Der Einsatz von Versuchsplänen ist dafür zielgerichteter und ermöglicht die Analyse sowie Verbesserung neuer bzw. vorhandener Systeme.

6.1.1 Versuchsaufbau und Datenbasis für die Mooney-Viskositäts-optimierung

Bei den im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen wurden in einem Laborversuch mit einem Brabender-Mischer mit einem Mischkammervolumen von 48cm^3 und einem Kammerfüllgrad von 80% die Einflüsse unterschiedlicher Prozesseinstellparameter auf die Eigenschaften einer SBR-Mischung (weiter SBR-Optimierungsmischung genannt; Tabelle 6-1) untersucht. Die Durchführung der Versuche wurde unter drei verschiedenen Aspekten der experimentellen Optimumsuche durchgeführt und anschließend bewertet.

Als Einflussgrößen wurden folgende Einstellungen ausgewählt:

- Mischerdrehzahl,
- Mischzeit.

Als Zielgröße und qualitätsbestimmende Eigenschaft wurde die minimale Mooney-Viskosität [ML 1+4, 100 °C] festgelegt. Um die Vorgehensweise bei der Optimierung darzustellen, und möglichst breite Eigenschaftsstreuung zu erreichen, wurden folgende Einstellgrenzen ausgewählt:

- Mischerdrehzahl im Bereich von $n = 20\text{ min}^{-1}$ bis $n = 80\text{ min}^{-1}$,
- Mischzeit (nach Ende der Vormischzeit von 60s.) im Bereich von 0 bis 180s.

Rohstoff	phr [%]
Krylene 1500 (Rohkautschuk/ Polymer)	100
Corax N-550 (Ruß/ Verstärkungsmittel)	50
Renopal 450 (Schweröl)	20
Zinkweiß RS (Aktivator)	10
Stearinsäure (Verarbeitungshilfsmittel)	5
Vulkanox 4010 NA/ LG (Antioxidant)	5
Rhenocure TR (Schwefel/ Beschleuniger)	5

Tabelle 6-1: Zusammensetzung der SBR-Optimierungsmischung

Aufgrund des geringen Bekanntheitsgrades der hier angewendeten Optimierungsmethoden, werden die im folgenden beschriebenen Untersuchungsergebnisse um theoretische Einleitungskapitel ergänzt.

6.1.2 Einfaktormethode

6.1.2.1 Theorie

Das älteste und somit auch das weitverbreitete Verfahren zum Optimieren von Prozessen und Abläufen durch das Auffinden von Extrempunkten ist die „Einfaktormethode“ oder die „One-Factor-at-a-Time“ Methode (auch „Univariate-Methode“, Gauß-Seidel-Methode“) [Schi89, Ande74, Coch57, Drey93, Flam95, Pete91, Retz75]. Als Extrempunkte werden hier die gewünschten Eigenschaften eines Produktes verstanden, wie z.B. minimale Mooney-Viskosität einer Kautschukmischung oder maximale Shore-Härte eines Bauteils. Diese Methodik funktioniert, indem von einem Startpunkt eine Einflussgröße in äquidistanten Schritten variiert und die andere(n) konstant gehalten, bis ein (lokales) Extremum gefunden wird. Anschließend wird die bisher veränderte Variable konstant gehalten und die jeweils andere(n) variiert, bis wieder ein (lokales) Extremum aufgefunden wird. Diese Schritte der Parametervariation werden zyklisch wiederholt, bis keine Verbesserung der gesuchten Zielgröße mehr eintritt. Bild 6-3 veranschaulicht die Vorgehensweise der „Einfaktormethode“ bei Variation von zwei Einflussgrößen. Obwohl dieses Verfahren sehr einfach in der Handhabung ist und daher in der

Versuchspraxis häufig anzutreffen ist, besitzt es jedoch wesentliche Nachteile: die Konvergenzgeschwindigkeit des Verfahrens hängt entscheidend von der geeigneten Wahl des Startpunktes und von der vorgesehenen Schrittweite ab. Ist der Startpunkt zu weit vom gesuchten Extremum entfernt und ist die Schrittweite dem Verlauf des Kennlinienfeldes nicht angepasst, kann die Optimumsuche sehr langwierig sein. Unter ungünstigen Umständen (zu große Schrittweite, Suche entlang einer Zielgrößenisolinie) wird das Extremum gar nicht aufgefunden.

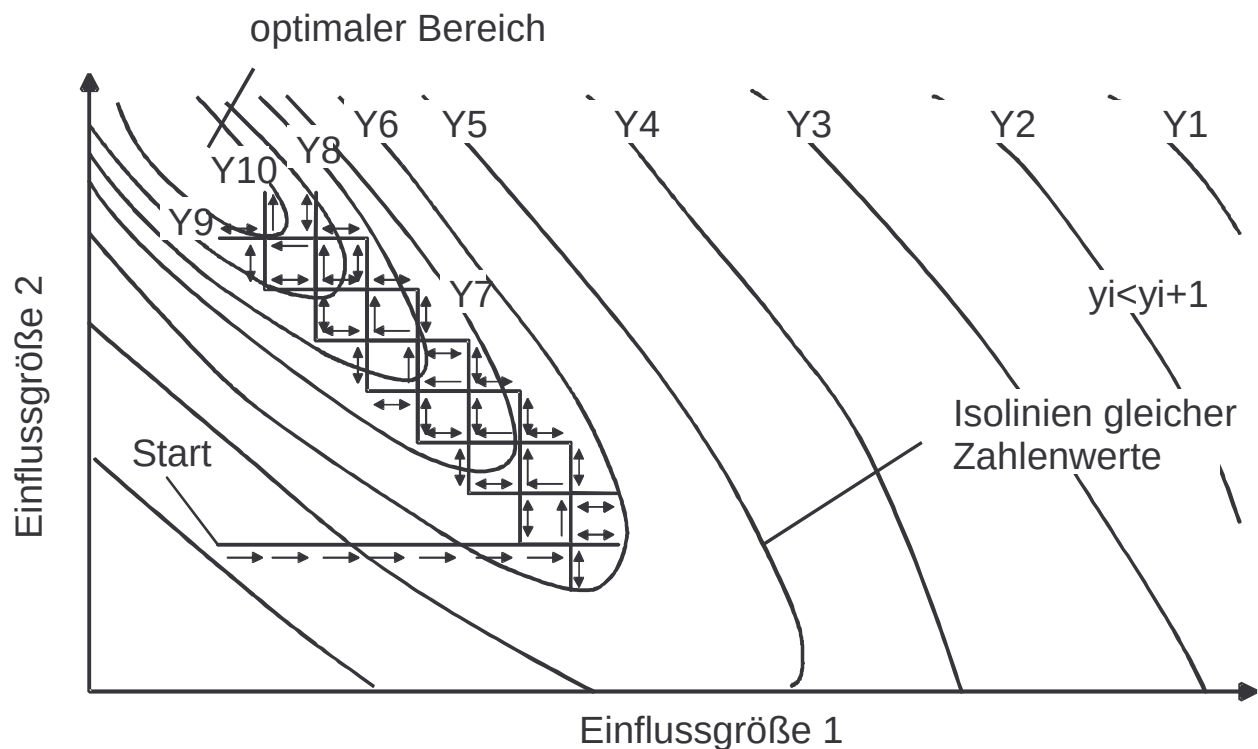


Bild 6-3: „One-factor-at-a-time“-Optimierungsmethode [nach Henz93]

Fig. 6-3: „One-factor-at-a-time“- optimization method [Henz93]

6.1.2.2 Optimierungsergebnisse

Im folgenden wird die Vorgehensweise anhand der Optimierung der Mooney-Viskosität ausgehend von einem bisherigen Betriebspunkt erläutert. Angefangen bei dem bekannten Betriebspunkt (Startpunkt) ($n=20 \text{ min}^{-1}$, $t=50 \text{ s}$, siehe Tabelle 6-2) wurde hier bei konstant gehaltener Mischzeit die Drehzahl im Bereich von $n=20 \text{ min}^{-1}$ bis $n=80 \text{ min}^{-1}$ in Schritten von je 10 min^{-1} variiert. Diese Schrittweite wurde gewählt, um mit möglichst wenigen Ver-

suchseinstellungen einen möglichst großen Kennlinienbereich zu durchfahren und so die Signifikanz des Drehzahleinflusses zu prüfen. Tabelle 6-2 zeigt die realisierten Versuchspunkte bei der Variation der Drehzahl.

Mischdauer: 50 Sekunden				
Vers.-Nr.	n [min^{-1}]	t [s]	MV _{END} [MU]	MV _{RELAX} [MU]
1,1	20	50	50,6	4,2
1,2	30	50	44,9	3,2
1,3	40	50	39,9	2,6
1,4	50	50	37,2	2,2
1,5	60	50	40,7	2,5
1,6	70	50	42,2	2,8
1,7	80	50	36,8	1,8

Tabelle 6-2: Versuchseinstellungen (Einfaktormethode, 1. Versuchsreihe)

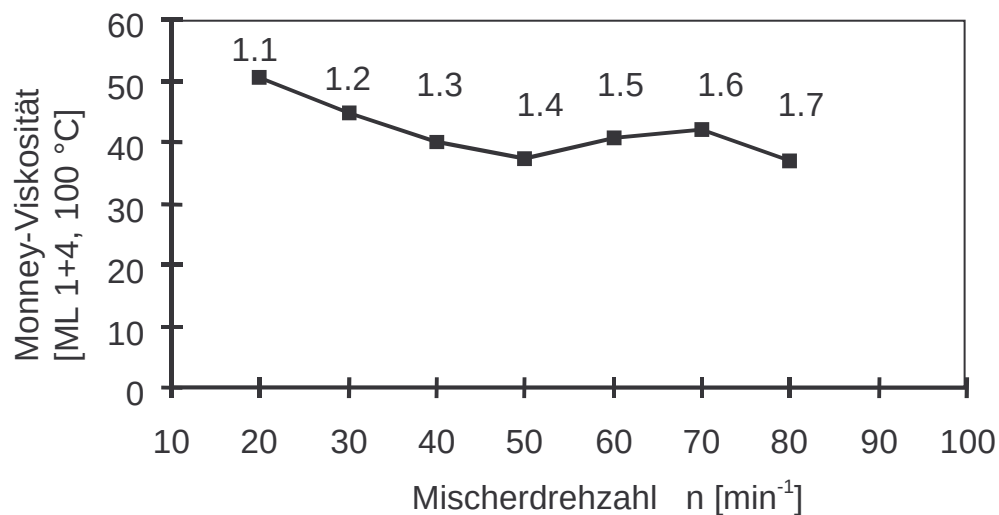


Bild 6-4: Verlauf der Mooney-Viskosität für die Drehzahlvariation (Einfaktormethode, 1. Versuchsreihe)

Fig. 6-4: Mooney viscosity for different rotational speed settings (one factor method, 1. Test series)

In Bild (Bild 6-4) ist der gemessene Viskositätsverlauf dargestellt. Wie Bild 6-4 und Tabelle 6-2 zu entnehmen ist, ergaben sich aus den Einstellungen und den erreichten Viskositäten zwei Viskositätsminima bei Punkt 1.4 sowie 1.7. Als nächste Startpunkte für die Optimumsuche wurden daraufhin Drehzahlen 50 und 80 min^{-1} ausgewählt. Aus den Ergebnissen der jeweiligen Reihen mit der Mischzeitvariation zwischen 60 und 120 s wurden dann wiederum die niedrigsten Viskositätsniveaus ermittelt. Darauf aufbauend wurden weitere Versuche, bei denen die Mischerdrehzahl variiert wurde, durchgeführt (siehe Bild 6-5). Die Gesamtanordnung der Versuchspunkte ist Bild 6-6 zu entnehmen.

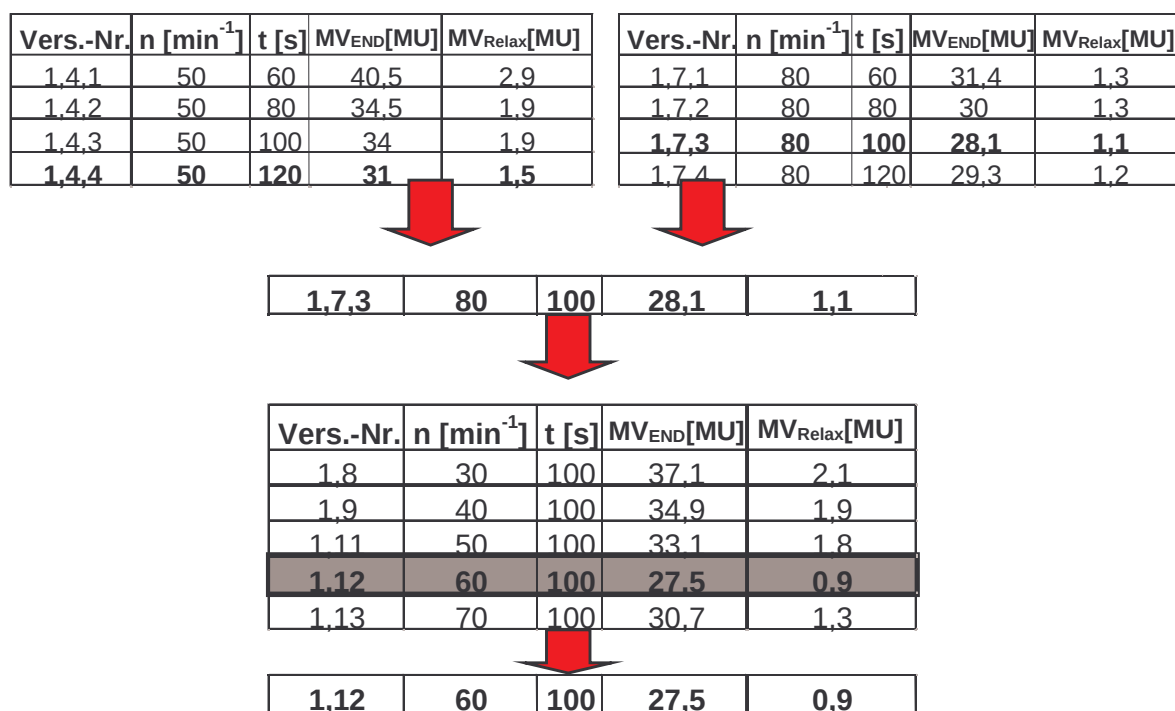


Bild 6-5: Versuchspunkte während der Optimierungsversuche

Fig. 6-5: Test process settings during the optimization trials

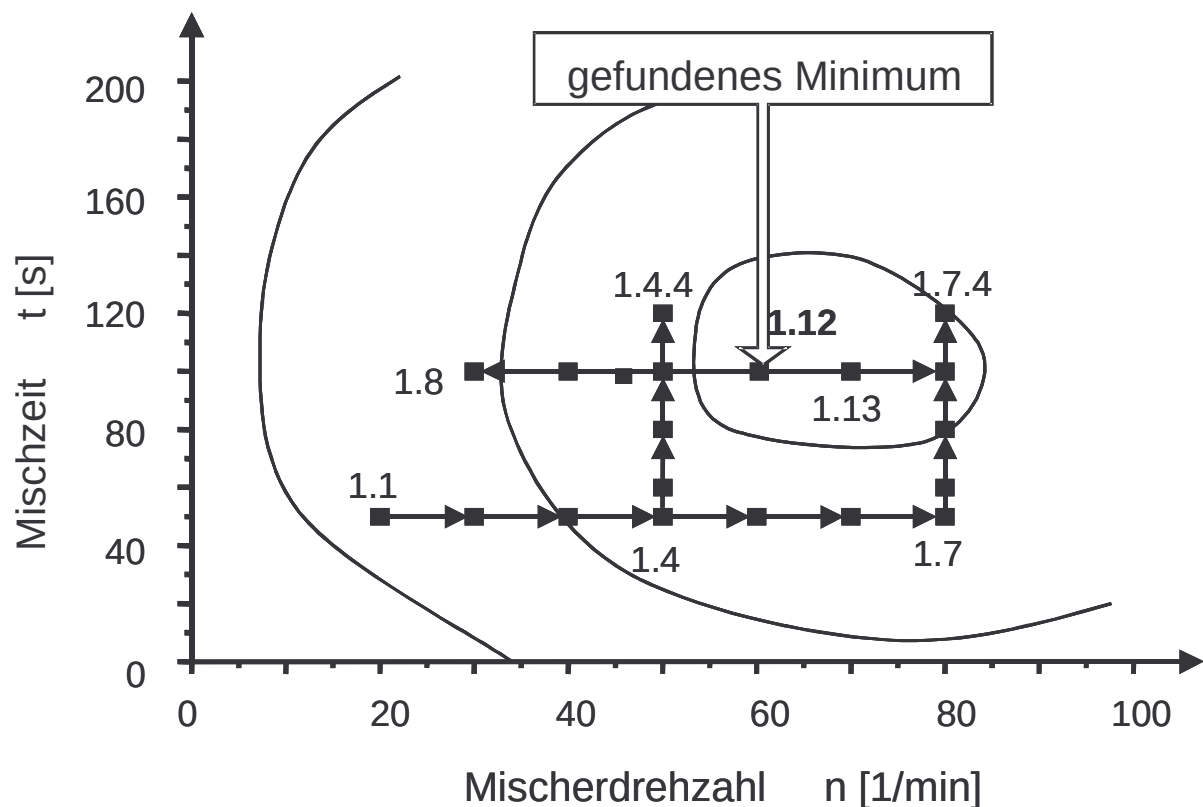


Bild 6-6: Versuchsablauf der Einfaktor-Methode

Fig. 6-6: Test settings for the one factor method

Das Optimum nach der Einfaktor-Methode liegt für die Einstellungen 1.12 - Mischerdrehzahl $n_{\text{Misch}} = 60 \text{ min}^{-1}$ und die Mischzeit $t_{\text{Misch}} = 100 \text{ s}$ bei 27, 5 MU (Mooney-Einheiten). Bei dieser Methode waren 20 Optimierungsschritte notwendig, um das Minimum der Mooney-Viskosität zu erreichen.

6.1.3 Methode des Steilsten Anstieges

6.1.3.1 Theorie

Eine weitere Optimierungsmethode ist die „Methode des steilsten Anstieges“ bei [Sche86, Pete91, Drey93, Hart74]. Sie arbeitet nach dem sog. Gradientenverfahren. Aufgrund ihres einfachen „instinktiven/intuitiven“ Aufbaus findet sie oft ihre Anwendung in den Ingenieur-

wissenschaften [Box51]. Über Anwendungen in der Elastomerverarbeitung ist bisher nichts bekannt. Die „Methode des steilsten Anstieges“ gehört zu den sog. „Hill-Climbing“-Verfahren. Bei [Hart89] findet sich eine anschauliche Beschreibung dieses Verfahrens: „die induktive Vorgehensweise der „Methode des steilsten Anstieges“ lässt sich mit dem Verhalten eines blinden Bergsteigers vergleichen, der versucht einen Gipfel zu erklimmen. Er kann weder den Gipfel noch den Verlauf des Gebirges, d.h. die Entfernung zum Gipfel, erkennen“. Durch Abtasten seiner näheren Umgebung kann der Bergsteiger die Vorzugsrichtung - senkrecht zu den topographischen Höhenlinien- zum Gipfel ermitteln und in diese Richtung weitergehen, bis zum Beginn eines Abstieges. Dort kann durch erneutes Abtasten der Umgebung die neue Vorzugsrichtung gewählt werden. Dieses Vorgehen lässt sich solange wiederholen, bis der Bergsteiger einen Gipfel erreicht hat.

In der Versuchspraxis wird zur Festlegung der Richtung des steilsten Anstiegs lokal um einen zweckmäßig definierten Startpunkt ein symmetrischer faktorieller 2^{k-p} -Versuchsplan ausgeführt. Das Ergebnis ist eine lineare Regressionsgleichung gleicher Zielgrößenwerte (Isolinien) als Näherung der tatsächlich gekrümmten Flächen. Senkrecht zu diesen Linien wird im Zentralpunkt des Versuchsplans ein Vektor errichtet, der in die Richtung des vermuteten Maximums weist. Ausgehend von diesem Startpunkt werden in geeigneten Abständen Versuchspunkte entlang des Gradienten angefahren, bis die Änderung der Zielgrößenwerte sich umkehrt. Ausgehend von dem gefundenen Extremum wird ein neuer Versuchsplan mit diesem Extremum als Zentralpunkt durchgeführt und die o.g. Prozedur wiederholt. Werden nur noch geringfügige Änderungen der Zielgröße (abhängig von der gewählten Schrittweite) festgestellt, ist die Nähe des Extremums erreicht. Bild 6-7 veranschaulicht die Vorgehensweise der „Methode des steilsten Anstieges“ bei der Optimumsuche. Ein Nachteil der „Methode des steilsten Anstieges“ ist, dass der Anstiegsvektor aus einem fehlerbehafteten Regressionsmodell (näherungsweise Gültigkeit nur innerhalb eines begrenzten Bereiches) ermittelt wird und somit nur ungefähr in Richtung eines Extremums weist. Mit zunehmender Ungenauigkeit des linearen Regressionsmodells innerhalb des betrachteten Bereiches weicht auch die berechnete Richtung des steilsten Anstieges von der tatsächlichen ab. Außer der Genauigkeit des Regressionsmodells hängt die Konvergenzgeschwindigkeit der „Methode des steilsten Anstieges“ analog zur „Einfaktormethode“ ebenfalls von der geeigneten Wahl des Startpunktes und von der Schrittweite des Verfahrens ab. Mit der „Methode des steilsten Anstieges“ lassen sich im

wesentlichen statische, nichtdiskrete und nicht stochastische Problemstellungen lösen. [Hau89]. Auch bei der „Methode des steilsten Anstieges“ stellen die gefundenen Extrema nicht notwendigerweise absolute dar.

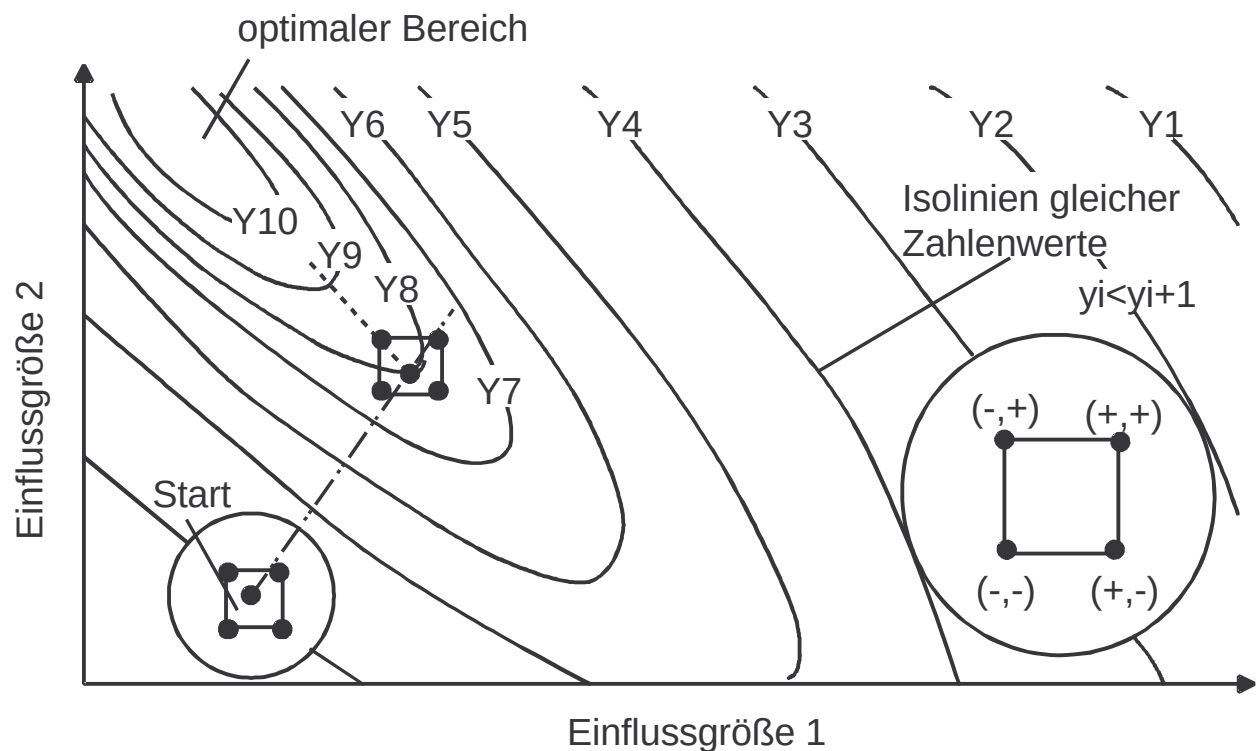


Bild 6-7: Box-Wilson-Methode des steilsten Anstiegs [nach Henz93]

Fig. 6-7: Box Wilson method of the steepest rise [Henz93]

6.1.3.2 Optimierungsergebnisse

Als zweite experimentelle Optimierungsstrategie wurde die „Methode des steilsten Anstieges“ hinsichtlich ihrer Eignung zur Ermittlung eines optimalen Betriebspunktes untersucht. Bild 6-8 zeigt die im Rahmen dieser Untersuchung realisierten Versuchspunkte mit der „Methode des steilsten Anstieges“.

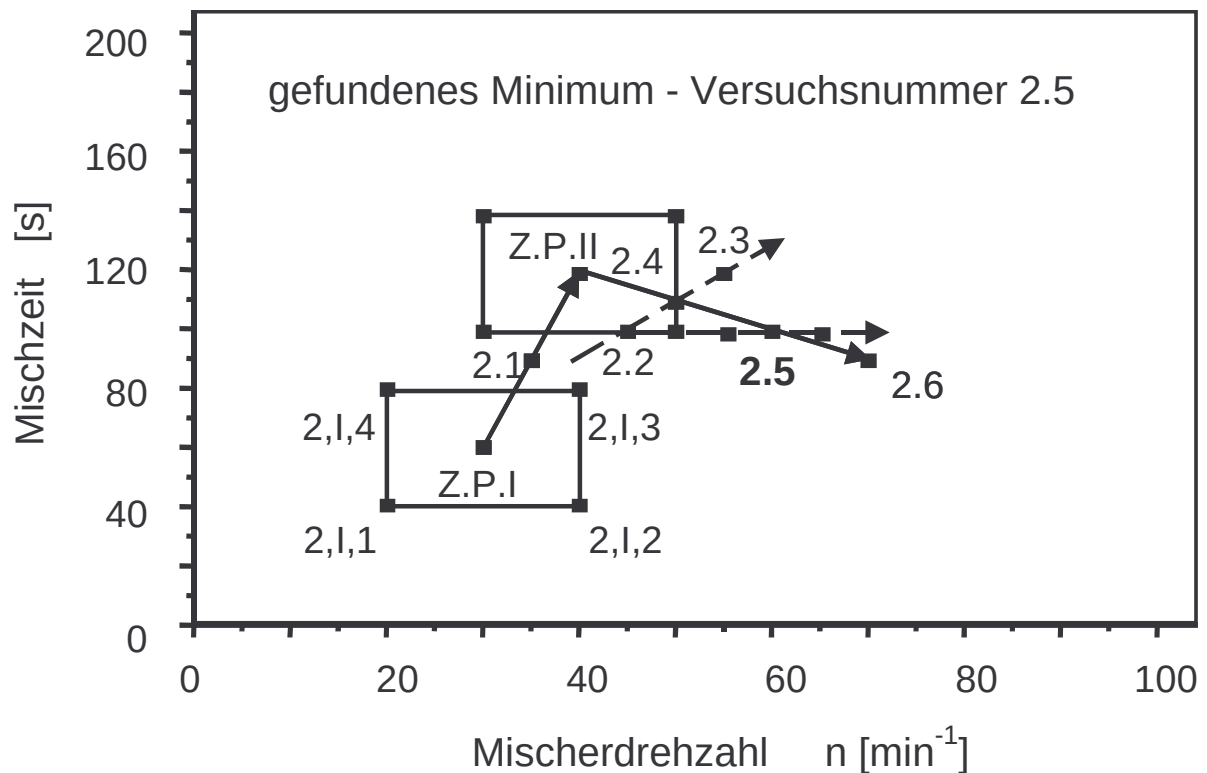


Bild 6-8: Versuchspunkte bei der Methode des steilsten Anstiegs

Fig. 6-8: Setting points for the method of the steepest rise

Zunächst wurde ausgehend vom Zentralpunkt Z.P.I (Startpunkt) ein symmetrischer Versuchsplan (Punkte 2.I.1-2.I.4) zur Ermittlung des lokalen Verlaufes des Kennlinienfeldes in der Umgebung des Startpunktes realisiert.

Tabelle 6-3 zeigt den durchgeführten Versuchsplan um den Startpunkt Z.P.I.

Vers.-Nr.	n [min^{-1}]	t [s]	MV_{END} [MU]	MV_{RELAX} [MU]
2,I,1	20	40	44,9	3,3
2,I,2	40	40	44,2	3,1
2,I,3	40	80	34,8	1,8
2,I,4	20	80	39,8	2,8
Z.P. I	30	60	45,2	3,5

Tabelle 6-3: Erster Versuchsplan um den Zentralpunkt Z.P. I

Anschließend wurde mit Hilfe der Regressionsanalyse die Abhängigkeit zwischen den vorgegebenen Einflussgrößen (Drehzahl, Mischzeit) und der gesuchten Zielgröße (Mooney-Viskosität) ermittelt. Ergebnis ist eine Näherungsgleichung, welche die gesuchte Zielgröße als Funktion der gegebenen Einflussgrößen darstellt.

$$\text{Mooney-Viskosität} = 56.93 - 0.143 \cdot \text{Drehzahl} - 0.181 \cdot \text{Mischzeit}$$

Diese Gleichung dient zur Beschreibung des Kennlinienfeldes in der Umgebung des Zentralpunktes. Bild 6-9 zeigt den mit Hilfe der Regressionsanalyse ermittelten Verlauf der Mooney-Viskosität im Bereich des Versuchsplanes um Zentralpunkt Z.P.I. Wie erwartet fällt die Kautschukviskosität in Richtung höherer Mischerdrehzahlen und längerer Mischzeiten.

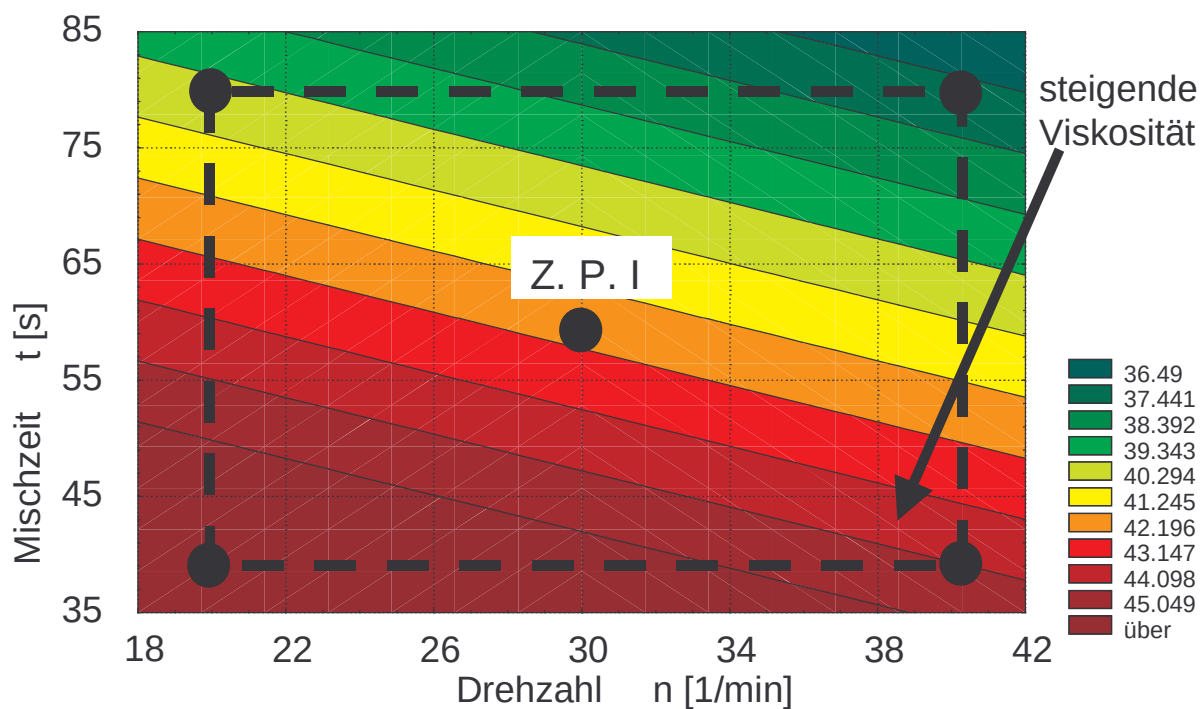


Bild 6-9: Kennlinienfeld um den 1. Zentralpunkt

Fig. 6-9: Characteristic diagram for the first central point

Ausgehend von der beschriebenen Vorgehensweise wurde im Z.P.1 ein Vektor in Richtung des „Steilsten Abfallens“ errichtet und zwei weitere Versuchspunkte entlang der festgelegten Richtung angefahren. Da der letzte Versuchspunkt ($n=40 \text{ min}^{-1}$, $t=120 \text{ s}$) die geringste Viskosität ($MV=36 \text{ MU}$) aufwies, wurde dieser als neuer Zentralpunkt (Z.P.II) für einen zweiten symmetrischen Versuchsplan (2.II.1-2.II.4) ausgewählt. Tabelle 6-4 zeigt den durchgeführten Versuchsplan um den zweiten Zentralpunkt Z.P.II.

Vers.-Nr.	$n [\text{min}^{-1}]$	$t [\text{s}]$	$MV_{\text{END}}[\text{MU}]$	$MV_{\text{RELAX}}[\text{MU}]$
2,II,1	30	100	39,2	2,4
2,II,2	50	100	29,2	1,6
2,II,3	50	140	31,5	1,5
2,II,4	30	140	37,3	2,3
Z.P. II	40	120	36	2,1

Tabelle 6-4: 2. Versuchsplan um den Zentralpunkt Z.P. II

Wie Bild 6-10 zu entnehmen ist, verläuft das Kennlinienfeld fast senkrecht zum Startkennlinienfeld um Z.P.I.

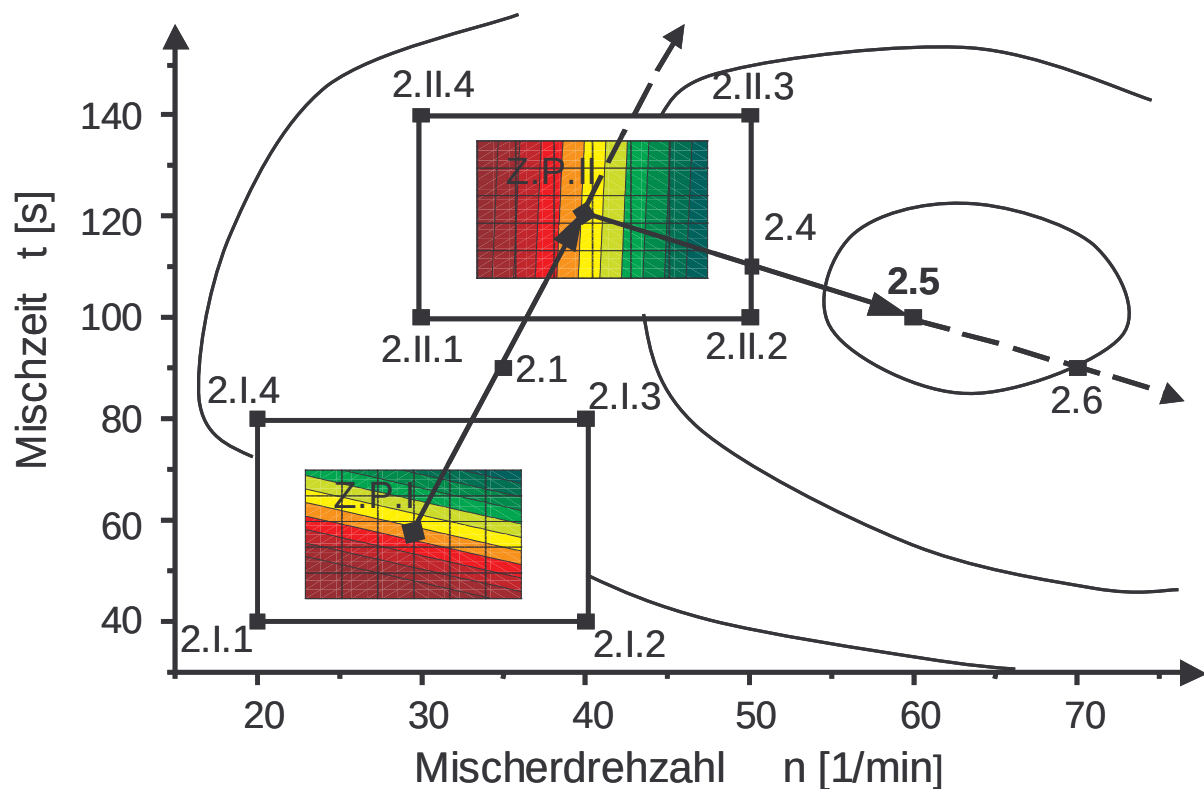


Bild 6-10: Anordnung der Versuchspläne im Versuchsbereich

Fig. 6-10: Configuration of statistical designs within the test area

Das gefundene Minimum der Mooney-Viskosität von ca. 29 MU liegt bei der Einstellung 2.5 mit $n_{\text{Misch}} = 60 \text{ min}^{-1}$ und $t_{\text{Misch}} = 110 \text{ s}$.

6.1.4 Simplex-Methode

6.1.4.1 Theorie

Die „Simplex-Methode“ gehört zu den sog. „evolutionären Verfahren“ zur Extremumsuche mit vergleichsweise hoher Konvergenzgeschwindigkeit und -sicherheit und wurde Anfang der 60er Jahre vorgeschlagen [Hart74, Sche86, Ande74, Retz75, Pete91, Henz69]. Das Grundprinzip der „Simplex-Methode“ ist, sich von dem „schlechtesten“ Punkt weg, iterativ hin zum gesuchten Extremum zu bewegen. Dabei unterscheidet sich die Bewegungsrichtung nur geringfügig (je nach gewählter Schrittweite) von derjenigen der „Methode des steilsten Anstie-

ges“. Das Simplex für einen n -dimensionalen Versuchsraum wird mit $n+1$ Eckpunkten gebildet. Für den Fall zweier Einflussgrößen ist das Simplex ein ebenes (zweidimensionales) gleichseitiges Dreieck. Bei drei Einflussgrößen ergibt sich somit ein räumlicher, dreidimensionaler Tetraeder. Jede zusätzliche Variable ergibt eine weitere Ecke und damit eine zusätzliche Dimension im Versuchsraum. Bei mehr als drei Einflussgrößen wird das Verfahren schnell unhandlich bzw. ist experimentell nicht mehr anwendbar. Wie bei den bisher beschriebenen Verfahren wird auch bei der „Simplex-Methode an einer geeigneten Stelle im Versuchsraum ein Startpunkt gewählt, um welchen herum drei Versuchspunkte ein gleichseitiges Dreieck bilden (im zweidimensionalen Fall). Der Startpunkt bildet gleichzeitig den Schwerpunkt des Simplexes. Die folgende Beschreibung der „Simplex-Methode“ bezieht sich auf den zweidimensionalen Fall (zwei Einflussgrößen). Sinngemäß kann auch im dreidimensionalen Fall verfahren werden, wobei jedoch die praktische Anwendbarkeit (Drehung eines Tetraeders im Raum) erschwert wird. Nach Durchführung der Startversuche wird derjenige Eckpunkt mit dem „schlechtesten“ Ergebnis ausgesondert und an der gegenüberliegenden Seite des Dreiecks gespiegelt. Man bewegt sich also genau in die entgegengesetzte Richtung weg vom schlechtesten Versuchspunkt. Der neue Versuchspunkt wird nun mit den beiden restlichen Versuchspunkten verglichen und bewertet. Mit dem neu entstandenen Simplex (Dreieck) wird dann analog verfahren. Tritt der Fall ein, dass der gespiegelte Versuchspunkt erneut den schlechtesten Fall repräsentiert, würde dessen Spiegelung wieder zurück führen. Es würde eine Pendelbewegung ausgeführt und das „Simplex-Verfahren“ träte auf der Stelle. Daher wird in diesem Fall der zweitschlechteste Punkt an der gegenüberliegenden Seite gespiegelt. Die „Simplex-Methode“ führt im Endstadium zu einer Kreisbewegung um das gesuchte Extremum. Bild 6-11 verdeutlicht die Iterationsschritte der „Simplex-Methode“ bei der Extremasuche. Von den bisher genannten experimentellen Verfahren zur Extremasuche besitzt die „Simplex-Methode“ bei geeignet gewähltem Startpunkt und Schrittweite die größte Konvergenzgeschwindigkeit. Kleinere Simplexe verringern die Konvergenzgeschwindigkeit, erhöhen dafür die Genauigkeit („Auflösung“) des Verfahrens. Außerdem ist die Konvergenzsicherheit und Robustheit vergleichsweise höher, da durch die beschriebenen Dreiecke („flächige“ Bewegung) immer ein größeres Gebiet des Zielgrößen-Kennlinienfeldes erfasst wird als durch die überwiegend lineare Bewegung der anderen Verfahren. Anschaulich gesehen beschreibt die „Simplex-Methode“ eine „Zick-Zack-Bewegung“ um den direkten Weg des steilsten Anstieges. Ebenso wie die „Einfaktormethode“ und die „Methode des steilsten An-

stieges“ führt auch die „Simplex-Methode“ nicht zwangsläufig zu einem absolutem Extremum.

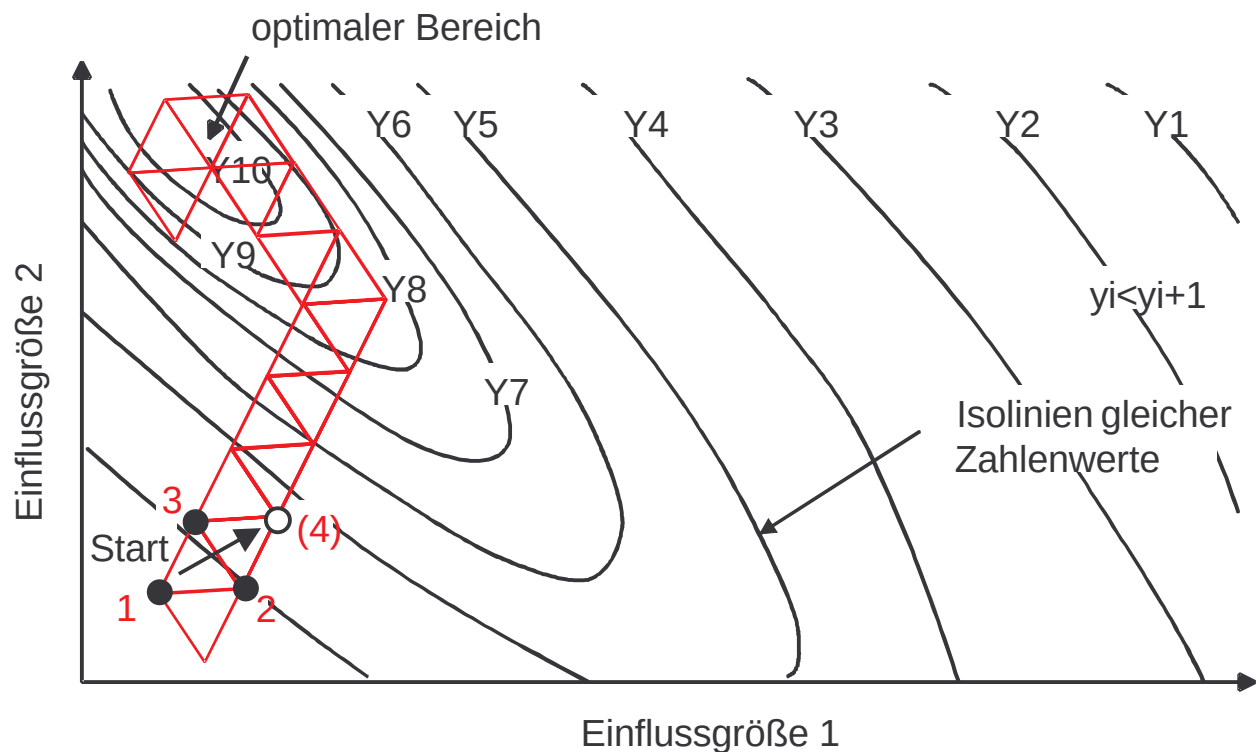


Bild 6-11: Simplex-Optimierungsmethode [nach Henz93]

Fig. 6-11: Simplex optimization method [Henz93]

Wird ausgehend von einem zweiten Startpunkt -der möglichst weit entfernt vom ersten liegen sollte- dasselbe Extremum identifiziert, ist die Wahrscheinlichkeit hoch, dass es sich dabei um ein absolutes handelt. Ein Nachteil der „Simplex-Methode“, wie bei den vorgenannten Verfahren ist, dass eine Wertung der Einflussfaktoren hinsichtlich ihrer Auswirkungen auf die Zielgröße nicht möglich ist. Ebenso können keine Aussagen über Wechselwirkungen (Interdependenzen) zwischen den einzelnen Einflussfaktoren gemacht werden. Eine Effizienzsteigerung der „Simplex-Methode“ wurde 1965 in Form einer modifizierten „Simplex-Methode“, der sog. „XPLEX-Methode“ vorgestellt [Hart74, Sche86, Retz75, Mead 88]. Dabei werden in Abhängigkeit des Zielwertes eines gespiegelten Versuchspunktes zusätzlich bestimmte Expansions- bzw. Kontraktionsvorschriften berücksichtigt (d.h. die Schrittweite wird dynamisch

dem Verlauf der Zielgrößenfläche angepasst), um vor weiteren Spiegelungen entsprechende Zielpunkte zu bestimmen. Dadurch werden sowohl Geschwindigkeit als auch Genauigkeit des Verfahrens erhöht. Nachteil gegenüber der einfachen „Simplex-Methode“ ist ein deutlich höherer Rechenaufwand und die eingeschränkte Praxistauglichkeit, da eine manuelle Auswertung nicht mehr möglich ist.

6.1.4.2 Optimierungsergebnisse

Bei der Optimierung der Viskosität nach der Simplex-Methode wurden folgende Einstellungen als Startpunkte des „Simplex“ ausgewählt: 3.1 ($n=20 \text{ min}^{-1}$; $t=60\text{s}$) und 3.2 ($n=30 \text{ min}^{-1}$; $t=40\text{s}$), der dritte Versuchspunkt 3.3 ($n=15 \text{ min}^{-1}$; $t=15\text{s}$) ergab sich aus den geometrischen Zusammenhängen eines gleichseitigen Dreiecks. Die Versuchspunkte sind in Bild 6-12 dargestellt.

Aus versuchstechnischen Gründen (z.B. Variation von Zeit und Drehzahl nur in Schritten von ganzen Sekunden bzw. $1/\text{min}$) wurden nicht immer Versuchspunkte angefahren, die sich aus rein geometrischen Gesichtspunkten (Spiegelung der jeweils schlechtesten Versuchspunkte an der gegenüberliegenden Seite) ergeben. Es war z.B. nicht möglich und auch nicht sinnvoll Mischzeiten im Genauigkeitsbereich unterhalb 1 Sekunde einzuhalten. Die Einstellgenauigkeit der Mischerdrehzahl lag bei 1 min^{-1} . Daher sind die angefahrenen Simplexe keine geometrisch exakten gleichseitigen Dreiecke, sondern aufgrund der beschriebenen Randbedingungen in der Versuchspraxis entsprechend „verzerrt“).

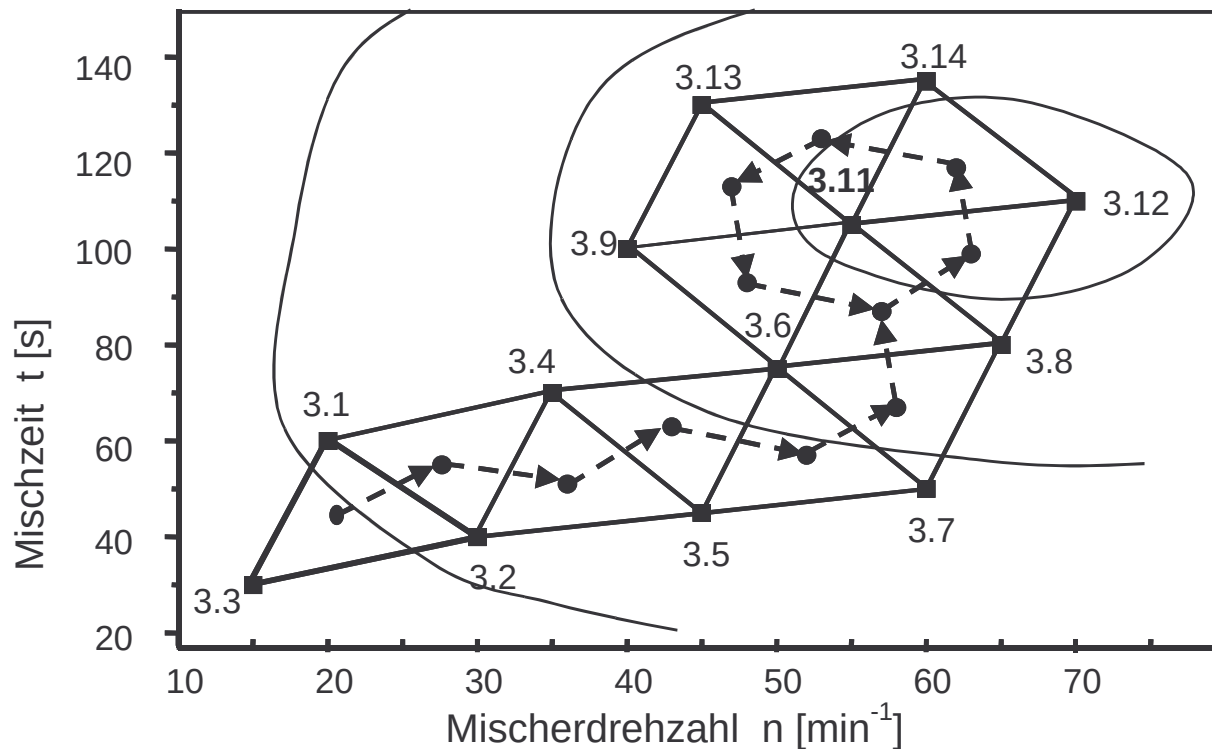


Bild 6-12: Versuchsablauf nach dem Simplex-Optimierungsverfahren

Fig. 6-6: Test settings for the Simplex optimization method

Die weiteren Versuchspunkte wurden entsprechend der bereits beschriebenen Iterations-schritte berechnet. Mit relativ hoher Konvergenzgeschwindigkeit (14 Versuchspunkte) führte das „Simplex-Verfahren“ auf ein lokales Viskositätsminimum (29,5 MU) bei $n = 55 \text{ min}^{-1}$; $t=105 \text{ s}$ (Punkt 3.11).

Eine Wiederholung der Messung (Versuche 4.7-4.9) mit Drehzahlvariation in der Umgebung des Punktes 3.11 (s. Tabelle 6-5) bestätigte die Lage des Viskositätsminimums im Betriebspunkt 3.11. Auch hier wurde die Lage des Minimums bei einer Mischzeit von 105 Sekunden und einer Mischerdrehzahl von 55 min^{-1} bestätigt, wobei die gemessene Viskosität nur geringfügig von derjenigen im Versuchspunkt 3.11 gemessenen abweicht.

Vers.-Nr.	n [min ⁻¹]	t [s]	MV _{END} [MU]	MV _{RELAX} [MU]
4,7	50	105	29,7	1,2
4,8	55	105	29,1	1,1
4,9	60	105	30,3	1,4

Tabelle 6-5: Überprüfungsversuche um den Optimalpunkt

6.1.5 Zusammenfassung der Optimierungsergebnisse

Die „Methode des steilsten Anstieges“ in der Anwendung wesentlich „anschaulicher“ als die „Einfaktormethode“, da größere Teilbereiche des Kennlinienfeldes graphisch erfasst werden und auch die „Bewegungsrichtung“ eindeutiger und statistisch erklärbar ist als bei der „Einfaktormethode“. Im Vergleich zu der „Einfaktormethode“ mit 20 Optimierungsschritten wurden bei der „Methode des steilsten Anstieges“ 5 Versuche weniger benötigt, um zu vergleichbaren Ergebnissen zu gelangen. Von den drei untersuchten Optimierungsmethoden führte die „Simplex-Methode“ am schnellsten (geringste Versuchsanzahl von 14) und am sichersten zu einem gewünschten Mooney-Viskosität-Minimum.

Ein Nachteil dieser Methodik ist, wie bei den beiden anderen, dass eine Bewertung des Einflusses der Parameter Zeit und Drehzahl hinsichtlich ihrer Auswirkungen auf die Viskosität nicht möglich ist. Nach den hier vorgestellten und untersuchten Methoden der Prozessoptimierung im Laborbereich sowie den daraus resultierenden Ergebnissen sollen diese in weiteren Forschungsarbeiten im Produktionsbereich untersucht werden, um ihre Praxistauglichkeit sicher zu stellen.

Die untersuchte Vorgehensweise eignet sich insbesondere für Optimierungsaufgaben, bei denen nur eine einzige Zielgröße optimiert werden muss. Weil in den meisten Fällen mehrere Zielgrößen zu optimieren sind, sind weitere umfangreichere Untersuchungen und neue Methoden notwendig. Mit einer solchen Fragestellung beschäftigt sich das folgende Kapitel.

6.2 Optimierungsmethoden für mehrkriterielle Optimierung am Beispiel der Herstellungskette einer Gummi-Metall-Feder

Die verfahrenstechnischen Anlagen und Prozesse erfordern oft die Einhaltung und das Erreichen von mehreren Zielgrößen in einem Verfahrensschritt. In den meisten Fällen ist das Erreichen dieses Zieles nicht mit einer einzelnen Maschineneinstellung erreichbar. Hier müssen für die ausgewählten Ziele Prioritätslisten erstellt und Zielanalysen durchgeführt werden, nach denen die anzuwendenden Optimierungsmaßnahmen entsprechend der jeweiligen Anforderungen angewendet werden. Da viele dieser Ziele entgegengesetzte Maschinen oder Prozesseinstellungen erfordern können, ist diese Problematik für den Prozess- und Verfahrensentwickler von besonderer Bedeutung.

Im Gegenteil zu der im vorherigen Kapitel vorgestellten Vorgehensweise bei der Lösung der allgemeinen Analyse- und Optimierungsaufgaben (mit einer Zielgröße) wird die Schleife um einen weiteren Schritt der „Auswahl der optimalen Lösung“ ergänzt. Die Auswahl umfasst hier folgende Aspekte:

- Festlegung der Entscheidungs- bzw. Optimierungsstrategie,
- Auswahl des Entscheidungs- bzw. Optimierungsverfahrens,
- Planung der weiteren Lösungsschritte,
- Ermittlung der effizienten Lösungen,
- Einschränkung der Menge der effizienten Lösungen,
- abschließende Entscheidung,
- Durchführung und Auswertung von Bestätigungsversuchen.

Auf den letzten Schritt wird in den hier vorgestellten Untersuchungen nicht näher eingegangen.

6.2.1 Datenbasis

Die Vorgehensweise bei der Optimierung sowie das Optimierungsergebnis werden hier anhand des Herstellungsprozesses eines Gummi-Metall-Dämpfungselementes, einer Eisenbahnfeder (Bild 6-13), dargestellt. Bei der Mischung handelt es sich um eine schwefelvernetzte 36 Shore Naturkautschukmischung (NR-Mischung). Die Mischungen wurden auf einem

Labormischer GK-5 E mit einer PES3+ Rotorgeometrie der Firma Werner & Pfleiderer Gummitechnik Freudenberg GmbH (heute: Thyssen Krupp Elastomertechnik) im einstufigen Mischverfahren hergestellt. Aus jeder Charge wurde dann genau ein Dämpfungselement im Pressverfahren (Transfer Moulding – TM) hergestellt. Man muss dabei berücksichtigen, dass eine Übertragbarkeit der vorliegenden Versuchsergebnisse auf den üblichen Herstellungsprozess der Produktionsmischung nicht ohne weiteres möglich ist [Pohl97].

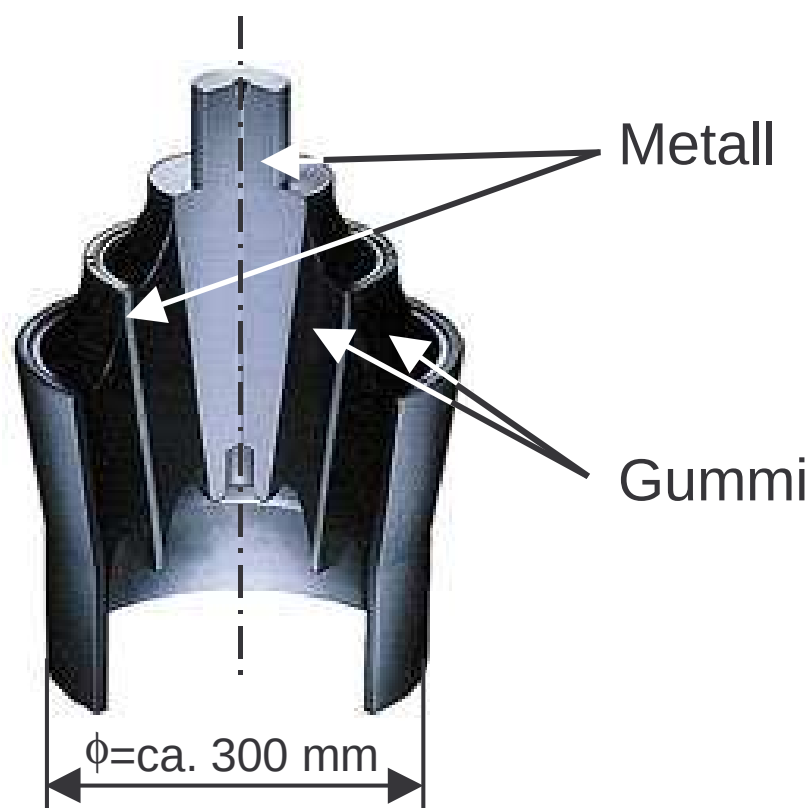


Bild 6-13: Gummi-Metall-Dämpfungselement – Eisenbahnfeder – Prinzipskizze

Fig. 6-13: Rubber metal damping element. Railway spring – principle sketch

Die Versuche, die das Ziel hatten einen optimalen Verlauf des Herstellungsprozess sowie optimale Produkteigenschaften zu ermitteln, wurden nach einem Versuchsplan nach Box-Behnken durchgeführt. Bild 6-14 zeigt die Versuchspunktanordnung für drei Einflussgrößen. Weil bei dem im Rahmen dieser Arbeit ausgewerteten Versuch 5 Einflussgrößen variiert wurden, ist die grafische Darstellung des Versuchsplans mit 5 Dimensionen nicht möglich.

Die Anwendung dieses Planes war deswegen hier von ökonomischen Nutzen, weil die Durchführung der entsprechenden Versuche sehr teuer war. Der Nachteil dieser liegt darin, dass die Pläne keine einfachen Plangeneratoren (sie werden durch Kombination von zweistufigen Faktorplänen mit unvollständigen Blockplänen konstruiert) besitzen und komplizierte Vermengungen der Interaktionen aufweisen. Weiterhin ist die Überbestimmtheit hinsichtlich der Ermittlung der Koeffizienten einer quadratischen Regressionsgleichung im Vergleich zu vollständigen 3^p -Plänen deutlich reduziert. Bei diesem Versuchsplan können Haupteffekte, Zweifach-Wechselwirkungen und quadratische Effekte unvermengt berechnet werden.

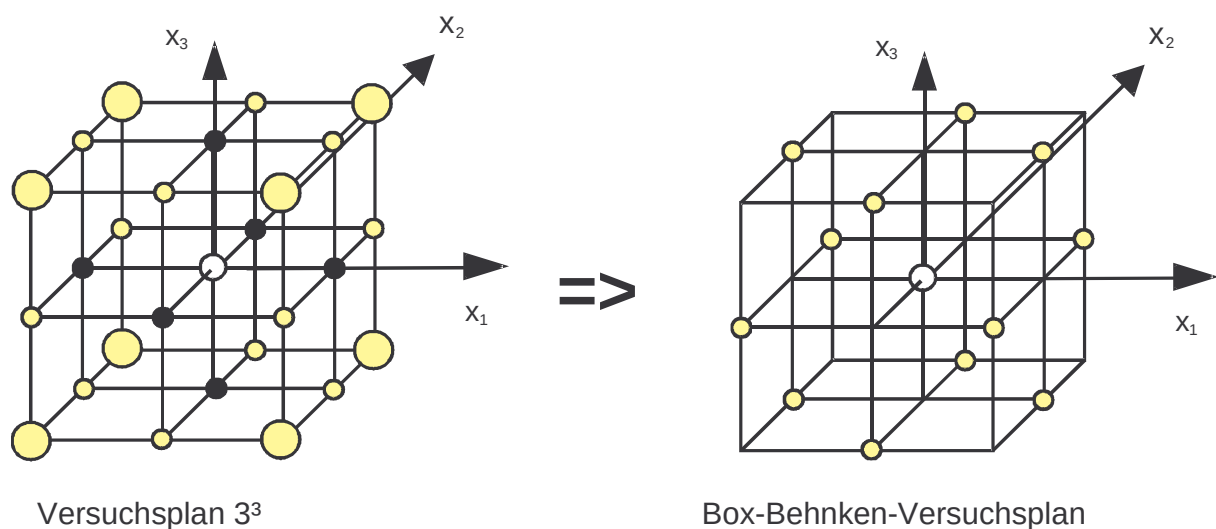


Bild 6-14: Konstruktion des Box-Behnken-Versuchsplans

Fig. 6-14: Construction of the Box Behnken Design Of Experiments

Die generelle Vorgehensweise bei der Erstellung eines solchen Versuchsplans wird kurz vorgestellt:

In jedem vollständigen 3^n -Faktorenversuchsplan lassen sich die einzelnen Versuche auf den Zentralpunkt (0. Sphäre) und n Kugeloberflächen bzw. n Hyperbelkugeloberflächen, d.h. n -Sphären verteilen. Ein 3^3 -Faktorenversuchsplan besteht z.B. aus einem Zentralpunkt, 6 Flächenmittelpunkten, 12 Kantenmittelpunkten und 8 Würfeckpunkten. Er ist anschaulich mit der entsprechenden Reduktion nach Box-Behnken in Bild 6-14 dargestellt. Der Versuchsplan

entsteht durch Weglassen der Versuchspunkte der 1. Sphäre (= 6 Versuchspunkte) und der 3. Sphäre (= 8 Versuchspunkte) [Pete91].

Bei einem 3^4 -Faktorenversuchsplan ist die Anschauung deutlich komplizierter, da man sich im 4-dimensionalen Raum befindet. Man kann die Versuchspläne und ihre Aufteilung in Sphären der Literatur entnehmen [Pete91]. Der in Tabelle 6-6 dargestellte Versuchsplan entsteht durch Streichen der 1. Sphäre (= 8 Versuchspunkte), der 3. Sphäre (= 32 Versuchspunkte) und der 4. Sphäre (= 16 Versuchspunkte) eines vollständigen 3^4 - Faktorenversuchsplans. Im Zentrum werden 2 zusätzliche Versuche durchgeführt. Somit wurden nur noch 29 Versuche benötigt [Pohl97].

Versuch	Block	A	B	C	D
1	1	-1	-1	0	0
2	1	1	-1	0	0
3	1	-1	1	0	0
4	1	1	1	0	0
5	1	0	0	-1	-1
6	1	0	0	1	-1
7	1	0	0	-1	1
8	1	0	0	1	1
9	1	0	0	0	0
10	2	-1	0	0	-1
11	2	1	0	0	-1
12	2	-1	0	0	1
13	2	1	0	0	1
14	2	0	-1	-1	0
15	2	0	1	-1	0
16	2	0	-1	1	0
17	2	0	1	1	0
18	2	0	0	0	0
19	3	-1	0	-1	0
20	3	1	0	-1	0
21	3	-1	0	1	0
22	3	1	0	1	0
23	3	0	-1	0	-1
24	3	0	1	0	-1
25	3	0	-1	0	1
26	3	0	1	0	1
27	3	0	0	0	0

Tabelle 6-6: Box-Behnken-Versuchsplan mit 4 Faktoren, 3 Blöcken und 27 Versuchen (Eisenbahnfeder aus NR-Mischung, Labormischer GK-5 E)

Die jeweiligen Einflussfaktoren sowie die Versuchspunkteinstellungen sind Tabelle 6-7 zu entnehmen.

Stufe	Mischereinstellungen	Einstellungen der Pressversuche		
	Drehzahl/Dauer [min ⁻¹ / s]	Vorwärmtyp [-]	Werkzeug- temperatur [°C]	Heizzeit [s]
-1	20/210	ohne	137	1560
0	25/240	Wärmeschränk	147	2160
1	35/270	Walzwerk	157	2760

Tabelle 6-7: Stufen der Einstellgrößen (Eisenbahnfeder aus NR-Mischung, Labormischer GK-5 E)

6.2.2 Versuchsauswertung

6.2.2.1 Angewendete Bauteilprüfmethoden

Die Prüfungen der fertigen Bauteile die nach dem Box-Behnken Versuchsplan hergestellt wurden erfolgten bei Raumtemperatur von 20 ± 5 °C. Die Bauteile durften dabei frühestens 24 Stunden nach dem Ausformen geprüft werden.

- ◆ Gummi-Metall-Haftung: Jedes Bauteil wird während einer Dauer von höchstens 60 Sekunden um 30mm entlang der Längsachse zugscherverformt. Bei dieser Beanspruchung durften weder Ablösungen noch Risse auftreten.
- ◆ Vertikal-Federwerte: Es werden zunächst drei aufeinanderfolgende Verformungszyklen in z-Richtung (entlang der Längsachse) von $F_{z0} = 0$ bis $F_{z3} = 55$ kN und zurück ohne Aufzeichnung des Kraft-Weg-Diagramms zum Vorkonditionieren des Prüfstücks gefahren. Aus dem 4. Zyklus wurden folgende Kenngrößen aufgezeichnet:
 - Kraftanstieg von $F_{z0} = 0$ auf $F_{z3} = 55$ kN
 - Einfederung „DZS“ zwischen den Kräften $F_{z1} = 10$ kN und $F_{z2} = 25$ kN
 - Kraftrückgang von $F_{z3} = 55$ kN auf $F_{z4} = 14$ kN

- Konstanthalten von Fz_4 während einer Dauer von 10 Sekunden
 - Federposition „HG 4“
- Zurückfahren bis $Fz_0 = 0$

Die gewünschten Eigenschaften sollten in diesem Fall folgende Spezifikationsgrenzen erfüllen und möglichst eng um den Mittelwert verteilt sein:

(für HG 4 = 210 ± 5 mm und DZS = $20 \pm 2,1$ mm)

6.2.2.2 Auswahl des Optimalpunktes für mehrere Zielgrößen mit Hilfe der grafischen Auswerteverfahren

Ein typisches Problem bei der Entwicklung von Produktionsabläufen und Produkten, besteht in der Bestimmung von Bedingungen bzw. Einstellungen, die das Produkt im Hinblick auf die gewünschten Eigenschaften bzw. auf das Antwortverhalten optimieren. Die Verfahren, die zur Lösung dieses Problems verwendet werden, beinhalten in der Regel zwei Schritte:

- die Prognose von Wirkungen (Responses) auf die abhängigen Y-Variablen, indem die Beobachtungen unter Verwendung einer Modellgleichung basierend auf den Stufen der unabhängigen X-Variablen angepasst werden
- und die Bestimmung derjenigen Stufen der X-Variablen, die die erwünschte Wirkung auf alle Y-Variablen gleichzeitig optimieren.

Derringer und Suich [Derr80] beschreiben als Beispiel für diese Verfahren das Problem der Bestimmung der optimalen Mischungszusammensetzung. Das Problem bestand darin die Stufen der Mischungskomponenten zu bestimmen, die die sog. Erwünschtheit (0,0 für unerwünscht und 1,0 für sehr erwünscht) der Wirkungen auf die Reifeneigenschaften maximieren. Dabei musste berücksichtigt werden, dass die Faktorstufen einer Einstellung die eine Eigenschaft maximieren, nicht unbedingt die anderen Eigenschaften positiv beeinflussen. Nach der Definition der einzelnen Erwünschtheiten, wird ein Gesamtindex der Erwünschtheit in Abhängigkeit von Stufenkombinationen der unabhängigen Variablen aus dem geometrischen Mittelwert der einzelnen Erwünschtheiten berechnet [Stat00]. Die Optimierung mit dieser Methode wird erreicht, indem die Gesamterwünschtheit maximiert wird.

6.2.2.3 Optimalpunktermittlung

Nach der Versuchsdurchführung wurden die Versuchsdaten mit den ermittelten Produkteigenschaften einer statistischen Datenanalyse unterzogen. Die Eigenschaften DZS und HG4 wurden mit Hilfe der Regressionsanalyse basierend auf den Versuchseinstellungen modelliert. Obwohl für die Eigenschaften verschiedene Modelle gebildet wurden, enthielten die Modelle jeweils gleiche Parameter (jedoch unterschiedlich bewertet). Anschließend wurden dann entsprechend die jeweiligen Einstellungen des Herstellungsprozesses analysiert und bewertet. Einen ersten Eindruck über die Höhe des Einflusses verschaffte an dieser Stelle die Analyse der Auswirkungen der Einstellungen auf die Zielgrößen HG4 und DZS (siehe Bild 6-15). Die Zielgrößen sind als y-Achsen in den ersten zwei Zeilen des Bildes und die vier Einflussgrößen als x-Achsen der ersten vier Spalten angeordnet. Die letzte Spalte enthält Informationen (Erwünschtheitsmaß), in welchem Maße, welche Zielgröße erreicht werden sollen. Hier wurde die maximale Erwünschtheit von 1 für den Mittelwert des Spezifikationsfensters beider Zielgrößen HG4 und DZS festgelegt.

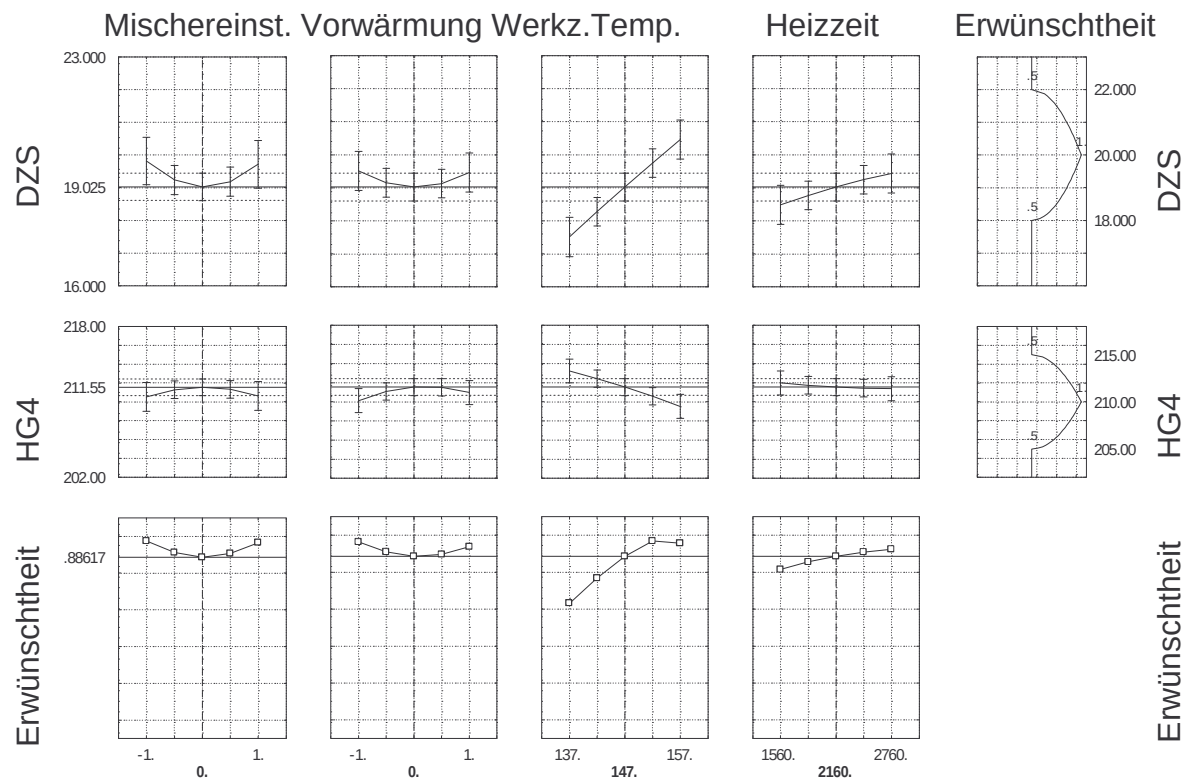


Bild 6-15: Auswirkungen der Versuchseinstellungen auf die Eigenschaften der Eisenbahnfeder (NR-Mischung) – Statistica-Grafik [Stat00]

Fig. 6-15: Effects of the test settings on the properties of the railway spring (NR compound) – Statistica diagram [Stat00]

Es ist deutlich aus der Steigung der jeweiligen Effekt-Kurven zu erkennen, dass den größten Einfluss auf beide Zielgrößen die Werkzeugtemperatur (Werkz.Temp) ist (obere und mittlere Reihe in Bild 6-15). Weiterhin ist der unteren Reihe (Bild 6-15) zu entnehmen, dass die höchste Erwünschtheit ebenfalls mit der Variation der Werkzeugtemperatur erreichbar ist. Mit diesen Erkenntnisse ist eindeutig festgestellt, durch die Beeinflussung welches Faktors, die Optimierungsaufgabe am effizientesten zu lösen ist.

Weitere Informationen zu der Auswahl der Einstellparameterkombinationen, die die gewünschten Zielgrößenbereiche realisieren lassen, werden aus der Erwünschtheit-Matrix für jeweils Zweier-Kombinationen der Einflussgrößen ermittelt. Dabei ist zu beachten, dass bei der Parameterauswahl sowohl die Produkteigenschaften, wie auch die wirtschaftlichen Aspekte des Herstellungsprozesses berücksichtigt werden müssen. Der Optimierungsschritt wird

hier anhand eines Isolinenbildes für die gesamte Erwünschtheit (für beide Zielgrößen) vorgestellt .

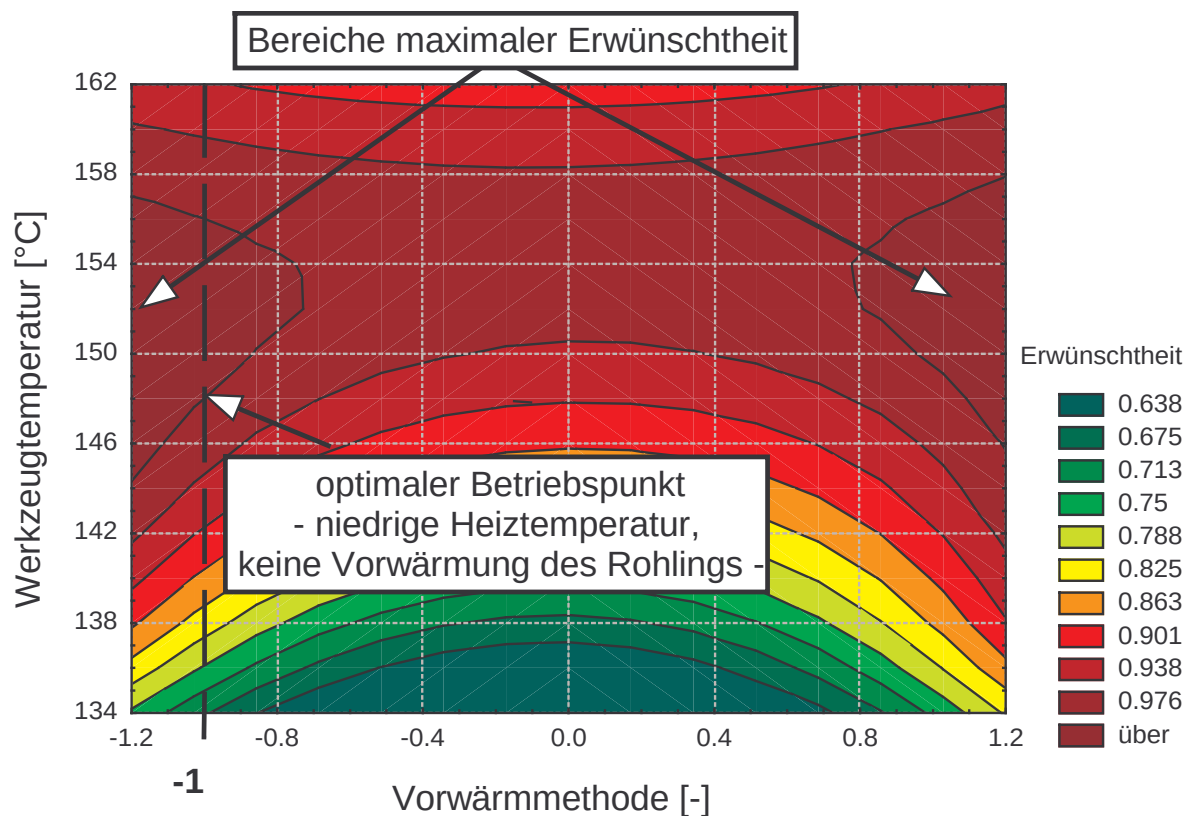


Bild 6-16: Grafische Optimumbestimmung anhand der Einstellungen Werkzeugtemperatur und Vorwärmethode (Eisenbahnfeder aus NR-Mischung) – *Statistica-Grafik [Stat00]*

Fig. 6-16: Graphic optimum based on the mold temperature and the preheating method (railway spring /NR compound). *Statistica diagram [Stat00]*

Die Optimierung wurde hier realisiert, indem die Bereiche der maximalen Erwünschtheit ausgewählt und anschließend die fertigungstechnisch und wirtschaftlich realisierbaren Betriebspunkte bestimmt wurden. Für den Fall, der in Bild 6-16 dargestellt ist, wurde eine optimale Einstellung unter Berücksichtigung der Vorwärmethode sowie Werkzeugtemperatur ermittelt. Aus den Bereichen der maximalen Erwünschtheit wurde dabei folgender Betriebspunkt ausgewählt:

- Vorwärmmethode - (-1) „ohne Vorwärmung“,
- Werkzeugtemperatur - 148 °C.

Diese Vorgehensweise wurde für 3 untersuchte Faktoren (Einstellgrößen siehe Tabelle 6-7) insgesamt 6 mal (6 unterschiedliche 2-Faktorkombinationen) durchgeführt und aus allen Betriebspunkten wurden die ausgewählt, die die geforderten Produktspezifikationen erfüllen und aus wirtschaftlichen, ökologischen Aspekten sowie fertigungstechnisch am günstigsten sind. Das Ergebnis dieser ganzheitlichen Prozess- und Produktanalyse war ein Betriebspunkt bei folgenden Randbedingungen:

- Keine Vorwärmung des Vorformlings,
- Werkzeugtemperatur zwischen 145-155 °C,
- Mischprozesseinstellung: 25 1/min und Dauer der letzten Mischphase von 240 s,
- Heizzeit zwischen 1900 und 1700 s.

Zum Schluss bleibt zu bemerken, dass die Realisierung eines Versuchsplanes nach Box-Behnken mit Ausnahme des Zentralpunktes keine Versuchswiederholungen vorsieht. Deswegen sollten die ermittelten Betriebspunkte sowie die erkannten Zusammenhänge in weiteren Versuchen überprüft werden, bevor sie in die laufende Produktion aufgenommen werden.

Weiterhin sind hier, wie auch bei den übrigen statistischen Verfahren der Fall ist, die berechneten Zusammenhänge nur für die untersuchte Kombination aus der Mischungszusammensetzung, dem Herstellungsverfahren sowie der Produktionsmaschinen gültig und darf nicht ohne einer Überprüfung auf andere Kombinationen übertragen werden.

6.3 Zusammenfassung der Ergebnisse

Die untersuchten Methoden der Betriebspunktoptimierung für eine Zielgröße am Beispiel der Mooney-Viskosität (Kapitel 6.2) sind insbesondere dann vom Vorteil, wenn die Lage der Mittelwerte der gemessenen Mischung- oder Produkteigenschaften den gestellten Anforderungen nicht entspricht. Sie eignen sich ebenfalls für die Grundsatzuntersuchungen von neuen Herstellungsverfahren, auch dann wenn keine Prozessvorkenntnisse vorhanden sind. Die Auswahl eines geeigneten Optimierungsverfahrens ist an dieser Stelle sehr wichtig und entscheidet u. U. über den Erfolg einer Optimierung. Wie in Kapitel 6.1 gezeigt wurde, unterscheiden sich die in der Literatur vorgeschlagenen Konzepte in dem Versuchsaufwand und der „Zielgenauigkeit“. Bei der genaueren Untersuchung dieser Methoden stellte sich hieraus, dass die Simplex-Optimierungsmethode die genaueste Optimierungsergebnisse liefert und am schnellsten die optimale Zielgröße erreicht. Bei der Optimierung von gesamten Prozessketten, wo das Erreichen mehrerer Zielgrößen angestrebt ist, würden diese Methoden allerdings den zulässigen Versuchsaufwand deutlich überschreiten.

An dieser Stelle können weitere Analysemethoden für mehrere zu optimierende Zielgrößen (siehe Kapitel 6.2) weiterhelfen. Die hier vorgestellte und intensiv untersuchte Optimierung eines gesamten Herstellungsprozesses einer Eisenbahnfeder mit Hilfe statistischer und grafischer Hilfsmittel, erlaubte mit einem geringen Aufwand das Auffinden optimaler Prozesseinstellungen (-randbedingungen) für optimale Produkteigenschaften. Wie die Optimierung des Herstellungsprozesses des untersuchten Gummi-Metall-Bauteils zeigten, war es mit der grafischen Methode unter zusätzlicher Berücksichtigung der wirtschaftlichen und fertigungstechnischen Aspekte möglich, einen optimalen Betriebspunkt für mehrere Kriterien zu finden. Die auf diese Weise gefundenen Prozesseinstellungen stellten sicher, dass ein Herstellungsprozess sich in einem stabilen und optimalen Betriebspunkt befindet.

Bei auftretenden Problemen und Schwankungen des Herstellungsprozesses oder geringen Abweichungen von vorgegebenen Einstellungen ist in diesem Fall das Prozessverhalten und die damit resultierenden Produkteigenschaften aber weitgehend unbekannt. Deswegen ist es zusätzlich wichtig, das Verhalten der Prozesse um diesen Betriebspunkt so beschreiben zu

können, dass eine Aussage über die zu erreichenden Produkteigenschaften am Ende des nicht „optimalen“ Prozesses möglich ist. Im nächsten Kapitel werden Analysemethoden und Modellierungsverfahren vorgestellt, die es ermöglichen, die Abweichungen von den optimalen Einstellungen zu erfassen und anschließend deren Auswirkungen auf die zu erreichenden Eigenschaften zu berechnen.

7 Mathematische Modellierung unterschiedlicher Mischungseigenschaften um einen stabilen Mischprozessarbeitspunkt

In der offline stattfindenden Modellierungsphase zur Ermittlung des Prozessverhaltens in und um einem Betriebspunkt wurde in den bisherigen IKV-Arbeiten größtenteils die lineare Regression verwendet [Kemm96, Ryzk96, Meie97]. Für die meisten untersuchten Anwendungsfälle ergaben die linearen Regressionsmodelle zur Vorhersage der Mooney-Viskosität Vorhersagegenauigkeiten von über 90% für unterschiedliche Kautschukmischungen und Mischergößen. Im folgenden Kapitel sollen die regressionsgestützten Modelle zur Vorhersage der Mischungseigenschaften unter Berücksichtigung von Mischprozessschwankungen durch eine andere Methode zur Modellbildung ergänzt werden. Hierbei handelt es sich um die Approximation der Auswirkungen von Prozessabweichungen auf die geforderten mit Hilfe von Künstlichen Neuronalen Netzwerken. Anschließend werden hier diese Methoden auf unterschiedliche Mischungseigenschaften angewendet und auf ihre Anwendbarkeit in der Online-Eigenschaftsüberwachung umfassend untersucht.

7.1 Datenbasis für die Modellierung der Mischungseigenschaften

Wie bereits erwähnt, wurde im Rahmen dieser Arbeit die Modellbildung für Prozess- und Qualitätsüberwachungszwecke des Mischprozesses im Innenmischer mit zwei unterschiedlichen Modellierungsmethoden durchgeführt:

- Multiple Lineare Regression (siehe Kapitel 4.2.5),
- Künstliche Neuronale Netzwerke (siehe Kapitel 7.3.2.1).

Eingangsgrößen für die jeweiligen Prozessmodelle waren diskrete Kenngrößen, die aus den aufgezeichneten Messgrößen der einzelnen Mischzyklen gebildet wurden. Für die Kenngrößenbildung (siehe Kapitel 4.2.6) wurden Datensätze unterschiedlichen Ursprungs verwendet:

- Datensätze aus statistischen Versuchsplänen,
- Datensätze aus laufender Produktion.

Als Zielqualitätsmerkmale wurde in den folgenden Untersuchungen die Mooney-Viskosität sowie Speicher- und Verlustmoduln der Mischungen betrachtet.

7.2 Angewendete Mischungsrezepturen und Versuchseinstellungen

Wie Tabelle 7-1 zu entnehmen ist, wurden Versuche nach statistischen Versuchsplänen mit einer SBR-Standardmischung sowie einer SSBR-Silicamischung im Laborbereich (Mischervolumen 1,5 und 5 l) durchgeführt. Die Modellierung mit den Daten aus der laufenden Produktion für eine Laufstreifenmischung auf der Basis einer NR-SBR-BR-Kautschukmischung wurde auf einem Produktionsmischer mit einem Volumen von 320 l durchgeführt, um die Praxistauglichkeit der in dieser Arbeit angewendeten Modellierungsmethoden zu überprüfen.

Mischung/ Datenbasis	Mischertyp	Rezeptur siehe Tabelle auf Seite	Datenbasis
SBR-Standardmischung	GK-5 E	Tabelle 5-4, Seite 88	Tabelle 2-1, Tabelle 5-4
SSBR-Silicamischung	GK-1,5 E	Tabelle 7-2, Seite 150	Tabelle 7-3
NR-SBR-BR-Reifenmischung	GK-320 E	Tabelle 7-5, Seite 160	Produktionseinstellungen

Tabelle 7-1: Verzeichnis der im Kapitel 7 modellierten Mischungen und Mischergößen

7.3 Modellierung des Mischprozesses auf der Datenbasis aus statistischer Versuchsmethodik

Die Modellbildung erfordert eine Vielzahl von Mischversuchen; diese werden entweder nach statistischen Versuchsplänen ausgerichtet, oder die Daten werden aus dem laufenden Betrieb gewonnen. In dieser Arbeit wurden zunächst Modelle im Labormaßstab entwickelt. Um eine hohe statistische Sicherheit der Ergebnisse zu gewährleisten, wurden die jeweiligen Einstellungen für die beiden untersuchten Mischungen mehrfach wiederholt. Für die SBR-Mischung

(Tabelle 5-4) wurde jeder Versuch dreimal, und für SSBR-Mischung (Tabelle 7-2) fünfmal durchgeführt, um statistisch abgesicherte Ergebnisse zu erhalten, so dass sich insgesamt 27 bzw. 85 Versuche ergaben.

7.3.1 Regressionsmodelle

Bei der Regressionsrechnung geht es um die Ermittlung der Abhängigkeit zwischen einem oder mehreren quantitativen Faktoren und einer Ziel- oder Qualitätsgröße [meie97]. Die in solchen Modellen berücksichtigten Kenngrößen werden zwar noch durch die Versuchseinstellungen beeinflusst, entstammen streng genommen aber zufälligen Stichproben, denn auch bei konstanter Maschineneinstellung unterliegen die erfassten Parameter einer Streuung. Der Vorteil ist, dass bei der Berücksichtigung der Kenngrößen Störeinflüsse auf die Zielgrößen mit erfasst werden.

7.3.1.1 SBR-Mischung

Die Regressionsmodelle für die im Rahmen dieser Arbeit ausgewählten Eigenschaften wurden auf der Basis der charakteristischer Kenngrößen aus den tatsächlichen Prozessparametern des Mischprozesses gebildet. Um die allgemeine Gültigkeit der Modelle sicher zu stellen und ihre Genauigkeit zu überprüfen wurden die vorhandenen Datensätze in Lern- und Testdatensätze aufgeteilt. Bei der Auswahl der Testdatensätze war dabei zu achten, dass sowohl die modellbildenden Kenngrößen, als auch die zu modellierenden Mischungseigenschaften in dem Bereich lagen, aus dem die Modelle gebildet wurden. Aufbauend auf den vielversprechenden Ergebnissen für die Mooney-Viskosität ($R^2_{\text{Test}}=86\%$ in Bild 7-1 rechts) wurden Modelle für weitere Mischungseigenschaften, wie elastischen und viskosen Schubmodul, gemessen auf dem RPA-Gerät (Rubber Process Analyzer) ermittelt. Eine Analyse der Genauigkeit der Modelle erfolgte auch hier mit Datensätzen, die für die Modellbildung nicht verwendet wurden (Testdatensätze). Bild 7-2 zeigt die eine Gegenüberstellung der berechneten und gemessenen Schubmoduln für die Modellierungs- und für die Testdatensätze. Auch für diese Mischungseigenschaften erreichten die ermittelten Regressionsmodelle, sowohl für die Hauptversuche, wie auch Bestätigungsversuche sehr hohe Bestimmtheitsmaße von $R^2_{\text{Hauptversuch}}=94\%$ bzw. $R^2_{\text{Bestätigung}}=80\%$.

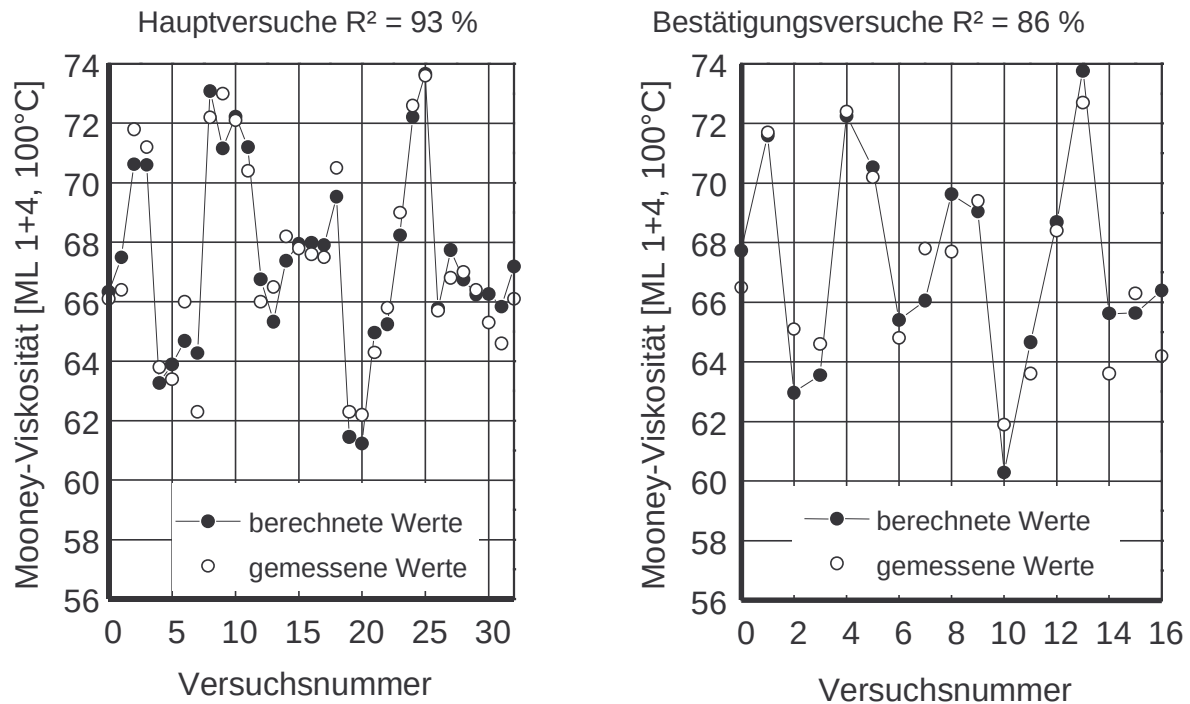


Bild 7-1: Vergleich von gemessenen und berechneten Werten - Regressionsmodell für Mooney-Viskosität (SBR-Standardmischung)

Fig. 7-1: Comparison of measured and calculated values - regression model for Mooney viscosity (SBR compound)

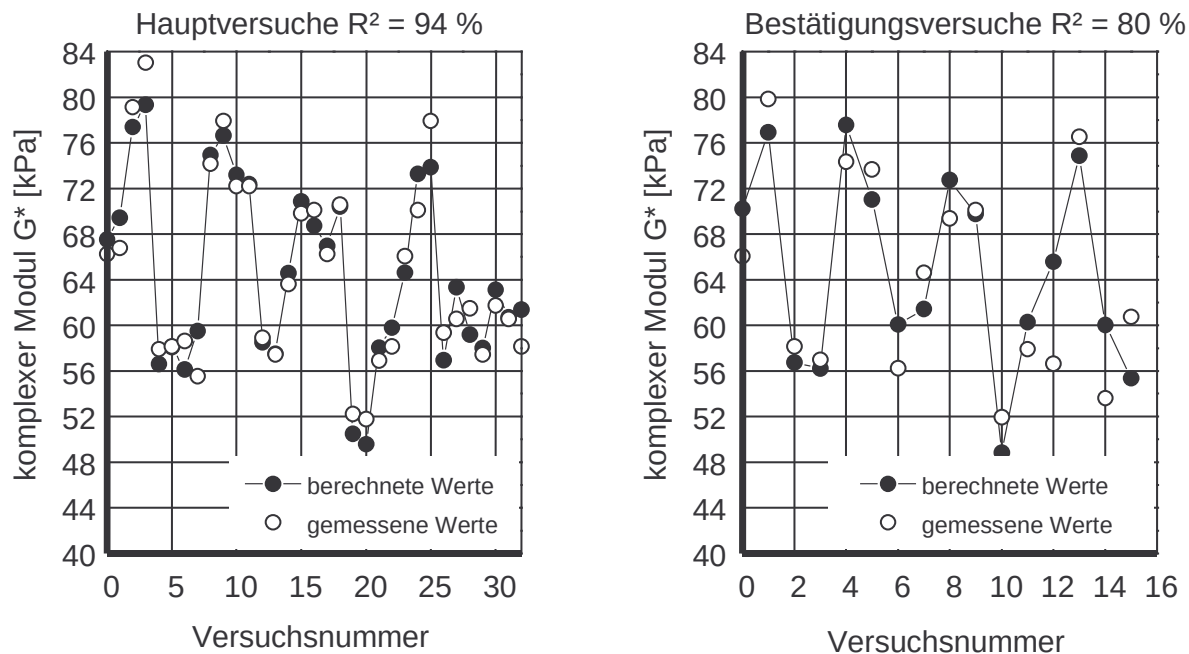


Bild 7-2: Vergleich von gemessenen und berechneten Werten - Regressionsmodell für G^* aus frequency sweep (RPA ; 10 % Dehnung; $f=0,01$ Hz; 100°C , SBR-Standardmischung)

Fig. 7-2: Comparison of measured and calculated values - regression model for G^* (frequency sweep; RPA; 10 % strain; $f=0,01$ cycles per second; 100°C , SBR compound)

7.3.1.2 SSBR-Silicamischung

In diesem Untersuchungsabschnitt wurde eine Kieselsäuremischung nach einer Standard-Degussa-Rezeptur untersucht [Kuli97]. Zusätzlich zu den Gewichtsanteilen wird in Tabelle 7-2 die Funktion der jeweiligen Mischungskomponenten angegeben. Bei den durchgeführten Versuchen wurden, um die Anzahl der Einflussfaktoren zu reduzieren, nur Rohmischungen hergestellt. In den von Grajewski [Graj88] durchgeführten Untersuchungen zum thermodynamischen und rheologischen Verhalten von Innenmischern zur Kautschukaufbereitung wurde festgestellt, dass sich das optimale Einzugsverhalten des Kautschuks durch die Zugabegeometrie des Polymers beeinflussen lässt. Durch die Änderung der Zugabegeometrie von Charge zu Charge können Chargenschwankungen auftreten. Um gleiche Ausgangsbedingun-

gen für die einzelnen Mischversuche zu erhalten, wurde deshalb beim Schneiden des Kautschuks auf einheitliche Abmaße geachtet. Nach dem Auswurf wurde die Mischung auf einem Walzwerk mit Hilfe zweier Durchläufe ohne zu stürzen zu einem 3 mm dicken Fell ausgewalzt.

Nach der Festlegung der relevanten Haupteinflussgrößen auf die verarbeitungsrelevanten Mischungseigenschaften in mehreren Vorversuchen [Kuli97] und anhand von Literaturangaben [Herb96] wurde ein zweistufiger Versuchsplan aufgestellt. Die Stufenhöhen der Versuchseinstellungen für den vollfaktoriellen Plan sind Tabelle 7-3 zu entnehmen. Die Werte der weniger bedeutenden Einflussfaktoren, welche während der Versuche konstant gehalten wurden, sind hier ebenfalls enthalten.

Werkstoff	Gewichtsanteil [phr]	Funktion
SSBR	96	Basis-Kautschuk/ölverstreckt
BR	30	Basis-Kautschuk
Silica Ultrasil VN 3	80	verstärkender Füllstoff
TESPT	12,8	Silanaktivator
Zinkoxide	3	Vernetzungsreaktionsaktivator
Stearinsäure	2	Dispergator
Aromatisches Öl	10	Weichmacher
DPG	2	Vulkanisationsbeschleuniger

Tabelle 7-2: Rezeptur der SSBR-Silicamischung (Rohmischung, Labormischer GK-1,5 E)

	Parameter	[-]	-1	0	1
1	Füllstoffinkorporationszeit II	[s]	100	110	120
2	Drehzahl	[min ⁻¹]	45	50	55
3	Mastikationszeit	[s]	15	22,5	30
4	Füllgrad	[%]	63	68	73
5	Stempeldruck	[bar]	114		
6	Füllstoffinkorporationszeit I	[s]	60		
7	Zugabetemperatur	[°C]	20		
8	Zugabereihenfolge der Komponenten		siehe Bild 7-3		
9	Form der zugegebenen Polymere		Quader		

Tabelle 7-3: Versuchseinstellungen für die SSBR-Silicamischung (Rohmischung, Labormischer GK-1,5 E)

Mischablauf

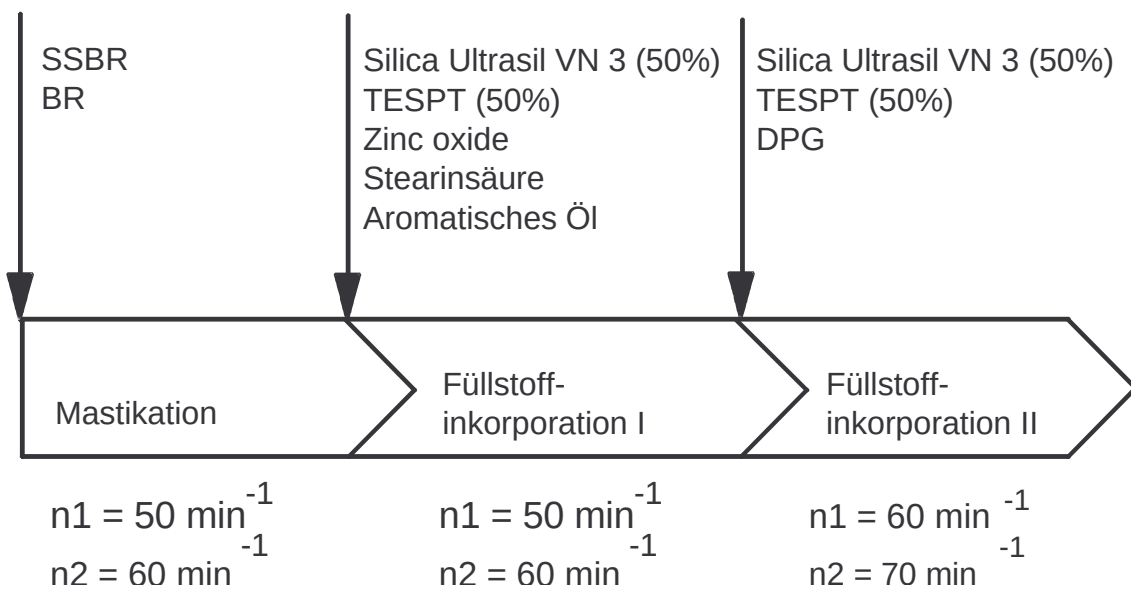


Bild 7-3: Ablauf des Mischprozesses für die SSBR-Rohmischungsherstellung (Labormischer GK-1,5 E)

Fig. 7-3: Flow of the mixing process for the SSBR first batch process (laboratory mixer GK-1,5 E)

Für die Messungen der Mischungseigenschaften der Hauptversuche wurden ein Scherscheibenviskosimeter nach Mooney und das RPA-Gerät zur Bestimmung der viskoelastischen Eigenschaften verwendet. Bei den Messungen der Mooney-Viskosität wurde in den Hauptversuchen der große Rotor verwendet, da bei dem großen Rotor im Vergleich zum kleinen Rotor die eingespannte Materialmasse größer ist und dadurch die Genauigkeit der Messungen erhöht wird. Bei der Durchführung der Mooney-Messung [ML 2+4; 120 °C] wurde die Probe zuerst bei ruhendem Rotor 2 Minuten auf 120 °C vorgewärmt. Es wurde eine etwas höhere Prüftemperatur verwendet, weil bei niedrigeren Temperaturen das maximale Prüfmoment des Gerätes überschritten wurde. Nach Ende der Vorwärmzeit beginnt die Prüfzeit von 4 Minuten, wobei das Drehmoment als Funktion der Zeit aufgetragen wird. Als Mooney-Viskosität wird der stationäre Endwert nach 6 Minuten Prüfzeit einschließlich Vorwärmzeit bezeichnet. Um Standardabweichungen durch eine unterschiedliche Probenvorbereitung zu minimieren, wurden jeweils drei Messungen pro Mischung durchgeführt. Die viskoelastischen Eigenschaften wurden mit einem RPA-Gerät bestimmt. Dabei wurden die Messgrößen bei zunehmender Auslenkung bei konstanter Temperatur von 100 °C und einer Belastungsfrequenz von 150 Oszillationszyklen pro Minute aufgenommen. Hier wurden auch je drei Messungen pro Mischung durchgeführt. Die Modellierung der Eigenschaften von Silicamischungen gestaltete sich hier besonders schwierig. Die genaue Überprüfung der Mischzyklen der SSBR-Silicamischung deutete auf einen sehr unregelmäßigen und schwer kontrollierbaren Prozessverlauf hin. Dies spiegelte sich in deutlichen Schwankungen der Mischungseigenschaften, Mooney-Viskosität und des elastischen Drehmomentes bei 0,7 Hz (Bild 7-4) wider.

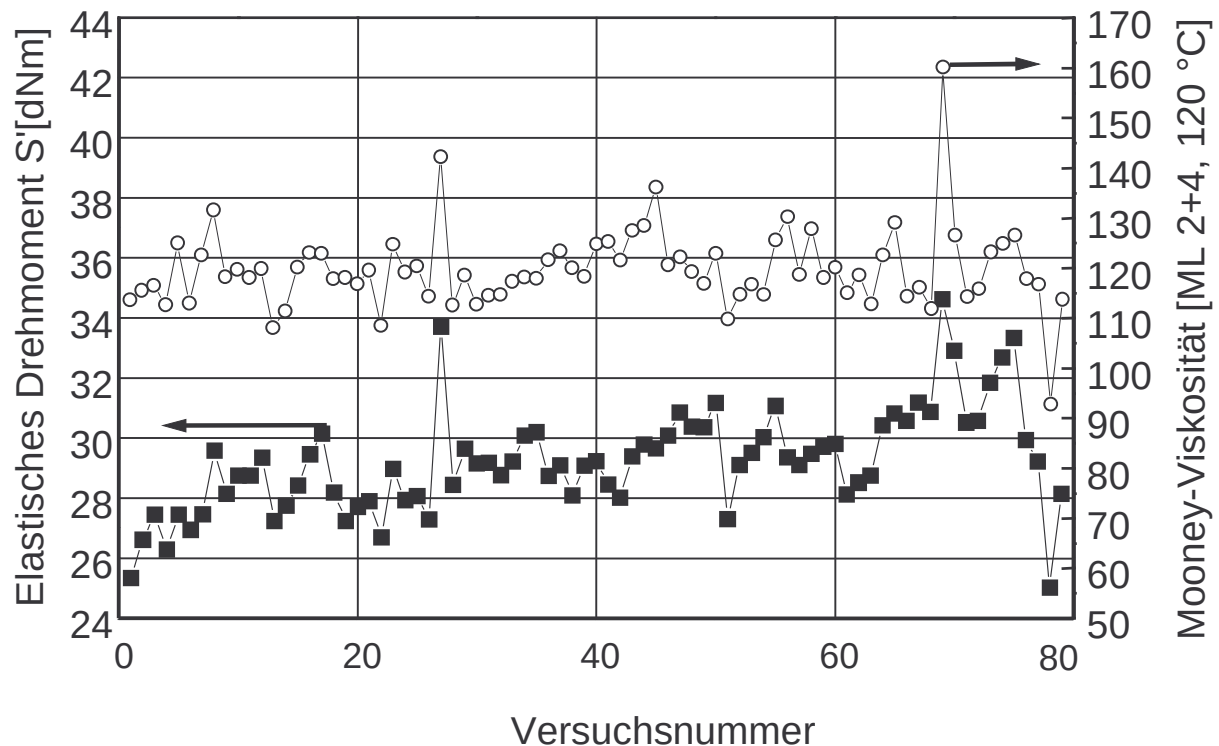


Bild 7-4: Verlauf der Mischungseigenschaften (SSBR-Silicamischung, Labormischer GK-1,5 E)

Fig. 7-4: Compound properties (SSBR Silica compound, laboratory mixer GK-1,5 E)

Weiterhin zeigten die Eigenschaften, die sich in Abhängigkeit der im Versuchsplan variierten Einstellgrößen ergaben, dass im untersuchten Parameterraum nichtlineare Zusammenhänge mit den Einstellgrößen existieren. Die Regressionsmodelle mit den Kenngrößen ergaben für beide Mischungen folgende Modellgenauigkeiten (Bestimmtheitsmaße) für die Vorhersage der relevanten Eigenschaften:

Eigenschaft	Bestimmtheitsmaß R^2 [%]	Kenngößenanzahl im Modell [-]
Mooney-Viskosität	78	8
elastisches Drehmoment	81	7

Tabelle 7-4: Modellgenauigkeiten für die SSBR-Silicamischung

Es ist aus Tabelle 7-4, Bild 7-1 und Bild 7-2 ersichtlich, dass sich der Prozess im Fall der SBR-Mischung wesentlich besser beschreiben lässt als im Fall der Silicamischung. Eine Überprüfung der Modelle mit neuen Datensätzen bestätigte die Ungenauigkeit der Regressionsmodelle. Der Vergleich für die Haupt- und die Bestätigungsversuche ist in Bild 7-5 dargestellt. Ein Bestimmtheitsmaß für die Lerndatensätze von 78 % für das Modell der “Mooney-Viskosität“ und 81 % für das Modell “elastische Drehmoment“ liefert noch keine statistisch abgesicherte Beschreibung der Zusammenhänge zwischen Einfluss- bzw. Störgrößen und den Mischungseigenschaften. Für eine Prozessüberwachung, bei der Bestimmtheitsmaße von über 90 % gefordert werden, können diese Modelle nicht verwendet werden.

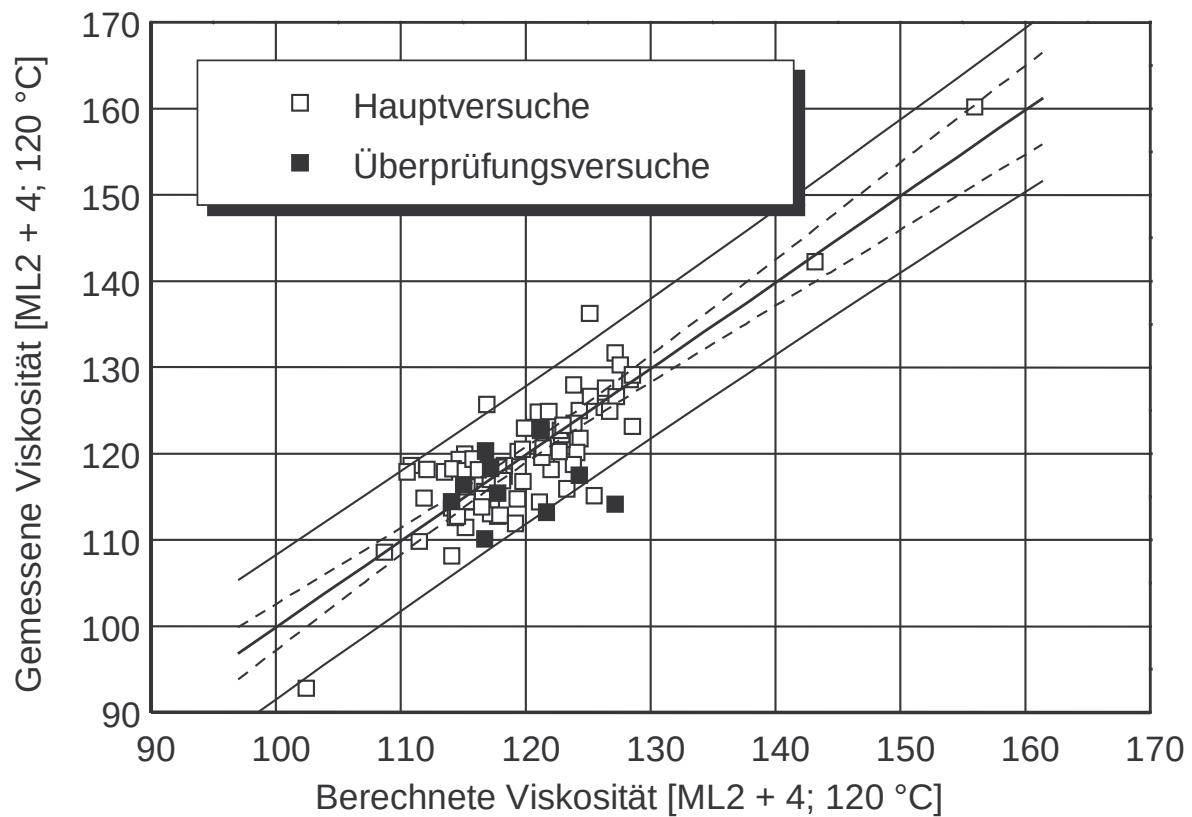


Bild 7-5: Vergleich der gemessenen und berechneten Mooney-Viskositäten für die Haupt- und Überprüfungsversuche (SSBR-Silicamischung, Labormischer GK-1,5 E)

Fig. 7-5: Comparison of the measured and calculated Mooney viscosities for the main and examination experiments (SSBR silica compound, laboratory mixer GK-1,5 E)

7.3.2 Modelle auf Basis Neuronaler Netzwerke

7.3.2.1 Neuronale Netzwerke – Grundlagen

7.3.2.1.1 Aufbau

Künstliche Neuronale Netzwerke werden in der Praxis am häufigsten dann eingesetzt, wenn kein oder kein ausreichend genaues Streckenmodell existiert, zum Beispiel, weil Nichtlinea-

ritäten des Prozesses nicht genau bekannt und daher nicht analytisch fassbar sind. Diese Approximationsmethode hat somit unübersehbare Qualitäten, aber auch ihre Grenzen, wie in dieser Arbeit gezeigt wird. Die Neuronalen Netze sind nämlich nur ein Versuch, die Intelligenz der Natur zu ergründen und für die technische Welt zu erschließen.

Den Ursprung Künstlicher Neuronaler Netze findet man im Bereich der Neurologie. So dienen die Erkenntnisse der Neurologen der Entwicklung neuer neuronaler Architekturen, die dann von Ingenieuren und Informatikern simuliert und auf ihre Qualitäten untersucht werden. In der Technik will man Eigenschaften neuronaler Systeme, wie die hohe Parallelisierbarkeit, die Fehlertoleranz, Adaptionfähigkeit, Nichtlinearität und Stabilität ausnutzen.

7.3.2.1.2 Funktionsweise

Ein biologisches Neuronales Netz besteht aus Nervenzellen, den Neuronen. Sie sind aus einem Zellkern, den Dendriten, dem Axon und anschließend den Synapsen aufgebaut (Bild 7-6). Die Neuronen haben jeweils Ein- und Ausgänge, mit denen sie untereinander verknüpft sind. Die Information, elektrische Impulse, die ein Neuron von seinen Eingängen bekommt, wird auf eine bestimmte Art verarbeitet. Daraus wird der Zustand eines Neurons ermittelt. Der Zustand wird über die Ausgänge an andere Neuronen weitergegeben, die daraus wieder ihren Zustand ermitteln.

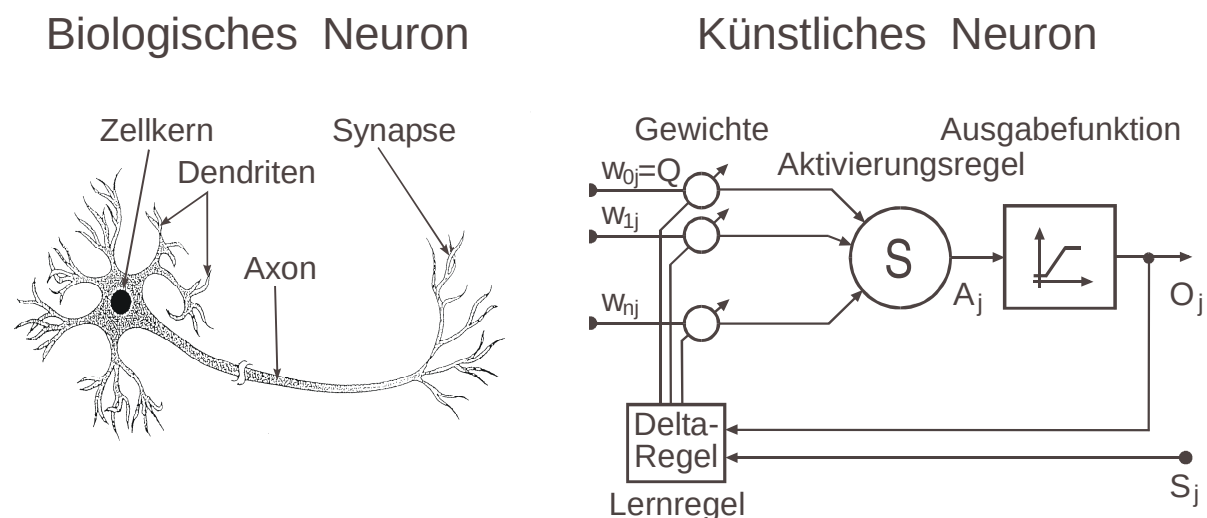


Bild 7-6: Biologisches und künstliches Neuron

Fig. 7-6: Biological and artificial neuron

Wenn man ein biologisches Netz in stark vereinfachter Form auf dem Rechner simuliert, erhält man ein Künstliches Neuronales Netzwerk (KNN), wie in Bild 7-7 dargestellt. Es ist ebenso aus Neuronen aufgebaut, die Verbindung zueinander haben und in Schichten angeordnet sind. Hat jedes Neuron einer Schicht Verbindungen zu allen Neuronen der folgenden Schicht, so nennt man das Netz vollvermascht. Die versteckten Schichten, die sog. “hidden layers” ermöglichen dem Künstlichen Neuronalen Netzwerk (KNN), die komplexen Prozesszusammenhänge zu beschreiben.

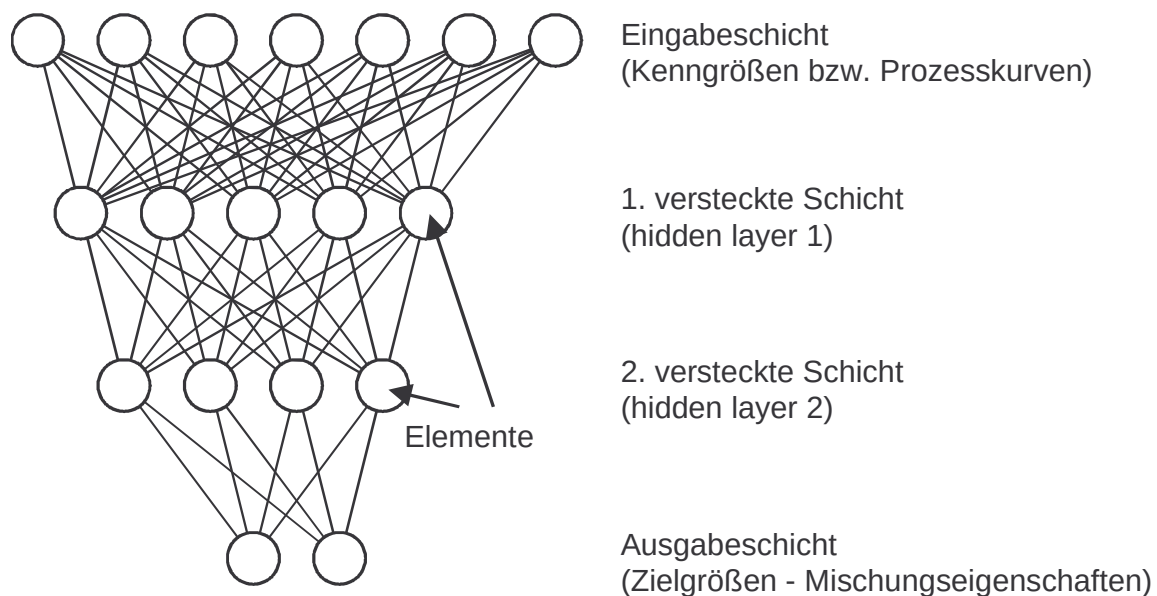


Bild 7-7: Struktur eines Neuronalen Netzwerkes [Meie97]

Fig. 7-7: Structure of a neural network [Meie97]

Die Funktionsweise eines KNN besteht darin, ausgehend von einem in der Regel mehrdimensionalen Eingangsvektor x_i ein Ausgabesignal mit Hilfe einer vorgegebenen Aktivierungsfunktion zu generieren und zwar abhängig von den so genannten Netzwerkgewichten w_i . In dem untersuchten Fall der Netzwerkbildung für den Mischprozess entspricht der Eingangsvektor den Prozesskenngrößen und der Ausgabevektor den Mischungseigenschaften. Die adaptive Modellierung (Lernphase) eines zunächst unbekannten Zusammenhanges $y=f(x)$ geschieht dabei in zwei zyklisch ablaufenden Schritten:

- Ausgabengrößengenerierung und

- Adaptation der Gewichte[Vacu96].

Im ersten Schritt werden die für jeden Mischzyklus berechneten Kenngrößen dem Neuronalen Netz präsentiert. Das Netz generiert anschließend ein Ausgabesignal $= f(x_i; w_i)$. Diese Größe wird mit der entsprechenden Mischungseigenschaft verglichen. Bei der Überschreitung eines bestimmten Fehlerbetrages werden die Gewichtungsfaktoren in einem weiteren Schritt derart adaptiert, dass sich die Abweichung von der Zielgröße reduziert. Dieser Vorgang wird so oft wiederholt, bis das "lernende" Netz die zu modellierende Funktion $f(x)$ möglichst gut widerspiegelt.

7.3.2.2 Einsatz Neuronaler Netzwerke für die Modellierung der SSBR-Silicamischung

Abhilfe bei der Erfassung von starken Streuungen und von nichtlinearen Zusammenhängen im Mischprozess bei der SSBR-Silicamischung konnte durch die Approximation des Mischzyklus mit Künstlichen Neuronalen Netzwerken geschaffen werden.

Durch die Anwendung von Neuronalen Netzwerken konnte die Beschreibungsgenauigkeit für die Silicamischung um mehrere Prozent-Punkte für beide ausgewählte Eigenschaften auf 87 % (Mooney) und 89 % (elastisches Drehmoment) verbessert werden. Bild 7-8 zeigt das Prognoseergebnis für ein "Neuro-Modell im Fall der SSBR-Silicamischung.

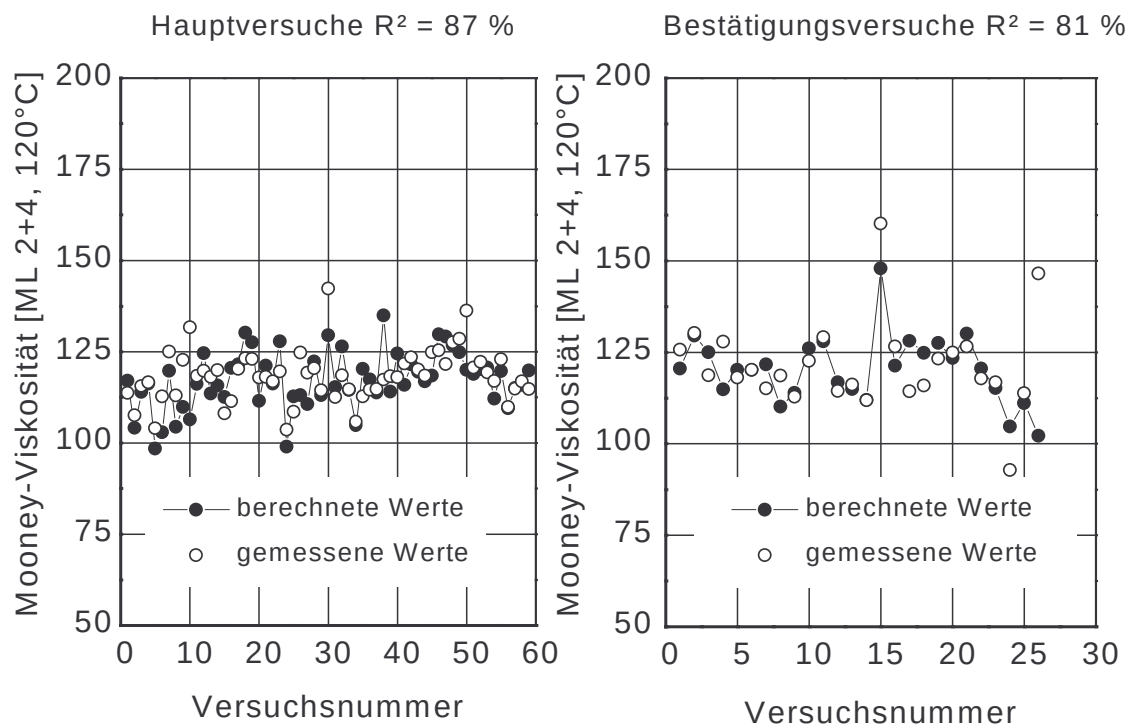


Bild 7-8: Vergleich von gemessenen und berechneten Werten - "Neuro"-Modell für eine SSBR-Silicamischung für Lern- und Bestätigungsversuche (Labormischer GK-5 E)

Fig. 7-8: Comparison of measured and calculated values - "Neuro" model for a SSBR silica compound for the learning and examination experiments (laboratory mixer GK-5 E)

Die Bezeichnung der Topologie eines Neuronalen Netzwerkes erfolgt durch die Angabe der Neuronenanzahl in der Reihenfolge der aufeinanderfolgenden Schichten: 8-5-1. Das Netz in Bild 7-8 besteht somit aus 3 Schichten mit jeweils 8 Eingangsneuronen (Kenngrößen), 5 Neuronen in der Zwischenschicht (Hidden Layer), und einem Ausgangsneuron (Mooney-Viskosität). Das höhere Bestimmtheitsmaß eines Modells mit Neuronalen Netzwerken im Vergleich zu Regressionsmodellen (siehe Tabelle 7-4) zeigt, dass die Künstlichen Neuronalen Netzwerke in der Lage sind, insbesondere komplexe, nichtlineare Zusammenhänge besser wiederzugeben.

7.4 Modellierung des Mischprozesses auf der Basis natürlicher Streuung aus der laufenden Produktion

In den Kapiteln 7.2 und 7.3 wurden unterschiedliche Mischungseigenschaften im Laborbereich anhand der Datensätze auf der Basis statistisch geplanten Versuche modelliert. Die Anwendbarkeit der Modellansätze zur Vorhersage der Mischungsqualität hängt allerdings in entscheidendem Maße davon ab, ob sie auf Produktionsbedingungen übertragbar sind. Die Untersuchungen die dieses ermitteln sollten wurden unter Produktionsbedingungen auf einem Industriemischer am Beispiel einer Reifenmischung untersucht.

7.4.1 Versuchsablauf und Mischungszusammensetzung

Datenbasis für die Modellbildung waren ebenfalls Kenngrößen aus tatsächlichen Prozessparameterverläufen (Mischungstemperatur, Mischertemperatur, elektrische Leistung, Zeit, Kühlwassertemperaturen, Stempelweg, Stempeldruck). Es wurden Datensätze aus laufender Produktion entnommen. Als Qualitätsmerkmal wurde wiederum die Mooney-Viskosität gewählt. Die Zusammensetzung der untersuchten Mischung enthält Tabelle 7-5.

Bestandteile:	[phr]
Naturkautschuk (NR)	65
Synthesekautschuk (SBR)	25
Synthesekautschuk (BR)	10
Ruß (N 375)	65
Weichmacheröl	20
Zinkoxid (ZnO)	<5
Stearinsäure	<5
Antioxidantien	<5
Ozon- u. Lichtschutzwachs	<5

Tabelle 7-5: Rezeptur der NR-SBR-BR-Reifenmischung

7.4.2 Regressionsmodelle

Die Datensätze für die Modellierung des industriellen Prozesses wurden an zwei aufeinanderfolgenden Tagen aufgenommen. Die Modellierung erfolgte im ersten Analyseschritt für jeden Tag getrennt. Die Ergebnisse der Regressionsanalyse für jeden Tag getrennt zeigten eine sehr gute Übereinstimmung der gemessenen Viskositäten mit berechneten Eigenschaften (siehe Bestimmtheitsmaße für den 1. und den 2. Tag in Bild 7-9). Eine anschließende Modellierung unter Verwendung der gesamten Datensätze ergab jedoch eine deutliche Verschlechterung des Regressionsmodells um ca. 10 % (siehe unterstes Diagramm in Bild 7-9).

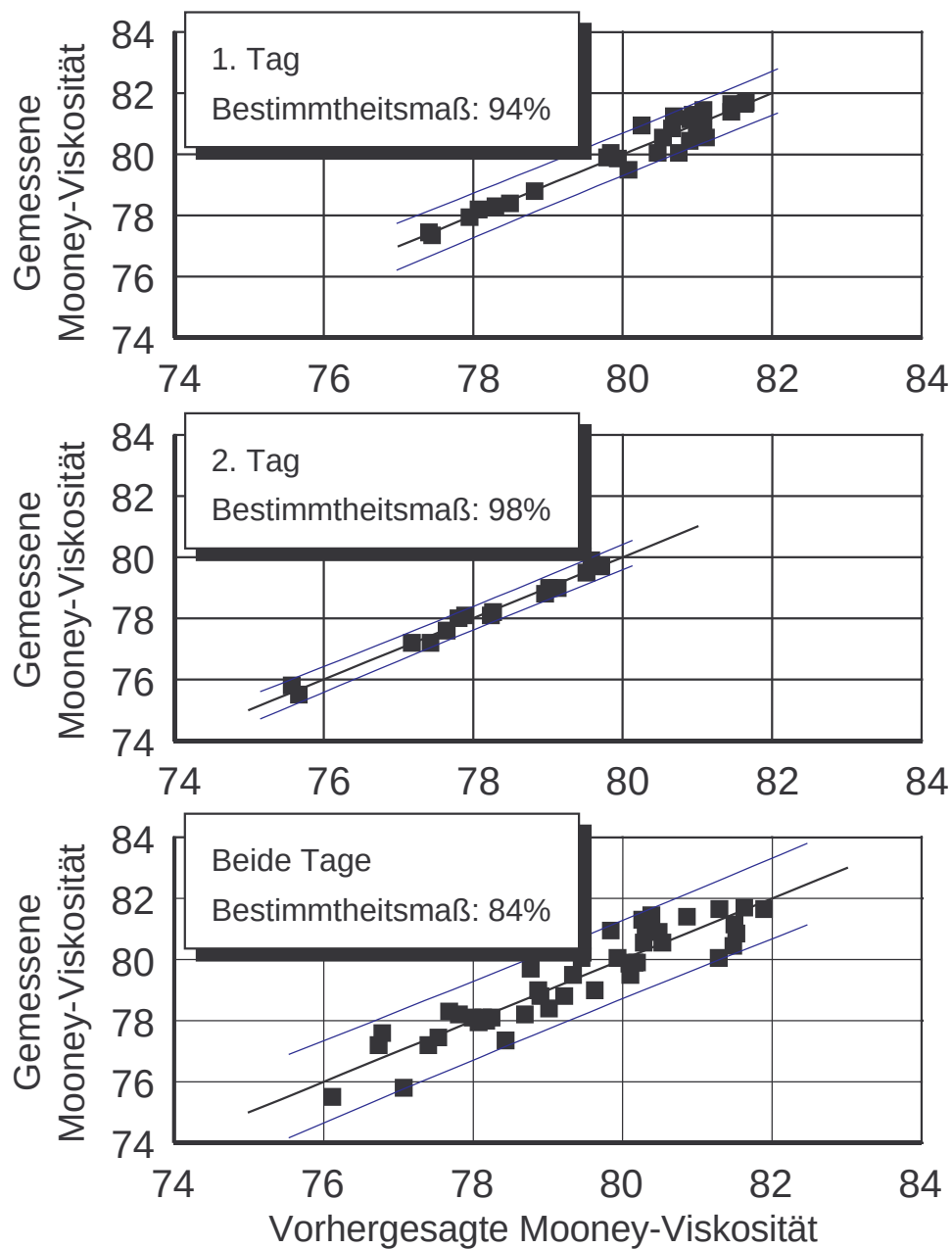


Bild 7-9: Regressionsmodelle für die NR-SBR-BR-Reifenmischung

Fig. 7-9: Regression models for the NR SBR BR tire compound

Wie der Eigenschaftsverlauf über die zwei Versuchstage zeigt, sinkt trotz der gleichen Maschineneinstellungen am 2. Tag das Viskositätsniveau (Bild 7-10). Der Anstieg der zugeführten spezifische Energie (in Bild 7-10 durch die elektrische Antriebsleistung) zeigt deutlich

den für beide Tage unterschiedlich ausgeprägten Anfahreffekt, was auf unterschiedliche Anfangsbedingungen schließen lässt.

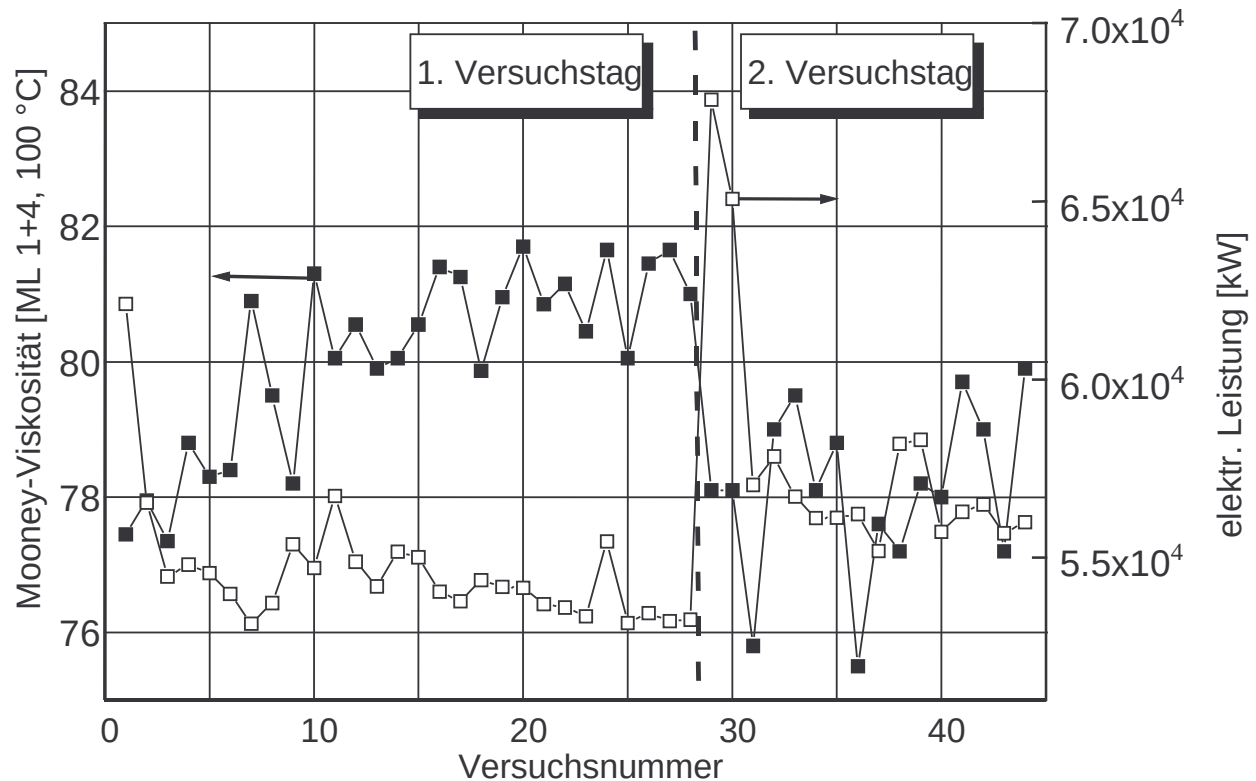


Bild 7-10: Schwankungen der Mischungseigenschaften und der elektrischen Antriebsleistung im Produktionsversuch (NR-SBR-BR-Reifenmischung)

Fig. 7-10: Fluctuations of the compound properties and the electrical drive power during production experiments (NR-SBR-BR-tire compound)

7.4.3 Modelle auf Basis Neuronaler Netzwerke

Um das stark zeitabhängige Prozessverhalten zu untersuchen, wurde versucht, den Herstellungsprozess mit Künstlichen Neuronalen Netzwerken zu beschreiben. Das Lernen des Netzwerkes erfolgte mit 60 % der vorhandenen Datensätze (von beiden Tagen). Die anschließende Überprüfung erfolgte aufgrund der relativ geringen Datensatzanzahl mit dem kompletten Datensatz. Aus den in Bild 7-11 zusammengestellten Ergebnissen ist zu erkennen, dass sich die Mischungseigenschaften besser mit Künstlichen Neuronalen Netzwerken als mit statistischen Regressionsmodellen prognostizieren lassen.

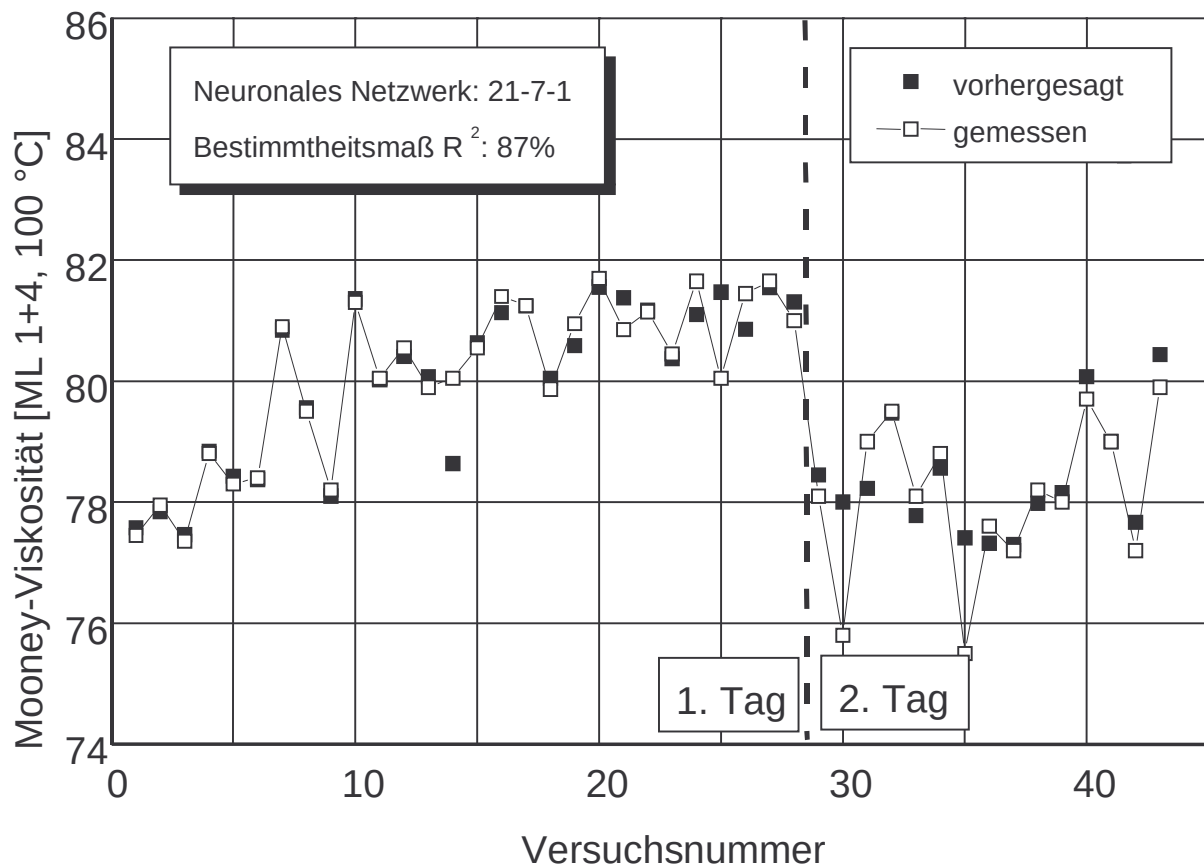


Bild 7-11: Vergleich zwischen gemessenen und mit Neuronalen Netzwerken vorhergesagten Werten der Mooney-Viskosität (Produktionsmischer GK-320 E, NR-SBR-BR-Reifenmischung)

Fig. 7-11: Comparison between measured and predicted values using neural networks of the Mooney viscosity (production mixer GK-320 E, NR SBR BR tire compound)

Der Nachteil dieser Methode liegt jedoch darin, dass bei einer nicht ausreichenden Eingangsgrößenanzahl (Mischzyklen) das Netz zum Auswendiglernen der Zusammenhänge neigt. Dadurch kann die Stabilität und die Aussagefähigkeit des gebildeten Netzwerkes negativ beeinflusst werden.

Da die Anzahl der Verbindungen innerhalb des Netzwerkes im Vergleich mit der Anzahl der analysierten Datensätze sehr groß war, wurde in weiteren Analyseschritten versucht, die Anzahl der Eingangsgrößen und der Neuronen in der Zwischenschicht zu reduzieren.

7.4.3.1 Ergebnisse der Variation der Netzwerkstruktur

Die oben genannten Gründe haben dazu geführt, dass weitere Untersuchungen mit den Neuronalen Netzwerken, d.h. ihrem Aufbau durchgeführt wurden. In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der Prozessmodellierung mit verschiedenen Netzwerkkombinationen dargestellt und miteinander verglichen.

Die Anzahl der Eingangsgrößen spielt bei der Modellgenerierung eine entscheidende Rolle. Wenn alle vorhandenen Variablen dem Netzwerk zur Verfügung gestellt werden, besteht eine große Wahrscheinlichkeit, dass das Netzwerk die Zusammenhänge auswendig lernt. Eine anschließende Überprüfung eines solchen Netzwerkes mit unbekannten bzw. neuen Datensätzen ergibt im Normalfall eine sehr schlechte Vorhersagegenauigkeit. Dies ist in der folgenden Ergebnistabelle 7-5 und in deutlich zu sehen. Hier sind

Mooney-Viskosität	Bestimmtheitsmaß R^2 [%]
gesamter Datensatz	72
Trainingsdaten	98
Testdaten	32

Tabelle 7-6: Genauigkeit des KNN-Modells mit allen Kenngrößen für Mooney-Viskosität (Produktionsmischer GK-320 E, NR-SBR-BR-Reifenmischung)

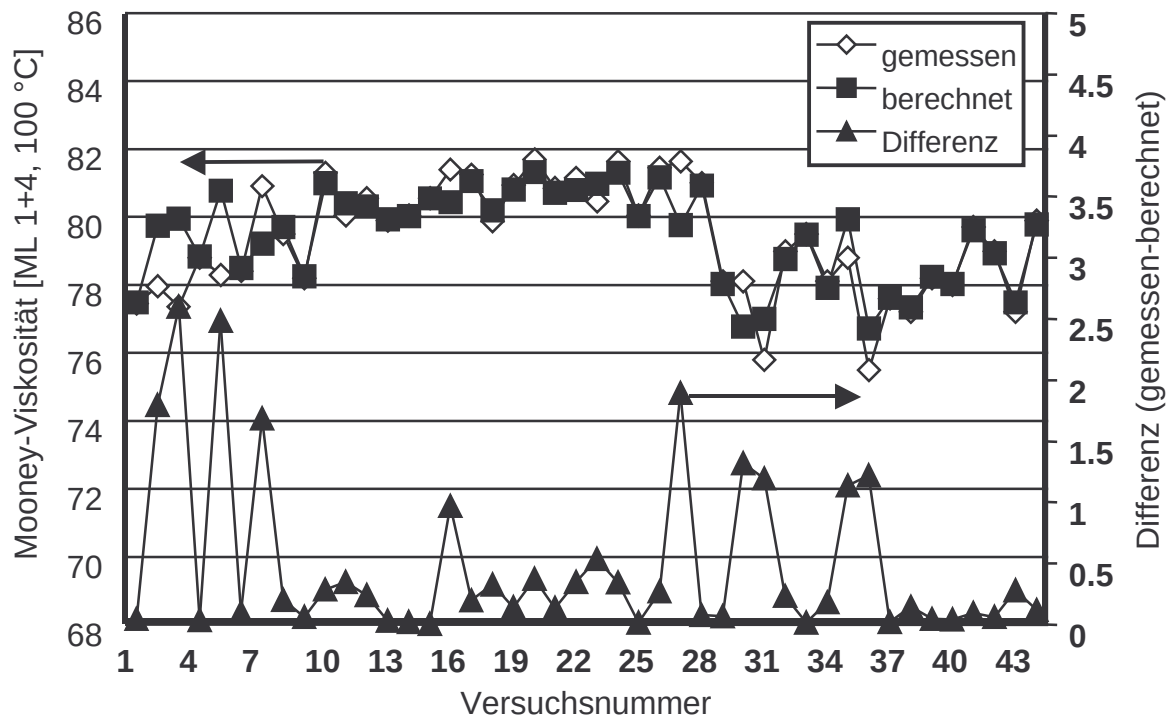


Bild 7-12: Gemessene und mit einem KNN-Modell mit allen Kenngrößen berechnete Mooney-Viskosität (Produktionsmischer GK-320 E, NR-SBR-BR-Reifenmischung)

Fig. 7-12: Measured and calculated Mooney viscosity using an ANN artificial neural networks model including all characteristic Values (production mixer GK-320 E, NR-SBR-BR tire compound)

Wie Bild 7-11 zu entnehmen ist sind die Datensätze, die zur Überprüfung des Netzwerkes zufällig ausgewählt worden sind, deutlich zu erkennen. Dies ist anhand der hohen Differenz zwischen den gemessenen und den berechneten Viskositäten (rechte y-Achse) sichtbar.

Die weiteren Netzwerkmodifikationen sind in Tabelle 7-7 zusammengefasst. Die Netzwerke mit einer sehr geringen Anzahl an Eingangsgrößen fallen hier insbesondere durch ihre relativ hohe Genauigkeit für die Testdatensätze und eine sehr niedrige Trainingsgenauigkeit auf. Eine solche Kombination der Ergebnisse ist für einen Einsatz eines solchen Modells in der Qualitätsüberwachung nicht erlaubt, weil die erforderliche Genauigkeit für die meisten der Datensätze nicht gegeben ist.

Modellstruktur	Trainingsgenauigkeit	Testgenauigkeit	Trainings- /Testdatensätzeanzahl
3-0-1	51	98	37/7
3-1-1	51	98	37/7
11-0-1	67	61	37/7
12-2-1	72	96	37/7
11-12-1	98	97	37/7

Tabelle 7-7: Modellgenauigkeiten für unterschiedliche Netzwerkstrukturen (Produktionsmischer GK-320 E, NR-SBR-BR-Reifenmischung)

Der Unterschied zwischen den Ergebnissen des 3-0-1- und des 11-12-1-Netzwerkes sind in Bild 7-12 dargestellt. Es ist ersichtlich, dass die Unterschiede für das kleinere Netzwerk wesentlich höher ausfallen als für das Große. Die kleinen Differenzen zwischen den gemessenen und mit dem Neuronalen Netzwerk vorhergesagten Werten für das aufwändigere Netzwerk deuten hier auf eine sehr hohe Stabilität des Netzwerkes hin. Dies bedeutet, dass das Netzwerk für die unbekannten Datensätze seine im Training erreichte Genauigkeit behalten und somit seine Zuverlässigkeit bewiesen hat.

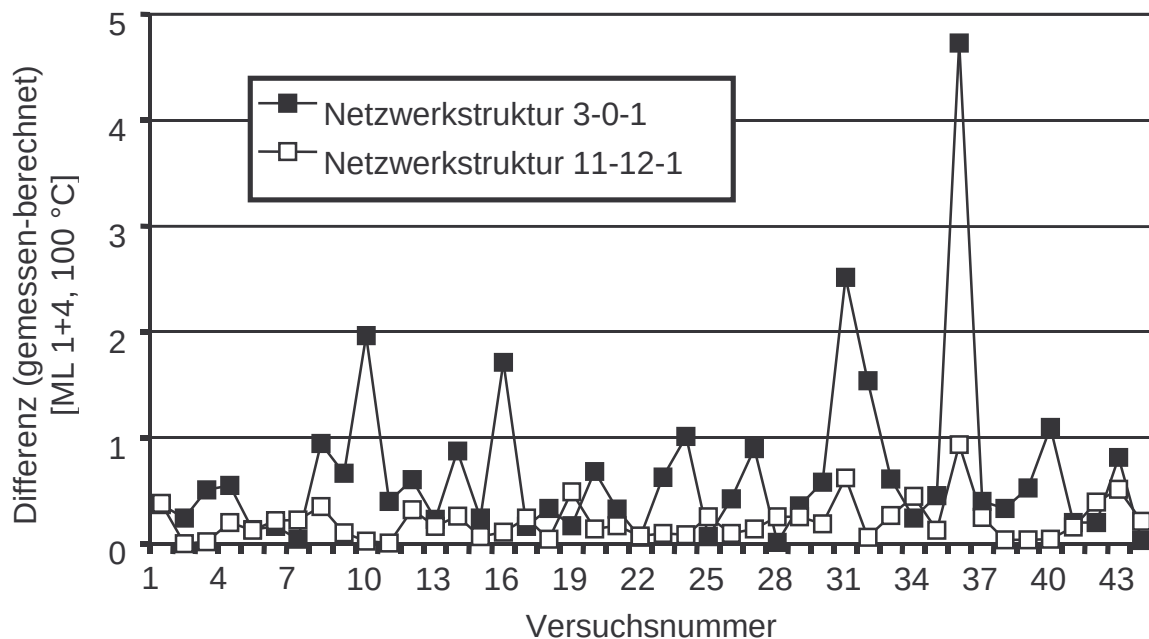


Bild 7-13: Vergleich der absoluten Differenzen zwischen den berechneten und gemessenen Mooney-Viskositäten für unterschiedliche Netzwerkstrukturen (Produktionsmischer GK-320 E, NR-SBR-BR-Reifenmischung)

Fig. 7-13: Comparison of the absolute differences between the calculated and measured Mooney viscosities for different network architectures (production mixer GK-320 E, NR-SBR-BR tire compound)

Die Ergebnisse der Modellierung zeigen eindeutig, dass eine entsprechende Auswahl der Netzwerkgeometrie einen nicht zu vernachlässigenden Einfluss auf die Genauigkeit und Stabilität des Netzwerkes haben. Andererseits müssen die Genauigkeiten der vorhergesagten Eigenschaften immer im Bezug auf die jeweiligen Anwendungsfälle beurteilt werden. Wie in Bild 7-12 ist vielleicht die Ungenauigkeit des Modells mit drei Eingangsneuronen durch den Anwender akzeptabel, wenn man die evtl. Ungenauigkeit der Messmethode und die Spezifikationsgrenzen für diese Mischung berücksichtigt

7.5 Online-Berechnung der Mischungseigenschaften

Für die Überprüfung der Praxistauglichkeit der vorgeschlagenen Modellierungsmethoden und der Genauigkeit der Vorhersage wurden die auf tatsächlichen Prozessdaten basierten Prozessmodelle in ein Messwerterfassungsprogramm an dem IKV-Laborinnenmischer der Firma Thyssen Krupp Elastomertechnik GK-1,5 E integriert. Aufbauend auf den vielversprechenden Ergebnissen für die Mooney-Viskosität in [Meie97] wurden im Rahmen der hier beschriebenen Forschungsarbeiten Modelle für weitere Mischungseigenschaften, wie elastischen und viskosen Schubmodul, gemessen auf dem Rubber Process Analyzer, ermittelt und in die im Rahmen dieses Projektes aufgebaute Online-Vorhersage-Messwerteinrichtung [Fuch00, Fuch01] integriert.

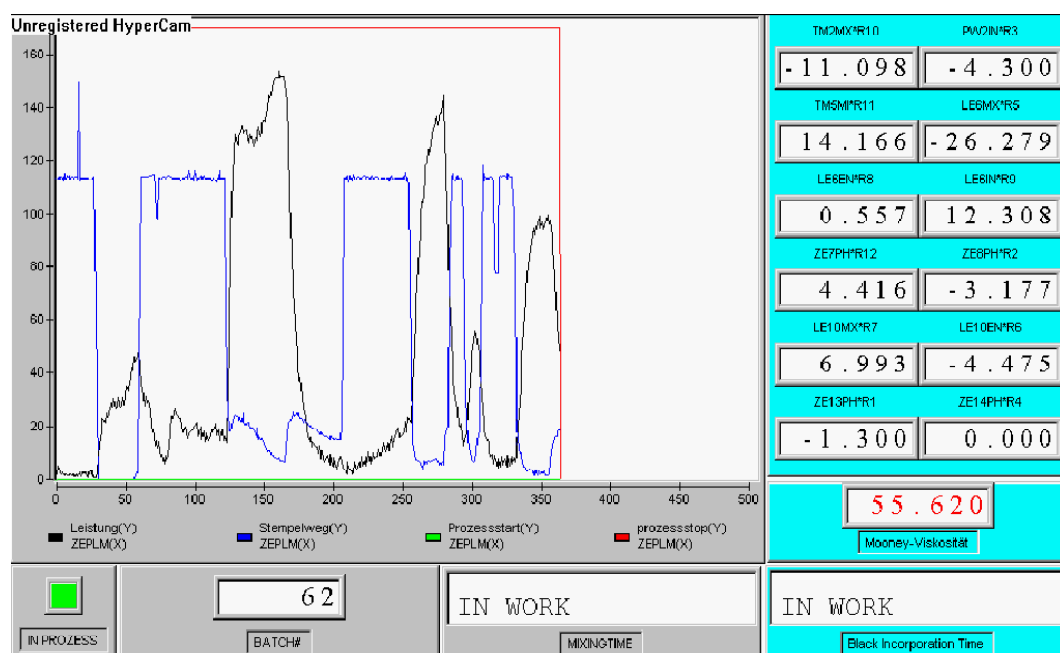


Bild 7-14: Online-Vorhersage der Mischungseigenschaften – Bildschirmausgabe (screen shot)

Fig. 7-14: On-line prediction of the compound properties – Display (screen shot)

Die hier dargestellte Bildschirmoberfläche enthält sowohl die Online-Anzeige der zu erwartenden Mischungseigenschaften (in Bild 7-14 die Mooney-Viskosität), die relevanten mathe-

matischen Kenngrößen (rechte Seite des Bildes) als auch die Prozessdaten aus dem Mischprozess.

Da die hier integrierten Modelle sehr komplex sind und eine große Anzahl der Prozesskenngrößen aus dem gesamten Mischprozess enthalten, erreichen die vorhergesagten Mischungseigenschaften, die auf dem Bildschirm während des Mischprozesses angezeigt werden, ihren endgültigen Wert erst zum Schluss des Aufbereitungsprozesses.

Mit Hilfe dieses Systems mit standardisierten Messanschlüssen und seines universalen Aufbaus sowie der Zuhilfenahme eines Standardmesswerterfassungssystems DiaDem konnte es erreicht werden, die bisherigen Ergebnisse der Modellierung des Mischprozesses im Innenmischer relativ einfach in die industrielle Praxis zu integrieren. Dadurch sollte eine deutliche Reduzierung der meist sehr umfangreichen Chargenprüfungen erreicht werden. Weiterhin sollte mit Hilfe der Prozessmodelle eine Möglichkeit gegeben werden, Prozessstörungen schnell und mit möglichst geringem Aufwand zu erkennen (Bild 7-15). Die hier realisierte Anzeige der modellierten Mischungseigenschaft zum Schluss des Mischprozesses enthält Informationen, ob die Mischung die Spezifikationsgrenzen erfüllt hat oder ob Fehler während des Mischprozesses aufgetreten sind.

Abschließend soll unterstrichen werden, dass die hier vorgestellten Modelle immer für eine bestimmte Mischergröße bzw. Kautschukmischung entwickelt worden sind und für andere Mischergrößen oder ähnliche Mischungen kalibriert werden müssen, um die Faktoren vor den jeweiligen modellbildenden Kenngrößen aus dem Mischprozess neu zu berechnen.

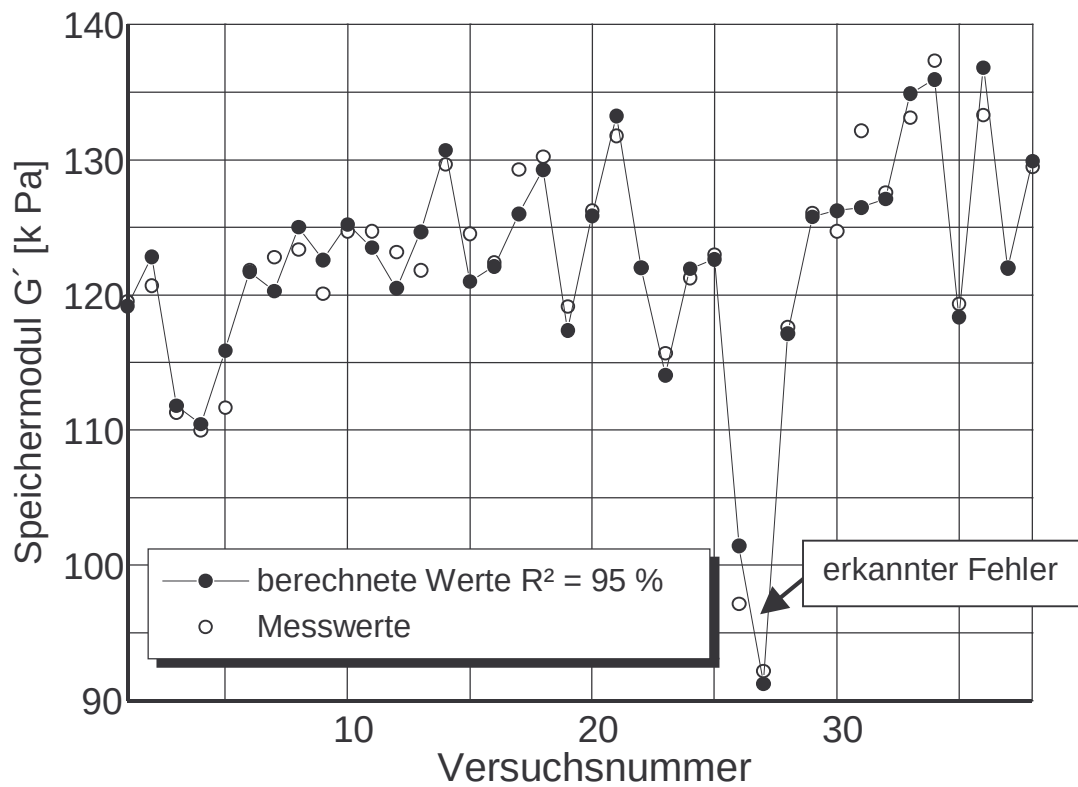


Bild 7-15: Online-Erkennung der Produktionsfehler (150-Liter-Produktionsmischer, Chloroprenproduktionsmischung)

Fig. 7-15: On-line recognition of the production problems (150-Liter- production mixer, Chloropren compound)

7.6 Zusammenfassung der Vorhersageergebnisse aus Kapitel 7

Wie die Bestimmtheitsmaße R^2 zeigen, konnte der Mischprozess im Innenmischer schnell und zuverlässig mit Hilfe der Regressionsanalyse und der Künstlichen Neuronalen Netzwerke modelliert werden. Die Regressionsmodelle waren hier in der Lage, die Zusammenhänge im betrachteten Parameterraum mit einer sehr hohen Genauigkeit für verschiedene (94 %) linear zu beschreiben. Die Künstlichen Neuronalen Netzwerke zeigten dann ihre Vorteile gegenüber den Regressionsmodellen, wenn nichtlineare Abhängigkeiten, wie bei der SSBR-Mischung, zu erwarten waren. Am Beispiel einer Produktionsmischung konnte deutlich gemacht werden, dass Neuronale Netze in der Lage sind, sehr genau die Mischungseigenschaften vorherzusagen und auf wechselnde Produktionsbedingungen zu reagieren. Deshalb sollte bei der Modellierung des Mischprozesses seine Dynamik bzw. sein instationäres Verhalten mitberücksichtigt werden. Einerseits kann dies durch eine gezielte Parametervariation (wie z.B. die Berücksichtigung von Jahreszeiten-, Lagerungseinflüssen) in einem statistischen Versuchsplan, andererseits durch eine systematische Analyse der laufenden Produktionsdaten realisiert werden. Diese sollte in der Modellierungs- und Lernphase um zusätzliche Materialuntersuchungen ergänzt werden. Nach einer breiten Überprüfung der Eignung der vorgeschlagenen Vorgehensweise für Mischer in Produktionsgröße, kann sie die Grundlage zu einer Online-Vorhersage von Mischungseigenschaften bilden. Die Integration dieser Berechnungsmodelle in existierende Steuerungen mit einer Online-Eigenschaftsanzeige könnte in Zukunft zur Reduzierung des Aufwandes bei den durchzuführenden Offline-Messungen führen. Ein weiterer Vorteil würde darin liegen, dass beim Über- oder Unterschreiten der vorgegebenen Spezifikationsgrenzen ein Hinweis auf die möglichen Fehlerquellen (durch die abweichenden Kenngrößen) gegeben wird, was zur schnelleren Fehlerfindung oder -beseitigung führen kann.

8 Zusammenfassung und Summary

Die Elastomerbauteile und komplexe Gesamtsysteme insbesondere in der Automobilindustrie werden technisch immer anspruchsvoller. Die dabei steigenden Qualitätsanforderungen führen dazu, dass in der Kautschukindustrie die Qualitätssicherung und das Qualitätsmanagement zunehmend an Bedeutung gewinnen. Diese Qualitätsproblematik ist bei den Kautschukverarbeitern von besonderer Bedeutung, weil sie, anders als die Thermoplastverarbeiter, einen zusätzlichen Verfahrensschritt –die Mischungsherstellung– überwiegend im eigenen Hause in diskontinuierlich arbeitenden Innenmischern realisieren. Dies resultiert oft in chargenbezogenen Eigenschaftsunterschieden der hergestellten Mischungen und in Problemen bei der Weiterverarbeitung sowie in Schwankungen der Bauteileigenschaften.

Diese Arbeit beschäftigt sich damit, Richtlinien und Methoden für eine effiziente Prozessanalyse und -optimierung insbesondere bei der Mischungsherstellung auszuarbeiten. Bei den Untersuchungen werden Methoden der Prozessanalyse, und -modellierung angewendet, die es erlauben, die Zusammenhänge zwischen der Mischungsherstellung und der Bauteilherstellung im Spritzgießprozess zuverlässig zu bestimmen. Weiterhin werden bei den Untersuchungen der ausgewählten Glieder der gesamten Produktionskette, wie die Mischungsherstellung im Innenmischer und die Bauteilherstellung im Transfer-Molding- oder im Spritzgießverfahren, verschiedene mathematische Optimierungsmethoden angewendet und miteinander verglichen.

Das Thema der Materialcharakterisierung wird, unter besonderer Berücksichtigung der großen Anzahl der zur Verfügung stehenden Prüfmethoden sowie wegen der unzureichenden Aussagefähigkeit dieser Methoden, bearbeitet. Die Hauptaufgabe ist hierbei, diejenigen Prüfmethoden auszuwählen, die in einem Zusammenhang mit dem Mischungsverhalten bei dem nachfolgenden Spritzgießprozess oder mit den Fertigteileigenschaften stehen. Diese Fragestellungen werden hier mit Hilfe der statistischen Prozessanalyseverfahren, wie Korrelations- und Regressionsanalyse bearbeitet. Die Aussagefähigkeit der Mischungsprüfmethoden wird sowohl anhand von Korrelationskoeffizienten als auch von den Bestimmtheitsmaßen der Regressionsmodelle beurteilt. Insgesamt zeigt sich ein deutlicher Zusammenhang zwischen den viskosen und elastischen Mischungseigenschaften und den erreichten Bauteileigenschaf-

ten. Diese rheologischen Mischungseigenschaften geben weiterhin Hinweise auf das Verarbeitungsverhalten einer Mischung in einer Spritzgießmaschine. Unter zahlreichen untersuchten Charakterisierungsmethoden, wie z.B. Rubber Process Analyzer, Hochdruckkapillarviskosimeter, Vulkameter, Rheovulkameter, Mooney-Viskosimeter, sind in den untersuchten Fällen die Messungen der Mischungseigenschaften mit dem Mooney-Gerät und mit dem Rubber Process Analyzer besonders aussagekräftig.

Bei der Erprobung neuer Mischungen sowie bei der Entwicklung neuer Verfahren bieten die Methodik der Statistischen Versuchsplanung sowie die mathematischen Optimierungsmethoden moderne Hilfsmittel zur verfahrenstechnischen und wirtschaftlichen Prozessoptimierung. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wird die praktische Anwendbarkeit von Optimierungsalgorithmen am Beispiel der Optimierung der Mooney-Viskosität und in einem weiteren Schritt am Beispiel einer Prozesskette „Mischen – Konfektionieren - Transfer Molding“ untersucht. Die im zweiten Schritt intensiv untersuchte Optimierung des Herstellungsprozesses einer Gummi-Metall-Eisenbahnfeder, erlaubt hier mit einem geringen Versuchs- und Auswerteaufwand das Auffinden optimaler Prozesseinstellungen für optimale Produkteigenschaften. Die auf diese Weise gefundenen Prozesseinstellungen stellen sicher, dass ein Herstellungsprozess sich in einem stabilen und optimalen Betriebspunkt befindet.

Ein weiteres Thema dieser Arbeit ist die Entwicklung und praktische Umsetzung von Modellen zur Online-Prognose der Mischungseigenschaften für die Mischungsherstellung im Innenmischer mit Hilfe von künstlichen Neuronalen Netzwerken und der linearen Regressionsanalyse. Die Anwendbarkeit dieser Methoden zur Vorhersage von unterschiedlichen Mischungseigenschaften wird hier für verschiedene Kautschuke und Füllstoffe (Ruß, Silica) untersucht. Die Regressionsmodelle sind in vielen Fällen in der Lage, die Zusammenhänge im betrachteten Parameterraum mit einer sehr hohen Genauigkeit (94 %) linear zu beschreiben. Die Künstlichen Neuronalen Netzwerke zeigen erst dann ihre Vorteile gegenüber den Regressionsmodellen, wenn nichtlineare Abhängigkeiten, wie bei der untersuchten silicagefüllten SSBR-Mischung, zu erwarten sind. Hier erreichen die „neuronalen“ Modelle Bestimmtheitsmaße von ca. 90 %. Die Praxisrelevanz der Vorhersagemodelle konnte am Beispiel der Modellierung einer in einem 320-l-Produktionsmischer hergestellten NR-SBR-BR-Reifenmischung bewiesen werden. Hier ist das Neuronale Netz in der Lage, sehr genau (mit

einem Bestimmtheitsmaß von 97 %) die Mischungseigenschaften zu berechnen und auf die sich verändernden Prozessparameter zu reagieren. Anhand dieser Modellierungsergebnisse wird im Rahmen dieser Arbeit ein System entwickelt und vorgestellt, das es ermöglicht, verschiedene Mischungseigenschaften mit einer hohen Genauigkeit online zu ermitteln. Diese Eigenschaftsprognose kann in der Praxis dazu dienen, die notwendigen Mischungsprüfungen zu reduzieren.

Summary

There is a growing need for precision rubber parts and complex rubber components for the automotive sector. The quality requirements rising thereby lead to the increasing meaning of the quality assurance and the quality management in the rubber industry. In the rubber processing, there is an extra step or processing phase the material compounding step, which does not exist in the processing of plastics. This additional discontinual processing step may account for the higher risk for deviation between rubber batches or within a batch. This in turn may lead to problems in the subsequent stages and result in deviations in the final product properties.

This thesis propounds guidelines and methods for efficient process analysis and optimization with particular focus on the rubber mixing process in an internal mixer. The research methods used for this thesis were process analyses and modeling which allowed the exact determination of correlation between the mixing process and the rest of the process chain. The experiments carried out focused on selected steps of the production of the rubber parts on mixing process in the rubber internal mixer, transfer molding process and on the injection molding process.

In the rubber industry, there are many different testing approaches used and their validity is not always sufficient. At the same time they are inappropriate. Consequently the rubber characterization methods were analyzed. The focal point of the investigations was to find out the method most correlated to the rubber behavior of the rubber compound during processing and to the properties of the final product. As an approach to this problem statistical methods of the process analysis, like correlation analysis or regression were used. The validity of the rubber compound testing methods was determined by correlational coefficient and the coefficient of certainty. The results showed that there is a direct correlation between the viscous and elastic compound properties and the qualities of the final product. In addition to that the rheological properties of the rubber mixture gives valuable information about the processing behavior in an injection molding machine and mold. The investigations were carried out using various measuring methods such as Rubber Process Analyzer (RPA), High Pressure Rheo-

meter, Rheovulkameter, Mooney Viscometer. The RPA and the Mooney-Viscometer measurements proved to be the most accurately (reliable) of the method used.

There are a lot of statistical designs of experiments and mathematical approaches that can be used not only to optimize the testing phase of new rubber mixtures but also for the development of new processes. This chapter focuses on the practical application of the optimization algorithm e.g. the optimization of the Mooney-Viscosity and also on the optimization of the entire process chain : Mixing – Preparation – Transfer Molding. In the second part intensive testing of the optimization of the production process of the railway rubber-metal spring was carried out. The findings are so conclusive that they allowed the identification of the optimal process settings to achieve optimal part properties after only few experiments and a few analyzing steps. These settings are very accurate and ensure the stability of the process when used.

This thesis also covers the development and application of mathematical models for online-prediction of the compound properties during the mixing process in an internal mixer using Artificial Neural Networks (ANN) and linear regression analysis. These methods were used to predict the different rubber compound properties based on different types of rubber and on different fillers (carbon blacks and silica). Using the regression models in most cases it was possible to describe the interrelationship with a very high level of certainty. The advantages of using models based on ANN were evident when dealing with non linear interrelationships, e.g. (for silica-compound) In this case it was possible to achieve coefficients of certainty of about 90%. It was possible to prove the practical relevance of this modeling method for a tire compound produced in a 320 liters production internal rubber mixer. In this case it was possible to calculate the compound property – Mooney-viscosity with a high degree of certainty using ANN. Based on the results, an online prediction system was developed, presented and explored in this thesis. This system can be used in practice to reduce the number of compound tests carried out for quality control in the rubber industry.

9 Verzeichnis der verwendeten Abkürzungen und Zeichen

$\dot{\gamma}$	-	Schergeschwindigkeit
τ_w	-	Wandschubspannung
α	-	Signifikanzniveau
β	-	Gleichungskoeffizienten
ε_R	-	Reißdehnung
σ_R	-	Reißspannung
ν	-	Anzahl der Freiheitsgrade
ν	-	Vernetzungsdichte
φ_R	-	Volumenanteil des Rußes
σ	-	Standardabweichung
A_B	-	Oberfläche des untersuchten Bildausschnittes
A_R	-	Oberfläche eines sichtbaren Rußpartikels
$c^*_{dyn}, c'_{dyn}, c''_{dyn}$	-	dynamische Federsteifigkeit – komplexer, elastischer, viskoser Anteil
$c_{p, m}$	-	Prozess- und Maschinenfähigkeitsindices
DOE	-	Design of Experiments
D_i	-	Durchmesser des i-ten Rußpartikels
D_K	-	Dispersionskoeffizient
D_n	-	Rußpartikeldurchmesser - anteilmittelt
D_w	-	Rußpartikeldurchmesser - gewichtsmittelt

e_i	-	Residuen
f	-	Medaliafaktor
F_{rest}	-	Restkraft
F_{vor}	-	Vorspannkraft
G^*, G', G''	-	komplexer Schubmodul, Speichermodul, Verlustmodul
$\hat{y}_i$	-	berechnete Werte des Regressionspolynoms
k	-	Faktoren
M. E., M.U	-	Mooney-Einheit, Mooney-Unit
$n, n_{(i)}$	-	Anzahl der Versuchswiederholungen, Stufenzahl, Drehzahl, Anzahl der Rußpartikel mit dem Durchmesser D_i
$N_{w, o}$	-	Anzahl der Versuchseinstellungen (Würfel, Zentralpunkt)
NF	-	Rotordrehzahl während der Füllstoffearbeitungsphase
QM	-	Qualitätsmanagement
R	-	universelle Gaskonstante, Korrelationskoeffizient, Rohrradius
R^2	-	Bestimmtheitsmaß
SQ	-	Summe der Abweichungsquadrate
$s^2_{w, o}$	-	mittlere gewichtete Versuchsstreuung, im Würfel, im Zentralpunkt
t	-	t - Wert für die Signifikanzprüfung
T	-	absolute Temperatur
U	-	Rußverteilungskoeffizient
v_R	-	Relativgeschwindigkeit
$\dot{V}$	-	Volumenstrom
W_{verl}	-	Verlustrarbeit

x_K	-	unabhängige Variablen
y_W	-	abhängige Variable, Mittelwert aller Beobachtungen, Mittelwerte aller Würfelpunktversuche
$y_i, \bar{y}_0$	-	i-ter Beobachtungswert, Mittelwert der Zentralpunktversuche
t_{10}	-	Vulkanisationszeit bei der 10 % der Vernetzung abgeschlossen ist
t_{90}	-	Vulkanisationszeit bei der 90 % der Vernetzung abgeschlossen ist
T_{S1}	-	Scorch-Zeit
T_{S2}	-	Wendepunkt der Vulkameterkurve

10 Literaturverzeichnis

- | | | |
|--------|---|---|
| Abel00 | Abel, O.
Helbig, A.
Marquardt, W. | Optimierungsbasierte Prozessführung von Semibatch-Reaktoren, Automatisierungstechnische Praxis, atp, erscheint demnächst |
| Ande74 | Anderson, V.L.;
McLean, R.A. | „Design of Experiments A Realistic Approach“ Marcel Dekker Inc. New York 1974 |
| ASTM97 | N.N. | Annual Books of ASTM Standards, Volume 09.01, Rubber, Natural and Synthetic – General Test Methods; Carbon Black, 1997 |
| Bamb87 | Bamberger, W.
Wiedmann, W. | Verfahren zum Steuern des Mischvorganges von Kautschukmischungen in einem Innenmischer
Patentschrift DE 3035335 C2 |
| Bark94 | Barker, T.B. | „Quality by Experimental Design“ 2nd edition Marcel Dekker Inc. New York 1994 |
| Baru96 | Baruschke, P. | Das ISO-Norm-Zertifikat allein ist keine Garantie für Erfolg, in: BddW 39 (1996) 54, S. 10 |
| Benf85 | Benfer, W. | Rechnergestützte Auslegung von Spritzgießwerkzeugen für Elastomere
Dissertation an der RWTH Aachen 1985 |
| Berg99 | Bergold, S.
Pfeiffer, B.-M.
Pandit, M. | Entwurf und Erprobung eines Entkopplungsreglers am Beispiel einer Rektifikationskolonne, Automatisierungstechnische Praxis, 41 (1999) 3, S. 25-34 |
| Bhot91 | Bhote, K. R. | World Class Quality: Using Design of Experiments to Make It Happen, Amacom, New York, 1991 |
| Bley89 | Bleymüller, J.
Gehlert, G.
Gülicher, H. | Statistik für Wirtschaftswissenschaftler
Verlag Franz Vahlen, München, 1989 |
| Boon63 | Boonstra, B.
Medalia, A. | Effect of Carbon Black on the Mechanical Properties of Vulcanizates
Rubber Chem. Technol. 36 (1963) 115 |
| Boon77 | Boonstra, B. | Resistivity of unvulcanized Compounds of Rubber and Carbon Black
Rubber Chem. Technol. 50 (1977) 194 |
| Box51 | Box, G.E.P.;
Wilson, K.B. | „On the Experimental Attainment of Optimum Conditions“ Journal of the Royal Statistical Society 13 (1951) 1 S. 1-45 |

-
- | | | |
|--------|--|---|
| Box57 | Box, G.E.P. | „Evolutionary Operation A Method for increasing Industrial Productivity“ Applied Statistics 6 1957 |
| Box60 | Box, G.E.P.; Behnken, D.W. | „Some New Tree Level Designs for the Study of Quantitative Variables“ Technometrics 2 1960 |
| Box75 | Box, G.E.P.; Draper, N.R. | „Das EVOP-Verfahren“ Reihe Orientierung und Entscheidung 77 Oldenburg Verlag München Wien 1975 |
| Box78 | Box, G.E.P.; Hunter, W. | „Statistics for Experiments“ John Wiley & Sons New York 1978 |
| Box87 | Box, G.E.P.; Draper, N.R. | „Empirical Model-Building and Response Surfaces“ John Wiley & Sons Inc. New York 1987 |
| Bree93 | Breemhaar, W.
Koopmann, R.
Markert, J.
Noordermeer, J. | Comparative Evaluation of Various Processability Test Methods on four Classes of Raw Rubber, Kautschuk Gummi Kunststoffe, 46 (1993) 12, S. 957-967 |
| Bren95 | Brenner, A. | Bestimmung von qualitätsrelevanten Material- und Prozessdaten bei der Herstellung und Verarbeitung einer Gummimischung im Spritzgießverfahren
Unveröffentlichte Diplomarbeit am IKV, RWTH Aachen, 1995
Betreuer: U. Meiertoberens |
| Burh92 | Burhin, H.G. | The Monsanto MDR 2000E in Testing of Cure Kinetics - A Tool to Improve Cured Rubber Article Quality
Kautschuk + Gummi, Kunststoffe 45 (1992) 10, S. 866-870 |
| Burh94 | Burhin, H.G. | Improved Techniques for Charakterization of Polymer and Compounds before, during and after Cure
Kautschuk + Gummi, Kunststoffe 47 (1994) 4, S. 262-267 |
| Busc82 | Buschhaus, F. | Automatisierung beim Spritzgießen von Duroplasten und Elastomeren
Dissertation an der RWTH Aachen 1982 |
| Busc89 | Busch, E.
Groth, V.
Pogatzki, V.W.
Potthoff, A.
Wetzel, H.E. | Prüfgerät für den Vulkanisationsgrad
Kautschuk + Gummi, Kunststoffe 42 (1989) 9, S. 782-787 |
| Buss00 | Bußmann, M. | Fa. Freudenberg Dichtungs- und Schwingungstechnik KG
Persönliche Mitteilung, Weinheim 2000 |

-
- | | | |
|--------|---------------------------------|---|
| Cemb82 | Cembrola, R. | The Relationship of Carbon Black Dispersion to Electrical Resistivity and Vulcanizate Physical Properties
Polym. Eng. Sci. 22 (1982) 601 |
| Coch50 | Cochran, W.G.;
Cox, G.M. | „Experimental Designs“ 1st edition John Wiley & Sons Inc. New York 1950 |
| Coch57 | Cochran, W.G.;
Cox, G.M. | „Experimental Designs“ 2nd edition John Wiley & Sons Inc. New York 1957 |
| Cora92 | Coran, A. | The dispersion of carbon black in rubber. Part I.-III. Rapid method for assessing quality of dispersion
Rubber Chem. Technol. 65 (1992) 973 |
| Dann52 | Dannenberg, E.H. | Ind. Eng. Chem. 44, 813 (1952) |
| Deal78 | Dealy, J.M. | Rheometers for Molten Plastics
Van Nostrand Reinhold Company, New York, 1978 |
| Detr96 | Detroit, Ch. | Anwendung und Überprüfung des Zeit-Temperatur-Verschiebungsprinzips auf das mechanische Werkstoffverhalten von Elastomeren
Unveröffentlichter Rotierbericht am IKV RWTH Aachen, 1996
Betreuer: Markus Stommel |
| Diad91 | N. N. | Diadago-Anwenderhandbuch Version 4.0
Gesellschaft für Strukturanalyse mbH Aachen, 1991 |
| Dick93 | Dick, J. S.
Pawlowski, H. A. | Applications for the rubber process analyzer
Rubber & Plastics News 1993, |
| Din83 | N.N. | Prüfungen von Werkstoffen für die Elektrotechnik
DIN 53 482, (1983) |
| Din83b | N.N. | Vulkametrie
DIN 53529, (1983) |
| Din85 | N.N. | Bestimmung von Reißfestigkeit, Zugfestigkeit, Reißdehnung und Spannungswerten im Zugversuch,
DIN 53 504, (1985) |
| Din87 | N.N. | Messung der Kugeldruckhärte-IRHD
DIN 53 519, (1987) |

-
- | | | |
|--------|---|---|
| Din87a | N.N. | Härteprüfung nach Shore A und Shore D
DIN 53 505, (1987) |
| Din90 | N.N. | Prüfung mit dem Scherscheiben-Viskosimeter
nach Mooney
DIN 53523, (1990) |
| Din94 | DIN EN ISO 9000 | „Normen zum Qualitätsmanagement und zur Qualitätssicherung /
QM Darlegung“ Beuth Verlag Berlin 1994 |
| Din97 | N.N. | DIN-Katalog für technische Regeln, Beuth Verlag GmbH, 1997 |
| Ditt99 | Dittmar, R. | Modellgestützte prädiktive Regelung eines Destillationskolonnen-
systems in einer Gaszerlegungsanlage, Automatisierungstechni-
sche Praxis, 41 (1999) 5, S. 26-36 |
| Drey93 | Dreyer, H.;Mahlig,
H.-J. | „Statistische Versuchsmethodik“ 2. Auflage Q-DAS Birkenau
1993 |
| Ecke98 | Eckenberg, D. | Die Anwendung des Zahnradextruders in der Mischungsherstellung,
in: „Mischungsherstellung - der Kernbereich der Elastomerverarbei-
tung, VDI-Verlag, Düsseldorf 1998 |
| Eibl95 | Eibl, M.
Kersting, F.-J.
Schuler, H.
Schlosser, G. | Qualitätslenkung mit Methoden der Prozessführung – Grundlagen
und Beispiele, Automatisierungstechnische Praxis-Seminar, Auto-
matisierungstechnische Praxis, 37 (1995) 3-6, S13-S28 |
| Elli95 | Elliott, J.G. | „Applied Experimental Design- An Elementary Approach“ Elliott
Hendersonville 1995 |
| Flam95 | Flamm, R. | „Entwicklung eines Systemkonzeptes zur wissensbasierten sys-
temtechnisch unterstützten Versuchsmethodik“, Dissertation an
der RWTH-Aachen, Beuth Verlag Berlin, Wien, Zürich 1995 |
| Frea92 | Freakley, P. K. | Distributive mixing characteristic of batch
internal mixers
Rubber Chemistry and Technology
65 (1992) 4, S. 706-714 |
| Frid91 | Friedl-Haarde, S. | Die Homogenität der elektrischen Leitfähigkeit von Ruß-Polymer-
Mischungen Dissertation an der Universität Hannover, 1991 |
| Frie90 | Friedl, D. | Untersuchung zur statistischen Modellbildung am Beispiel der
Bestimmung der Abhängigkeiten zwischen Formteilqualitäts-
merkmalen und Prozessgrößen beim Spritzgießen eines Video-
kassettenoberteiles.
Unveröffentlichte Studienarbeit am IKV, RWTH Aachen, 1990
Betreuer: M. Gierth |

-
- | | | |
|--------|--|---|
| Fuch00 | Fuchs, F | Prozessanalyse der Aufbereitung zweier Chloroprenkautschukmischungen und Bewertung des Einflusses der Prozessschwankungen auf die Verarbeitbarkeit im Extrusionsprozess und der Aussagefähigkeit der Meßmethoden zur Mischungsfreigabe
Unveröffentlichte Studienarbeit am IKV
RWTH Aachen, 2000
Betreuer: P. Ryzko |
| Fuch01 | Fuchs, F | Entwicklung einer Online-Visualisierung des Kautschukaufbereitungsprozesses im Innenmischer und einer Online-Vorhersage der Mischungseigenschaften basierend auf der Mess- und Analysesoftware DIAdem
unveröffentlichte Studienarbeit am IKV
RWTH Aachen, erscheint demnächst
Betreuer: Ch. Linhart, P. Ryzko |
| Funt77 | Funt, J. | Mixing of Rubbers
Rubber and Plastics Research Association
of Great Britain 1977 |
| Funt89 | Funt, J.
Shieh, C.-H. | Processing and Compound Properties with Carbon Blacks in High Performance Tire Formulations
Kautschuk Gummi Kunststoffe 42, Nr. 12 (1989) |
| Geis96 | Geisler, A. | Schulungsunterlagen des Deutschen Instituts für Kautschuktechnologie (DIK) in Hannover
Hannover, 1996 |
| Gier92 | Gierth, M. | Methoden und Hilfsmittel zur prozessnahen Qualitätssicherung beim Spritzgießen von Thermoplasten
Dissertation an der RWTH Aachen, 1992 |
| Gött82 | Göttfert, O. | Das Rheovulkameter, ein Prüfgerät zur schnellen Aussage über das Verarbeitungsverhalten von Kautschukmischungen
Kautschuk + Gummi, Kunststoffe
35 (1982) 10, S. 849-857 |
| Gött98 | Göttfert, A.
Reher, E. O.
Thomas, U. | Rheometrie von Elastomeren, Informationsschrift Fa. Göttfert, 1998 |
| Graj88 | Grajewski, F. | Untersuchungen zum thermodynamischen und rheologischen Verhalten von diskontinuierlichen Innenmischern zur Kautschukaufbereitung
Dissertation an der RWTH Aachen, 1988 |
| Graj89 | Grajewski, F. | Mischen
Kapitel in: Technologie der Kautschukverarbeitung
Carl Hanser Verlag München Wien, 1989 |

-
- | | | |
|---------|--|---|
| Grey68 | Grey, J.
White, E.L. | Vorrichtung zum Messen des Wärmeübergangs
Offenlegungsschrift beim Deutschen Patentamt, P 18 10 202.8,
Anmeldetag: 21.11.1968 |
| Guns91 | Gunst, F.R.;
Mason, R.L. | „How to Construct Fractional Factorial Experiments“ American
Society for Quality Control (ASQC) Milwaukee 1991 |
| Habe96 | Haberstroh, E. | Kautschukverarbeitung
Vorlesungsumdruck an der RWTH Aachen, 1996 |
| Habe98a | Haberstroh, E.
Ryzko, P. | Neues vom Spritzgießen elastomerer Werkstoffe
Vortrag beim Seminar der Firma Freudenberg Forschungsdienste
KG, Weinheim, 9. Juni 1998 |
| Habe98b | Haberstroh, E.
Kammann, A.
Ryzko, P. | Abschlußbericht zum Gemeinschaftsforschungsprojekt “Verbes-
serte Elastomerbauteileigenschaften durch optimierten Aufberei-
tungsprozess”, IKV Aachen, 1998 |
| Habe00 | Haberstroh, E.
Ryzko, P. | Modeling of the Mixing Process and On-line-Prediction of the
Rubber Compound and
Molded Part Properties with Intelligent Process Analysis Techno-
logies,
ACS Rubber Division Spring Meeting 2000, Dallas, April 2000 |
| Hart59 | Hartley, H.O. | „Smallest Composite Design for Quadratic Response Surfaces“
Biometrics 15 1959 |
| Hart74 | Hartmann, K.;
Lezki, E.; Schäfer,
W. | „Statistische Versuchsplanung und -auswertung in der Stoffwirt-
schaft“ VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Leipzig
1974 |
| Hart89 | Hartung, J. | Statistik; Lehr- und Handbuch der angewandten Statistik
R. Oldenburg Verlag, München, 1989 |
| Hauc94 | Hauck, J. | Beurteilung der Verarbeitbarkeit von synthetischen
Kautschukmischungen mit unterschiedlichen
Prüfverfahren
Unveröffentlichte Studienarbeit am IKV
RWTH Aachen, 1994
Betreuer: U. Meiertoferens |
| Haupt89 | Haupt, M. | „Betriebspunktoptimierung kunststoffverarbeitender Prozesse“
Dissertation RWTH-Aachen 1989 |
| Heng97 | Hengesbach, G.
Klinkenberg, U. | QM-System muß gelebt werden, QZ, Carl Hanser Verlag, Mün-
chen, 42 (1997) 8, S. 872-876 |
| Henze69 | Henze, D.;
Schneider, W. | „Einfache Methoden der Versuchsplanung und Optimierung“
Bericht der Henkel KG Düsseldorf 1969 |

-
- | | | |
|----------|---|--|
| Henz93 | Henze, E. | „Methoden der Statistischen Versuchsplanung“ Studienarbeit
Institut für Kunststoffverarbeitung Aachen 1993 |
| Herb96 | Herbiet, R. | Ein Beitrag zur Verfahrensentwicklung für
hochgefüllte Kautschukmischungen und
deren Bewertung
Dissertation an der RWTH Aachen, 1996 |
| Hess80 | Hess, W. | Quantitative Carbon Black
Dispersion Analysis
Elastomerics, January 1980 |
| Hess82 | Hess, W.M.
Wiedenhaefer, J. | Product Performance and Carbon Black Dispersion
Rubber World, Septemberheft, 15(1982) |
| Hess84 | Hess, W.M.
Swor, B.A.
Micek, EG. | Influence of Carbon Black, Mixing and Compounding Variables
on Dispersion
Rubber Chem. Techn. 57, 959 (1984) |
| Hick64 | Hicks, C.R. | „Fundamental Concepts in the Design of Experiments“ 1st edition
Holt, Rinehart and Winston New York 1964 |
| Hill93 | Hill, A.
Buchholz, H.-V.
Wenzel, K. | Vergleich verschiedener Versuchspläne am Beispiel von Versu-
chen an einem Elastomerspritzgußformteil
VDI-Fachtagung „Kostenpotentiale in der Gummiindustrie“
Braunschweig, 16 u. 17.02.1993 |
| Hiss82 | Hiss, E. | Meßfühler
Offenlegungsschrift beim Deutschen Patentamt, P 32 13 902.0,
Anmeldetag: 15.04.1982 |
| Hoff97 | Hoffmann, M.
Pacyna, H.
Wirnsperger, J. | Was beim Bananenkauf zu beachten ist...., QZ, Carl Hanser Ver-
lag, München, 42 (1997) 8, S.898-902 |
| Hopf98 | Hopf, J. | Einfluss der Eingangsqualität – Wie soll eine gute Rohstoffeingangs-
kontrolle aufgebaut sein,
in „Mischungsherstellung - der Kernbereich der Elastomerverarbei-
tung, VDI-Verlag GmbH, Düsseldorf 1998 |
| Jank85 | Janke, W. | Rechnergeführtes Spritzgießen von Elastomeren
Dissertation an der RWTH Aachen 1985 |
| [Jent83] | Jentzsch, J.
Michael, H.
Floher, J. | Regelung des Mischprozesses auf der energetischen Prozessvari-
ablen des Innenmischers
Kautschukmischen im Innenmischer II
Plaste und Kautschuk 30 (1983) 3, S. 160-163 |
| Jido96 | N.N. | Handbuch zum Prüfgerät Jidoka S 101 der Firma CAS, Reinbek
1996 |

-
- | | | |
|---------|--------------------------|--|
| Jura88 | Juran, J.M.; Gryna, F.M. | „Juran’s Quality Control Handbook“ 4th edition McGraw Hill New York 1988 |
| Keck95 | Keck, R. | Messtechnik als Basis für “Total Quality Management” in der Prozessautomatisierung, atp-Seminar, Automatisierungstechnische Praxis, 36 (1994) 12 bis 37 (1995) 2, S1-S12 |
| Kemm95 | Kemmerling, M. | Entwicklung von statistischen Prozessmodellen zur On-line-Berechnung der Mischungsqualität im Innenmischer
Unveröffentlichte Diplomarbeit am IKV
RWTH Aachen, 1995
Betreuer: U. Meiertoferens |
| Kemp52 | Kempthorne, O. | „The Design and Analysis of Experiments“ John Wiley & Sons Inc. New York 1952 |
| Klei95 | Kleijnen, J.P.C. | „Screening Designs for Poly-Factor Experimentation“ Technometrics 17 1995 |
| Klep92 | Kleppmann, W.G. | Statistische Versuchsplanung-Klassisch, Taguchi oder Shainin?
Qualitätszirkel 37 (1992) 2, S. 89-92 |
| Kram96 | Kramer, H. | Rheologische Messungen und Verarbeitungsprüfungen an Rohkautschuken und Mischungen Informationsschrift der Bayer AG, KA F+E, August 1996 |
| Kret91 | Kretzschmar, H.H.G. | Prozessoptimierung beim Elastomerspritzgießen mittels statistischer Modellbildung
Dissertation an der RWTH Aachen, 1991 |
| Krey92 | Kreyszig, E. | Statistische Methoden und ihre Anwendungen
Vandenhoeck & Ruprecht, Göttingen, 1979 |
| Krot91 | Krottmaier, J. | „Versuchsplanung- Der Weg zur Qualität des Jahres 2000“ Verlag TÜV Rheinland 1991 |
| Kuhn90 | Kuhn, H. | „Klassische Versuchsplanung, Taguchi-Methode, Shainin-Methode Versuch einer Wertung“ VDI-Z 132 1990 |
| Laufs98 | Laufs, C. | Untersuchung unterschiedlicher Verfahren zur Mischungsprüfung an Elastormischungen mit gezielt variierten Eigenschaften
Unveröffentlichte Studienarbeit am IKV, RWTH Aachen, 1998
Betreuer: A. Kammann, P. Ryzko |
| Lauz99a | Lauzi, M. | Modellbasierte adaptive Regelverfahren in der Antriebstechnik, Teil 1: Ein praxisorientierter Einstieg, Automatisierungstechnische Praxis, 41 (1999) 7, S. 43-51 |

-
- | | | |
|---------|---|---|
| Lauz99b | Lauzi, M. | Modellbasierte adaptive Regelverfahren in der Antriebstechnik, Teil 2, Automatisierungstechnische Praxis, 41 (1999) |
| Lett98 | Lettowsky, Ch. | Entwicklung von Regressionsmodellen für den Mischprozess und Auswahl von verarbeitungsrelevanten Mischungseigenschaften für eine SBR-Mischung
unveröffentlichte Studienarbeit am IKV
RWTH Aachen, 1998
Betreuer: P. Ryzko (IKV)
M. Schmeitz (DIK) |
| Levi90 | Levin, N.M. | Demands on Testing and Quality Technique in the 1990
Polymer Testing
9 (1990), S. 315-327 |
| Limp91 | Limper, A. | Verfahrenstechnik der Kautschukverarbeitung
Von der Mischungsherstellung bis zum Endprodukt
am Beispiel der Extrusion
Habilitationsschrift an der RWTH Aachen, 1991 |
| Maas98 | Maas, G. | Entwicklung von Regressionsmodellen für den Spritzgießprozess und Bestimmung von verarbeitungsrelevanten Mischungseigenschaften für eine SBR-Mischung
Unveröffentlichte Studienarbeit am IKV
RWTH Aachen, erscheint Ende 1998
Betreuer: P. Ryzko |
| Mart96 | Martinetz, Th.
Gramckow, O.
Protzel, P.
Sörgel, G. | Neuronale Netze zur Steuerung von Walzstrassen, Automatisierungstechnische Praxis, 38 (1996) 11, S. 28-42 |
| Masb88 | Masberg, U. | Anwendung werkstofflicher Grundlagen
in der Kunststoffverarbeitung
Vorlesungsumdruck an der RWTH Aachen, 1988 |
| Mash90 | Mashhour, T. | Analyse der Rußverteilung in Naturkautschukmischungen bei der Aufbereitung in einem Produktionsknetter
Unveröffentlichte Studienarbeit am IKV
RWTH Aachen, 1990
Betreuer: J. Sunder |
| Masi80 | Masing, W. | „Handbuch der Qualitätssicherung“ Carl Hanser Verlag München Wien, 1980 |
| Masi88 | Masing, W. | Handbuch der Qualitätssicherung
Carl Hanser Verlag München Wien, 1988 |
| Masi94 | Masing, W. | „Handbuch Qualitätsmanagement“ 3.Auflage Carl Hanser Verlag München Wien 1994 |

-
- | | | |
|---------|--|---|
| Math93 | Mathesius, C. | Entwicklung einer Messapparatur zur lokalen Bestimmung von Durchgangs- und Oberflächenwiderstand an elektrisch leitenden, rußgefüllten Kunststoffen
Unveröffentlichte Studienarbeit am IKV
RWTH Aachen, 1993
Betreuer: J. Knothe |
| Matr95 | N.N. | Anwenderhandbuch Matrox Inspector
Matrox Electronic Systems Ltd.
Quebec, Canada, 1995 |
| Maye95 | Mayers, B. | „Methodische Optimierung von Produkten und Prozessen“
WZL/IPT-Tools 2 1995 |
| Maye97 | Meyers, B. | Prozess- und Produktoptimierung mit Hilfe der statistischen Versuchsmethodik, Dissertation an der RWTH Aachen, 1997 |
| Mead88 | Mead, R. | „The Design of Experiments“ Cambridge University Press Cambridge 1988 |
| Meda65 | Medalia, A. I. | Microscopic Estimation of Carbon Black Dispersion
Rubber Age, April 1965, S. 82-93 |
| Meda86 | Medalia, A. I. | Electrical Conduction in Carbon Black Composites
Rubber Chem. Technol. 59 (1986) 432 |
| Meie95 | Meiertoberens, U. | Praktische Kriterien zur Gestaltung von Versuchsplänen zur statistischen Modellbildung für den Innenmischer
Unveröffentlichter Beitrag zur Fachbeiratsgruppe Kautschuktechnologie, IKV, Aachen 1995 |
| Meie96 | Meiertoberens, U. | Charakterisierung von Kautschukmischungen im Innenmischer mit statistischen Prozessmodellen
Dissertation an der RWTH Aachen, 1996 |
| Meie96a | Meiertoberens, U. | Statistische Versuchsmethoden beim Mischen im Innenmischer
Seminar: Innovative Technologien in der Elastomerverarbeitung.
Aachen, 29 u. 30.10.1996 |
| Meng80 | Menges, G.
Geisbüsch, P.
Targiel, G. | Fließverhalten von Kautschukmischungen und Modelle zur Werkzeugberechnung
Kautschuk + Gummi, Kunststoffe
33 (1980) 4, S. 256-260 |
| Meng86 | Menges, G.
Grajewski, F.
Limper, A.
Weyer, G. | Bessere Qualitätskontrolle durch Nachrüstung von Standardprüfgeräten
Gummi Fasern Kunststoffe
39 (1986) 3, S. 126-129 |

-
- | | | |
|---------|---|--|
| Meng87 | Menges, G.
Grajewski, F. | Process Anaysis of a Laboratory Internal Mixer
Kautschuk Gummi Kunststoffe
(40) 1987 5, S.467-470 |
| Mesc93a | Mesch, F. | Statistische Qualitätsregelung bei Stückgut und Fließprozessen,
Teil 1, atp-Automatisierungstechnische Praxis 35 (1993) 10, S.
553 - 562 |
| Mesc93b | Mesch, F. | Statistische Qualitätsregelung bei Stückgut und Fließprozessen,
Teil 2, atp-Automatisierungstechnische Praxis 35 (1993) 11, S.
603 - 609 |
| Mich84 | Michaeli, W. | Das Mischen von Kautschuk und Zuschlagstoffen
in: Der Mischbetrieb in der Gummiindustrie
VDI-Verlag, Düsseldorf, 1984,
S. 5-23 |
| Mich92 | Michaeli, W. | Einführung in die Kunststoffverarbeitung
Carl Hanser Verlag München Wien 1992 |
| Mich93 | Michaeli, W. | Werkstoffkunde II
Vorlesungsumdruck an der RWTH Aachen, 1993 |
| Mich94 | Michaeli, W.
Bluhm, R.
Vaculik, R.
Wybitul, K. | Formteilfehler sicher erkennen - Online-Qualitätsüberwachung für
attributive Merkmale
Kunststoffe 84 (1994) 8, S. 979-982 |
| Mich94a | Michaeli, W.
Hohenauer, K.
Vaculik, R.
Bluhm, R. | Konstante Formteilqualität durch
modellgestützte Regelung
Plaste und Kautschuk 41 (1994) 5, S. 237-244 |
| Mich98 | Michaeli, W.
Schuster, R. H. | Entwicklung und Untersuchung von Methoden zur Charakterisie-
rung von Elastormischungen im Hinblick auf Verarbeitungs-
verhalten und erzielbare Produkteigenschaften von spritzgegosse-
nen Elastomerformteilen
Abschlussbericht zum Forschungsvorhaben Nr. AiF/DKG 10815
N, Aachen, Hannover, 1995 |
| Mitt90 | Mittmann, B. | „Qualitätsplanung mit den Methoden von Shainin“ QZ 35 1990 |
| Mons95 | N.N. | RPA 2000™ Rubber Process Analyser
Operating Instructions
Flexsys Rubber Instruments, 1995 |
| Mont76 | Montgomery, D.C. | „Design and Analysis of Expriments“ 1st edition John Wiley &
Sons Inc. New York 1976 |
| Mont82 | Montgomery, D.C.
Peck, E. A. | Introduction to linear regression analysis
John Wiley & Sons, Inc. 1982 |

-
- | | | |
|--------|---|---|
| Mont91 | Montgomery, D.C. | „Design and Analysis of Experiments“ 3rd edition John Wiley & Sons Inc. New York 1991 |
| Moos97 | Moos, K.-H. | Möglichkeiten und Grenzen der praxisnahen Beurteilung der Verarbeitbarkeit von Elastormischungen mit vereinfachten rheologischen Prüfungen. In: Mischungsherstellung - der Kernbereich der Elastomerverarbeitung, Düsseldorf: VDI-Verlag 1997 |
| Müll78 | Müller, R. | „Statistische Versuchsplanung- Grundsätze und praktische Möglichkeiten bei geringem Versuchsaufwand“ Zeitschrift für wirtschaftliche Fertigung und Automatisierung, 73 (1978) |
| Nede92 | Nedeß, Ch.
Holst, G. | Hilfen für die statistische Versuchsplanung?
Taguchis orthogonale Felder und lineare Graphen
Teil 1: Qualitätszirkel
37 (1992) 2, S. 93-97
Teil 2: Qualitätszirkel
37 (1992) 3, S. 157-159
Teil 3: Qualitätszirkel
37 (1992) 4, S. 202-204 |
| Nijm00 | Nijman, G. | Vredestein Banden B.V.
Persönliche Mitteilung, Enschede/ Niederlande 2000 |
| Oliv99 | Olivera, R.
Volk, N.
Simutis, R.
Lübbert, A. | Hybride Methoden zur Optimierung biotechnischer Produktionsprozesse, Automatisierungstechnische Praxis, 41 (1999) 3, S. 12-24 |
| Pahl82 | Pahl, M.
Balduhn, R.
Linnemann, D. | Praktische Rheologie der Kunststoffschmelzen und Lösungen
VDI-Gesellschaft Kunststofftechnik, Düsseldorf, 1982 |
| Pata98 | Patak, J. | Entwicklung von Regressionsmodellen für den Spritzgießprozess und Bestimmung von verarbeitungsrelevanten Mischungseigenschaften für verschiedene SBR- und EPDM-Mischungen
Unveröffentlichte Studienarbeit am IKV
RWTH Aachen, erscheint Ende 1998
Betreuer: P. Ryzko |
| Pate92 | N. N. | Antrag auf europäisches Patent Nr. 0 501 227 A1
Antragsteller: Michelin, 12.02.1992 |
| Pate94 | Herbiet, R.
Braun, M. | Patentanmeldung beim Deutschen Patentamt
am 21.02.1994 unter Nr. P 44 05 540.4 |
| Payn65 | Payne, A. | Effect of dispersion on the dynamic Properties of Filler-Loaded Rubbers
Journal of App. Polym. Sci. Vol 9 (1965) 2273 |

-
- | | | |
|--------|--|---|
| Pete91 | Petersen, H. | „Grundlagen der Statistik und der statistischen Versuchsplanung“
Band 2- Grundlagen der statistischen Versuchsplanung Ecomed
Landsberg/ Lech 1991 |
| Pete96 | Peters, H. | Anwendung künstlicher neuronaler Netze in Überwachungssystemen, Automatisierungstechnische Praxis, 38 (1996) 11, S. 37-46 |
| Pfei92 | Pfeifer, T.
Flamm, R.
Gimpel, B. | „Fehlerverhütung vor Produktionsbeginn durch Verfahren der Statistischen Versuchsmethodik“ Forschungskuratorium Maschinenbau e.V. Frankfurt/Main 1992 |
| Pfei95 | Pfeifer, T. | „Forschungsbericht Bauteilprüfung und Qualitätssicherung“
Arbeits- und Ergebnisbericht Sonderforschungsbereich 332 Produktionstechnik für Bauteile aus nichtmetallischen Faserverbundwerkstoffen, RWTH Aachen, 1995 |
| Pfei96 | Pfeifer, T. | „Qualitätsmanagement Strategien, Methoden, Techniken“ 2. Auflage , Carl Hanser Verlag München Wien, 1996 |
| Plac46 | Plackett, R.L.
Burmman, J.P. | „The Design of Optimum Multifactorial Experiments“ Biometrika 33 1946 |
| Poga91 | Pogatzki, V. W.
Timm, T.
Rahm, W. | Viskoelastisches Verhalten als Qualitätsmerkmal
Kunststoffe, 81 (1991) 6 |
| Pohl97 | Pohl, T. C. | Durchgängige Analyse von Einflüssen bei der
Aufbereitung und Verarbeitung einer
Gummimischung im Transfer-Moulding-Verfahren
Unveröffentlichte Studienarbeit am IKV
RWTH Aachen, 1997
Betreuer: P. Ryzko |
| Pote92 | Potente, H.
Natrop, J.
Hanning, D. | Konzepte zur Qualitätssicherung, Kunststoffe, Carl Hanser Verlag, 82 (1992) 11,, S. 1078-1083 |
| Pote98 | Potente, H.
Schöppner, V.
Heim, H.-P.
Huchtenmeier, Th.
Krell, B.
Ujma, A.
Wenniges, Th. | Optimierung mit Hilfe statistischer Modelle, Kunststoffberater, (1998) 3, S. 27-35 |
| Prom94 | N. N | Technisches Handbuch zum Softwaresystem PROMON,
Hrsg.: Fa. Gierth & Wybitul Ingenieurgesellschaft mbH,
Baesweiler, 1994 |

-
- | | | |
|--------|--|---|
| Quen92 | Quentin, H. | „Grundzüge, Anwendungsmöglichkeiten und Grenzen der Shainin-Methoden- Teil 2 Versuchsmethoden“ QZ 37 1992 |
| Quen94 | Quentin, H. | „Versuchsmethoden im Qualitäts-Engineering“ Friedrich Vieweg & Sohn Braunschweig Wiesbaden 1994 |
| Rabe93 | Rabe, J. | SPC als Grundlage und Voraussetzung beim Spritzgießen technischer Präzisionsformteile, SKZ-Fachtagung „Statistische Prozeßkontrolle (SPC) im Spritzgießbetrieb" am 11./12.12.1993, Würzburg, 1993 |
| Retz75 | Retzlaff, G.
Rust, G.
Waibel, J. | „Statistische Versuchsplanung Planung naturwissenschaftlicher Experimente und ihre Auswertung mit statistischen Methoden“ Verlag Chemie, Weinheim 1975 |
| Rheo98 | N. N. | Bedienungsanleitung Rheovulkameter Fa. Göttfert, 1998 |
| Rich93 | Richmond, B. | Carbon black dispersion measurement
Presented at the 143rd meeting of the rubber div.
Denver, Colorado, USA. May 18-21, 1993 |
| Röth69 | Röthemeyer, F. | Gestaltung von Extrusionswerkzeugen unter Berücksichtigung visko-elastischer Effekte
Kunststoffe
59 (1969) 6, S. 333-338 |
| Röth74 | Röthemeyer, F. | Rheologische und thermodynamische Probleme bei der Verarbeitung von Kautschuk-Mischungen
Kautschuk + Gummi, Kunststoffe
27 (1974) 10, S. 433-438 |
| Röth80 | Röthemeyer, F. | Entwicklung und Erprobung eines Messgerätes zur Erfassung des Verarbeitungsverhaltens von Kautschukmischungen
Kautschuk + Gummi, Kunststoffe
33 (1980) 12, S. 1011-1015 |
| Rpa96 | N.N. | Bedingungsanleitung Rubber Process Analyzer (RPA 2000), Fa. Alpha Technologies, 1996 |
| Ryan89 | Ryan, T.P. | „Statistical Methods for Quality Improvement“ John Wiley & Sons Inc. New York 1989 |
| Ryzk96 | Ryzko, P. | Analyse von Reifenlaufstreifenmischungen bei der Aufbereitung in Innenmischern unterschiedlicher Größe
Diplomarbeit am IKV
RWTH Aachen, 1996
Betreuer: U. Meiertoberens |
| Ryzk99 | Ryzko, P.
Rotter, B. | Werkstoffdaten für die Verfahrensauslegung,
VDI-K, Beitrag bei der Elastomertagung in Braunschweig, 1999 |

-
- | | | |
|---------|-----------------------------------|---|
| Satt59 | Satterthwaite, F.E. | „Random Balance Experimentation“ Technometrics 1 1959 |
| Scha89 | Schansky, J. | Prozeßüberwachung durch Messung flächenbezogener Wärme-
ströme
Unveröffentlichte Studienarbeit an der RWTH-Aachen, 1989
Betreuer: M. Mahlke |
| Schäf91 | Schäfer, I. | Qualitätssicherung beim Spritzgießen mit Hilfe von Prozesskenn-
zahlen
Unveröffentlichte Diplomarbeit am IKV
RWTH Aachen, 1991
Betreuer: M. Gierth |
| Schap95 | Schaps, H. | Analyse der Verarbeitbarkeit von Naturkautschukmischungen mit
unterschiedlichen Prüfverfahren.
Unveröffentlichte Studienarbeit am IKV,
RWTH Aachen, 1995
Betreuer: Meiertoberens, U.; Ehrig, F. |
| Sche74 | Scheffler, E. | „Einführung in die Praxis der statistischen Versuchsplanung“ 1.
Auflage VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Leipzig
1974 |
| Sche86 | Scheffler, E. | „Einführung in die Praxis der statistischen Versuchsplanung“ 2.
Auflage VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Leipzig
1986 |
| Schi89 | Schick, P. | „Systemoptimierung- Parametrische Systemauslegung durch
geplante Versuche“ Bayerische Motorenwerke München 1989 |
| Schm84 | Schmid, H.-M. | Qualitäts- und Produktivitätsverbesserungen
im Innenmischer
Beitrag in: Der Mischbetrieb in der Gummi-Industrie
VDI Gesellschaft Kunststofftechnik
Düsseldorf, 1984 |
| Schm88 | Schmidt, S.R.
Launsbury, R.G. | „Understanding Industrial Designed Experiments“ 1st edition Air
Academy Press Colorado Springs 1988 |
| Schm89 | Schmid, H.-M. | Produktivitätssteigerungen und Wirtschaftlichkeitserhöhungen von
Mischerteilen
Kautschuk Gummi Kunststoffe 42. Jahrgang
Nr.1/89 |
| Schm92 | Schmidt, S.R.;
Launsbury, R.G. | „Understanding Industrial Designed Experiments“ 3rd edition Air
Academy Press Colorado Springs 1992 |

-
- | | | |
|--------|---|---|
| Schm96 | Schmeitz, M. | Beschreibung des Mischprozesses im Innenmischer mit unterschiedlichen mathematischen Modellierungsansätzen
Unveröffentlichte Studienarbeit am IKV
RWTH Aachen, 1996
Betreuer: U. Meiertoberens |
| Schn85 | Schneider, W. | Spritzpressen technischer Gummi-formteile
Dissertation an der RWTH Aachen 1985 |
| Schn86 | Schneider, Ch. | Das Verarbeitungsverhalten von Elastomeren im Spritzgießprozess
Dissertation an der RWTH Aachen 1986 |
| Schu91 | Schulze, C. | „Einflussgrößenanalyse im Vorfeld der Statistischen Versuchsplanung“ QZ 36 Carl Hanser Verlag München 1991 |
| Schu95 | Schutt, S. | Bildung von qualitätsrelevanten Kennzahlen aus gemessenen Kurvenverläufen von Prozessgrößen im Innenmischer.
Unveröffentlichte Studienarbeit am IKV,
RWTH Aachen, 1995
Betreuer: Meiertoberens, U. |
| Seu92 | Seuthe, A. | Qualität im Spritzgießbetrieb, Kunststoffberater (1992) 11, S. 34 - 42 |
| Shew31 | Shewart, W. | Economic Control of Quality of Manufactured Product
D. van Nostrand Corp., New York, 1931 |
| Snee85 | Snee, R.D.
Hare, L.B.
Trout, J.R. | „Experiments in Industry- Design, Analysis and Interpretation of Relults“ American Society of Quality Control (ASQC) Milwaukee, 1985 |
| Solt96 | Soltysiak, J. T. | Modellbasierte Qualitätslenkung mit statistischen Methoden – Grundprinzipien und Praxis, Automatisierungstechnische Praxis, 38 (1996) 5, S. 42-49 |
| Spen91 | Spenhoff, E. | „Prozesssicherheit- Durch Statistische Versuchsplanung in Forschung, Entwicklung und Produktion“ gfmt München 1991 |
| Stat96 | N. N. | STATISTICA for Windows (Volume I): General Conventions & Statistics I
StatSoft, Inc.
Tulsa, 1996 |
| Stat00 | N. N. | STATISTICA for Windows (Volume I): General Conventions & Statistics I
StatSoft, Inc.
Tulsa, 2000 |

-
- | | | |
|--------|---|---|
| Stru90 | Struck, M. | „Industrielle versuchsmethodik im Rahmen eines umfassenden Qualitätsmanagements“ Fachtagung Industrielle Versuchsmethodik VDI 1990 |
| Sund92 | Sunder, J. | Regelung und Optimierung des Mischprozesses von Elastomercompounds im Innenmischer
Dissertation an der RWTH Aachen, 1992 |
| Vacu94 | Vaculik, R. | „Untersuchung zur optimalen Anwendung der Statistischen Versuchsplanung beim Einrichten und Überwachen des Thermoplastspritzgießprozesses“ Abschlußbericht zum Forschungsvorhaben Nr. 8886 IKV Aachen 1994 |
| Venn91 | Vennemann, N.
Lüpfert, S. | Mooney-Relaxationsprüfung mit FFT-Analyse eine neue Methode zur schnellen rheologischen Charakterisierung von Kautschukmischungen, Kautschuk-Gummi-Kunststoffe, 44 (1991) 3 |
| Voo99 | Voos, H.
Hartel, H.
Schnitt, P. | Optimierung der Wickelgüte in der Spinnvliesproduktion mit Fuzzy Control, Automatisierungstechnische Praxis, 41 (1999) 6, S. 48-54 |
| Wats89 | Watson, G.S. | „A Study of the Group-Screening Method“ Technometrics 3 1961 |
| Weye87 | Weyer, G. | Automatische Herstellung von Elastomerartikeln im Spritzgießverfahren
Dissertation an der RWTH Aachen 1987 |
| Whee89 | Wheeler, D.J. | „Tables of Screening Designs“ 2nd edition SPC Press Knoxville 1989 |
| Whee90 | Wheeler, D.J. | „Understanding Industrial Experimentation“ 2nd edition SPC Press Knoxville 1990 |
| Wolf89 | Wolff, S. | Kautschukchemikalien und Füllstoffe in der modernen Kautschuktechnologie.
Weiterbildungsstudium Kautschuktechnologie
Universität Hannover Wintersemester 1989/1990 |
| Wolf91 | Wolff, S. | Optimization of Silane-Silica OTR Compounds. Part 1: Variations of Mixing Temperature and Time during the Modification of Silica with Bis-(3Triethoxysilylpropyl)- Tetrasulfide.
in: Rubber Chemistry and Technology
1981, S. 966-988 |
| Wolf93 | Wolff, S.
Görl, U.
Wang, M.-J.
Wolff, W. | Silica-Based Tread Compounds: Background and Performance.
Technische Information, Degussa AG
Hürth, 25.10.1993 |

- | | | |
|---------|-------------|--|
| Wolf93a | Wolff, S. | Silica-based tread compounds: Background and performance.
Paper presented at the TYRETECH '93 Conference
Basel / Switzerland, October 28-29, 1993 |
| Wybi90 | Wybitul, K. | Untersuchungen zur statistischen
Prozesskontrolle mit Hilfe von Prozesskenngrößen beim Spritzgie-
ßen eines Pumpengehäuses
Unveröffentlichte Studienarbeit am IKV
RWTH Aachen, 1990
Betreuer: M. Gierth |
| Zieb90 | Ziebart, U. | „Versuchsmethodik nach Shainin“ Fachtagung Industrielle Ver-
suchsmethodik, Leonberg, 1990 |

11 Anhang: Kenngrößenverzeichnis

11.1 Systematische Bezeichnung von Prozesskenngrößen im Mischprozess

Name der Kennzahl:	AA	B	CC
Prozessparameter			
Prozessphase			
mathematische Verarbeitung			

1) Prozessparameter - **AA**:

LK	Leistung mit Leerlaufkorrektur
SS	Stempelweg
TM	Massetemperatur
TW	mittlere Wandtemperatur
TD	Temperaturdifferenz Masse - Wand
ZE	Mischzeit

- 2) Phase - **B**: 1 bis 10
 O – alle Phasen beim geöffneten Stempel (oben)
 U – alle Phasen beim geschlossenen Stempel (unten)

3) mathematische Verarbeitung - **CC**:

MX	Maximalwert
MN	Minimalwert
MI	Mittelwert
IN	Integral (Zeit)
EN	Endwert
LG	Zeitintervall
TX	Zeitpunkt des Maximums
T1	Zeitpunkt des 1. lokalen Minimums
T2	Zeitpunkt des 2. lokalen Minimums
I1	Integral vor dem Maximum TX
I2	Integral nach dem Maximum TX

11.2 Systematische Bezeichnung von Prozesskenngrößen im Spritzgießprozess

Name der Kennzahl:	AA	B	CC	DDD
Prozessparameter				
Prozessphase				
mathematische Verarbeitung				
Indizes, Bemerkung				

Tabelle 11-1: Aufbau der Nomenklatur

Abkürzung	Prozessparameter
PH	Hydraulikdruck
TB	Oberflächentemperatur im dicken Formteilmereich
TS	Oberflächentemperatur im dünnen Formteilmereich
TU	Temperatur der unteren Werkzeughälfte
DT	Temperaturdifferenz (i.A. Wärmestromsensor)
PA	Werkzeuginnendruck gegenüber Anguss (angussnah)
PS	Werkzeuginnendruck im dünnen Formteilmereich (angussfern)
PU	Druck vor der Einspritzdüse
VS	Schneckenvorlaufgeschwindigkeit
ZT	Zeit

Tabelle 11-2: Abkürzungen für die Prozessparameter (AA)

Abkürzung	Prozessphase
E	Einspritzphase
N	Nachdruckphase
D	Dosierphase
Z	Gesamtzyklus

Tabelle 11-3: Abkürzungen der Prozessphasen (B)

Abkürzung	Mathematische Verarbeitung
MX	Maximalwert
MN	Minimalwert
MT	Mittelwert
IN	Zeitintegral
AR	Wegintegral
DX	Differential

Tabelle 11-4: Abkürzungen der mathematischen Verarbeitung (CC)

LEBENS LAUF

PERSÖNLICHE DATEN

Name:	Ryzko
Vornamen:	Peter, Jaroslaw
Geburtsdatum:	22. September 1966
Geburtsort:	Kattowitz/ Polen
Familienstand:	verheiratet, 2 Kinder
Staatsangehörigkeit:	deutsch

AUSBILDUNG:

1978 –1985	Grundschule in Kattowitz/ Polen
1978 –1985	Allgemeinbildendes Gymnasium in Kattowitz/ Polen • Abschluss: Abitur
1985 –1988	Bergbaustudium an der Schlesischen Polytechnik in Gleiwitz/ Polen • Fachrichtung: Bergbaumaschinen
1990 –1996	Maschinenbaustudium an der Rheinisch Westfälischen Technische Hochschule (RWTH) Aachen, Deutschland • Fachrichtung: Kraftfahrwesen • Abschluss: Diplom-Ingenieur des Maschinenbaus

BERUFSTÄTIGKEIT:

05/1994 – 05/1996	Studentischer Hilfswissenschaftler am Institut für Kunststoffverarbeitung (IKV) an der RWTH Aachen Institutsleiter: Prof. Dr.-Ing. Dr.-Ing. E.h. W. Michaeli • Abteilung: Extrusion und Weiterverarbeitung • Fachbereich: Kautschukaufbereitung und -extrusion
06/1996 – 12/2000	Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Kunststoffverarbeitung an der RWTH Aachen, Institutsleiter: Prof. Dr.-Ing. Dr.-Ing. E.h. W. Michaeli • Abteilung: Extrusion und Weiterverarbeitung • Fachbereich: Kautschukaufbereitung und Qualitätssicherung
seit Februar 2001	Mitarbeiter der Abteilung Verfahrenstechnik der Freudenberg Forschungsdienste KG in Weinheim