



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 697 28 538 T2** 2005.03.17

(12)

Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 0 911 359 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **697 28 538.3**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **97 830 470.7**

(96) Europäischer Anmeldetag: **25.09.1997**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **28.04.1999**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **07.04.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **17.03.2005**

(51) Int Cl.⁷: **C08K 3/36**

C08J 3/20, B60C 1/00

(73) Patentinhaber:

Pirelli Pneumatici S.p.A., Milano, IT

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AT, BE, DE, ES, FR, GB, IT, LU, NL, PT, SE

(74) Vertreter:

v. Fünér Ebbinghaus Finck Hano, 81541 München

(72) Erfinder:

Caretta, Renato, Gallarate (VA), IT; Pessina, Roberto, Paderno Dugnano (MI), IT; Proni, Antonio, Lodi (MI), IT

(54) Bezeichnung: **Kontinuierliches Verfahren zur Herstellung eines Gummimaterials mit Füllstoff aus Kieselerde und dieses Material enthaltende Reifen**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

[0001] Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Durchlaufverfahren zur Herstellung einer Kautschukmischung, die mit Schwefel heißvernetzt werden kann und eine vernetzbare ungesättigte Kette enthaltende Polymerbasis aufweist, die durch wenigstens einen Siliciumdioxid-Füllstoff und ein Siliciumdioxid-Bindemittel ergänzt ist, das wenigstens ein Schwefelatom enthält.

[0002] In der folgenden Beschreibung und in den folgenden Ansprüchen soll sich der Ausdruck – eine vernetzbare ungesättigte Kette enthaltende Polymerbasis – auf jedes natürliche oder synthetische, nicht vernetzte Polymer beziehen, das alle physikalisch-chemischen und mechanischen Eigenschaften erlangen kann, die für Elastomere nach dem Vernetzen (Vulkanisieren) mit Systemen auf Schwefelbasis typisch sind.

[0003] Für bestimmte Anwendungen sind Kautschukmischungen für Reifen erforderlich, die durch so genannte "weiße" Füllstoffe verstärkt sind. Nur als Anleitung wird hier erwähnt, dass es sich dabei um anorganische verstärkende Füllstoffe, wie Kalk, Talg, Kaolin, Bentonit, Titandioxid, Silicate verschiedener Arten und Siliciumdioxid handelt, auf die nachstehend zur Vereinfachung als Siliciumdioxid-Füllstoffe Bezug genommen wird. Insbesondere ist es bekannt, Laufflächenkautschuke zu verwenden, die verstärkende Siliciumdioxid-Füllstoffe haben, um den Abrollwiderstand des Reifens zu verringern.

[0004] Da Siliciumdioxid eine geringe Affinität für die Polymerbasis hat, ist es erforderlich, ein Siliciumdioxid-bindendes Mittel, das vorteilhafterweise aus einem Silan besteht, zuzusetzen, das in der Lage ist, das Siliciumdioxid chemisch an der Polymermatrix während der Vulkanisierung der Mischung zu befestigen. Die erwähnte chemische Befestigung wird optimal erreicht, wenn das Siliciumdioxid und das Silan zusammen in die Mischung eingeschlossen sind.

[0005] Die Notwendigkeit für ein Einschließen des Siliciumdioxids und des Silans zusammen in der Mischung setzt jedoch eine Grenze für die maximale Temperatur, die während der mechanischen Behandlung der Mischung durch das Vermischen erreicht werden kann. Die Temperatur muss sorgfältig unter 165°C gehalten werden, da sonst eine irreversible thermische Zersetzung des Bindemittels einsetzt.

[0006] Unglücklicherweise ergibt sich bei der Einhaltung dieser Temperaturgrenze eine wesentliche Reduktion genau bei dieser mechanischen Vermischaktion, die wesentlich für eine optimale Dispersion des Siliciumdioxids in der Polymermatrix ist.

[0007] Die erhaltene unzureichende Dispersion des Siliciumdioxids in der Mischung führt wiederum zu einem ganzen Bereich von Nachteilen, die im Wesentlichen in Bezug zu einer großen Variabilität und einer Nichtgleichförmigkeit der physikalisch-mechanischen Eigenschaften der Mischung zwischen einem Bereich und einem anderen steht.

[0008] Darüber hinaus erfordert das Einschließen des Vulkanisiersystems in die Mischung auch, dass eine Temperatur von 110°C während der Behandlung nicht überschritten wird. Da jeder mechanische Behandlungsvorgang eine allmähliche Temperatursteigerung der Mischung einschließt, werden die oben erwähnten Mischungen durch so genannte "chargenweise" Systeme erzeugt, d.h. in nicht fortlaufenden Mengen, von etwa 200 bis 300 Kilogramm für jede Ladung, so dass man in der Lage ist, den Behandlungszyklus zu unterbrechen, um abwechselnde Kühlzyklen während der Herstellung der Mischung durchzuführen.

[0009] Ein allgemeines Verfahren für die mechanische Verarbeitung einer Kautschukmischung mit Siliciumdioxid und Silan ist Gegenstand der Veröffentlichung "Silica based tread compounds: Background and performances" (Laufflächenverbindungen auf Siliciumdioxidbasis: Hintergrund und Ausführungen), S. 14, Tabelle IV, veröffentlicht von Degussa anlässlich der Tyretech '93-Konferenz in Basel am 28. und 29. Oktober 1993.

[0010] Bei diesem Verfahren werden der Kautschukmischung gleichzeitig Siliciumdioxid und Silan zugesetzt, während die Verarbeitungstemperatur unter 160 bis 165°C gehalten wird, um zu verhindern, dass eine vorzeitige Vernetzung des Silans durch Überschreiten dieser Temperatur stattfindet.

[0011] Aus dem US-Patent 5,227,425 ist auch ein Verfahren zur Herstellung von Laufflächenbändern bekannt, die dadurch erhalten werden, dass eine Polymerbasis aus einem Dien konjugiert mit einer vinylaromatischen Masse, die einen Vinylgruppengehalt zwischen 5% und 50% hat, gemischt wird, wobei diese Polymerbasis einen hohen Siliciumdioxidgehalt hat und ein Silan enthält.

[0012] Das Basispolymer und das Siliciumdioxid unterliegen in einem Mischer oder Extruder einer mechanischen Behandlung, bis eine Minimaltemperatur von 130°C, die jedoch 180°C nicht überschreitet, und vorzugsweise zwischen 245°C und 180°C erreicht ist. Gemäß einem weiteren Beispiel unterliegen das Polymer und das Siliciumdioxid einer mechanischen Behandlung in zwei unterschiedlichen Phasen, die durch eine Zwischenkühlphase voneinander getrennt sind. In der ersten Phase unterliegen das Basispolymer, das Siliciumdioxid und das Vernetzungsmittel einer mechanischen Behandlung bis eine Temperatur über 145°C, vorzugsweise zwischen 145 und 170°C erreicht ist.

[0013] Die erhaltene Mischung wird auf eine Temperatur unter 100°C, vorzugsweise etwa 60°C abgekühlt, und in einer zweiten Phase unterliegt sie dann einer mechanischen Behandlung in einem Banbury-Mischer (Innenmischer) zusammen mit anderen Zusatzstoffen, jedoch nicht dem Vulkanisiersystem, bis wieder eine Temperatur von zwischen 145 und 170°C erreicht ist.

[0014] Als Nächstes wird die so erhaltene Mischung wieder auf eine Temperatur unter 100°C, vorzugsweise etwa 60°C abgekühlt, wonach der Mischung mit Hilfe eines abschließenden mechanischen Behandlungsvorgangs in einem Zweizylindermischer (Außenmischer) das Vulkanisiersystems zugesetzt wird, während die Temperatur auf einem Wert unter 100°C gehalten wird.

[0015] Das italienische Patent IT 1 274 257 der gleichen Anmelderin, das auf eine Verbesserung der Dispersion des Siliciumdioxids in dem Basispolymer abzielt, beschreibt ein Verfahren, bei dem zunächst das Basispolymer mit dem Siliciumdioxid in einem geschlossenen Drehmischer (Banbury) gemischt wird, bis eine Temperatur zwischen 165 und 180°C erreicht ist, wonach die Mischung auf Raumtemperatur abgekühlt wird.

[0016] In einer zweiten Phase wird Silan zugesetzt, und die Mischung und das Silan-Bindemittel unterliegen wieder einer innigen Vermischung in einem Banbury-Mischer, bis eine Temperatur von 135°C erreicht ist, wonach die Mischung wieder auf Raumtemperatur abgekühlt wird.

[0017] In einer Endphase werden die Bestandteile des Vulkanisiersystems der Mischung zugegeben und weiter in einem Banbury-Mischer gemischt, ohne eine Temperatur von 100°C zu überschreiten.

[0018] In gleicher Weise sind aus den Patenten EP 0,258,159 B1 und US 5,409,978 eine Anzahl von Durchlaufprozessen bekannt, bei denen Siliciumkautschuke, verstärkende Füllstoffe, einschließlich Siliciumdioxid, und weitere Zusatzstoffe, einschließlich Silane, miteinander gemischt werden.

[0019] Insbesondere verwendet das Verfahren nach dem Patent EP 0,258,159 B1 einen Doppelschneckenmischer, worauf dahinter geschaltet ein Einschneckenextruder folgt, dessen Auslass mit einem Filter versehen ist, das vor einem Mundstück angeordnet ist.

[0020] Der Doppelschneckenmischer hat zwei Schnecken, die nebeneinander angeordnet sind und die in der gleichen Richtung drehen.

[0021] Die in den Doppelschneckenmischer eingeführte Charge setzt sich aus dem Basispolymer, das von Siliciumproduktherstellern lieferbar ist, aus einer pulverförmigen Charge, wie Siliciumdioxid, und Silanverbindungen zusammen.

[0022] Die Mischung verlässt den Doppelschneckenmischer bei einer Temperatur zwischen 150 und 250°C und wird direkt in den Einschneckenextruder eingeführt und geht am Ende durch den Filter und das Mundstück, aus dem sie mit einer Temperatur zwischen 120 und 220°C austritt.

[0023] Bei einem weiteren Beispiel ist erwähnt, dass die Mischung den Doppelschneckenmischer bei 231°C und bei einem Druck von 2 bar verlässt. Die Mischung wird dann zur Filterzone mit einem Druck von 70 bar gefördert und verlässt das Mundstück bei 170°C.

[0024] Diese Beschreibung gibt keinen Hinweis für die Zugabe von Vulkanisierungsmitteln.

[0025] Das Verfahren nach dem US-Patent 5,409,978 verwendet zwei Doppelschneckenmischer zur Erzielung einer Siliconkautschukmischung. Der erste Mischer hat ein Paar von Schnecken, die in der gleichen Richtung drehen, während sich in dem zweiten die Schnecken in entgegengesetzten Richtungen drehen. Die Bestandteile aus Basispolymer, Siliciumdioxid und Silan werden in dem ersten Mischer gemischt, bis eine Temperatur zwischen 200 und 300°C erreicht ist.

[0026] Das Extrudat wird direkt zu dem zweiten Mischer gefördert, den es bei einer Temperatur zwischen 150 und 300°C verlässt. Diese Temperaturen sind tolerierbar, da die verwendeten Silanbestandteile keinen Schwefel enthalten und deshalb keine vorzeitige Vulkanisierung einhalten können.

[0027] Die Kühlung kann beispielsweise unter Verwendung eines Förderbandes oder eines Extruders ausgeführt werden, der eine Einzelschnecke mit Einrichtungen für die Temperatursteuerung aufweist.

[0028] Das erhaltene Produkt wird aus einer Siliconkautschukmischung hergestellt, die in einen Siliconkautschuk durch Erhitzen umgewandelt werden kann, nachdem ein Vulkanisierungsmittel in Form eines Peroxids zugesetzt worden ist.

[0029] Eine Überprüfung des Standes der Technik zeigt, dass vollständige Beispiele einer Lehre noch nicht verfügbar oder auf andere Weise bekannt sind, die dafür verwendet werden kann, eine schnelle Ausführung von Durchlaufprozessen vorzusehen, die eine geringe oder keine Änderung der Ausrüstung aufweisen und Arbeitskosten beinhalten, um Halbfabrikate aus verstärktem Kautschuk mit Siliciumoxid-Füllstoffen, insbesondere Laufflächenbänder, herzustellen, wodurch es möglich ist, ein hohes Niveau von Gleichförmigkeit in den Eigenschaften und somit eine gute Leistung des Produkts, wenn es eingesetzt wird, zu erreichen.

[0030] Andererseits gehören Chargenprozesse unter Verwendung einer Vorrichtung, die als Banbury bekannt ist, zu einer nicht kontinuierlichen Verarbeitung von Mischungen. Obwohl die Qualität ihrer Produkte gut ist, genügen sie nicht der Anforderung für eine Verarbeitungsgeschwindigkeit und geringere Herstellungskosten, während andererseits Durchlaufprozesse, wie gezeigt, für die Herstellung von Halbfabrikaten für die Reifentechnologie, insbesondere für die Herstellung von Laufflächenbändern mit hohem Siliciumdioxidgehalt, nicht geeignet sind.

[0031] Die Durchlaufprozesse, auf die vorher beim Stand der Technik Bezug genommen wurde, führen Phasen einer Mischung eines Basispolymers aus, dem verstärkende Füllstoffe, einschließlich Siliciumdioxid und Silan Komponenten, zugesetzt sind, um einen Siliconkautschuk zu erhalten.

[0032] Als Erstes ist zu erwähnen, dass Siliconkautschuk nicht bei der Herstellung von Halbfabrikaten für Reifen, insbesondere Laufflächenbändern, verwendet werden kann und dass insbesondere die hohen Temperaturen von 200°C und darüber, wie sie bei den bekannten Durchlaufprozessen beschrieben sind, nur akzeptiert werden können, da die in Betracht gezogenen Mischungen Silane enthalten, die frei von Schwefelatomen sind. Würde die Mischung Silane mit Schwefelatomen enthalten, wie dies der Fall bei dem Verfahren der vorliegenden Erfindung ist, würde eine vorzeitige Vulkanisierung und allgemeiner eine Zersetzung des Silans bei den bei den kontinuierlichen Prozessen nach dem Stand der Technik angegebenen Temperaturen eintreten, was zu einem Anvulkanisieren der Mischung, dem Vorhandensein von Klumpen und anderen Beeinträchtigungen führen würde.

[0033] Obwohl Durchlaufprozesse unter Verwendung einer Maschinenanordnung ausgeführt werden können, die die Nichtkontinuität der dem Einsatz eines Banbury-Mischers zugeordneten Prozesse überwindet, beispielsweise von Doppelschneckenmischern und Einzelschneckenextrudern, sind sie gut für die Herstellung von Halbfabrikaten, die sich von denjenigen unterscheiden, die für den Einsatz bei Reifen erforderlich sind, und es würden, wenn sie verwendet würden, mit dieser Maschinenanordnung Reifen hergestellt, die nicht akzeptabel sind.

[0034] Ferner wurde festgestellt, dass es ein immer stärkeres Bedürfnis ist, Reifen, und somit die damit in Beziehung stehenden Halbfabrikate, insbesondere Laufflächenbänder, mit einer hochgradigen Gleichförmigkeit im industriellen Maßstab herzustellen, da bei der gegenwärtigen Marktglobalisierung alle Reifen des gleichen Modells, identischer Größe und Laufflächenauslegung für alle potenziellen Kunden und in allen Märkten das gleiche Qualitätsniveau beibehalten müssen, was insgesamt ein spezieller Punkt des Verkaufs ist, insbesondere fokussiert auf den Abriebswiderstand, die Straßenhaftung bei trockenen und nassen Bedingungen, einen geringen Rollwiderstand und ein hervorragendes Straßenhandling.

[0035] Das gleichförmige Leistungsvermögen des Laufflächenkautschuks hängt von dem Vorhandensein von gleichförmigen Eigenschaften hinsichtlich der physikalischen und chemischen Parameter der entsprechenden Mischung ab.

[0036] Die Anmelderin hat gefunden, dass von den physikalischen Parametern die Rohviskosität, die Bremsbelastung und der Modul gemessen bei 100% und bei 300% Dehnung, bestimmt an der vulkanisierten Mi-

schung, von großer Bedeutung sind, während von den chemischen Parametern der Grad der Silanisierung große Bedeutung hat. Das Ziel der Anmelderin bestand darin, eine hohe Gleichförmigkeit der Eigenschaften der Laufflächenbänder mit minimalen Normabweichungen zwischen unterschiedlichen Reifen des gleichen Typs zu erreichen.

[0037] D.h. mit anderen Worten, dass, wenn eine bestimmte Anzahl von Laufflächenbändern der gleichen Mischung in Betracht gezogen und die oben erwähnten Eigenschaften gemessen werden, man das Gefühl hat, ein gutes Ergebnis erreicht zu haben, wenn für jede Eigenschaft im Wesentlichen 100% der betrachteten Laufflächen minimale Abweichungen von dem Mittelwert für diese Eigenschaft haben.

[0038] Auf diesen Punkt wird stärker im Einzelnen und mit mehr in die Tiefe gehenden Erläuterungen später zurückgekommen.

[0039] Unglücklicherweise fehlt bei den bekannten Verfahren bezogen auf die Durchlaufprozesse eine brauchbare Information hinsichtlich dessen, wie die oben erwähnten Werte der Gleichförmigkeit bei einer minimalen Normabweichung erreicht werden können.

[0040] In diesem Bereich produzierte die Anmelderin, ausgehend von dem Stand der Technik in Bezug auf die Fertigung von Mischungen für Halbfabrikate, insbesondere Laufflächenbänder, nicht kontinuierlich, wie es in dem italienischen Patent IT 1 274 257 beschrieben ist, wandte sich jedoch dem technischen Problem der Entwicklung eines Durchlaufverfahrens zu, das sehr hohe Werte für die Gleichförmigkeit in den Mischungen bei Standardabweichungen der Werte der Module CA1 und CA3 (bei 100% und 300% Dehnung) vom Mittelwert aus ergeben würde, die kleiner als 0,5 sind, und Standardabweichungen der Viskositätswerte der Rohmischung von dem Mittelwert der Viskosität haben, die weniger als 6 und vorzugsweise weniger als 5,5 betragen.

[0041] Die Anmelderin hat intuitiv gesehen, dass das Problem durch das Verwenden eines Verfahrens basierend auf der kontinuierlichen Behandlung einer Mischung gelöst werden könnte, die aus dem Basispolymer und den verschiedenen Bestandteilen besteht, die in abgemessenen Mengen und an vorgegebenen Punkten längs einer Bahn des Mischens zugeführt werden, und durch Fördern der Mischung durch alternative Phasen, zu denen hauptsächlich das Mischen mit einem hohen Absorptionsniveau der mechanischen Arbeit, mit Phasen, zu denen der Mischungsvorschub gehört, mit einem reduzierten Absorptionspegel für Arbeit, während der spezifische Wert einiger weniger physikalischer Parameter beibehalten wird, die als Charakterisierung des Wärmeprofils der Mischung innerhalb eines vorgegebenen Bereichs angenommen werden, indem das Wärmeprofil der Mischung längs wenigstens einer definierten Strecke des Wegs reguliert wird, längs dessen die Mischung gemischt und vorwärts bewegt wird.

[0042] Vorzugsweise wird diese Steuerung dadurch ausgeführt, dass der Wert der physikalischen Parameter wenigstens an vorgegebenen Punkten des Wegs bestimmt wird.

[0043] Die Temperatur und die Viskosität werden vorzugsweise als physikalische Parameter genommen, die das oben erwähnte Wärmeprofil charakterisieren.

[0044] In einem ihrer Aspekte bezieht sich die Erfindung auf ein Verfahren zur Erzeugung einer Kautschukmasse zur Verwendung in Fahrzeuggradreifen, zu deren Bestandteilen eine vernetzbare ungesättigte Kette enthaltende Polymerbasis, wenigstens ein verstärkender Füllstoff auf Siliciumdioxidbasis, eine wenigstens ein Schwefelatom als Siliciumdioxid bindendes Mittel enthaltendes Silan und ein vulkanisierendes System auf Schwefelbasis gehören, wobei dieses Verfahren die Phasen aufweist

- Bereitstellen eines Wegs zum Mischen und Vorwärtsbewegen der Bestandteile, der eine Anfangsstrecke, eine Zwischenstrecke und eine Endstrecke hat, wobei jede der Strecken zwischen einem Einlassabschnitt und einem Auslassabschnitt gebildet wird und der Auslassabschnitt jeder Strecke im Wesentlichen mit dem Einlassabschnitt der nächsten Strecke zusammenpasst,
- kontinuierliches Zuführen der eine vernetzbare ungesättigte Kette enthaltenden Polymerbasis, des wenigstens einen verstärkenden Füllstoffs auf Siliciumbasis und des wenigstens ein Schwefelatom enthaltenden Silans in die Anfangsstrecke des Wegs zur Bildung einer Mischung,
- kontinuierliches Zuführen des vulkanisierenden Systems in den Einlassabschnitt der Endstrecke, und
- Aufrechterhalten in dem Auslassabschnitt der Anfangsstrecke von Temperatur- und Viskositätswerten für die Mischung innerhalb vorgegebener Bereiche durch Steuern des Wärmeprofils der Mischung innerhalb der Anfangsstrecke.

[0045] Vorzugsweise wird diese Steuerung dadurch ausgeführt, dass die Temperatur- und Viskositätswerte

jeweils in wenigstens einem entsprechenden ersten Zwischenabschnitt bestimmt werden, der zwischen dem Einlass- und Auslassabschnitt der ersten Strecke und, besonders bevorzugt, in dem gleichen ersten Zwischenabschnitt A liegt, der sich vorzugsweise in einem Abstand von dem Einlassabschnitt der Ausgangsstrecke befindet, der zwischen 55% und 65% des Abstandes L zwischen dem Einlass- und Auslassabschnitt der Anfangsstrecke liegt.

[0046] Besonders bevorzugt hat das oben erwähnte Wärmeprofil eine Temperatur T_A zwischen 110 und 120° und eine Viskosität η_A zwischen 540 und 660 Pa*s bei der Temperatur T_A in dem ersten Zwischenabschnitt und eine Temperatur T_C zwischen 150 und 160°C und eine Viskosität η_C zwischen 300 und 380 Pa*s bei der Temperatur T_C in dem Auslassabschnitt der Anfangsstrecke.

[0047] Vorzugsweise weist das Verfahren der Erfindung auch die Phase auf, dass die Mischung der Zwischenstrecke auf eine Weise gekühlt wird, die vor Änderungen der Umgebungstemperatur geschützt ist.

[0048] Vorzugsweise wird das oben erwähnte Wärmeprofil auch dadurch gesteuert, dass die Temperatur- und Zähigkeitswerte jeweils in wenigstens einem entsprechenden zweiten Zwischenabschnitt bestimmt werden, der zwischen dem Einlass- und Auslassabschnitt der Anfangsstrecke liegt.

[0049] Besonders bevorzugt fallen die zweiten Zwischenabschnitte in einem einzigen zweiten Zwischenabschnitt B zusammen, der sich in einem Abstand von dem Einlassabschnitt der Anfangsstrecke befindet, der zwischen 35% und 45% des Abstandes L liegt, der zwischen dem Einlass- und Auslassabschnitt der Anfangsstrecke vorhanden ist. Speziell bevorzugt hat dieses Wärmeprofil eine Temperatur T_B zwischen 55°C und 65°C und eine Viskosität η_B zwischen 8500 Pa*s und 7000 Pa*s bei der Temperatur T_B in dem zweiten Zwischenabschnitt.

[0050] Hinsichtlich der anderen Steuerstellen hat bevorzugt das Temperaturprofil eine Temperatur T_E zwischen 100 und 110°C und eine Viskosität η_E zwischen 600 und 650 Pa*s bei der Temperatur T_E an dem Einlassabschnitt der Endstrecke, und speziell bevorzugt eine Temperatur T_F nicht über 100°C und eine Viskosität η_F zwischen 550 und 600 Pa*s bei der Temperatur T_F in dem Auslassabschnitt der Endstrecke.

[0051] Vorzugsweise wird die Anfangsstrecke des Wegs zum Mischen und Vorwärtsbewegen der Mischung von einem Doppelschneckenmischer mit Schnecken gebildet, die sich vorzugsweise in entgegengesetzte Richtungen drehen. Speziell bevorzugt liegt die Drehzahl der Schnecken zwischen 45 und 55 Umdrehungen pro Minute.

[0052] Gemäß einer weiteren bevorzugten Version wird die Endstrecke des Wegs zum Mischen und Vorwärtsbewegen der Mischung von einem Einzelschneckenextruder gebildet. Speziell bevorzugt beträgt die Drehzahl der Schnecke zwischen 35 und 45 Umdrehungen pro Minute.

[0053] Bei einer bevorzugten Ausführungsform des oben erwähnten Verfahrens liegt der Durchsatz der Mischung längs des Misch- und Vorwärtsbewegungswegs zwischen 200 und 400 kg/h, vorzugsweise bei einer Vorschubgeschwindigkeit der Mischung in der Anfangsstrecke zwischen 0,5 und 1,5 cm/s und bei der Durchsatzzeit in dem Misch- und Vorschubweg vom Einlassabschnitt der Anfangsstrecke zum Auslassabschnitt der Endstrecke zwischen 5 und 10 Minuten.

[0054] Das Verfahren der vorliegenden Erfindung läuft mit einem geringen Energieverbrauch ab. Insbesondere beträgt die Leistung zum Mischen und Vorwärtsbewegen der Mischung längs des Misch- und Vorschubwegs für die Mischung insgesamt weniger als 0,250 kW/kg und liegt vorzugsweise zwischen 0,165 kW/kg und 0,200 kW/kg. Speziell bevorzugt beträgt die in der Anfangsstrecke absorbierte Leistung wenigstens 75% der gesamten auf dem Weg absorbierten Leistung.

[0055] Jedenfalls lässt sich die vorliegende Erfindung leichter anhand der folgenden Beschreibung und der beiliegenden Figuren verstehen, die lediglich als nicht begrenzende Beispiele angeführt sind, wobei in den Zeichnungen

[0056] Fig. 1 eine schematische Darstellung einer Anlage zur Durchführung des Verfahrens nach der Erfindung ist,

[0057] Fig. 2 eine erste Einzelheit der in Fig. 1 gezeigten Anlage ist,

[0058] Fig. 3 eine zweite Einzelheit der in Fig. 1 gezeigten Anlage ist,

[0059] Fig. 4 ein Diagramm ist, das die Änderung der Temperaturen zeigt, die für die Anlagen zulässig sind, die zur Durchführung des Verfahrens nach der Erfindung ausgelegt ist, und

[0060] Fig. 5 ein Diagramm ist, das das Fortschreiten der Siliciumdioxid-Silan-Reaktion bei einem Verfahren zur Herstellung von Laufflächenbändern zeigt.

[0061] Das Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung einer Masse für Reifen, die erfindungsgemäß mit einem verstärkenden Siliciumdioxid-Füllstoff gefüllt ist, besteht, wie bereits erwähnt, im Wesentlichen darin, die Bestandteile der Masse längs eines Weges zum Mischen und Vorwärtsbewegen der Mischung zu mischen, der wenigstens drei aufeinander folgende Strecken hat, nämlich eine Anfangsstrecke, eine Zwischenstrecke und eine Endstrecke, die sich voneinander nach Art und Menge der mechanischen Arbeit unterscheiden, die auf die Mischung ausgeübt wird, wenn sie sich längs der entsprechenden Strecke bewegt. Das Wärmeprofil der Mischung wird längs der gesamten Länge des Wegs mit Hilfe von Temperatur- und Viskositätswerten gesteuert, die an definierten Punkten auf dem Weg bestimmt werden, wobei dem Wärmeprofil vorzugsweise ein Verlauf zugeordnet ist, der zuerst bis zur Maximaltemperatur für die Mischung, vorzugsweise nicht über 160°C zunimmt, und dann abnimmt, und speziell bevorzugt frei von Verhaltensumkehrungen in jedem der beiden Zweige des Anstiegs bzw. der Abnahme ist.

[0062] Das oben erwähnte Verfahren wird vorzugsweise unter Verwendung der Anlage 1 von Fig. 1 durchgeführt.

[0063] Bei dem beschriebenen Beispiel ist die Anlage 1 für die Durchlaufprodukte von Massen für Laufflächenbänder oder alternativ für Laufflächenbänder für Reifen ausgelegt, die aus einer Kautschukmasse geformt werden, die hauptsächlich eine Polymerbasis, welche eine ungesättigte Kette enthält, die mit Systemen auf Schwefelbasis vernetzt werden kann, wenigstens einen verstärkenden Füllstoff auf Siliciumdioxidbasis, ein Bindemittel auf Silanbasis, das wenigstens ein Schwefelatom enthält, und ein Vulkanisiersystem aufweist.

[0064] Von den für die Zwecke der Erfindung nützlichen polymeren Basen sind Polymere oder Copolymere zu erwähnen, die eine ungesättigte Kette enthalten, die durch Polymerisierung von konjugierten Dienen und/oder Vinyl, aliphatischen oder aromatischen Monomeren erhalten wird.

[0065] Die Basispolymere können aus natürlichem Kautschuk, Poly-1,4-cis-butadien, Polychloropren, Poly-1,4-cis-isopren, Isopren/Isobuten- (wahlweise halogeniert), Butadien/Acrylnitril- oder Styrol/Butadien-Copolymeren und Styrol/Butadien/Isopren-Terpolymeren, die entweder in Lösung oder in Emulsion erhalten werden, und Ethylen/Propylen/Dien-Terpolymeren gebildet werden.

[0066] Die Anlage 1 hat im Wesentlichen einen Doppelschneckenmischer 2, der kontinuierlich von einem Ladetrichter 3 mit Polymermaterial und verschiedenen Bestandteilen beschickt wird, die aus entsprechenden Behältern 104 und 105 kommen, eine Vorrichtung 4 zum Überführen und Kühlen der Mischung und einen Einzelschneckenextruder 5, der kontinuierlich und direkt aus dem Beladetrichter der Mischung aus der Vorrichtung 4 sowie gesondert mit Bestandteilen für das Vulkanisiersystem aus Behältern 106 und 107 beschickt wird.

[0067] Insbesondere besteht der Doppelschneckenmischer 2 aus einem Extruder mit einer axialen Länge "L" gemessen zwischen einem ersten Ende O und einem zweiten Ende O', in dessen Kammer 8 zwei Schnecken Seite an Seite angeordnet sind, die vorzugsweise in entgegengesetzte Richtungen zueinander drehen. Diese Schnecken sind längs ihrer Längserstreckung mit einem geeignet geformten Gang versehen, um die Mischung innerhalb des Gehäuses des Extruders zu mischen und zu transportieren. Der Mischer bildet die Anfangsstrecke des Wegs zum Mischen und Vorwärtsbewegen der Mischung. Die Öffnung des Ladetrichters 3 an dem Gehäuse des Extruders entspricht im Wesentlichen dem Einlassabschnitt I-I der Anfangsstrecke, während die Öffnung zum Entladen des Materials in die Überführungsvorrichtung 4 im Wesentlichen dem Auslassabschnitt C-C dieser Strecke entspricht. Erfindungsgemäß hat diese Art von Mischer vorzugsweise ein Verhältnis zwischen dem Durchmesser "D" jeder Schnecke und der Länge "L" des Gehäuses des Extruders, das einen Wert zwischen 8 und 15 hat. Bei der beschriebenen Anlage, und wie hier gezeigt ist, beträgt die Länge "L" des Mixers 2 1300 mm, und das Verhältnis L/D ist gleich 10.

[0068] Der Mischer 2 kann viele unterschiedliche Ausgestaltungen aufweisen, von denen eine Anzahl sich bei den bereits im Handel verfügbaren Maschinen findet, beispielsweise bei den Maschinen und der Ausrüstung von den Firmen Farrel, Werner & Pfleiderer bzw. Pomini.

[0069] Unabhängig vom Profil der Schnecken, den Kammergrößen und dem vorgesehenen Kühlsystem muss jedenfalls der Mischer nach der Erfindung das Verarbeiten der Masse ermöglichen, die Temperatur- und Viskositätswerte längs der Kammer in einem vorgegebenen Bereich erreicht und aufrechterhält. Insbesondere wird das Wärmeprofil der der Verarbeitung unterliegenden Mischung auf der Basis von Ablesungen der Temperatur- und Viskositätswerte gesteuert, von denen jede wenigstens bei zwei Punkten längs des Mixers und vorzugsweise an wenigstens drei Punkten erfolgt.

[0070] Während es möglich ist, die Temperatur- und Viskositätswerte getrennt voneinander an gesonderten Punkten auf dem Weg zu messen, bevorzugt die Anmelderin, diese Messungen an den gleichen Abschnitten auszuführen, vorzugsweise an dem Auslassabschnitt C-C und an dem mit "A-A" in **Fig. 1** bezeichneten Abschnitt, sowie besonders bevorzugt auch an einer weiteren dritten Stelle, d.h. an dem mit "B-B" bezeichneten Abschnitt von **Fig. 1**.

[0071] Insbesondere befindet sich der Abschnitt A-A vorzugsweise in einer Entfernung von dem ersten Ende O, die zwischen 55% und 54% von L beträgt. In diesem Abschnitt liegt die Temperatur T_A der Mischung vorzugsweise zwischen 110 und 120°C und die entsprechende Viskosität η_A zwischen 540 und 660 Pa*s (Pascal-Sekunden).

[0072] An dem Auslassabschnitt C-C liegen der Temperaturwert T_C und der Viskositätswert η_C vorzugsweise zwischen 150 und 160°C bzw. zwischen 300 und 380 Pa*s.

[0073] Wie erwähnt, wird vorzugsweise das Wärmeprofil der Mischung in dem Mischer **2** an wenigstens einem weiteren dritten Punkt gesteuert, d.h. an dem Abschnitt B-B.

[0074] Genauer gesagt, der Abschnitt B-B befindet sich in einer Entfernung von dem ersten Ende O, die vorzugsweise zwischen 35% und 45% von L beträgt. In diesem Abschnitt liegt die Temperatur T_B der Mischung vorzugsweise zwischen 55 und 65°C und die entsprechende Viskosität η_B zwischen 8500 und 7000 Pa*s.

[0075] Die Temperaturen können zweckmäßigerweise unter Verwendung von Sonden bestimmt werden, die von Thermoelementen gebildet werden, die aus Eisen/Konstantan des Standard/Pomini-Typs bestehen, die durch die kommerzielle Referenz JXIL erkenntlich sind.

[0076] Die Viskositäten werden zweckmäßigerweise unter Verwendung des Rheo-Vulkameters der Firma Göttfert durch Extrudieren der Mischung durch eine Kapillare mit einem Durchmesser von 1/20 mm bei einem Druck von 80 bar über einem Zeitraum von 30 s gemessen. Aus dem durch diese Kapillare extrudierten Volumen wird der Durchsatz gemessen, und aus diesem Wert wird die Viskosität in Einheiten von Pa*s bestimmt.

[0077] Vorzugsweise werden die Messungen direkt an einer Probe der Masse vorgenommen, die aus einer speziellen Öffnung in der Kammer **8** abgezogen wird, die sich an der gewünschten Stelle befindet.

[0078] Bevorzugte Ausführungsformen der Anlage **1** werden somit von Mixern **2** gebildet, die ein Paar von Schnecken aufweisen, von denen wenigstens eine ein Profil hat, das sich von einer Zone zur anderen über der Längserstreckung der Kammer **8** unterscheidet, d.h. sie hat eine Reihe von aufeinander folgenden Profilen, die voneinander abweichen, wobei einige hauptsächlich in der Lage sind, eine intensive mechanische Verarbeitung des Materials durchzuführen (Dispergieren der Bestandteile in der Mischung, obwohl dies nicht gesondert von einer Druckwirkung für den Vorschub der Mischung verläuft), und andere besonders den Vorschub der Mischung längs des Gehäuses des Mixers erzeugen sollen, auch wenn sie zur Durchführung einer bestimmten Mischwirkung beitragen.

[0079] Die Profile der Schnecken haben einen Neigungswinkel bezogen auf die Längsachse der Schnecke, der vorzugsweise zwischen 10° und 30° in den Zonen in den intensiven Verarbeitungspegeln und zwischen 20° und 40° in den Vorschubzonen liegen.

[0080] Vorzugsweise sind vier Zonen **9**, **10**, **11**, **12** längs des Gehäuses des Mixers (**Fig. 2**) vorgesehen, zwei hauptsächlich für den Vorschub und zwei hauptsächlich für die mechanische Verarbeitung. Insbesondere sind die zweite Zone **10** und die vierte Zone **12** von dem ersten Ende O aus für die intensive mechanische Behandlung ausgelegt.

[0081] In der zweiten Zone **10** haben die zwei Schnecken vorzugsweise tangentielle Profile, und besonders bevorzugt greifen die Profile der beiden Schnecken in der Zone **12** ineinander, um die Dispersion der Kompo-

nenten in der Masse zu steigern.

[0082] Bei allen diesen Lösungen befinden sich die Abschnitte A–A und B–B in Zonen, in denen die Profile der Schnecken besonders geeignet sind, die mechanische Verarbeitung der Mischung zu intensivieren.

[0083] Die Temperatur- und Viskositätswerte der Mischung werden in den oben spezifizierten Bereichen mit Hilfe von Kühl- und Reguliervorrichtungen aufrechterhalten, die in bekannter Weise an den Extrudern der beschriebenen Anlage vorgesehen sind.

[0084] Die Reaktion des Silans mit dem Siliciumdioxid muss vorzugsweise wenigstens zu 85% beim Verlassen des Mischers abgeschlossen sein. Das Ausmaß der Reaktion wird mit Hilfe von Verfahren gemessen, die allgemein bekannt sind und nicht zur vorliegenden Erfindung gehören.

[0085] Nach der Erfindung wird die Zwischenstrecke des Wegs für das Mischen und den Vorschub der Mischung von einer Vorrichtung **4** zum Überführen und Kühlen der Mischung gebildet. Diese Kühl- und Überföhrvorrichtung ist in **Fig. 1** so dargestellt, dass ihre Längsachse zweckmäßigerweise mit der Abgabeöffnung des Mischers **2** der Zuföhröffnung eines Einschneckenextruders fluchtet, der nachstehend erörtert wird. Die Vorrichtung kann jedoch auch an anderen Positionen angeordnet werden. Außerdem kann ihre Achse verschiedene andere Ausrichtungen haben.

[0086] Die Vorrichtung **4** nach der Erfindung wird zum Kühlen der den Mischer verlassenden Mischung verwendet, um sie auf eine Temperatur unter der Vernetzungstemperatur zu bringen. Es wird im Wesentlichen ohne Einbringung mechanischer Arbeit in die Mischung abgesehen von der kleinen Menge ausgeföhrte, die zum Überföhren des Materials zwischen den Enden der Vorrichtung erforderlich ist, d.h. vom Einlassabschnitt C–C zum Auslassabschnitt E–E. Zu erwähnen ist, dass bei der bevorzugten, in **Fig. 1** gezeigten Anordnung der Auslassabschnitt C–C des Mischers **2** im Wesentlichen mit dem Einlassabschnitt C–C der Vorrichtung **4** zusammenpasst.

[0087] Es sind viele unterschiedliche bevorzugte Ausgestaltungen der Vorrichtung **4** möglich, die alle gesteuerte Kühlsysteme basierend auf der Umwälzung von gasförmigen oder flüssigen Fluiden oder beiden innerhalb der Vorrichtung haben, vorzugsweise mit einer Isolierung des Innenraums der Vorrichtung gegenüber der Außenumgebung und somit gegenüber der Umgebungstemperatur. Eine mögliche Ausgestaltung ist die Verwendung einer Archimedes-Schnecke zum Bewegen des Materials, die mit ihrer vertikalen Drehachse senkrecht zur Ebene des Auslassabschnitts der Vorrichtung angeordnet ist. Eine andere Version hat eine Vielzahl von Paaren von Zahnrädern, deren Drehzentren auf zwei geneigten Achsen angeordnet sind, die am Auslassabschnitt der Vorrichtung nahe am Einlass des Einzelschneckenextruders konvergieren. In der Stellung der maximalen Divergenz befinden sich die beiden Achsen nahe am Einlassabschnitt der Vorrichtung, d.h. am Auslassabschnitt des Doppelschneckenmischers.

[0088] Bei der ersten Lösung wurde die vertikale Anordnung der Schnecke der Vorrichtung **4** so gewählt, dass sie zur Überföhrung lediglich des Materials beiträgt, während es gleichzeitig durch Wasserzirkulation innerhalb der Archimedes-Schnecke geköhlt wird.

[0089] Bei einer stärker bevorzugten Lösung, die schematisch in **Fig. 3** dargestellt ist, hat die Vorrichtung **4** zwei Schnecken **13**, **14**, die sich in entgegengesetzte Richtungen zueinander drehen, und, wie oben erwähnt, geneigte Achsen. Das Material wird durch Umwälzen von Wasser innerhalb der Wellen des Paares von Schnecken geköhlt.

[0090] Unabhängig von der Ausgestaltung der Vorrichtung **4** ist zu beobachten, dass das aus dem Mischer **2** mit einer maximalen Temperatur von 160°C austretende Material auf eine Temperatur vorzugsweise zwischen 100 und 110°C geköhlt wird, während geprüft wird, dass die entsprechende Viskosität zwischen 650 und 600 Pa*s liegt, und kontinuierlich in den stromab befindlichen Einzelschneckenextruder zusammen mit den Bestandteilen des Vulkanisiersystems eingeföhrt wird, die in der Mischung dispergiert werden müssen, um vulkanisierbare Massen zu erzeugen.

[0091] Vorzugsweise wird das die Vorrichtung **4** verlassende Material in den Einzelschneckenextruder mit einer Temperatur von etwa 100°C eingeföhrt.

[0092] Die Endstrecke des Wegs zum Mischen und Vorwärtsbewegen der Mischung nach der Erfindung wird von einem Einzelschneckenextruder gebildet, der im Wesentlichen von einem Extruder mit der Länge "l" ge-

messen zwischen seinen beiden Enden besteht, der mit einer einzelnen Schnecke der gleichen Länge l wie das Gehäuse des Extruders versehen ist. Dieser Extruder hat über seiner Längserstreckung einen geeignet ausgebildeten Gang zum Mischen und Transportieren der Mischung innerhalb des Gehäuses des Extruders. Üblicherweise endet das Gehäuse des Extruders mit einem Auslassmundstück, das für das Extrudieren eines Halbfabrikats mit dem gewünschten Querschnitt geeignet geformt ist.

[0093] Die Öffnung des Beladetrichters an dem Gehäuse des Extruders passt im Wesentlichen in den Einlassabschnitt E–E der Endstrecke, während die Öffnung des Auslassmundstücks für das austretende Material im Wesentlichen dem Auslassabschnitt F–F der oben erwähnten Strecke angepasst ist. Diese Art eines Mixers nach der Erfindung hat ein Verhältnis zwischen dem Durchmesser " d " der Schnecke und der Länge " l " des Gehäuses des Extruders und zwischen 6 und 12.

[0094] Bei der in **Fig. 1** beschriebenen und gezeigten Anlage beträgt die Länge " l " des Extruders **5** mit der Einzelschnecke 900 mm, und das Verhältnis l/d ist gleich 10. Zu vermerken ist, dass bei der in der Figur gezeigten Anordnung der Einlassabschnitt E–E des Extruders **5** im Wesentlichen mit dem Auslassabschnitt E–E der Vorrichtung **4** zusammenpasst.

[0095] Der Einzelschneckenextruder kann eine Bauweise haben, die unter dem Namen "Pin Convert" bekannt ist, der von vielen Firmen geliefert wird, beispielsweise von der Firma "Berstoff" und der Firma "Krupp Maschinentechnik".

[0096] Vorzugsweise liegen der Temperaturwert T_F und der Viskositätswert η_F am Auslassabschnitt F–F des Extruders **5** zwischen 100 und 110°C bzw. zwischen 550 und 600 Pa*s und sind vorzugsweise nicht höher als entsprechende Werte im Einlassabschnitt.

[0097] In der hier beschriebenen Anlage hat das Auslassmundstück des Extruders **5** Abmessungen für das kontinuierliche Extrudieren einer Bahn einer Masse mit 300 bis 350 mm Breite und 6 bis 8 mm Dicke oder alternativ eines Streifens der Masse, die mit ihrem Querschnitt entsprechend der Größe eines Laufflächenbands mit gleichem Volumen ausgebildet ist.

[0098] Es wird nun eine praktische Ausführungsform des Verfahrens der Erfindung für die kontinuierliche Herstellung eines Laufflächenkautschuks beschrieben.

[0099] In den Trichter **3** werden zusammen ein Basispolymer, das mit Schwefel vernetzt werden kann und von einem Styrol-Butadien-Kautschuk (SBR) gebildet wird, verstärkende Füllstoffe einschließlich Siliciumdioxid, einem Siliciumdioxid-Bindemittel, das aus einem Silan besteht, das wenigstens ein Schwefelatom enthält, verschiedene andere Ingredienzien, ausgenommen das Vulkanisiersystem, und andere Verarbeitungsbestandteile eingebracht. Um das Einbringen des Polymers und der verstärkenden Füllstoffe zu erleichtern, ist es zweckmäßig, eine Vormischung (mit Ruß oder mit Siliciumdioxid) zu verwenden, d.h. vorgemischte Mischungen aus Polymer und verstärkendem Füllstoff.

[0100] Insbesondere entsprechen die Bestandteile der über den Trichter eingeführten Mischung den folgenden Gewichtsteilen bezogen auf 100 Gewichtsteile der Polymerbasis:

Polymerbasis, SBR-Kautschuk	100
Ruß N115 (Cabot Corporation)	30
Siliciumdioxid VN3	35
Extenderöl	1,5
Silan Si 69	3,5
Coumaron-Harz	7,5
Zinkoxid	2,5
Stearinsäure	2
Alterungshemmer 6PPD (Santoflex 13)	1,5
Ermüdungshemmer TMQ (Vulcanox)	1,5

[0101] Die Siliciumdioxidmenge kann in einem Bereich von 10 bis 90 Gewichtsteilen pro 100 Gewichtsteilen Polymerbasis bei Silan in einer Menge zwischen 4 und 15 Gewichtsteilen pro 100 Gewichtsteilen Siliciumdioxid, und vorzugsweise zwischen 8 und 10 Gewichtsteilen pro 100 Gewichtsteilen Siliciumdioxid liegen.

[0102] Das Siliciumdioxid hat eine spezifische Oberfläche gemessen nach der BET-Methode von 175 m²/g, vorzugsweise zwischen 100 und 300 m²/g. Das Siliciumdioxid vom VN3-Typ, wie es spezifisch vorgesehen ist, wird von Degussa verkauft.

[0103] Die Siliciumdioxid-Bindemittel sind Silane, wobei die folgenden speziell verwendet werden können:
Bis(2-triethoxysilylpropyl)tetrasulphid,
Bis(3-trimethoxysilylpropyl)tetrasulphid,
Bis(2-trimethoxysilylethyl)tetrasulphid.

[0104] Vorzugsweise wird ein von Degussa verkauftes Silan verwendet, das im Handel unter Si 69[Bis(3-triethoxysilylpropyl)tetrasulphan] bekannt ist.

[0105] Die in den Trichter **3** eingeführten Bestandteile werden in die erste Zone **9** des Extrudergehäuses gebracht, wo sie einer Vormischung mit Hilfe eines Paares von Schnecken unterliegen, die mit einer Winkelgeschwindigkeit zwischen 45 und 55 UpM rotieren. Dieses Vormischen führt zu einer Mischung, die längs des Extrudergehäuses vorwärts bewegt wird.

[0106] Insbesondere wird die chemische Reaktion zwischen dem Siliciumdioxid und dem Silan eingeleitet, wobei diese Reaktion dann allmählich während des Produktionszyklus fortschreitet.

[0107] Die Mischung fließt nun in die zweite Zone **10**. Die mechanische Behandlung des Materials der vorstehenden Zone ist besonders intensiv, so dass man eine hochgradige Dispersion des Siliciumdioxids und der anderen Zusätze in dem Basispolymer erhält.

[0108] In dem Abschnitt B-B der zweiten Zone **10** erreicht die Mischung eine Temperatur T_B von etwa 55°C und eine Viskosität η_B mit einem Wert von etwa 8000 Pa*s.

[0109] In der darauf folgenden dritten Zone **11** erfolgt hauptsächlich die Vorwärtsbewegung des Materials zu der Endzone **12**, wo das Material am Abschnitt A-A mit einer Temperatur T_A von etwa 120°C und einer Viskosität η_A von etwa 600 Pa*s ankommt.

[0110] Die Endzone **12** ist wiederum eine Zone, in der eine intensive mechanische Behandlung erfolgt, um die Dispersion des Siliciumdioxids und die Homogenisierung der Mischung zu maximieren.

[0111] Die Mischung in dem Auslassabschnitt C-C hat eine Temperatur T_C von nicht weniger als 150°C und von nicht mehr als 160°C. Die Viskosität η_C beträgt 340 Pa*s mit Änderungen von plus oder minus 10% dieses Wertes, wenn sich die Temperatur in dem genannten Bereich ändert.

[0112] Bei der angegebenen Zusammensetzung und bei den oben spezifizierten Verarbeitungseigenschaften kann der Durchsatz des Mixers **2** zwischen 200 und 400 kg/h und die Verarbeitungsdauer der Mischung in einem Bereich von 2 bis 3 Minuten liegen, wobei die Masse mit einer Geschwindigkeit zwischen 0,7 und 1,1 cm/s vorwärts bewegt wird.

[0113] Die den Mischer verlassende Mischung wird direkt und ohne Unterbrechung in die Kühl- und Überführungsvorrichtung **4** befördert, in der sie auf eine Weise gekühlt wird, die gänzlich gegenüber Änderungen der äußeren Umgebungstemperatur unempfindlich ist, und kommt an dem Beladetrichter des Einzelschneckenextruders **5** mit einer Temperatur von etwa 100°C und einer Viskosität von etwa 600 Pa*s an. Die Verweilzeit in der Kühlvorrichtung liegt zwischen 2 und 3 Minuten.

[0114] In den Trichter des Extruders **5** können andere Zusätze eingeführt werden, insbesondere werden jedoch die Zusätze des Vulkanisiersystems eingebracht.

[0115] Insbesondere gehören zu den anderen Zusätzen, die in den Trichter gefördert werden, die nachstehend (Vulkanisierbeschleuniger) unter Bezug auf Gewichtsteile pro 100 Gewichtsteile des Basispolymers angegebenen:

Diphenylguanidin (DPG 80)	1,25
Benzothiazylsulphenamid (TBBS)	1,5
Schwefel	1
Cyclohexylthiophthalimid	0,2

[0116] In dem Extruder **5** wird die Mischung vorwärts bewegt und dem reziproken Mischen durch Rotation der relevanten Schnecke durch eine Motoreinheit (nicht gezeigt) mit einer Winkelgeschwindigkeit zwischen 35 und 45 UpM unterworfen. Die Behandlungszeit liegt zwischen 2 und 3 Minuten. Die mechanische Verarbeitung des Materials ist wesentlich geringer als die in dem Mischer **2** ausgeführte.

[0117] Einer der Grundaspekte des Verfahrens nach der Erfindung ist das Dispergieren des Vulkanisiermittels mit Hilfe des Einzelschneckenextruders bei im Wesentlichen konstanter Temperatur. Diese Dispergierung des Vulkanisiersystems wird mit moderatem Mischen bewirkt, ohne dass ein großer Temperaturanstieg verursacht wird, der die Gefahr einer vorzeitigen Vernetzung mit sich bringen könnte.

[0118] Der Einzelschneckenextruder wird so gesteuert, dass die mechanische Behandlung nicht intensiv ist und keine Umkehrung des Wärmeprofiles der Mischung herbeiführt, deren Temperatur tatsächlich im Wesentlichen im Bereich von 100 bis 110°C konstant bleibt, während die Viskosität auf einen Wert von im Wesentlichen um 500 Pa*s fällt.

[0119] Der Einzelschneckenextruder **5** extrudiert kontinuierlich ein Extrudat der Masse, das auf Temperaturen unter 30°C gekühlt und beispielsweise in Form von Bahnen in überlappenden Schleifen in einem geeigneten Behälter (nicht gezeigt) gesammelt wird, wonach diese dann in einer anderen Vorrichtung behandelt werden, um ein Halbfabrikat mit einer Form zu erhalten, die der des gewünschten Lauflflächenbandes für die Herstellung eines speziellen Reifenmodells entspricht.

[0120] Bei einer anderen bevorzugten Ausführungsform ist der Einzelschneckenextruder mit einem geeignet geformten Auslassmundstück versehen, um einen Streifen unbegrenzter Länge entsprechend einer kontinuierlichen Länge eines Lauflflächenbandes direkt zu extrudieren.

[0121] Zur Verdeutlichung der Erfindung zeigt **Fig. 4** ein Diagramm, auf dessen X-Achse in Prozentwerten der Länge L die Entfernung der Abschnitte B-B, A-A, C-C von dem ersten Ende O des Mischers **2** und auf der Y-Achse die entsprechenden Temperaturen in diesen Abschnitten angegeben sind.

[0122] Wie bereits erwähnt, bildet unabhängig von der Ausgestaltung des Mischers die Tatsache, dass die Phasen der Vorwärtsbewegung und der mechanischen Behandlung der Masse so ausgeführt werden, dass sich ein Mischungswärmeprofil entwickelt, das sich durch einen vorgegebenen Temperatur- und Viskositätsgradienten für das Material auszeichnet, ein besonders wesentliches Merkmal des Verfahrens der Erfindung.

[0123] Das Diagramm von **Fig. 4** zeigt zwei Linien, K bzw. K', die qualitativ die Maximal- und Minimalwerte des Bereichs begrenzen, in denen die Temperaturänderungen aufrechtzuerhalten sind, die durch das Verfahren nach der Erfindung festgelegt sind.

[0124] Mit anderen Worten, die Mischung, die aus dem Material erzeugt wird, das in den Trichter **3** eingeführt wird, kann in dem Mischer **2** Temperaturwerte längs der beiden Linien K und K' sowie innerhalb dieser Linien annehmen.

[0125] Das Verfahren nach der Erfindung ist vorzugsweise darauf gerichtet, zu verhindern, dass der Abschnitt A-A eine Temperatur über der durch die Linie K und unter der durch die Linie K' begrenzten erreicht. Der Grund dafür besteht darin, dass, wenn das Verfahren der mechanischen Behandlung der Masse Temperaturen über dem durch die Linie K definierten Wert erlauben würde, es eine Änderung der Temperatur zwischen den Abschnitten A-A und C-C längs der gestrichelten t geben würde, wodurch der Abschnitt C-C einen Wert über 160°C erreichen und Gefahr laufen würde, dass eine Vorvernetzung der Masse erfolgt.

[0126] Wenn das Verfahren im Abschnitt A-A das Erreichen von Temperaturen unter dem durch die Linie K' definierten Wert erlauben würde, würden deshalb die Temperaturen zwischen den Abschnitten A-A und C-C längs der gestrichelten Linie t' verlaufen, wobei der Abschnitt C-C einen Temperaturwert unter 150°C erreichen und Gefahr laufen würde, dass die Reaktion zwischen dem Siliciumdioxid und dem Silan unvollständig wäre.

[0127] Diesbezüglich wird in Betracht gezogen, dass ein möglicher Grund für die Verbesserungen, die in der Masse nach der Erfindung erhalten werden, aus der Art und Weise resultieren könnte, in der bei dem Verfahren nach der Erfindung die chemische Reaktion zwischen dem Siliciumdioxid und dem Silan erfolgt.

[0128] Es hat sich gezeigt, dass der Silanisierungsgrad wenigstens bis zu einer bestimmten Annäherung und für qualitative Zwecke durch das Diagramm von **Fig. 5** dargestellt werden kann, in dem die y-Achse den Silanisierungsgrad R ausgedrückt in Prozentwerten und die x-Achse die Zeit anzeigt, ausgedrückt in Minuten, während der die Reaktion erfolgt.

[0129] Durch Prüfen des Diagramms sieht man, dass die Reaktion für eine gleiche Temperatur T einen schnellen Anfangsanstieg der Silanisierung vor einem Abklingen auf einen zunehmenden Silanisierungsgrad, jedoch über einen längeren Zeitraum zeigt.

[0130] Darüber hinaus ist zu sehen, dass für eine gleiche Reaktionszeit t der Silanisierungsgrad zunimmt, wenn die Temperatur zunimmt ($T_1 < T_2 < T_3$).

[0131] Dadurch hängt die Reaktion zwischen dem Silan und dem Siliciumdioxid von der Temperatur ab und davon, wie lang diese Temperatur wirkt, und schließt in der Praxis den gesamten Herstellungszyklus der Masse von der Phase der Anfangsmischung der Bestandteile bis zum Abschluss mit der Dispergierung des Vulkanisiersystems in der Mischung ein.

[0132] Bei dem bekannten Verfahren führen die periodischen Phasen des Abkühlens der Mischung, die in Intervallen bei dem Massenherstellungszyklus auftreten, zu einer gleichförmigen Entwicklung des Silanisierungsgrades, was einen negativen Einfluss auf die Homogenitätseigenschaften des fertigen Halbfabrikats hat.

[0133] In dem Fall, in dem das Verfahren höhere Viskositätswerte in dem Abschnitt A-A als oben angezeigt annehmen dürfte, bestünde darüber hinaus die Gefahr einer Beibehaltung eines übermäßigen Viskositätswertes am Ende, was eine Anzeige für eine unzureichende Dispersion des Siliciumdioxids in der polymeren Masse ist.

[0134] Wenn andererseits das Verfahren Viskositätswerte erlauben würde, die niedriger sind als diejenigen, die bereits im Abschnitt A-A angezeigt sind, bestünde die Gefahr, dass das Material einen unerwünschten übermäßigen Pegel der Fluidität im Abschnitt C-C erreichen würde, mit der Folge einer übermäßigen Klebrigkeit, die zu vielen Problemen bei den nachfolgenden Stufen der Reifenherstellung führen würde.

[0135] Wie zu sehen ist, ist die von den beiden Linien K und K' eingeschlossene Fläche ziemlich begrenzt, wodurch als Folge die Temperaturänderungen, die das Verfahren erlaubt, gering sind, was sich in einer hohen Gleichförmigkeit der Eigenschaften des Endprodukts reflektiert, was aus den folgenden Versuchen deutlicher hervorgeht.

[0136] Es werden Halffertigprodukte, hergestellt nach bekannten Chargenprozessen unter Verwendung von Banbury-Mischern, wie es in der oben erwähnten Patentanmeldung beschrieben ist, mit Halbfabrikaten verglichen, die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhalten werden.

[0137] Die zu vergleichenden Halbfabrikate in der zur Bildung von Laufflächenbändern ausgelegten Art haben die gleiche chemische Zusammensetzung entsprechend der vorliegenden Beschreibung.

Tabelle 1

Erfindungsgemäß hergestellte Masse				Nach dem Stand der Technik hergestellte Masse			
Viskosität	CA1	CA3	IRHD	Viskosität	CA1	CA3	IRHD
82	2,25	8,22	75,9	72,8	8,5	8,5	71,4
81	2,33	8,35	76,9	77,4	10,2	10,2	77,5
81	2,1	8,56	75,4	74,3	9,4	9,4	75,7

82	2,42	8,42	78,3	72,1	9,8	9,8	75,8
82	2,19	8,34	78,7	73	10	10	85,8
80	2,03	8,5	74,1	70,4	9,4	9,4	75
79	2,19	8,45	75,2	71,7	10,3	10,3	74,5
78	2,12	8,54	74,9	72,3	9,7	9,7	74,5
78	2,25	8,55	76,5	72,7	9,2	9,2	76

Mittelwert x							
80,33	2,21	8,44	76,22	72,97	2,44	9,61	75,33
Standardabweichung 1σ							
1,66	0,12	0,12	1,55	1,97	0,17	0,56	1,67

Prozentänderungen der 1σ -Werte in den Massen der Erfindung bezogen auf die bekannten Werte			
Viskosität	CA1	CA3	IRHD
+15,7%	+29,4%	+78,5%	+71%

[0138] Die obige Tabelle vergleicht die Ergebnisse der Vergleichsversuche bei den folgenden Eigenschaften:

- Viskosität des Roh-Halbfabrikats nach Zugabe des Vulkanisiersystems zu der Masse; die Messung wird in Mooney-Einheiten nach der ISO-Norm 289-1 bei einer Temperatur von 100°C unter Verwendung des Monsanto-Messgeräts MV 2000 E entsprechend dem Verfahren ML (1+4) ausgeführt;
- die Modulwerte bei 100%-(CA1-) und 300%-(CA3-)Dehnung an Teststücken des Halbfabrikats nach dem Vulkanisieren; der Versuch wurde nach der ISO-Norm 37 durch Messen der Kraft in MPa (Megapascal) durchgeführt, die erforderlich ist, um die oben erwähnten Dehnungen an den Teststücken zu erzeugen;
- Härte an den Teststücken der vulkanisierten Halbfabrikate; die Härte wurde in IRHD-Einheiten gemessen, wobei nach ISO-Norm 48 gearbeitet wurde.

[0139] Wie direkt aus Tabelle 1 gezeigt werden kann, sind die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Produkte beträchtlich gleichförmiger als diejenigen, die nach bekannten Verfahren hergestellt sind, was durch die untere Standardabweichung der Werte der geprüften Eigenschaften gezeigt wird.

[0140] Bekanntlich zeigen nach dem statistischen Gesetz der Standardabweichung, wenn eine bestimmte Anzahl von Werten vorliegt, die um einen Mittelwert verteilt sind, die Standardabweichungen 1σ , 2σ , 3σ durch ihre Abweichung von dem Mittelwert die Größe der Intervalle, die zu 68,26%, 95,44% bzw. 99,73% der Werte der oben erwähnten Größe gefunden werden.

[0141] Die Theorie der Standardabweichung ermöglicht es, unter Verwendung einer bekannten mathematischen Formel, die Standardabweichungswerte für einen Satz gegebener Werte leicht zu berechnen. Es ist klar, dass eine breite Streuung von Werten um den Mittelwert sehr große Standardabweichungen entstehen lässt, während eine hohe Konzentration von Werten um den oben erwähnten Mittelwert zu sehr kleinen Standardabweichungen führt.

[0142] Die bei den Eigenschaften des Moduls bei 100%- und 300%-Dehnung erhaltenen Verbesserungen sind sehr deutlich in der oben erwähnten Tabelle zu sehen.

[0143] Betrachtet man beispielsweise den Modul CA3 für die erfindungsgemäßen Massen bei einem Wert 1σ angegeben in der Tabelle gleich 0,12, liegen nach dem statistischen Gesetz der Normalverteilung 99,73% der

Werte des Gesamtbereichs der Teststücke innerhalb eines Intervalls von gleich $\pm 3\sigma$, d.h. gleich $\pm 0,36$ ($0,12 \times 3$). Wenn die gleiche Berechnung für Werte des CA3-Moduls für die Massen durchgeführt wird, die bei dem bekannten Verfahren erzeugt werden, ergibt sich ein entsprechender Wert für das Intervall von gleich $\pm 1,68$, d.h. $0,56 \times 3$.

[0144] Wenn die Berechnung für CA1-Modulwerte der Vergleichsmassen wiederholt wird, ergibt sich verglichen mit einem Wert von $\pm 0,51$ wieder ein Wert von $\pm 0,36$.

[0145] Ähnliche Ergebnisse findet man, wenn man die Prüfung der Werte auf die Eigenschaften der Viskosität und der Härte ausdehnt. Insbesondere kann man sehen, dass praktisch 100% (99,73%) der Teststücke der Rohmasse, die nach der Erfindung hergestellt sind, einen Viskositätswert innerhalb eines $\pm 3\sigma$ -Bereichs von weniger als ± 5 ($1,66 \times 3 = 4,98$) haben, verglichen mit dem entsprechenden Bereich für die Masse, die in bekannter Weise erzeugt wird, der einen beträchtlich größeren Wert von ± 5 ($1,97 \times 3 = 5,91$) hat.

[0146] Die Erfindung hat weiterhin den Vorteil, dass das Verfahren mit einem wesentlich geringeren Energieverbrauch als das bekannte Verfahren ausgeführt wird.

[0147] Diesbezüglich vergleicht Tabelle 2 auf der linken Seite den Energieverbrauch des bekannten Verfahrens mit dem des Verfahrens nach der Erfindung auf der rechten Seite.

[0148] Die Masse für beide Verfahren ist die bereits oben erwähnte.

[0149] Das bekannte Verfahren wird nach den Stufen der Patentanmeldung der Anmelderin ausgeführt, die bereits mehrere Male in dieser Beschreibung erwähnt sind.

[0150] Die Energieverbrauchsangaben werden durch Messen der Leistung erhalten, die von den Motoren für die verschiedenen Phasen der mechanischen Behandlung der Masse absorbiert werden. Die Messeinheit ist kW/kg.

Tabelle 2

Bekanntes Verfahren, Charge		Durchlaufverfahren nach der Erfindung	
Phase 1	0,115 kW/kg	Doppelschneckenmischer	0,150 kW/kg
Phase 2	0,080 kW/kg	Einzelschneckenmischer	0,030 kW/kg
Endphase	0,065 kW/kg	Überführungsvorrichtung	---

[0151] Der Verbrauch der Überführungs- und Kühlvorrichtung 4 ist in der Tabelle nicht angegeben, da er einen vernachlässigbaren Einfluss auf die Gesamtsumme der Leistung hat, die von dem Mischer und von dem Extruder verbraucht werden.

[0152] Der Gesamtverbrauch des bekannten Verfahrens ist 0,260 kW/kg, verglichen mit dem Verbrauch von 0,180 kW/kg bei dem Verfahren nach der Erfindung.

[0153] Es ist möglich, dass einer der Gründe für den höheren Energieverbrauch des bekannten Verfahrens die Schritte sind, die benötigt werden, um die Temperatur der Masse nach jedem Kühlvorgang von Raumtemperatur auf eine Temperatur von etwa 100°C zurückzuführen.

[0154] Das erfindungsgemäße Verfahren vermeidet diese Energieverbräuche, da das den Mischer 2 verlassende Material direkt zur Kühlvorrichtung gefördert und von da direkt in den Einzelschneckenextruder 5 bei einer Temperatur von etwa 100°C eingeführt wird. Weiterhin hängt die Reduzierung des Energieverbrauchs dann von der gesamten mechanischen Behandlung der Masse ab, die kleiner ist als diejenige, die bei dem bekannten Verfahren ausgeführt wird.

[0155] Der geringere Energieverbrauch wird durch den Viskositätswert gezeigt, der unter Verwendung des Monsanto-Geräts MV 2000 E nach den in Tabelle 1 angegebenen Daten gemessen wird.

[0156] Wie zu sehen ist, ist die Viskosität des den Einzelschneckenextruder verlassenden Extrudats um etwa 10% höher als die des Endprodukts nach dem bekannten Verfahren. Dieses unerwartete Ergebnis zeigt, dass

die geringere mechanische Behandlung bei der Masse nach dem Verfahren der Erfindung ein geringeres Aufbrechen der molekularen Ketten des Basispolymers entstehen lässt, trotzdem jedoch im Wesentlichen das gleiche Niveau der Dispersion des Siliciumdioxids und der Silanisierung erreicht wird.

[0157] D.h. mit anderen Worten, dass die Verfahren nach dem Stand der Technik der Masse eine übermäßige mechanische Behandlung zuteil werden lassen, was anstelle der Steigerung des Dispersionsgrads des Siliciumdioxids und der Silanisierung der Masse die strukturellen Eigenschaften des Polymer verschlechtert und einen negativen Einfluss auf das Niveau der Qualität des Endprodukts als Folge hat.

[0158] Dieses Ergebnis wird tatsächlich vorteilhaft hinsichtlich der Leistung der Reifen gezeigt, wenn sie eingesetzt werden. Insbesondere haben Reifen mit dem bekannten herkömmlichen, früher beschriebenen Aufbau, die mit Laufflächenbändern versehen sind, die nach dem Verfahren nach der Erfindung mit der Masse der oben beschriebenen Zusammensetzung hergestellt sind, die sich durch eine Rohviskosität gemessen bei 100°C von mehr als 76 ML (Mooney) auszeichnet und vorzugsweise zwischen 78 und 82 ML (Mooney) liegt, überlegene Leistungspegel gezeigt, insbesondere hinsichtlich eines größeren Verschleißwiderstands und eines geringeren Rollwiderstands als diejenigen der Vergleichsreifen, die vollständig identisch zu den Prototypreifen sind, mit der Ausnahme, dass das Laufflächenband mit der gleichen Mischung nach dem bekannten Chargenverfahren hergestellt ist, die eine Rohviskosität gemessen bei 100°C und gleich oder weniger als 73 ML (Mooney) hat.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Erzeugung einer Kautschukmasse zur Verwendung in einem Fahrzeugradreifen, zu deren Bestandteilen eine vernetzbare ungesättigte Kette enthaltende Polymerbasis, wenigstens ein verstärkender Füllstoff auf Siliziumdioxidbasis, ein wenigstens ein Schwefelatom als Siliziumdioxid bindendes Mittel enthaltendes Silan und ein vulkanisierendes System auf Schwefelbasis gehören, wobei das Verfahren die Phasen aufweist:

- Bereitstellen eines Wegs zum Mischen und Vorwärtsbewegen der Bestandteile, der eine Anfangsstrecke, eine Zwischenstrecke und eine Endstrecke hat, wobei jede der Strecken zwischen einem Einlassabschnitt und einem Auslassabschnitt gebildet wird und der Auslassabschnitt jeder Strecke im wesentlichen mit dem Einlassabschnitt der nächsten Strecke zusammenpasst,
- kontinuierliches Zuführen der eine vernetzbare ungesättigte Kette enthaltenden Polymerbasis, des wenigstens einen verstärkenden Füllstoffs auf Siliziumdioxidbasis und des wenigstens ein Schwefelatom enthaltenden Silans in die Anfangsstrecke des Wegs zur Bildung einer Mischung,
- kontinuierliches Zuführen des vulkanisierenden Systems in den Einlassabschnitt der Endstrecke und
- Aufrechterhalten in dem Auslassabschnitt der Anfangsstrecke von Temperatur- und Viskositätswerten für die Mischung innerhalb vorgegebener Bereiche durch Steuern des Wärmeprofiles der Mischung innerhalb der Anfangsstrecke.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Wärmeprofil der Mischung dadurch gesteuert wird, dass die Temperatur- und Viskositätswerte jeweils in wenigstens einem entsprechenden ersten Zwischenabschnitt bestimmt werden, der zwischen den Einlass- und Auslassabschnitt der Anfangsstrecke liegt.

3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass der wenigstens eine erste Zwischenabschnitt in einen gleichen Abschnitt A fällt, der sich in einem Abstand von dem Einlassabschnitt der Anfangsstrecke befindet, der zwischen 55 % und 65 % des Abstandes L zwischen dem Einlass- und Auslassabschnitt der Anfangsstrecke liegt.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Wärmeprofil eine Temperatur T_A zwischen 110 und 120°C und eine Viskosität η_A zwischen 540 und 660 Pa*s bei der Temperatur T_A in dem ersten Zwischenabschnitt und eine Temperatur T_C zwischen 150 und 160°C und eine Viskosität η_C zwischen 300 und 380 Pa*s bei der Temperatur T_C im Auslassabschnitt der Anfangsstrecke hat.

5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Mischung in dem Zwischenstrecke auf eine Weise gekühlt wird, die vor Änderungen in der Umgebungstemperatur geschützt ist.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Wärmeprofil der Mischung dadurch gesteuert wird, dass die Temperatur- und Zähigkeitswerte jeweils in wenigstens einem entsprechenden zweiten Zwischenabschnitt bestimmt werden, der zwischen dem Einlass- und Auslassabschnitt der Anfangsstrecke

liegt.

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass wenigstens ein zweiter Zwischenabschnitt in den gleichen zweiten Zwischenabschnitt B fällt, der sich in einem Abstand von dem Einlassabschnitt der Anfangsstrecke befindet, der zwischen 35 % und 55 % des Abstands L liegt, der zwischen dem Einlass- und Auslassabschnitt der Anfangsstrecke vorhanden ist.

8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass das Wärmeprofil eine Temperatur T_B zwischen 55°C und 65°C und eine Viskosität η_B zwischen 8500 Pa*s und 7000 Pa*s bei der Temperatur T_B in dem zweiten Zwischenabschnitt hat.

9. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Wärmeprofil eine Temperatur T_E zwischen 100 und 110°C und eine Viskosität η_E zwischen 600 und 650 Pa*s bei der Temperatur T_E in dem Einlassabschnitt der Endstrecke hat.

10. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Wärmeprofil eine Temperatur T_F nicht über 110°C und eine Viskosität η_F zwischen 550 und 600 Pa*s bei der Temperatur T_F in dem Auslassabschnitt der Endstrecke hat.

11. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass von 10 bis 80 Gewichtsteilen von verstärkendem Füllstoff auf Siliziumdioxidbasis pro Hundert Gewichtsteilen der Polymerbasis in den Einlassabschnitt der Anfangsstrecke kontinuierlich zugeführt werden.

12. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass von 4 bis 15 Gewichtsteile des Bindemittels pro Hundert Gewichtsteile des verstärkenden Füllstoffs auf Siliziumdioxidbasis in den Einlassabschnitt der Anfangsstrecke kontinuierlich zugeführt werden.

13. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Bindemittel vier Schwefelatome hat.

14. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Bindemittel Bis(3-triethoxysilylpropyl)tetrasulphan ist.

15. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Anfangsstrecke des Wegs von einem Doppelschneckenmischer gebildet wird.

16. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, dass die Schnecken in entgegengesetzten Richtungen drehen.

17. Verfahren nach Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, dass die Drehzahl jeder Schnecke zwischen 45 und 55 Umdrehungen pro Minute beträgt.

18. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Endstrecke des Wegs von einem Einzelschneckenextruder gebildet wird.

19. Verfahren nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, dass die Drehzahl der Schnecke zwischen 35 und 45 Umdrehungen pro Minute liegt.

20. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Geschwindigkeit der Vorwärtsbewegung der Mischung in der Anfangsstrecke zwischen 0,5 und 1, 5 cm/s liegt.

21. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der Durchsatz der Mischung längs des Wegs zwischen 200 und 400 kg/h liegt

22. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Durchsatzzeit auf dem Weg von dem Einlassabschnitt der Anfangsstrecke zum Auslassabschnitt der Endstrecke zwischen 5 und 10 Minuten liegt.

23. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die für das Mischen und die Vorwärtsbewegung der Mischung längs des Wegs absorbierte Leistung insgesamt weniger als 0,250 kW/kg beträgt.

24. Verfahren nach Anspruch 23, dadurch gekennzeichnet, dass die Leistung zwischen 0,165 kW/kg und

0,2 kW/kg liegt.

25. Verfahren nach Anspruch 23, dadurch gekennzeichnet, dass die in der Anfangsstrecke absorbierte Leistung wenigstens gleich 75 % der auf dem Weg absorbierten Gesamtleistung beträgt.

Es folgen 3 Blatt Zeichnungen

FIG. 4

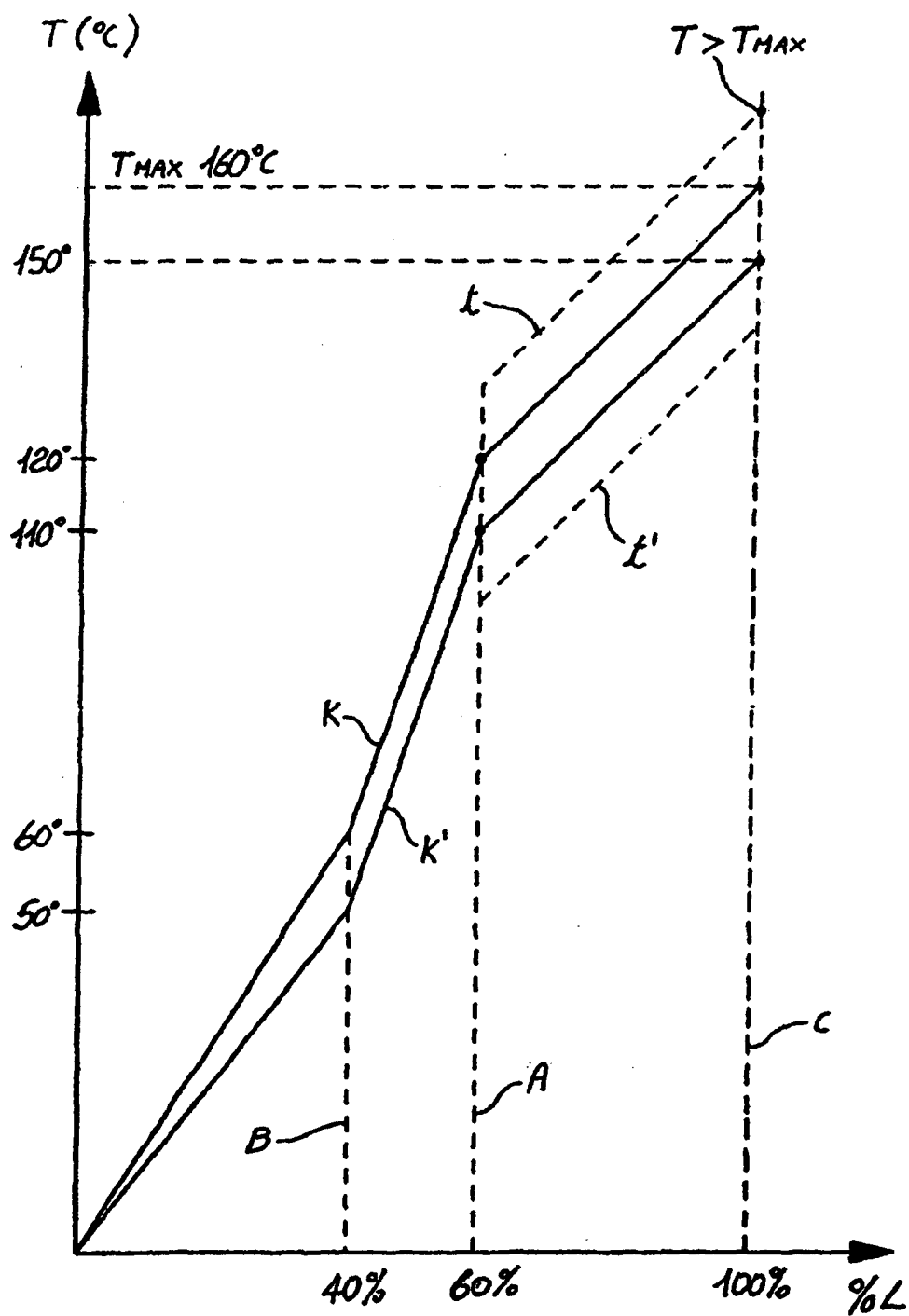


FIG. 5

