Schlussbericht

Zuwendungsempfänger:	Förderkennzeichen (FKZ):
Westsächsische Hochschule Zwickau	22028405
Vorhabenbezeichnung:	Untersuchungen zur Anwendung eines neuartigen Schneckenverarbeitungsverfahrens zur Herstellung von geometrisch komplexen Papierbauteilen ohne polymeren Binder.
Laufzeit des Vorhabens: 01.09.2007 - 31.08.2009	

I. Kurze Darstellung

1. Aufgabenstellung

Der Aspekt der Umwelt bei der Herstellung und Verarbeitung von Werkstoffen tritt heutzutage zunehmend in den Vordergrund. Besonders betrifft dies Kunststoffe und Kunststoffprodukte. Das wachsende Umweltbewusstsein unterstützt die Bemühungen die Materialien auf Erdölbasis mit Materialien auf Basis nachwachsender Rohstoffe zu ersetzen. Damit nimmt Papier bzw. auch Altpapier an Bedeutung zu. Papier dient nicht nur in Form von Druck- und Pressepapier als Informationsträger, sondern Papier beweist sich auch in anderen Bereichen. Zudem können zum Beispiel aus Papier sehr stabile Möbelstücke hergestellt werden.

Der wichtigste Ausgangsstoff für die Papierherstellung sind die Zellstofffasern, die von Holz und Einjahrespflanzen gewonnen werden. Die Zellstofffasern liegen für die Verarbeitung in einer Suspension mit Wasser vor. Eine Möglichkeit der Herstellung von 3-dimensionalen Teilen aus Papier ist das Kontursieb-Verfahren. Bei diesem Verfahren wird eine Papierfasersuspension an ein Sieb geschwemmt, anschließend mit einer passenden Gegenform ausgepresst und mit einem heißen Werkzeug getrocknet. In einem weiteren aufwendigen Verfahren werden dreidimensionale Bauteile aus ebenen Zuschnitten durch Rollen oder Falten geformt und die Kanten durch Fügeverfahren miteinander verbunden. Die genannten Verfahren bestehen aus mehreren Arbeitsschritten und haben damit den Nachteil langer Zykluszeiten, was höhere Kosten für das Endprodukt nach sich zieht. Um die Herstellungskosten zu reduzieren, muss eine stückzahlintensive Fertigungsmethode mit wenigen Arbeitsschritten, wie etwa das aus der Kunststofftechnik bekannte Spritzgießverfahren, eingesetzt werden.

Das Gesamtziel des Forschungsvorhabens ist die Weiterentwicklung der grundlegenden Verfahrenstechnik zur Herstellung von geometrisch komplexen Papierbauteilen in einem Verfahrensschritt ohne Polymeren Binder. Da das Verfahren bisher nur prinzipiell gelöst und in seinen grundlegen Prinzipien ungeklärt ist die Beschreibung der Verfahrensgrundlagen, die

rheologischen und verarbeitungstechnischen Zusammenhänge sowie die Ermittlung und Charakterisierung des möglichen Bauteilspektrums vorgesehen.

2. Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde / Ausgangssituation

Das Projekt wurde von September 2007 bis August 2009 an der Westsächsischen Hochschule Zwickau bearbeitet, wobei das Labor für Kunststoffverarbeitung erst September 2006 eröffnet wurde.

Im Labor des Fachbereichs Kunststoffverarbeitung standen für das Aufbereiten der Mischungen ein gleichläufiger Doppelschneckenextruder ZSK MegaLab der Firma Coperion (Schneckendurchmesser 18 mm) und zur Weiterverarbeitung der Massen im Spritzgießprozess eine Krauss Maffei Spritzgießmaschine KM 50 CX SP 55 (Schneckendurchmesser 18 mm) zur Verfügung. Die mechanische Charakterisierung der Probekörper erfolgte im Institut für Produktionstechnik an der WHZ. 2009 konnte die Analysetechnik um ein Gerät zur Bestimmung der Schmelz-Volumenrate erweitert werden. Rheologische Analyse an einem Hochdruckkapillar-Rheometer wurden an der FH Schmalkalden durchgeführt.

Wie in der Projektskizze beschrieben war das Forschungsprojekt, ausgehend von den Forschungsergebnissen des Instituts für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik der TU Clausthal, konzipiert auf die Verarbeitung von flüssigen Faserstoffsuspension im Spritzgießprozess. Im Verlauf der Bearbeitung war eine Neuentwicklung des Verarbeitungskonzeptes notwendig, sodass sich entsprechend auch der Ablauf des Forschungsprojektes verändert hat.

3. Planung und Ablauf des Vorhabens

Zur Erreichung des Gesamtziels unterteilte sich das Forschungsvorhaben im Antrag in die nachfolgend aufgeführten Teilprojekte (TP).

- TP1: Weiterentwicklung der grundlegenden Verfahrenstechnik zur Herstellung von geometrisch komplexen Papierbauteilen „in einem Schuss“
- TP2: Untersuchungen zur rheologischen Beschreibung von Papiersuspension bei der Schneckenverarbeitung
- TP3: Entwicklung eines Werkzeug- und Entfeuchtungskonzepts zur Herstellung von Papierbauteilen ohne polymeren Binder in geschlossenen Kavitäten
- TP4: Untersuchungen zum erzielbaren Eigenschaftsspektrum sowie dem Komplexitätsgrad von gespritzten Papierbauteilen

Zunächst erfolgte eine Analyse der bisherigen Verarbeitungstechnologie mit flüssigen Papiersuspensionen. Mit diesen gewonnenen Erkenntnissen wurde ein neues Konzept für die Realisierung der gestellten Projektziele entwickelt. Dabei wurden ständig die gegebenen Zu-

sammenhänge zwischen den zu verarbeitenden Werkstoffen und der angedachten Fertigungstechnologie berücksichtigt.

4. Wissenschaftlicher und technischer Stand an den angeknüpft wurde

Angaben bekannter Konstruktionen, Verfahren und Schutzrechte, die für die Durchführung des Vorhabens benutzt wurden

Das bisherige Verarbeitungskonzept bedeutet sowohl durch das Entfeuchtungskonzept als auch durch die Verwendung von porösen Werkzeugkavitäten einen zusätzlichen Mehraufwand für den Anwender. Des Weiteren kann ein konventionelles Spritzgießaggregat nicht verwendet werden. Das neue Konzept beruht auf der Idee, dass nur Prozesse und Materialien erfolgreich sein können, wenn sie für den Verarbeiter aus der Kunststoffindustrie leicht zu adaptieren sind und keine teure Investitionen in notwendige Anlagentechnik erfordern.

Für die Durchführung des Projekts wurde somit Wert gelegt auf verschiedene bereits etablierte Verfahren der Kunststoffverarbeitung zurückgegriffen. Die Mischungen wurden mit dem im Labor für Kunststoffverarbeitung vorhandenen Extruder compoundiert und die Verarbeitung der erzeugten Granulate wurde auf der vorhandenen Spritzgießmaschine durchgeführt.

Angaben der verwendeten Fachliteratur sowie benutzter Informations- und Dokumentationsdienste

Informations- und Dokumentationsdienste:

- Datenbank-Infosystem (DBIS) Regensburg,
- FIZ Technik-Inform GmbH Frankfurt am Main,
- Perinorm Beuth Verlag GmbH Berlin,
- Datenbanken der Zeitschriftenverlage Wiley, Springer und Science Direct

Verwendete ausgesuchte Fachliteratur und Patente:

Bos, J. H.; Staberock, Martin (2006): Das Papierbuch. Handbuch der Papierherstellung. 2., korr. Aufl. Houten: ECA Pulp & Paper.

Zerler, D.: Lehrbuch der Papier- und Kartonerzeugung. VEB Fachbuchverlag, Leipzig 1989

Lehmann, Richter: Werkstoffe der Papierverarbeitung. VEB Fachbuchverlag, Leipzig 1979

Ariman, T.; Turk, M. A.; Sylvester, N. D. (1975): Suspension rheology - a micro-

continuum approach. In: Rheologica acta, Jg. 14, S. 385–393.

Frormann, L.; Ziegmann, G.; Bosse, M.: Verfahren zur Verarbeitung von gefüllten auch fasergefüllten Suspensionen auf Schneckenmaschinen insbesondere zur Herstellung von geometrisch komplexen Bauteilen aus Papier bzw. Faserstoffen. DE 100 55 793 A1, Deutsches Patentamt, München, 2000

Bosse, M.; Frormann, L.; Ziegmann, G.: Verfahrenskonzept zur Verarbeitung fasergefüllter Suspensionen (am Beispiel Papier) mittels Schhneckenmaschinen 7th International Conference for Renewable Resources. 11.-12. Juni 2001, Magdeburg, Germany

Frormann, L.; Klook, M.; Bosse, M.; Ziegmann, G.: Verarbeitungsverfahren zur Herstellung geometrisch komplexer Bauteile aus Papier in einem "Schuss" Innovative Papierverarbeitung durch Werkstoff- und Prozesskombination. Kunststoffberater 1/2001

AiF-Antrags-Nr. ZN03084/02, Vorhaben-Nr. 82 ZN: Entwicklung eines Verfahrens zur kostengünstigen Herstellung von Hohlkörpern aus Papierwerkstoffen auf der Basis einer modifizierten Spritzgießtechnologie. 2002

Frormann L.; Bosse, M.; Ziegmann G. (2002): Innovative Spritzgießtechnologie zur Papierverarbeitung. In: Stoffliche Verwertung nachwachsender Rohstoffe. 10. Internationale Tagung. Tagungsband. Chemnitz .

Frormann, L.; Klook, M.; Bosse, M.; Ziegmann, G.: Verarbeitungsverfahren zur Herstellung geometrisch komplexer Bauteile aus Papier in einem "Schuß" - Innovative Papierverarbeitung durch Werkstoff- und Prozeßkombination - Materialforum (1) 2002

Bosse, M.; Frormann L.; Ziegmann G.: Innovative Spritzgießtechnologie zur Papierverarbeitung. Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik; TU Clausthal, Jahresbericht 2003

Frormann, L. : Möglichkeiten zum Einsatz von Naturfasern in technischen Bauteilen. Fachsymposium zur BauKunstStoff, 20.09.2003, Pirmasens

Bosse, M.; Niemeyer, S.; Kirchberg, S.; Ziegmann, G.; Frormann, L.: Entwicklung eines Verfahrens zur kostengünstigen Herstellung von komplexen Bauteilen aus Papierwerkstoffen auf der Basis einer modifizierten Spritzgießtechnologie. 4. Internationales Symposium „Werkstoffe aus nachwachsenden Rohstoffen“, MesseCongressCenter Erfurt, 11.-12. September 2003, Erfurt, Deutschland

Kirchberg, S.; Frormann, L.; Ziegmann, G.; Bosse, M; Niemeyer, S.: Postervortrag: „Papierspritzgießen“. EUROMOLD 2003, Messe Frankfurt, 03.-06. Dezember 2003, Frankfurt/Main

Niemeyer, S.: Zusammenhang zwischen den Produktionsparametern beim Rapid Tooling und der Bauteilporosität im Hinblick auf einen formgebenden Hochdruckfilter für das Papierspritzgießen. unveröffentlichte Diplomarbeit, Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik, TU Clausthal, 2003

Kirchberg, S.; Kleebauer, M.: Spritzgusstechnologie für Faserstoffe macht sehr gute

Fortschritte. PTS-News , Papiertechnische Stiftung (PTS) München, Mai 2004

Kirchberg, S.; Niemeyer, S.; Bosse, M.; Frormann, L.; Ziegmann, G.: „A new method of filtration by using porous laser-sintered filters produced by rapid tooling". International Symposium on Fibers, Fibrous Structures and Filtration, Radisson Hotel Clayton, St. Louis, Missouri, 18.-20. Mai 2004

Kirchberg, S.; Frormann, L.; Ziegmann, G.: „In einem Schuss – Spritzgusstechnik für Papier". Technologiekatalog Niedersachsen, Hannover 2004

Kirchberg, S.; Frormann, L.; Ziegmann, G.: „Anwendung des Spritzgussprozesses auf den Werkstoff Papier zur Herstellung von Hohlkörperstrukturen". Jahresbericht 2004: Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik, TU Clausthal, Clausthal-Zellerfeld, November 2004

Reich, S.: Untersuchungen zur Rheologie von Papierfasersuspensionen im linear-viskoelastischen Deformationsbereich. Diplomarbeit, Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik sowie Institut für Physikalische Chemie, TU Clausthal, 2004

Frormann, L.; Kirchberg, S.; Ziegmann, G.; Reich, S: Rheologische Untersuchungen an Papierfasersuspensionen und deren Verarbeitung im Spritzgussprozeß. 5. Internationales Symposium Werkstoffe aus nachwachsenden Rohstoffen, 1. - 2. September 2005, Erfurt

Frormann, L.; Kirchberg; Ziegmann; G.: Latest results of paper injection molding. 5th International Conference, Advances in plastics technology APT 05, 15. – 17. November 2005, Katowice, Poland

Frormann, L.; Priehs, F.: Verfahren zur Herstellung von Sandwichstrukturen mit beliebigen Deckschichten sowie kontinuierlich extrudierten und geprägten Papierwaben in der Kernschicht. Aktz.: 10 2005 030 711.6, Deutsches Patentamt, München, 2005

Djalili-Moghaddam, Mina (2006): Fibre suspension rheology: effect of concentration, aspect ratio and fibre size. In: Rheologica acta, Jg. 45, S. 315.

Göttsching, Lothar; Katz, Casimir (1999): Papier-Lexikon. Gernsbach: Dt. Betriebswirte-Verl.

Holm, Richard (2007): Shear influence on fibre orientation. In: Rheologica acta, Jg. 46, S. 721–730.

Ilvessalo-Pfäffli, Marja-Sisko (1995): Fiber atlas. Identification of papermaking fibers. Berlin: Springer (Springer series in wood science).

Innovations- und Gründerzentrum Nachwachsende Rohstoffe GmbH (2001): NAROSSA. Internationaler Fachkongress für nachwachsende Rohstoffe. Tagungsband. Magdeburg.

Institut für Allgemeinen Maschinenbau und Kunststofftechnik - Professur Strukturleichtbau/Kunststoffverarbeitung (2002): Stoffliche Verwertung nachwachsender Rohstoffe. 10. Internationale Tagung. Tagungsband. Chemnitz.

Martl, Robert (2005): Konstruktion und Fertigung eines Tauchkantenwerkzeuges für den Papierspritzguss. Studienarbeit. Unter Mitarbeit von Stefan Kirchberg.

(2005): NaroTech. 5. Internationales Symposium - Werkstoffe aus Nachwachsenden Rohstoffen. Tagungsband. Erfurt.

Rance, Herbert F. (1980): The raw materials and processing of papermaking. Amsterdam: Elsevier (Handbook of paper science, Vol. 1).

Sjöström, Eero; Alén, Raimo (1999): Analytical methods in wood chemistry, pulping, and papermaking. Berlin: Springer (Springer series in wood science).

Zerler, Detlef: Lehrbuch der Papier- und Kartonerzeugung : mit 62 Tab., Nachdr. d. 2. Aufl. Leipzig : Fachbuchverl.; 1989

Lehmann, Heinz ; Richter, Lothar: Werkstoffe der Papierverarbeitung. 1. Aufl.

Leipzig : Fachbuchverl.; 1979

Opherden, Arnold [Mitarb.]: Zellstoff, Papier. 4. Aufl., Leipzig : Fachbuchverl.; 1976

Hentschel, Hans: Chemische Technologie der Zellstoff- und Papierherstellung. 3., verb. und erw. Aufl., Leipzig : Fachbuchverl.; 1967

Willms, Ulrike: Beanspruchungsgerechte Gestaltung von Faserformprodukten am Beispiel einer Unterarmorthese. 1. Aufl, Dortmund : Maschinenelemente-Verl.; 2003

Baar, Alexander: Modellierung der Werkstoffeigenschaften von Papierfaserprodukten als Grundlage für deren konstruktive Gestaltung. 1. Aufl, Dortmund : Maschinenelemente-Verl.; 2006

Tegge, Günther [Hrsg.]: Stärke und Stärkederivate. 3., vollst. überarb. Aufl., unveränd. Nachdr., Hamburg : Behr; 2007

Li, G.; Sarazin, P.; Favis, B.D.: The Relationschip between Starch Gelatinization and Morphology Control in melt-Processed Polymer Blends with Thermoplastics Starch. Macromol. Chem. Phy. (2008) S. 209, 000-000

Stepto, R.F.T.: Understanding the processing of thermoplastic starch. Macromol. Symp. (2006) S. 245-246, 571-577

5. Zusammenarbeit mit anderen Stellen

Von den folgenden Firmen wurden Stärkeprodukte und Zellstofffasern zur Verfügung gestellt:

- J. RETTENMAIER & SÖHNE GMBH + CO, Rosenberg
- Roquette GmbH
- Südstärke GmbH
- GUSCO Handel G. Schürfeld+Co. GmbH
- Stora Enso Deutschland

II. Eingehende Darstellung

1. Erzielte Ergebnisse

Siehe Datei.

2. Voraussichtlicher Nutzen und Verwertbarkeit der Ergebnisse im Sinne des fortgeschriebenen Verwertungsplanes

In diesem Forschungsprojekt konnte ein Papier-Compound entwickelt werden, das sich im Spritzgießverfahren verarbeiten lässt. Trotz nur eingeschränkter mechanischer Materialkennwerte (Z. B. sprödes Bruchverhalten) im Vergleich mit klassischen Massenkunststoffen ist dieser Werkstoff gut geeignet für Bauteile mit einer geringen Lebensdauer und sehr guter biologischer Abbaubarkeit. Bereits jetzt wird aus der Industrie Interesse an dem Material und der Verarbeitungstechnik signalisiert für Anwendungsbereiche mit kurzer Lebensdauer.

Die Weiterentwicklung dieses Werkstoffes ist heutzutage besonders wichtig, da biobasierte Kunststoffe bisher noch nicht das Eigenschaftsspektrum von Standardkunststoffen erreicht haben. Zur Verbesserung des Material- und der Verarbeitungsverhaltens sind weitere Forschungsprojekte in Bearbeitung.

3. Darstellung bekannt gewordener Fortschritte dritter auf dem Gebiet des Vorhabens

Es sind keine bekannt geworden.

4. Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen der Ergebnisse

Während des laufenden Projekts wurden die erzeugten Ergebnisse auf verschiedenen Fachtagungen dem Fachpublikum vorgestellt. Teilweise wurden diese Fachvorträge im Internet veröffentlicht.

Erfolgte Veröffentlichungen

Eversmann, B.; Hammer, P.; Frormann, L.: Erzeugung dreidimensionaler Strukturen aus Papier mittels Spritzgießen, 2. VDI-Kunststofftag - Neue Entwicklungen in der Spritzgießtechnik, Zwickau, 2008

Hammer, P.; Frormann, L.; Eschner, M. ; Kaplanová, S.: Papierfaserverstärkte Kunststoffe. NaroTech 2009, Erfurt

Frormann, L.: Untersuchungen zur Anwendung eines neuartigen Schneckenverarbeitungsverfahrens zur Herstellung von geometrisch komplexen Papierbauteilen

ohne polymeren Binder. Hochschulforschungsbericht 2009, Westsächsische Hochschule Zwickau

Hammer, P.; Hecht, O.; Frormann, L.: Papierfaserspritzguss. Hochschulmagazin Campus³, Westsächsische Hochschule Zwickau, 03.2010

Im Anschluss an das Projekt ist die Veröffentlichung der abgeschlossenen Ergebnisse in diversen Fachzeitschriften geplant. Hierbei befinden sich Artikel in folgenden Fachzeitschriften in Vorbereitung:

- Kunststoffe, Carl Hanser Verlag München
- Plastverarbeiter
- Carbohydrate Polymers
- Biomaterials

Zudem sollen die Ergebnisse auf der NaroTech 2010 Messe und Kongresse für Nachwachsende Rohstoffe in Erfurt präsentiert werden.

III. Erfolgskontrollbericht

1. Beitrag des Ergebnisses zu den förderpolitischen Zielen

Die Entwicklung und Weiterentwicklung von biobasierten Werkstoffen und von Verfahren zu deren Verarbeitung, insbesondere im Spritzgießprozess, stellt heute einen großen Schwerpunkt in der Kunststoffforschung dar. Die Verarbeitung von Zellstoffen im Spritzgießprozess ohne polymeren Binder war der Schwerpunkt dieses Forschungsprojektes. Altpapier in Kombination mit Kartoffelstärke als Binder und Matrixsystem konnte erfolgreich zu unterschiedlichen Bauteilen verarbeitet werden. Somit wurden ein Werkstoff und die notwendige Verfahrenstechnik entwickelt, sodass dieser Werkstoff heute schon für kurzlebige Anwendungen verwendet werden kann.

2. Wissenschaftlich-technisches Ergebnis des Vorhabens, die erreichten Nebenergebnisse und die gesammelten wesentlichen Erfahrungen

Siehe II.1

3. Fortschreibung des Verwertungsplans

- **Erfindungen/Schutzrechtsanmeldungen und erteilte Schutzrechte, erkennbare weitere Verwertungsmöglichkeiten**

Schutzrechtsanmeldungen wurden im Rahmen dieses Forschungsprojektes nicht eingereicht.

- **Wirtschaftliche Erfolgsaussichten nach Projektende**

Die Firma Papierschaum Priehs hat bereits an diesem Material und dem Verarbeitungsprojekt Interesse gezeigt. Konkrete Anwendungen stehen jedoch bisher noch nicht fest. Daher ist der finanzielle Erlös für die Hochschule durch die Verwertung der erzielten Ergebnisse noch nicht abzuschätzen.

- **Wissenschaftliche und/oder technische Erfolgsaussichten nach Projektende**

In dem Forschungsprojekt wurden umfassende Erkenntnisse auf dem Gebiet der Verarbeitung von Zellstoffen im Spritzgießprozess gewonnen. Diese Ergebnisse führten einerseits zur Generierung neuer Ideen zur Verarbeitung von Zellstofffasern im Spritzgießprozess. Andererseits wurde in den Ergebnissen deutlich, dass besonders noch Forschungsbedarf bei der Verbesserung der mechanischen Eigenschaften und im Verständnis der rheologischen Analysen von Papiercompounds gibt. Zur Verbesserung der wissenschaftlichen Erfolgsaussichten sind besonders weitere Kenntnisse zur Verbesserung der mechanischen Eigenschaften notwendig. Weitere Projekte befinden sich in der Vorbereitung, die an die Ergebnisse des abgelaufenen Projektes anknüpfen.

- **Wissenschaftliche und wirtschaftliche Anschlussfähigkeit für eine mögliche notwendige nächste Phase bzw. die nächsten innovatorischen Schritte zur erfolgreichen Umsetzung der Ergebnisse**

Auch die Firmen Optiplan GmbH und Stieler Kunststoff Service GmbH sehen das Innovationspotenzial in dieser Werkstoffklasse und in der Verarbeitung des Papier-Compounds im Spritzgießen. Die erzielten Ergebnisse bilden eine solide Grundlage zur Verbesserung der Material- und Verarbeitungseigenschaften dieses Compounds. Noch sind jedoch sehr hohe Drücke im Spritzgießprozess notwendig und die Verarbeitungseigenschaften sind sehr stark abhängig vom Feuchtegehalt im Compound. Zudem fehlen geeignete Analysegeräte zur Bestimmung der rheologischen Eigenschaften. Die Umsetzung dieser Forschungsfragen wurde durchgeführt in einem Forschungsantrag im Rahmen der Förderrunde IngenieurNachwuchs 2010.

4. Arbeiten, die zu keiner Lösung geführt haben,

Die Bestimmung der Fließeigenschaften mit einem Hochdruckkapillar-Rheometer konnten nur begrenzt Ergebnisse liefern, da die Feuchtigkeit im Material zu Störungen im Messverlauf führt. Hier besteht weiterer Forschungsbedarf.

5. Präsentationsmöglichkeiten für mögliche Nutzer

Für mögliche interessierte Nutzer besteht die Möglichkeit sich die Materialien und die Verarbeitung während einer Besichtigung des Labors für Kunststoffverarbeitung der Westsächsischen Hochschule Zwickau anschaulich erklären zu lassen. Des weitern sind Ausstellungen und entsprechende Poster auf Fachtagungen geplant. Hier erhalten interessierte Besucher die Möglichkeit sich umfassend über die Papiercompounds und deren Verarbeitung und Eigenschaften zu informieren. Weiterhin werden an der Westsächsischen Hochschule Zwickau regelmäßig Industrietage abgehalten, zu denen Besucher aus der Industrie, bevorzugt aus der näheren Umgebung, herzlich eingeladen sind.

6. Einhaltung der Ausgaben- und Zeitplanung.

Die Ausgaben- und Zeitplanung wurde eingehalten.

IV. Kurzfassung (Berichtsblatt)

Siehe Anhang.

V. Elektronische Ergebnisdarstellung

Siehe Anhang

Westsächsische Hochschule Zwickau
University of Applied Sciences

IfP Institut für Produktionstechnik

Schlussbericht – Eingehende Darstellung

FKZ 22028405

Untersuchungen zur Anwendung eines neuartigen Schnecken-verarbeitungsverfahrens zur Herstellung von geometrisch komplexen Papierbauteilen ohne polymeren Binder.

Zwickau, 30.11.2009

Verfasser

Dipl.-Ing. Philipp Hammer

Dipl.-Ing (FH) Oliver Hecht

Prof. Dr.-Ing. Lars Frormann

Inhaltsverzeichnis

Seite

Inhaltsverzeichnis **I**

Bilderverzeichnis **III**

Tabellenverzeichnis **VI**

Einleitung **1**

1 Stand der Technik **2**

2 Konzeptanalyse und -neuentwicklung **6**

2.1 Bisheriges Verarbeitungskonzept 6

2.2 Neues Verarbeitungskonzept 7

3 Werkstoffe **9**

3.1 Holzschliff 9

3.2 BCTMP 11

3.3 Zellstoff 11

3.4 Cellulosefasern 14

3.5 DIP 15

3.6 Stärkeprodukte 16

3.7 Papiercompound 18

4 Werkstoffanalyse **19**

4.1 Mahlgradbestimmung 19

4.2 Faserlängenverteilung 21

4.3 TGA 24

4.4 DSC 25

4.5 Rheologische Analysen 26

4.5.1 Schmelzvolumenrate (MVR) 26

4.5.2 Hochdruckkapillar-Rheometer 33

4.6 Feuchtigkeitsbestimmung 35

5 Compoundieren **39**

5.1	Allgemeine Verarbeitungsparameter	39
5.2	Extrudieren von ECF-Fasern	39
5.3	Extrudieren von DIP-Fasern	41
5.4	Extrudieren von Papiercompound	43
5.5	Trocknungsverhalten	44
5.6	Wiederbefeuchten des Extrudats	46
6	**Spritzgießen**	**48**
6.1	Vorversuche	48
6.2	Werkzeug und Einsätze	49
6.3	Verarbeitungseigenschaften	51
6.4	Analyse der Fließweglänge	55
6.5	Schwindung und Verzug	59
7	**Bauteileigenschaften**	**63**
7.1	Probekörperherstellung	63
7.2	Bestimmung der Zugfestigkeit	63
7.3	Härtemessung	67
8	**Konzept einer optischen, modularen Prüf-, Mess- und Sortieranlage**	**71**
9	**Zusammenfassung**	**75**
10	**Quellenverzeichnis**	**76**

Bilderverzeichnis

Bild	Bildunterschrift	Seite
Abb. 1:	Becherherstellung durch schneiden, rollen und falten von Papier	4
Abb. 2:	Funktionsstruktur Spritzgießen mit wässriger Papiersuspension	6
Abb. 3:	Funktionsstruktur Spritzgießen mit rieselfähigem Zellstoffgranulat	7
Abb. 4:	Prozesskette der Verarbeitung von Zellstofffasern	8
Abb. 5:	Hauptbestandteile von Holzschliff /1/	9
Abb. 6:	Lieferzustand Holzfaserstoff l: HS1, r: HS2	10
Abb. 7:	REM Aufnahme Holzfaserstoff HS1	11
Abb. 8:	links: ECF Lieferzustand, rechts gemahlen	13
Abb. 9:	REM-Aufnahme ECF Faser	13
Abb. 10:	links: DIP Lieferzustand, rechts: gemahlen	15
Abb. 11:	REM-Aufnahmen verschiedener DIP-Fasern	15
Abb. 12:	Übergänge von Stärkestrukturen /19/	17
Abb. 13:	links: Papiercompound Granulat, rechts: gemahlen	18
Abb. 14:	Mahlgrad in Abhängigkeit der Mahldauer	20
Abb. 15:	links: Herzline, mitte: Faserknick, rechts: Faserkrümmung	21
Abb. 16:	Darstellung Faserlängenverteilung	22
Abb. 17:	Darstellung Faserdickenverteilung	22
Abb. 18:	Darstellung Faserlängenverteilung	23
Abb. 19:	TGA Kurven Stärken	24
Abb. 20:	TGA Kurve Papiercompound	25
Abb. 21:	DSC Messungen, Papiercompound, verschiedenen Feuchtegehalte	26
Abb. 22:	Aufbau eines Schmelzvolumen-Kapillar-Rheometers	27
Abb. 23:	Übersicht MVR-Werte von Polymeren	28
Abb. 24:	MVR-Werte Papiercompound bei verschiedenen Feuchtigkeiten	29
Abb. 25:	MVR-Werte Papiercompound bei verschiedenen Belastungen	30
Abb. 26:	MVR-Werte LDPE bei verschiedenen Messtemperaturen	31
Abb. 27:	MVR-Werte Cellulose	32
Abb. 28:	Hochdruckkapillar-Rheometer Messungen Papiercompound	33

Abb. 29: Hochdruckkapillar-Rheometer Messungen Papiercompound 34
Abb. 30: Masseverlust Ofentrocknung Papiercompound (Granulat) 35
Abb. 31: Masseverlust Ofentrocknung Papiercompound (gemahlen) 36
Abb. 32: Masseverlust Halogentrockner Papiercompound (Granulat) – AK5 37
Abb. 33: Masseverlust Halogentrockner Papiercompound (gemahlen) – AK5 37
Abb. 34: Masseverlust in Abhängigkeit der Messtemperatur am Halogentrockner 38
Abb. 35: links: ECF-Fasern mit Erbsenstärke, rechts: mit Kartoffelstärke 40
Abb. 36: links: ECF-Fasern mit Maisstärke, rechts: mit modifizierter Stärke 40
Abb. 37: links: 70 % DIP-Fasern + Kartoffelstärke, rechts: 60 % DIP-Fasern 42
Abb. 38: links: 40 % DIP-Fasern + Kartoffelstärke, rechts: 30 % DIP-Fasern 43
Abb. 39: links: 20 % DIP-Fasern + Kartoffelstärke, rechts: 10 % DIP-Fasern 43
Abb. 40: Masseverlust von ECF-Compounds über der Lagerzeit 44
Abb. 41: Masseverlust von DIP-Compounds (1) über der Lagerzeit 45
Abb. 42: Masseverlust von DIP-Compounds (2) über der Lagerzeit 45
Abb. 43: Feuchtigkeitsabnahme im Papiercompound nach dem Extrudieren 46
Abb. 44: Feuchtigkeitsabnahme im Papiercompound nach dem Extrudieren 47
Abb. 45: Füllversuch Spritzgießen Papiercompound 48
Abb. 46: Probekörper Scheibe, d = 2mm, Papiercompound 49
Abb. 47: Schnellwechselkavität Vielzweckprobekörper 50
Abb. 48: Schnellwechselkavität Fließspirale 50
Abb. 49: Schnellwechselkavität kleine Platte 51
Abb. 50: Zugstab Papiercompound 51
Abb. 51: Zugstab DIP + Lab 51
Abb. 52: Zugstab ECF+ Erbsenstärke 51
Abb. 53: Max. spez. Massedruck in Abhängigkeit der Verarbeitungstemperatur 52
Abb. 54: Max. spez. Massedruck in Abhängigkeit der Feuchtigkeit im Material 53
Abb. 55: Vergleich Zugstab Papiercompound und LDPE 54
Abb. 56: Füllbildserie Zugstab Papiercompound 54
Abb. 57: Fließspirale aus Papiercompound 56
Abb. 58: Fließweglänge für verschiedene Feuchtigkeiten, Papiercompound 56

Abb. 59: Standardabweichung Fließweglänge für verschiedene Feuchtigkeiten 57
Abb. 60: Messpunkte am Probekörper für Schwindungsanalyse 59
Abb. 61: Temperaturabhängige Breitenschwindung Papiercompound 60
Abb. 62: Temperaturabhängige Längsschwindung Papiercompound 60
Abb. 63: Feuchtigkeitsabhängige Längsschwindung Papiercompound 61
Abb. 64: Feuchtigkeitsabhängige Breitenschwindung Papiercompound 62
Abb. 65: UPM Zwick/Roell Z 250 zweispindlige statische Universalprüfmaschine 64
Abb. 66: Prüfkörper Zugprüfstab nach Prüfung 64
Abb. 67: Darstellung der Zugfestigkeit der Papiercompounds 65
Abb. 68: Darstellung des Zug E-Moduls der Papiercompounds 65
Abb. 69: Röntgenaufnahme der Zugstäbe 67
Abb. 70: WOLPERT Universal DIA Testor 930/250 N /26/ 68
Abb. 71: Verteilung der Messpunkte 69
Abb. 72: Darstellung der Härte HB 2,5 Papiercompound 70
Abb. 73: Ablaufschema Mess- und Sortieranlage 72
Abb. 74: Rasterabmaße zur optischen Erkennung 73
Abb. 75: Darstellung Meßsystem Vialux AutoGrid® compact 74

Tabellenverzeichnis

Tabelle	Tabellenüberschrift	Seite
Tabelle 1:	Materialeigenschaften Holzfaserstoffe	10
Tabelle 2:	Typische Materialeigenschaften von BCTMP	11
Tabelle 3:	Zellstoffhärte in Abhängigkeit des Ligningehalts (Kappazahl)	12
Tabelle 4:	Typische Materialeigenschaften ECF	12
Tabelle 5:	Materialeigenschaften der Holzfaserstoffe	14
Tabelle 6:	Verkleisterungscharakteristika nativer Stärke /18/	17
Tabelle 7:	Standardwerte nach Zellcheming Merkblatt V/5/60	20
Tabelle 8:	Messergebnisse Faserlängenanalyse	23
Tabelle 9:	Schmelzvolumenrate (MVR) Papiercompound	28
Tabelle 10:	Eigenschaften beim extrudieren mit unterschiedlichen Fasergehalt	42
Tabelle 11:	Prozesskennwerte Spritzgießen (1)	52
Tabelle 12:	Prozesskennwerte Spritzgießen (2)	53
Tabelle 13:	Temperaturprofil Spritzgießen	55
Tabelle 14:	Maschinenparameter Spritzgießmaschine	55
Tabelle 15:	Feuchtigkeit vor dem Spritzgießen, verschiedene Verfahren	58
Tabelle 16:	Feuchtigkeit nach dem Spritzgießen	58
Tabelle 17:	Maschinenparameter Spritzgießmaschine	63
Tabelle 18:	Zeiteinteilung der Serien	63
Tabelle 19:	Zusammenfassung der Messwerte	66
Tabelle 20:	Zusammenfassung Härte HB 2,5 der Papiercompounds	69

Einleitung

Der Aspekt der Umwelt bei der Herstellung und Verarbeitung von Werkstoffen tritt heutzutage zunehmend in den Vordergrund. Besonders betrifft dies Kunststoffe und Kunststoffprodukte. Das wachsende Umweltbewusstsein unterstützt die Bemühungen die Materialien auf Erdölbasis mit Materialien auf Basis nachwachsender Rohstoffe zu ersetzen. Damit nimmt Papier bzw. auch Altpapier an Bedeutung zu. Papier dient nicht nur in Form von Druck- und Pressepapier als Informationsträger, sondern Papier beweist sich auch in anderen Bereichen /1/. Zudem können zum Beispiel aus Papier sehr stabile Möbelstücke hergestellt werden.

Der wichtigste Ausgangsstoff für die Papierherstellung sind die Zellstofffasern, die von Holz und Einjahrespflanzen gewonnen werden. Die Zellstofffasern liegen für die Verarbeitung in einer Suspension mit Wasser vor. Eine Möglichkeit der Herstellung von 3-dimensionalen Teilen aus Papier ist das Kontursieb-Verfahren. Bei diesem Verfahren wird eine Papierfasersuspension an ein Sieb geschwemmt, anschließend mit einer passenden Gegenform ausgepresst und mit einem heißen Werkzeug getrocknet. In einem weiteren aufwendigen Verfahren werden dreidimensionale Bauteile aus ebenen Zuschnitten durch Rollen oder Falten geformt und die Kanten durch Fügeverfahren miteinander verbunden /2/. Die genannten Verfahren bestehen aus mehreren Arbeitsschritten und haben damit den Nachteil langer Zykluszeiten, was höhere Kosten für das Endprodukt nach sich zieht. Um die Herstellungskosten zu reduzieren, muss eine stückzahlintensive Fertigungsmethode mit wenigen Arbeitsschritten, wie etwa das aus der Kunststofftechnik bekannte Spritzgießverfahren, eingesetzt werden.

Das Gesamtziel des Forschungsvorhabens ist die Weiterentwicklung der grundlegenden Verfahrenstechnik zur Herstellung von geometrisch komplexen Papierbauteilen in einem Verfahrensschritt ohne Polymeren Binder. Da das Verfahren bisher nur prinzipiell gelöst und in seinen grundlegen Prinzipien ungeklärt ist, ist die Beschreibung der Verfahrensgrundlagen, die rheologischen und verarbeitungstechnischen Zusammenhänge sowie die Ermittlung und Charakterisierung des möglichen Bauteilspektrums vorgesehen

1 Stand der Technik

Durch das verstärkte Umweltbewusstsein der Konsumenten und Erzeuger entlang der Wertschöpfungskette, die hohen Ölpreise sowie die Notwendigkeit nicht erneuerbare Ressourcen zu schonen, findet ein fundamentales Umdenken statt. Werkstoffe auf der Basis nachwachsender Rohstoffe werden immer wichtiger. Und das nicht nur weil die Kosten für Massenkunststoffe in starkem Maße vom Rohölpreis abhängen und sich vor der Finanzkrise laufend erhöht haben, wobei die Rohstoffkosten bei Naturstoffen auf annehmbarem Niveau schon längere Zeit stabil bleiben. Dieser Prozess hat in Deutschland seit Ende der 90er Jahre stark an Dynamik gewonnen und hält bisher ungebrochen an. Erste biobasierte Produkte sind seit Beginn der 90er Jahre bekannt. Eine breitere Markteinführung findet jedoch erst seit Anfang 2000 statt /3, 4/.

Zu Beginn stand die Entwicklung biologisch abbaubarer Werkstoffe für Produkte mit geringer Nutzungsdauer. So hat sich diese Werkstoffklasse insbesondere im Bereich der Verpackungsmaterialien stark weiterentwickelt. Nach der Marktentwicklung von Werkstoffen und der Festlegung von Basiseigenschaften ist bis heute die Anwendungstechnik optimiert worden. Biokunststoffe wie PLA, PHA, PHB haben den Verpackungssektor erobert. So werden diese Materialien meist zu Verpackungen, Tüten, Folien, Einwegbesteck oder auch Wasserflaschen verarbeitet. Vor wenigen Jahren wurde dieser Bereich noch als sehr schwieriges Terrain bezeichnet. Die Rohstoffe waren sehr teuer und mit eingeschränktem Leistungsspektrum. So gibt es heute keine Zweifel mehr welches Potenzial in diesen Werkstoffen steckt /3, 5, 6/.

Trotzdem ist die Herstellung von Kunststoffen aus biobasierten Polymeren ein junges Arbeitsgebiet und bedarf noch intensiver Forschung und Entwicklung. Gängige biobasierte Polymere sind PHA oder PLA. PLA wird durch Polykondensation von aus Milchsäure hergestellt, die ihrerseits durch die Fermentation von Stärke entsteht. PHB sind Polyester, die von Mikroorganismen aus Zucker gebildet werden. Selbst heute sind die Eigenschaften und Leistungsfähigkeit beider Polymere im Vergleich zu konventionellen Polymeren eingeschränkt. Bestimmte Anforderungen können Biokunststoffe heute noch nicht voll erfüllen. Daher werden Mischformen benötigt bis Lösungen existieren, um diese Lücke zwischen Gegenwart und Zukunft zu schließen. Viele Hersteller blenden daher die Werkstoffe auf Basis nachwachsender Rohstoffquellen mit petrochemischen Bestandteilen (Additive wie Polymere), um die Synergien zu nutzen und die notwendigen anwendungstechnischen Voraussetzungen zu erfüllen. 100 % biobasierte Anwendungen kann man nicht erzwingen. Der Einsatz nachwachsender Rohstoffe muss letztendlich ökologisch effizient sein und zu einer Verbesserung der Leistungsfähigkeit des Werkstoffs führen /11, 3, 5/.

Entsprechend dem Vorbild von Kunststoffen können biobasierte Kunststoffe in ihren Eigenschaften verbessert werden indem Zusatzstoffe eincompoundiert werden. Eine

merkliche Verbesserung der Eigenschaften wird z. B. durch die Einarbeitung von Naturfasern (z. B. Zellstoffen) in die biobasierte Matrix erzeugt. Die Qualität von Naturfasern kann dabei oft sehr ungleichmäßig sein. Dies beruht auf unterschiedlichen Wachstumsbedingungen und Aufbereitungsmethoden. Selbst bei gleicher Zusammensetzung von Verbundwerkstoffen treten wegen unterschiedlicher Aufbereitung und Verarbeitung große Differenzen in den Eigenschaften auf. Die Festigkeit hängt z. B. in viel stärkerem Maße von der Prozesstechnik, als von den verwendeten Materialien ab. Weitere Probleme bei der Verwendung von Biopolymeren mit Naturfasern stellen der Eigengeruch der Fasern, geringe Schlagzähigkeit und eingeschränkte Beständigkeit gegen Temperatur und Feuchte dar /6, 7/.

Naturfaserverstärkte Compounds haben aber ein sehr hohes Potenzial, da der Markt derzeit noch weiter hinter seinen Potenzialen zurück liegt. Verstärkte Compounds aus nachwachsenden Rohstoffen bestehen heute aber zu 80 % aus einer thermoplastischen Matrix. Hauptsächlich werden nur Thermoplaste verwendet deren Verarbeitungstemperaturen für Füllstoffe unkritisch sind. Hier dominiert Polypropylen ganz klar den Markt. PLA als Matrixsystem wird meist nur für kurzlebige Produkte verwendet. Aber auch Füllstoffe aus nachwachsenden Rohstoffen in Kombination mit Biopolymeren (PLA) bieten hohe Verstärkungsmöglichkeiten. Die Schwerpunkte der Füll- und Verstärkungsstoffe liegen bei Flachsfasern und Holzfasern sowie Holzmehl. Meistens liegen die Füllgrade bei 30 – 80 %. Andere Werkstoffe sind bekannt (z. B. Bambusfasern), jedoch ist ihr Anteil noch stark ausbaufähig. /8, 9, 10/.

Aus den Compounds werden meist extrudierte Profile in einfachen Produktformen hergestellt. Heute profitieren meist die Hersteller von konsumentennahen Produkten, Sitzmöbel aus WPC, über Schleifscheiben bis zu Stielen für Make-up Pinseln von den Entwicklungen. Problematisch sind jedoch immer noch die mechanischen Kennwerte dieser Compounds. Die mechanischen Eigenschaften entsprechen zwar fast denen von Konstruktionskunststoffen, aber mit einer Ausnahme – der Schlagzähigkeit. Jedoch besteht besonders bei komplexen Geometrien ein hohes Potenzial bestehende Stoffe zu substituieren. Somit bietet als Verarbeitungsverfahren das Spritzgießen das höchste Potenzial für diese Werkstoffe und bedarf einer weiteren intensiven Entwicklung. Biopolymere auf der Basis nachwachsender Rohstoffe ermöglichen ganz neue Lösungen, die auch im Hinblick auf Widerverwertungsvorschriften besonders interessant sind. Eine Problematik der Verarbeitung im Spritzgießprozess besteht jedoch immer noch in einem Mangel an fertigen Granulaten als Handelsware gegenüber einem steigenden Bedarf an Compounds auf der Basis nachwachsender Rohstoffe /8, 9, 10/.

Durch die nachhaltige Schonung von Umwelt und Ressourcen und der damit Verbundenen steigenden Nachfrage nach biobasierten Werkstoffen nimmt auch Papier bzw. Altpapier an Bedeutung zu. Papier dient nicht nur in Form von Druck- und Pressepapier

als Informationsträger, sondern Papier beweist sich auch als unverzichtbares Material beim Verpacken von Gütern. Zudem können zum Beispiel mit Papier sehr stabile Möbelstücke hergestellt werden /1/.

Der wichtigste Ausgangsstoff für die Papierherstellung sind Zellstofffasern, die von Holz und Einjahrespflanzen gewonnen werden. Diese Naturfasern gehören auf Grund ihrer guten mechanischen Eigenschaften, ihrer niedrigen Dichte und biologischen Abbaubarkeit, zu den derzeit viel erforschten Verstärkungsmaterialien für Verbundwerkstoffe /12/.

Eine Möglichkeit der Herstellung von 3-dimensionalen Teilen aus Papier wird derzeitig durch das Kontursieb-Verfahren realisiert. Bei diesem Verfahren wird eine Papierfasersuspension gegen ein Sieb geschwemmt, anschließend mit einer passenden Gegenform ausgepresst und mit einem heißen Werkzeug getrocknet. Andere dreidimensionale Bauteile werden relativ aufwendig aus ebenen Zuschnitten von Papier durch Rollen oder Falten geformt und die Kanten durch Fügeverfahren miteinander verbunden, wie in Abb. 1 dargestellt ist /13/.

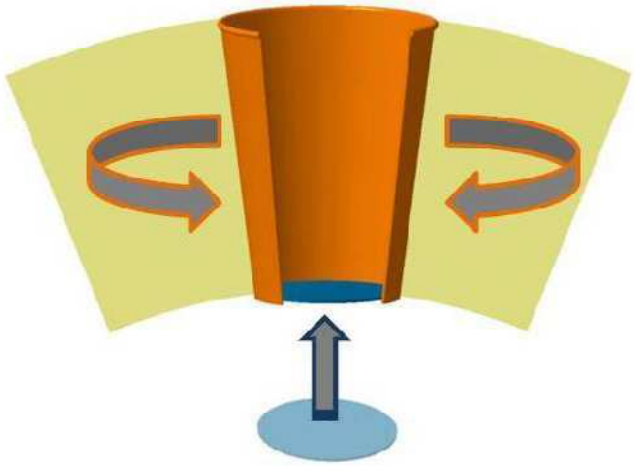

Abb. 1: Becherherstellung durch schneiden, rollen und falten von Papier

Die genannten Verfahren bestehen aus mehreren Arbeitsschritten und haben damit den Nachteil langer Zykluszeiten, was höhere Kosten für das Endprodukt nach sich zieht. Um die Herstellungskosten zu reduzieren, muss eine stückzahlintensive Fertigungsmethode mit wenigen Arbeitsschritten, wie etwa das aus der Kunststofftechnik bekannte Spritzgießverfahren, eingesetzt werden.

Bauteile aus reinem Papier sind aufgrund ihrer Zersetzung für einen langlebigen Einsatz eher ungeeignet. Jedoch kann durch Zusätze oder Beschichtungen mit z.B. biologisch abbaubaren Polymeren (Coating) der Zersetzungsprozess kontrolliert und gesteuert werden. Die im Vergleich zu naturfaserverstärkten Kunststoffen geringe Dichte des Papiers (0,5-

0,9g/cm³) und die hohen spezifischen Kennwerte macht es für die momentan immer wichtiger werdende Leichtbauweise zu einem idealen Einsatzstoff. Durch die Kombination mit der Spritzgießtechnik sollten neue Verarbeitungsmöglichkeiten von Papier eröffnet werden.

2 Konzeptanalyse und -neuentwicklung

2.1 Bisheriges Verarbeitungskonzept

Das bisherige Verarbeitungskonzept beruht auf der Verwendung einer wässrigen Papiersuspension. Diese Papiersuspension wird über einen Vorratsbehälter einer Exzenter-Schneckenpumpe zugeführt, die anstelle des konventionellen Spritzgießaggregates eingesetzt wird. Mit dieser Technik lässt sich ein Einspritzdruck von ca. 40 bar realisieren. Das sich im Prozess befindliche Wasser wird über ein Kreislaufsystem dem Gesamtprozess wieder zurückgeführt.

Die Funktionsanalyse bezogen auf den Materialfluss ergibt folgenden Sachverhalt und ist in Abb. 2 grafisch dargestellt.

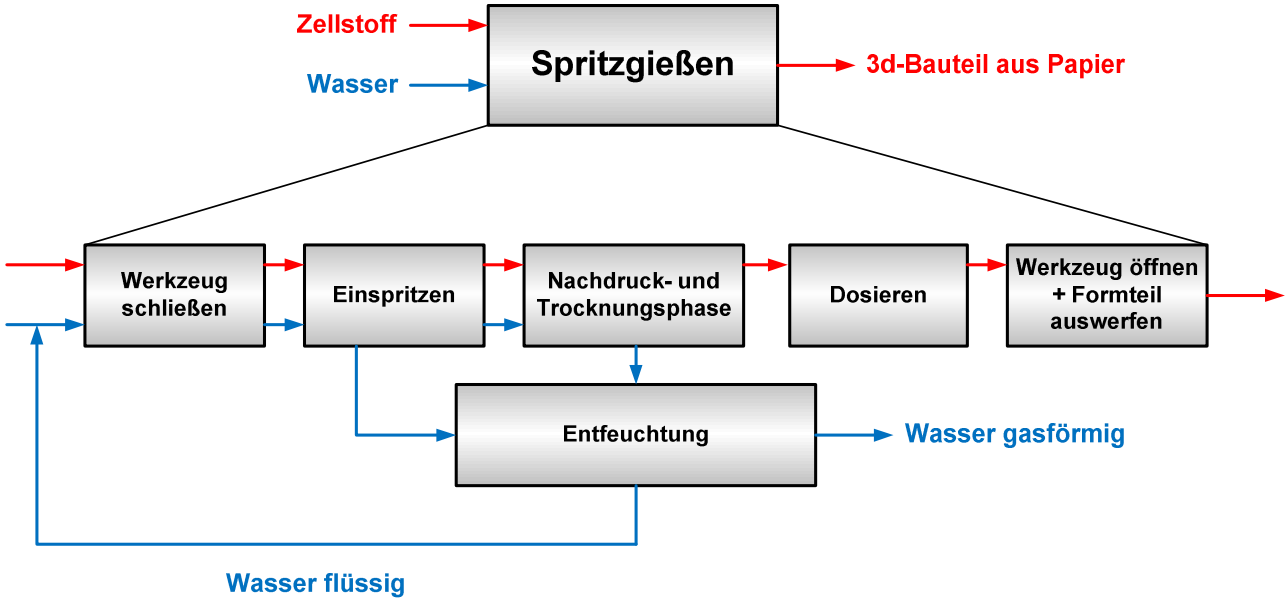

Abb. 2: Funktionsstruktur Spritzgießen mit wässriger Papiersuspension

Im Papier-Spritzgießprozess wird ein nicht aufschmelzendes Material bestehend aus Zellstofffasern und Wasser direkt der Verarbeitungsmaschine zugeführt. Anschließend wird diese Suspension in das Spritzgießwerkzeug eingebracht und dort durch die Ausführung des Werkzeugs nach dem Tauchkantenprinzip verdichtet und entfeuchtet. Während dieser Prozessschritte wird über die poröse Kavität des Werkzeugs das überschüssige Wasser als Flüssigkeit aus dem Spritzling ausgetragen. Gleichzeitig erfolgt die Umwandlung eines Teils des Wassers durch die einwirkende thermische Energie der Werkzeugtemperierung in den gasförmigen Zustand und wird über entsprechende konstruktive Möglichkeiten aus dem Formgebungswerkzeug abgeführt.

Das bisherige Verarbeitungskonzept bedeutet sowohl durch das Entfeuchtungskonzept als auch durch die Verwendung von porösen Werkzeugkavitäten einen zusätzlichen Mehr-

aufwand für den Anwender. Des Weiteren kann das konventionelle Spritzgießaggregat nicht verwendet werden. Eine weitere Schwierigkeit dieses Verarbeitungskonzeptes ist die Homogenisierung des Zweiphasengemisches aus Zellstofffasern und Wasser. Besonders bei der Verarbeitung von hohen Zellstofffaseranteilen konnten keine akzeptablen Bauteilqualitäten erzielt werden.

2.2 Neues Verarbeitungskonzept

Das neu entwickelte Verarbeitungskonzept orientiert sich an der bekannten Vorgehensweise des Spritzgießens von thermoplastischen Polymeren. Damit sollen die beschriebenen Nachteile der Verarbeitungstechnologie von wässrigen Papiersuspensionen umgangen werden.

Grundlage für das neue Verarbeitungskonzept ist die Verwendung eines rieselfähigen Granulates bestehend aus Zellstofffaser und einer nichtpolymeren Matrix. Die nichtpolymere Matrix dient größtenteils als Bindemittel, soll aber auch zu einer Verbesserung der Fließfähigkeit des Werkstoffgemisches beitragen. Zur besseren Verarbeitung soll eine geringe Menge an Wasser diesem Werkstoffgemisch zugegeben werden. In Abb. 3 wird der Materialfluss für den Spritzgießprozess des neu entwickelten Verarbeitungskonzepts dargestellt.

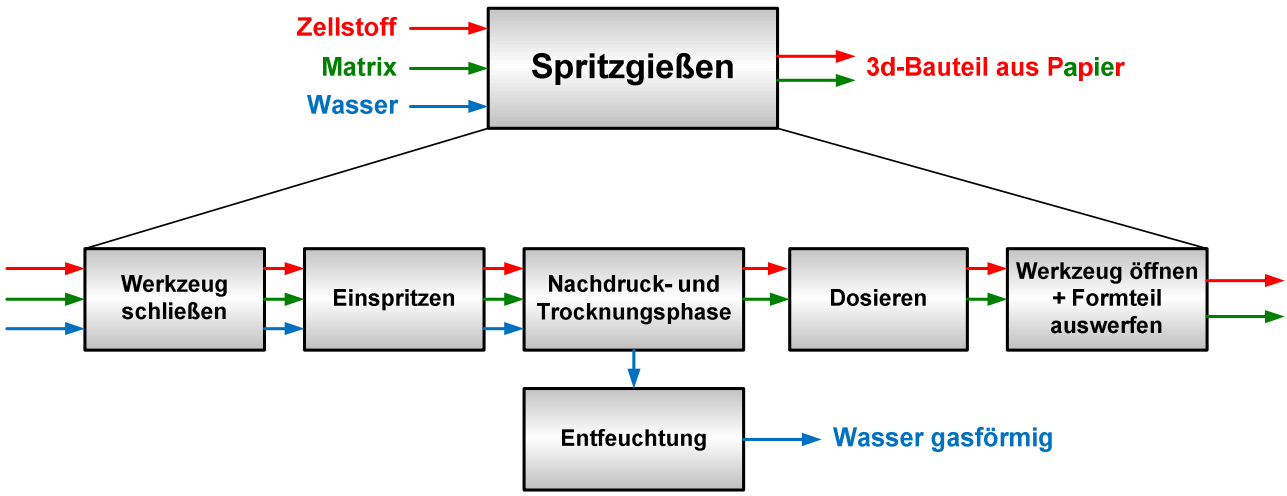

Abb. 3: Funktionsstruktur Spritzgießen mit rieselfähigem Zellstoffgranulat

Aufgrund des deutlich reduzierten Wassergehaltes entfällt der aufwendige Rückführungskreislauf für das dem Spritzling entzogene Wasser. Die Entfeuchtung erfolgt ausschließlich durch den Eintrag von thermischer Energie im Formgebungswerkzeug und entsprechender konstruktiver Maßnahmen in der Werkzeuggestaltung, wie beispielsweise Entlüftungskanäle und -buchsen. Weiterhin kann für die Realisierung dieser Vorgehens-

weise ein konventionelles Spritzgießaggregat verwendet werden.

Kernpunkt des neu entwickelten Verarbeitungskonzeptes ist der Einsatz eines Granulates aus Zellstofffasern. In Abhängigkeit von der Halbzeugform der Zellstofffasern existieren verschiedene Möglichkeiten der Erzeugung des benötigten Granulates. So können aus losen Zellstofffasern, aus flächigen Zellstoffbahnen, aus Altpapier und aus Faserballen Granulate hergestellt werden. Zunächst werden die Zellstofffasern aus den verwendeten Halbzeugen herausgelöst. Beim flächigen Faserhalbzeug und beim Faserballen ist dafür das Auflösen in Wasser notwendig. Hingegen können über mechanische Zerkleinerungsprozesse bei losen Zellstofffasern und beim Altpapier geeignete Fasereigenschaften für das Granulat eingestellt werden. Die aufbereiteten Zellstofffasern werden anschließend in einem Compoundierungsprozess mit der vorgesehenen Matrix vermischt. Dabei werden an die einzusetzenden Extruder keine spezifischen Anforderungen gestellt. Nach der Homogenisierung im Extruder wird das Gemisch aus Zellstofffasern und nichtpolymerer Matrix konfektioniert und zur Spritzgießmaschine gefördert.

Damit ergibt sich die in Abb. 4 dargestellte Gesamtprozesskette für die Fertigung von komplexen dreidimensionalen Bauteilstrukturen aus Papier, die im Gegensatz zum ursprünglichen Konzept eine deutliche Vereinfachung der Prozesskette bedeutet.

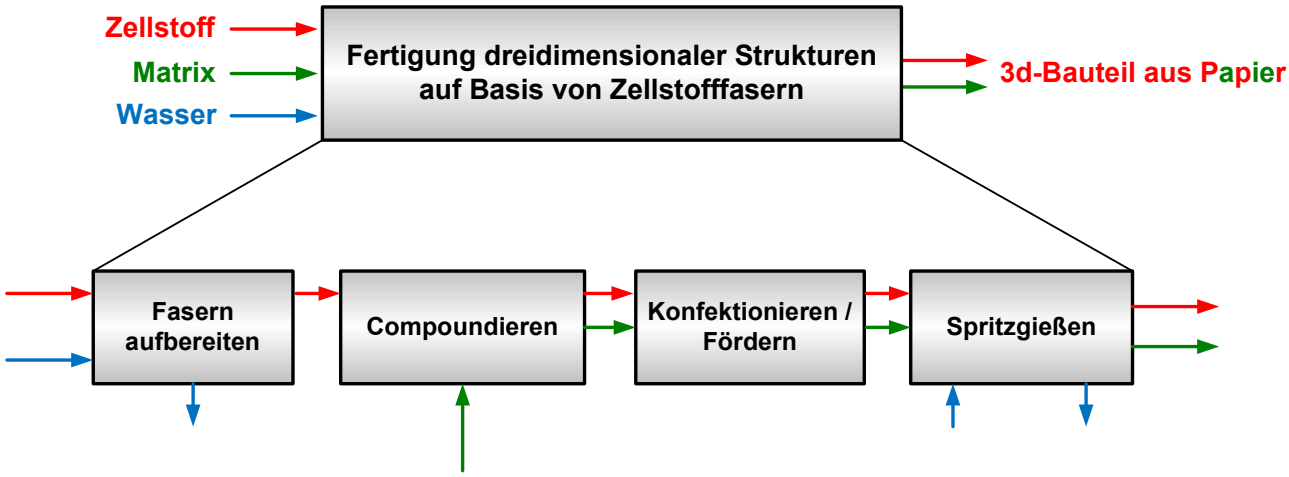

Abb. 4: Prozesskette der Verarbeitung von Zellstofffasern

3 Werkstoffe

Faserstoffe stellen die Grundsubstanz aller Papiere dar und definieren mit ihrer Morphologie stark das Eigenschaftsbild der zu erzeugenden Faserbauteile. Auf dem Markt stehen folgende Faserstoffe mit sehr unterschiedlichen Eigenschaften zur weiteren Verarbeitung zur Verfügung.

- Holzschliff
- BCTMP (gebleichter Chemisch vorbehandelter Thermomechanischer Holzstoff)
- Zellstoff
- Cellulose
- DIP (Deinkt Paper = entfärbtes Altpapier)

3.1 Holzschliff

Holzschliff wird in einem mechanischen Zerkleinerungsverfahren aus Holz hergestellt. Hierdurch entsteht ein Faser(holz)stoff der aus Cellulose, Hemicellulose und Lignin besteht. Aufgrund des Ligningehalts wird Holzschliff nur für die Herstellung von billigen Papieren mit kurzer Lebensdauer verwendet. Im normalen Herstellungsverfahren entsteht ein Faserstoff mit einem hohen Feinstoffgehalt und wenig langen Fasern. Holzschliff hat somit eine hohe Opazität, aber niedrige Festigkeitswerte. Für sich selbst ist es der billigste primäre Faserstoff. Eine Verbesserung der Festigkeit ist durch die Zugabe von teuren Zellstoff mit längeren Fasern möglich /14/. Entsprechend der Faserlänge wird der Holzstoff folgendermaßen eingeteilt:

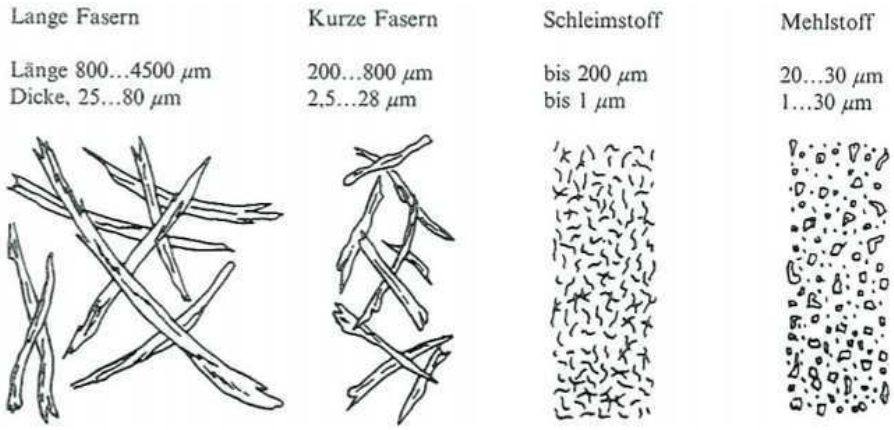

Abb. 5: Hauptbestandteile von Holzschliff /1/

Die kornartigen Struktur von Mehlstoff ist nicht dafür geeignet hohe Festigkeiten im Papier zu erzeugen. Mehlstoff wirkt meist nur als organischer Füllstoff. Dagegen wirkt Schleim-

stoff durch das hohe Quellvermögen verklebend und Festigkeitssteigernd. Die Fasern im Holzschliff sind im Gegensatz zum Zellstoff starrer, steifer und teilweise auch spröder. Diese Eigenschaften beruhen auf dem Erhöhten Ligningehalt /3/.

Holzschliff auf der Basis von ausgesuchtem Nadelholz oder Laubholz wurde für Untersuchungen von der Firma J.Rettenmeier & Söhne zur Verfügung gestellt. Dabei besteht der Rohstoff aus folgenden Komponenten:

- Cellulose Ca. 50 %
- Hemicellulose Ca. 25 %
- Lignin Ca. 25 %

Tabelle 1: Materialeigenschaften Holzfaserstoffe

	HS 1	HS 2	HS 3	HS 4
Ausgangsrohstoff	Nadelholz	Nadelholz	Nadelholz	Laubholz
Struktur	Faserig	Kubisch	kubisch	Faserig
Faserlänge	70 – 150 µm	300 - 500 µm	0,8 – 1,1 mm	200 – 400 µm
Schüttdichte	100 – 135 g/l	170 – 230 g/l	140 – 210 g/l	190 – 270 g/l

Der Mahlgrad wurde über das Entwässerungsverhalten eines Faserstoffes gemessen und in Grad Schopper-Riegler (°SR) angegeben. Ungemahlene Zellstoffe haben einen Mahlgrad von ca. 10 - 20 °SR, leicht gemahlene einen von 30 °SR. Faserstoffe mit hohen Mahlgraden von 90 °SR nehmen aufgrund der starken Quellung und Fibrilierung eine schleimige Beschaffenheit an. Die meisten Papiere werden mit einem Mittleren Mahlgrad gefertigt. Holzschliff hat aufgrund seines Herstellungsprozesses bereits Mahlgrade zwischen 50 – 80 °SR und erscheinen somit gut geeignet.

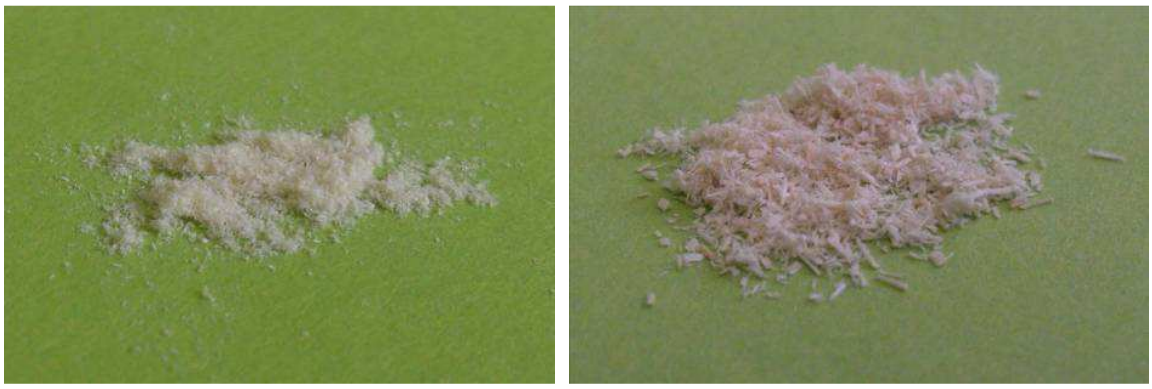

Abb. 6: Lieferzustand Holzfaserstoff l: HS1, r: HS2

Die folgende Abbildung zeigt die REM-Aufnahme des Holzfaserstoffs HS1. Die Faser hat eine Länge von ca. 170 µm. Bei diesem Fasermaterial handelt es sich eher um ein Holz-Bruchstück, als um eine Faser.

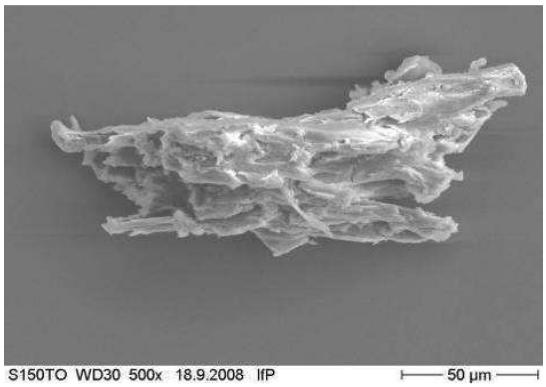

Abb. 7: REM Aufnahme Holzfaserstoff HS1

3.2 BCTMP

BCTMP (gebleichter chemisch-thermomechanischer Holzstoff) ist das wichtigste und weltweit verbreitetste Verfahren zur Erzeugung von Faserstoffen auf der Basis von Holz. Hackschnitzel werden in diesem Verfahren mit chemischer und thermischer Vorbehandlung mechanisch zu einem Faser(holz)stoff mit einem höheren Langfaseranteil und weniger Feinstoffen zerkleinert. Hieraus resultieren im Vergleich zum Holzschliff bessere Festigkeiten (höhere Reißlänge und Weiterreißfestigkeit) bei gleichem Mahlgrad und die Zugabe von teuren Zellstoffen bei der normalen Papierherstellung kann reduziert werden. BCTMP entwässert schneller und die Porosität nimmt zu. Wegen des geringeren Feinstoffgehalts ist die Opazität geringer als vom Holzschliff. Gleichzeitig ist durch die Wärmebehandlung die Weiße geringer und muss durch Bleichen korrigiert werden.

Tabelle 2: Typische Materialeigenschaften von BCTMP

	BCTMP (Hohe Reißfestigkeit)	BCTMP
Mahlgrad (°SR)	28 - 38	28 - 44
Reisslänge (m)	4600	2900

Für weitere Untersuchungen steht ein gebleichter Aspen BCTMP aus Canada zur Verfügung. Dieser basiert zu 100 % auf Laubholz.

3.3 Zellstoff

Zellstoff besteht aus Cellulose, Hemicellulose sowie einem Rest von Lignin und ist der wichtigste Ausgangsstoff für die Papierindustrie. Die Hemizellulosen sind wichtig für die Bindekräfte im Papier, da sie die Festigkeit verbessern. Sie verfügen über mehr Hydroxyl-

Gruppen als Cellulose und erzeugen somit einen größeren Anteil an Wasserstoffbrückenbindungen. Die Fasern werden in chemischen Kochverfahren aus Nadelholz, Laubholz sowie Einjahrespflanzen freigelegt und anschließend gebleicht. Weniger aufgeschlossener Zellstoff besitzt steife und sperrige Fasern. Intensiv aufgeschlossener Zellstoff, bei dem ein Teil der Hemicellulosen entfernt wurde, hat eine geschmeidigere, biegsame Faser und wird als weicher Zellstoff bezeichnet. Der intensive Aufschluss reduziert aber die Festigkeit des Zellstoffs. Eine niedrige Kappazahl (Tab. 3) bedeutet weniger Lignin und weniger Hemicellulose.

Tabelle 3: Zellstoffhärte in Abhängigkeit des Ligningehalts (Kappazahl)

Zellstoffhärte	Kappazahl	Ligningehalt (%)
sehr hart	54-69	7-9
Hart	46-54	6-7
Normal	23-31	3-4
Weich	1-15	1,5-2
Sehr weich	3-7	0,5-1

Je nach chemischen Aufschlussverfahren und der Holzart wird zudem die Festigkeit des Endprodukts beeinflusst. Sulfatzellstoffe haben wegen einer sehr stabilen Form der Hemicellulosen eine höhere Festigkeit als Sulfitzellstoff, z. B. haben Laubholzsulfatzellstoffe durch den hohen Hemicellulosegehalt eine sehr hohe Festigkeit. Die Weiterreißfestigkeit von Nadelholzzellstoff wird jedoch nicht erreicht. Laubholzsulfatzellstoff hat wegen seiner Faserstruktur allgemein geringere Festigkeiten als Nadelholzsulfatzellstoff.

Elementar Chlorfrei gebleichter Zellstoff (ECF) wurde von der Firma Zellstoff Stendal zur Verfügung gestellt und getrocknet in Bogen (Abb. 8) ausgeliefert. Die Basis besteht aus 30 % Fichte und 70 % Kiefer. Das für die Erzeugung dieses Zellstoffs eingesetzte Holz zeichnet sich durch eine hohe Faserlänge mit einem ausgewogenem Längen-/Dickenverhältnis der Zellstofffasern aus.

Tabelle 4: Typische Materialeigenschaften ECF

	ECF Standard (Lieferzustand)	ECF gemahlen (PFI-Mühle 11000 Umdrehungen)
Mahlgrad [°SR]	12,9	49,5
Reisslänge [m]	2507	10412 (Maximum)

Abb. 8: links: ECF Lieferzustand, rechts gemahlen

Der gepresste Faserstoff wurde in Wasser aufgelöst und einzelne Fasern separiert, um diese mittels REM untersuchen zu können. Abb. 9 zeigt eine Abbildung einer ECF Faser.

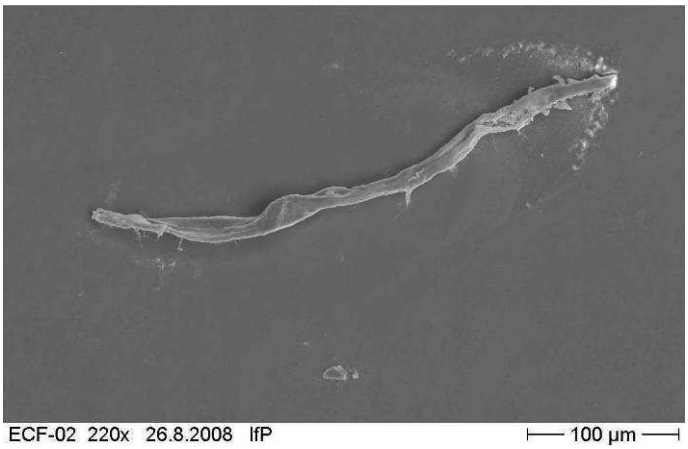

Abb. 9: REM-Aufnahme ECF Faser

Die untersuchten ECF-Fasern haben eine Länge von 300 – 400 µm und eine Dicke von ca. 20 µm. Für weitere Untersuchungen stehen folgende Zellstoffe zur Verfügung:

Alabama River HW

Dabei handelt es sich um gebleichten Kurzfaser-Sulfatzellstoff aus dem Süden der USA auf der Basis von Nadelhölzern

- Faserlänge: 1,4-1,8 mm
- Faserdurchmesser: 18-32 µm
- Faserwanddicke: 5 µm

Kotlas Koryazhma

Hier handelst es sich um einen gebleichten kurzfaser Sulfatzellstoff aus Russland auf der

Basis von Laubhölzern (Birke/Aspe) mit folgenden Fasermerkmalen:

Birkefasern:

- Faserlänge: 1,1-1,5 mm
- Faserdurchmesser: 16-22 µm
- Faserwanddicke: 3,0-3,6 µm

Aspefasern:

- Faserlänge: 1,0-1,3 mm
- Faserdurchmesser: 18-19 µm
- Faserwanddicke: 2-3 µm

ECF-Fasern wurden im Rahmen dieses Forschungsprojektes mit Stärke im Extrusionsprozess zu Granulaten weiterverarbeitet.

3.4 Cellulosefasern

Cellulosefasern bestehen aus Cellulose, der am häufigsten in der Natur vorkommenden biochemischen Substanz. Der Naturstoff ist ein wasserunlösliches Polysaccharid (Mehrfachzucker) mit mehr als zehn Verknüpfungen von Monosacchariden und wird mit der chemischen Formel $(C_6H_{10}O_5)_n$ beschrieben. Je nach Länge der Cellulosefasern sind 500 bis 5000 Einheiten unverzweigt miteinander verknüpft. Cellulosefasern werden wie Zellstoff in einem chemischen Verfahren erzeugt, wobei das Lignin völlig entfernt wird. Die Festigkeit von Faserstoffbauteilen wird erzeugt, indem zwischen den Fasern Wasserstoffbrückenbindungen entstehen und die Fasern miteinander verfilzen.

Die von der Firma JRS produzierten Cellulosefasern haben einen Cellulosegehalt von 90 – 99,5 %, wobei Fasern mit unterschiedlichen Faserlängen zur Verfügung stehen (Tab. 5). Diese Cellulosefasern werden z. B. als Verdickungsmittel oder als Füllstoff in verschiedenen Anwendungsbereichen verwendet. Diese technische bzw. hochreine Cellulose wird eigentlich nicht zur Papierherstellung verwendet.

Tabelle 5: Materialeigenschaften der Holzfaserstoffe

	CL1	CL2	CL3
Charakteristik	Kurzfaser, weiß	Kurzfaser, weiß	Nadelholz
ca. Faserlänge	150 µm	120 µm	30 µm
ca. Faserdicke	35 µm	20 µm	18 µm
Schüttdichte	150 – 180 g/l	150 – 180 g/l	200 – 240 g/l

3.5 DIP

DIP steht für Deinkt-Paper und bezeichnet entfärbtes Altpapier. DIP ist mit relativ wenig Energie zu verarbeiten, da die Fasern schon vorher als Zellstoff oder Holzstoff aufgeschlossen waren. Zur Verbesserung der Festigkeit wird DIP gemahlen, wodurch neue bindungsaktive Stellen erzeugt werden. Jedoch ist dieser Faserstoff nicht unendlich oft wieder aufzubereiten. Etwa nach fünf bis sieben Durchgängen ist die Faserlänge so kurz, dass sich keine neuen Wasserstoff-Brücken-Bindungen mehr aufbauen können. Zu Verbesserung der Qualität muss meistens wieder Restpapier aus Frischzellstoff in den Kreislauf mit eingebracht werden /15/.

Das DIP wurde von der Firma Stora Enso zur Verfügung gestellt. Die Eigenschaften des DIP-Stoffes unterliegen natürlichen Schwankungen aus dem Altpapier-Sammelprozess. Im Werk von Stora Enso wird gemischte Haushaltssammelware mit ca. 50 % Zeitungen und ca. 50 % Illustrierten eingesetzt. Das DIP wird in Stücken gepresst mit einem Restwassergehalt von ca. 11 -12 % geliefert.

Abb. 10: links: DIP Lieferzustand, rechts: gemahlen

Die verwendeten Altpapierfasern besitzen im Vergleich zu den ECF-Fasern eine etwas höhere Dichte und zeichnen sich durch eine leichte Graufärbung aus. Um eine REM-Analyse durchzuführen, wurde das DIP wurde in Wasser gelöst und einzelne Fasern separiert. Die folgenden Bilder zeigen eine Auswahl der Aufnahmen.

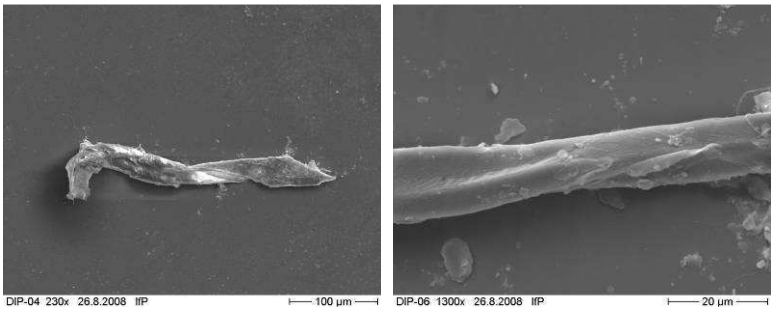

Abb. 11: REM-Aufnahmen verschiedener DIP-Fasern

Die Aufnahmen zeigen Faserlängen von 200 µm bis zu 1 mm. Die Dicke der Fasern liegt bei ca. 5 - 20 µm.

3.6 Stärkeprodukte

Stärke ist ein Polysaccharid und somit ein natürliches, biologisch abbaubares Polymer mit pflanzlichen Ursprung. Die makromolekularen Ketten der Stärke bestehen aus Anhydro-Glucoseeinheiten. Native Stärke ist nicht homogen zusammengesetzt, sondern besteht aus zwei verschiedenen Makromolekülen, der Amylose und dem Amylopektin. Die meisten Stärkearten bestehen aus etwa 14 - 27 % Amylose und 73 - 86 % Amylopektin. Das Mengenverhältnis dieser beiden Stoffe beeinflusst entscheidend die Eigenschaften der Stärke /16, 17, 18/.

Amylose ist ein weitgehend linear aufgebautes Molekül mit einer Molekularmasse von 10^5 - 10^6 g/mol und einer mittleren Kettenlänge von 300 - 400 Glucoseeinheiten. Der Polymerisationsgrad von Amylose hängt stark vom Herstellungsverfahren der Stärke und dem Reifezustand der Frucht ab aus dem die Stärke gewonnen wird und schwankt zwischen 50 und 7000 Glucoseeinheiten. Die Sprödartigkeit ist z. B. proportional zum Amyloseanteil in der Stärke /16, 17, 18/.

Amylopektin besitzt eine viel verzweigtere, wesentlich komplexere Struktur. Je nach Herkunft und Bestimmungsmethode schwanken die Angaben zum Polymerisationsgrad zwischen $7x10^3$ – $7x10^5$ und der Molekülmasse zwischen 10^6 – 10^8 g/mol. Amylopektin wirkt bindekrafterhöhend und steigert die Festigkeit. Sehr feste Stärke kann einen Anteil von bis zu 90 % Amylopectin besitzen. Wachsartige Stärke besitzt dagegen nur bis zu 8 %. Die langen Äste der Makromoleküle beeinflussen unter anderem die kristalline Struktur und die Gelierung /16, 17, 18/.

Aufgrund der Anordnung der Amylose und des Amylopektins besitzen Stärkekörner eine sphärolithische teilkristalline Struktur. Die kristalline Struktur ist dabei auf das Amylopektin zurück zu führen. Die Amylopectin-Kristallite werden von Doppelhelices gebildet, die radial im Stärkekorn angeordnet sind. Die Moleküle sind dabei durch Wasserstoffbrückenbindungen zu parallelen Strängen verknüpft /16, 17, 18/. Die Dichte der Stärke beträgt ca. 1,5 g/cm^3

Stärke kann bis zu 30 % Wasser aufnehmen, welches in die amorphen Bereiche eindringt. Dies ist ein reversibler Prozess. Unterhalb der Gelierungstemperatur ist ein Trocknen möglich. /19/.

Tabelle 6: Verkleisterungscharakteristika nativer Stärke /18/

Art	Verkleisterungsbereich / ℃	Quellvermögen
Kartoffelstärke	56-66	Mehr als 1000 fach
Maisstärke	75-85	24 fach

Ein Aufheizen in Kombination mit Wasser löst die kristallinen Bereiche auf und das Material geliert. Dies ist ein irreversibler Prozess. Die Gelierung erfordert Wasser oder andere Zusatzstoffe wie Glycerin. Ohne Wasser zersetzt es sich. Die Gelierungstemperatur ist von der Kettenlänge des Amylopectin abhängig. /19/.

Ein weiteres Aufheizen und mechanische Scherung unter ausreichend Wasser führt zu einem Quellen oder einer Destrukturierung. Je nach Verhältnis von zugegebener Wassermenge, Scherkräften und Temperatur kommt es dabei zu einer überwiegend thermomechanischen Korndestrukturierung oder eher zu einer thermochemischen durch Wasser herbeigeführten Stärkeverkleisterung.

Durch abkühlen dieser Paste steigt die Viskosität. Die Stärkemoleküle in der Paste bauen ein Netzwerk auf. Die Stärke gibt dabei die physikalisch gebundene Flüssigkeit teilweise wieder ab und geht in einen kristallinen Zustand über (z. B. Stärkekörner) (Abb. 12) /19/.

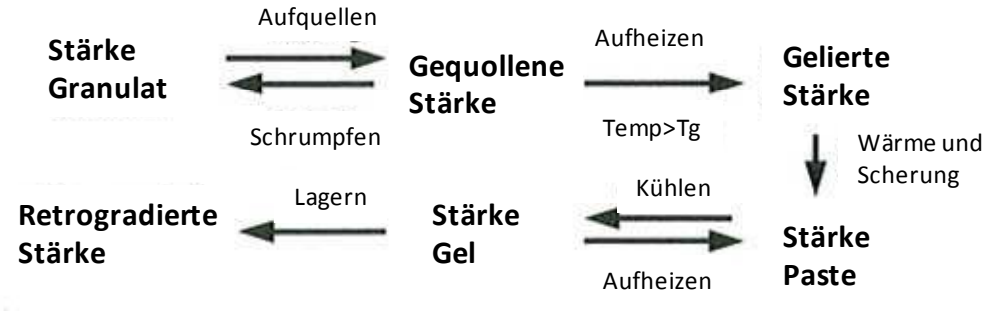

Abb. 12: Übergänge von Stärkestrukturen /19/

Zur Verarbeitung im Extrusionsprozess stehen folgende Stärken zur Verfügung:

- Kartoffelstärke
- Maisstärke
- Erbsenstärke
- Modifizierte Stärke, LAB 3726

Mit diesen Stärken wurden verschiedene Versuche durchgeführt, um ein spritzgießgeeignetes Compound, auf der Basis von Altpapierfasern (DIP) und Zellstoff-

fasern (ECF), zu entwickeln.

3.7 Papiercompound

Zur Verfügung steht weiter ein Compound, welches zu etwa gleichen Teilen aus Altpapier und Kartoffelstärke hergestellt wird. Die beiden Stoffe werden mittels Press-Agglomeration zu einem Granulat verarbeitet (Abb. 13) und sind somit gut geeignet für die Weiterverarbeitung in der Extrusion oder dem Spritzgießen. Direkt nach dem Pressen hat das Granulat noch einen sehr hohen Feuchtigkeitsanteil und wird bei Raumtemperatur sowie Raumluftfeuchtigkeit konditioniert. Zum einen liegt es als Pellets, zum anderen in gemahlener Form vor.

Abb. 13: links: Papiercompound Granulat, rechts: gemahlen

4 Werkstoffanalyse

4.1 Mahlgradbestimmung

Von ausgewählten Zellstoffen wurde der Mahlgrad in Abhängigkeit der Mahldauer bestimmt. Der Mahlvorgang wurde mit einer Jokro-Mühle durchgeführt. Die Labormahlung von Zellstoff nach dem Verfahren von Jokro arbeitet gemäß dem Prinzip der Zentrifugalkraft. Durch Ändern der Drehzahl ändert sich der Mahldruck und damit das Mahlergebnis.

Vermessen wurden folgende Zellstoffe:

- Alabama River HW (ECF, Kurzfaser-Sulfatzellstoff, Southern Mixed, Nadelholz)
- Kotlas Koryazhma (ECF, Kurzfaser-Sulfatzellstoff, Birke/Aspe Mix, Laubholz)
- BCTMP (Aspen, Laubholz)
- DIP (Altpapier, Stora Enso)

Eine gewogene und mit dem standardisierten Aufschläger aufgeschlagene Zellstoffprobe wurde in die einzelnen Behälter eingebracht. Nach Einsetzen der Behälter wurde der Sicherheitsdeckel geschlossen und der Mahlvorgang gestartet. Die Mühle stoppte automatisch nach Erreichen der voreingestellten Zeit. Der Prozess wurde mit folgenden Parametern durchgeführt:

Parameter Jokro Mühle

Einwaage	16 g otro
Quellzeit	15 min

Nach dem Mahlvorgang wurden die Behälter entnommen. Der jeweilige Mahlgrad wurde mit dem Schopper-Riegler Mahlgradprüfgerät bestimmt und über das Entwässerungsverhalten des Faserstoffes gemessen und in Grad Schopper-Riegler (°SR) angegeben.

Der Faserstoff wurde in einem Aufschlaggerät normgerecht verdünnt und in die Füllkammer eingebracht. Ein Dichtkegel wurde nach dem Drücken der Starttaste pneumatisch angehoben und die Suspension entleert. Die Fasern wurden durch das Sieb zurückgehalten, während das Filtrat abfließt. Je nach Zusammensetzung der Fasersuspension ist die Zeit der Entwässerung verschieden. Das Filtrat fließt durch den seitlichen Auslauf in einen Mahlgradbecher. Dort ist der Mahlgrad in Schopper-Riegler- Graden (°SR) ablesbar.

Der Schopper-Riegler-Grad (°SR) bezeichnet die Meng e der abgeflossenen Suspension und ist das Mass des Entwässerungsverhaltens für einen im Wasser suspendierten Faserstoff. Ein °SR entspricht 10 ml Wasser.

Tabelle 7 zeigt einige Standardwerte des Mahlgrades in Abhängigkeit der Mahldauer für Laub- und Nadelhölzer.

Tabelle 7: Standardwerte nach Zellcheming Merkblatt V/5/60

	Sulfit		Sulfat	
	Nadelholz	Laubholz	Nadelholz	Laubholz
°SR	min	min	min	min
20	7	6	30	6
40	25	20	70	35
60	40	30	95	60
80	70	60	125	90

Die Ergebnisse der Messungen sind in Abb. 14 dargestellt. Die ECF-Zellstoffe haben unabhängig von der Zeit die kleinsten Mahlgrade. Erwartungsgemäß sind die Mahlgrade von DIP am größten das es sich um einen schon verarbeiten Zellstoff und somit um die kürzeren Fasern handelt.

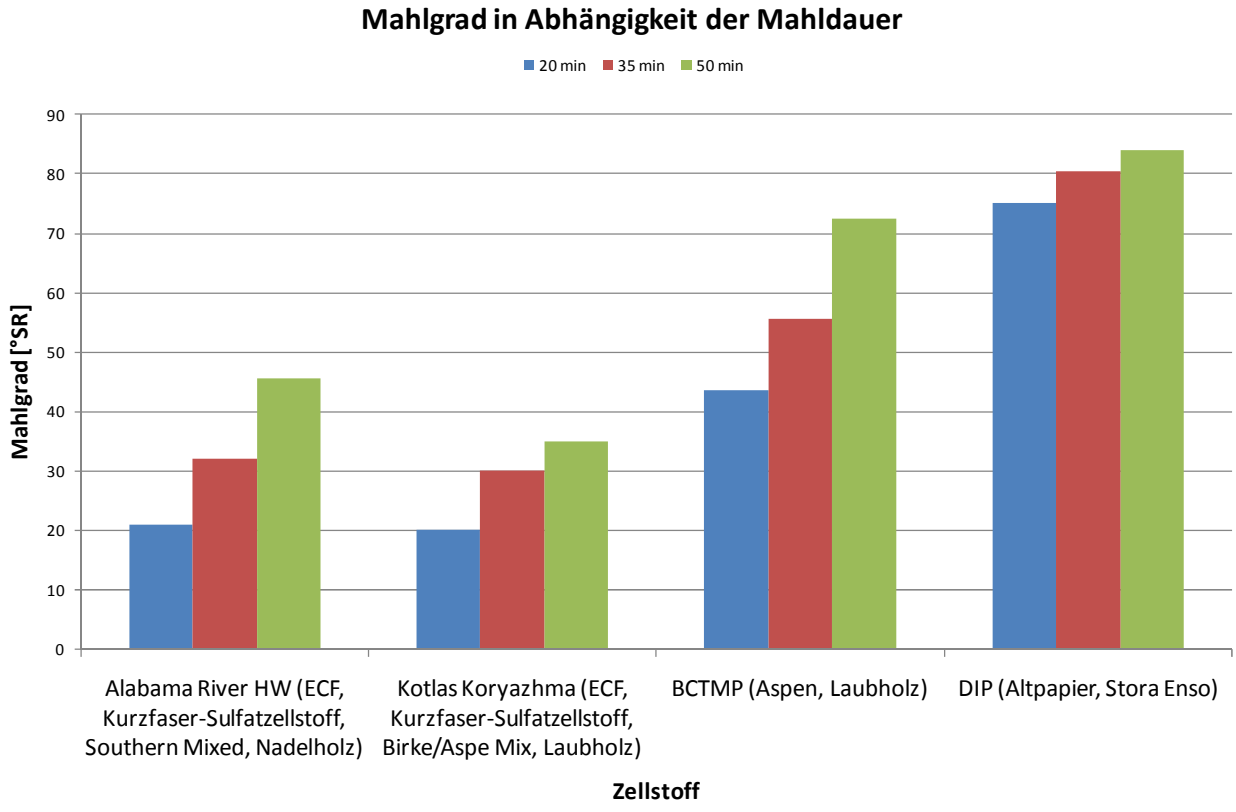

Abb. 14: Mahlgrad in Abhängigkeit der Mahldauer

4.2 Faserlängenverteilung

Die Bestimmung der Faserlängenverteilung von zwei Faserstoffen wurde an der Hochschule München durchgeführt. Analysiert wurden entfärbtes Altpapier (DIP) und gebleichter Zellstoff (ECF STENDAL - langfaser Sulfat-Zellstoff).

Die Faseranalyse wurde mit dem Faseranalysegerät MorfiCompact der Firma Techpap, Frankreich durchgeführt. Dieses Gerät ermöglichte die Bewertung der Fasern, Feinstoffe und Gefäßzellen unter anderen bezüglich der Länge, der Dicke, der Krümmung und insbesondere der Verteilung im Faserstoff.

Die Faserlänge wird über die Messung der Länge der Herzlinie der Fasern bestimmt (Abb. 16, rote Linie). Abbildung 16 stellt zudem einen Knick und eine Krümmung in den Fasern grafisch dar.

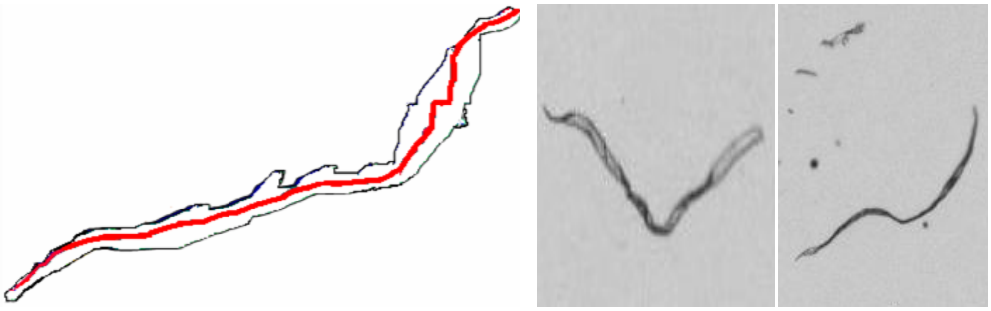

Abb. 15: links: Herzline, mitte: Faserknick, rechts: Faserkrümmung

Zur Probenvorbereitung wurden 300 mg des jeweiligen Faserstoffes mit 1000 ml Wasser versetzt und anschließend 30 min im Aufschlaggerät gerührt. Die verdünnte Probe wurde dann durch einen schmalen Spalt (2 Saphirglas-Platten) an einer CCD-Kamera vorbeigeführt. Diese zeichnete Bilder auf, welche am PC von der Software ausgewertet wurden und somit die Probe und deren Fasern analysierte.

Um statistische Genauigkeit zu erreichen wurde die Fassermessung jeweils als Doppelbestimmung und bei Gefäßzellenmessung mindestens 5 Messungen durchgeführt. Die folgenden Bilder stellen ausgesuchte Ergebnisse der Faserlängenanalyse von Zellstoffen (ECF) und Altpapier (DIP) dar (Abb. 16 – 18).

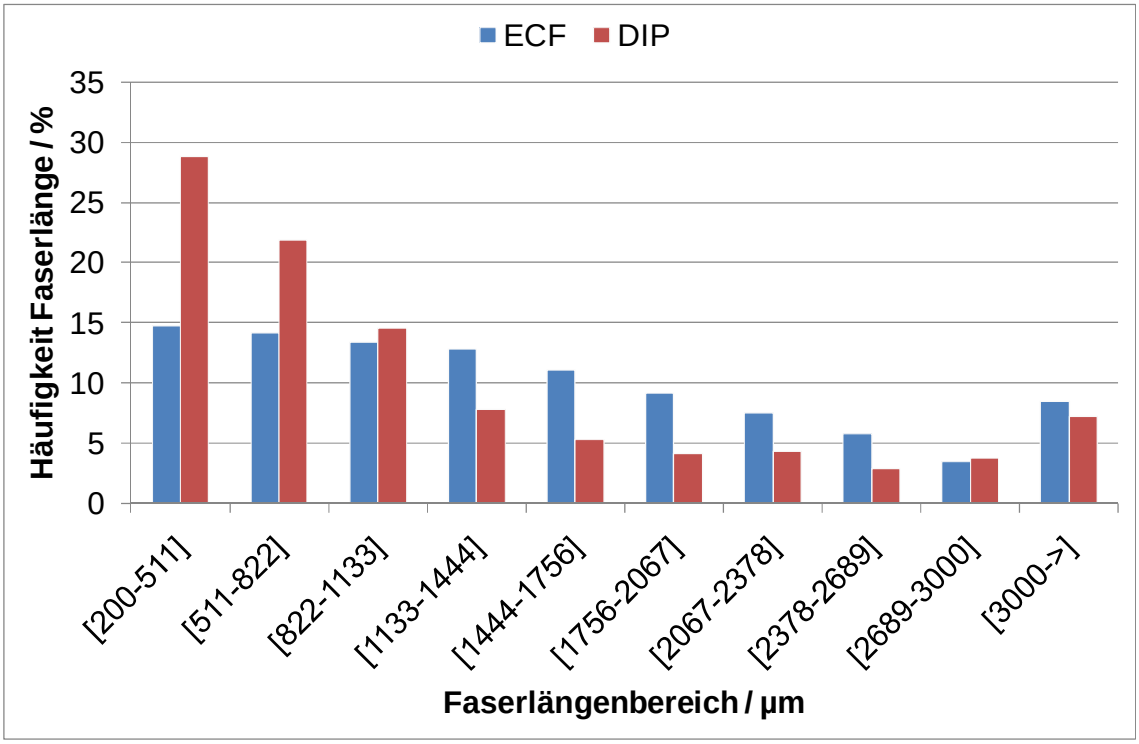

Abb. 16: Darstellung Faserlängenverteilung

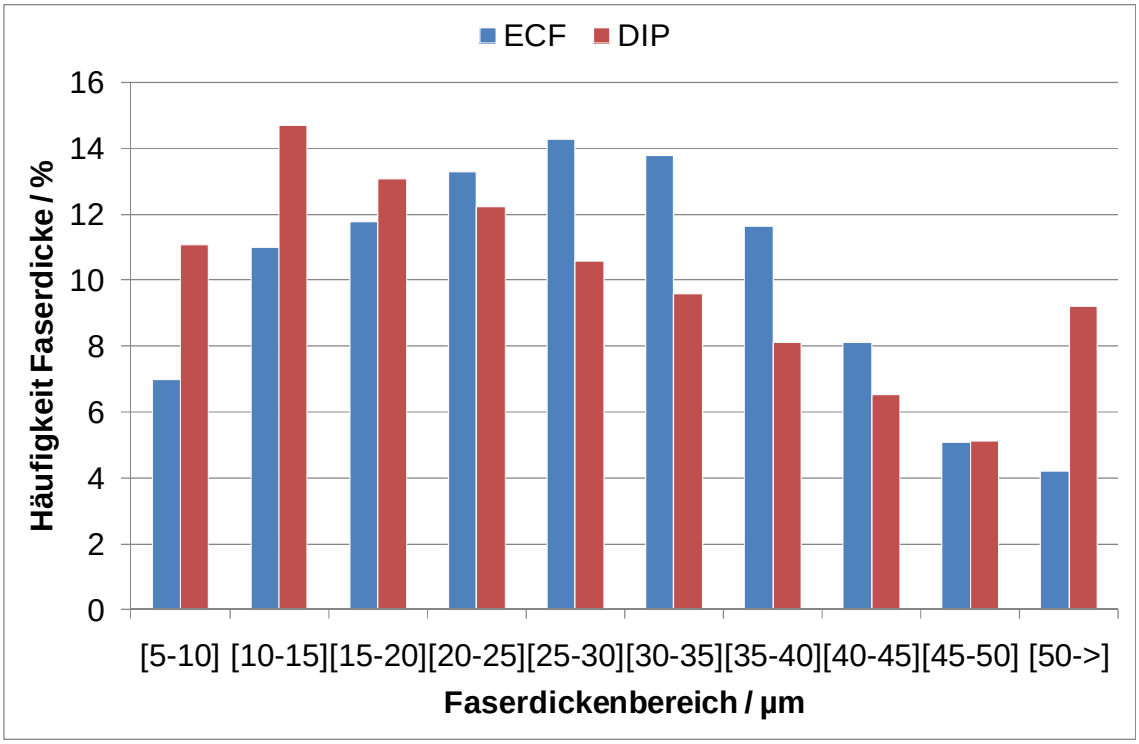

Abb. 17: Darstellung Faserdickenverteilung

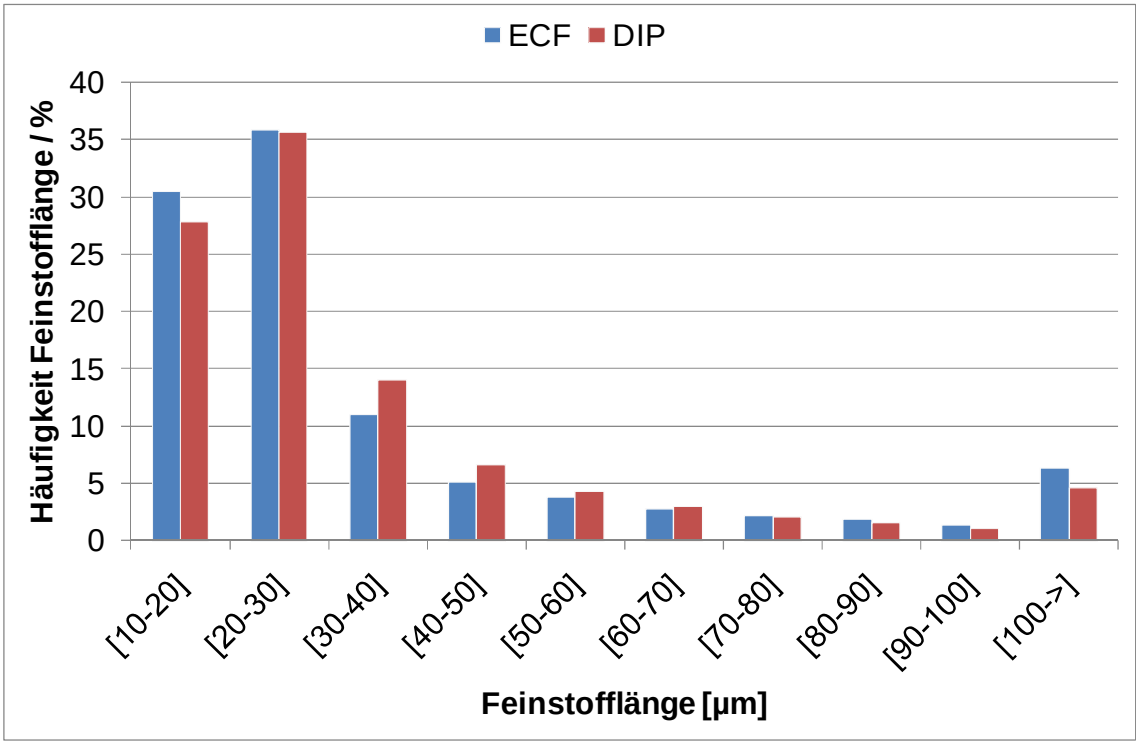

Abb. 18: Darstellung Faserlängenverteilung

Im arithmetischen Mittel sind die Fasern im DIP (Altpapier) leicht kürzer als im ECF (Tabelle 8) und DIP besitzt somit einen höheren Anteil kurzer Fasern. Die Faserlängenverteilung im ECF ist dagegen gleichmäßiger.

Tabelle 8: Messergebnisse Faserlängenanalyse

Mittelwerte	ECF	DIP
Faserlänge arithmetische Mittel [µm]	894,5	642
mittlerer Faserdurchmesser [µm]	27,65	27,15
mittlere Masse pro Längeneinheit der Faser [mg/m]	0,29	0,20
durchschnittliche Anzahl der Knicke in einer Faser	1,5	1,4
Durchschnittlicher Knick Winkel der Fasern [°]	131, 8	130,9
Anteil geknickter Fasern [%]	39,1	29,9
Anteil gekrümmter Fasern [%]	11,0	10,0
Gehalt der Feinstoffe [% in Fläche]	0,29	5,45
Mittlere Länge Feinstoff [µm]	37	35

DIP ist im Gegensatz zu frischem Zellstoff schon durch verschiedene Verarbeitungs- und

Aufbereitungsprozesse gegangen, die zu einer Verkürzung der Fasern und einem höheren Feinstoffgehalt geführt haben (Tabelle 8). Demgegenüber zeigt der mittlere Faserdurchmesser keinen großen Unterschied zwischen beiden Materialien und beträgt ca. 27 µm.

4.3 TGA

Eine Weiterverarbeitung setzt die Kenntnisse der thermischen Eigenschaften voraus. Zu diesem Zweck wurden die Materialien thermogravimetrisch untersucht. Verwendet wurde das Analysesystem TGA 2950 zur Thermogravimetrischen (TGA)-Analyse von TA Instrument. Das Gerät ermöglicht Messungen bis 1000 ℃ und mit Temperaturgradienten bis zu 50 K/min. Alle Messungen wurden bei Luft mit einem Gradienten von 10 K/min durchgeführt. Mit diesem Gerät sind Analysen der Feuchtigkeit, der Zersetzungstemperatur und der Temperaturbeständigkeit möglich. Abb. 20 zeigt die Messergebnisse der verwendeten Stärkeprodukte.

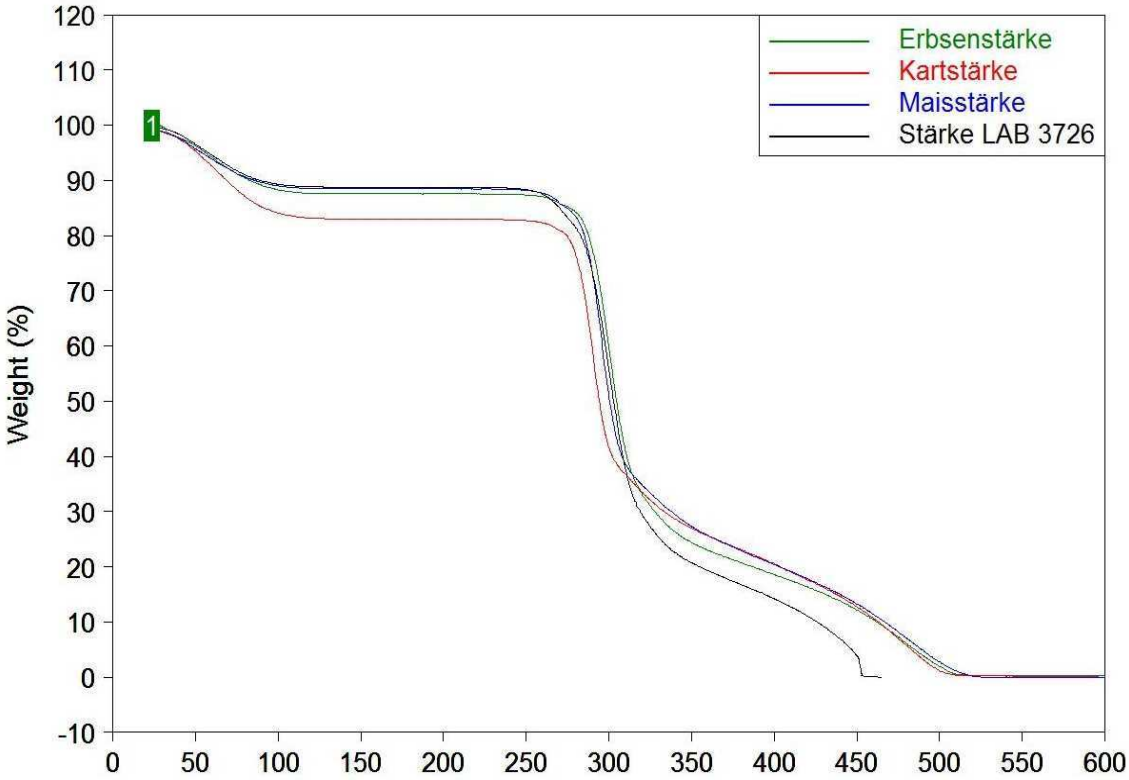

Abb. 19: TGA Kurven Stärken

Das thermogravimetrische Verhalten der Stärken zeigt, dass bei Temperaturen oberhalb von 100℃ das physikalische gebundene Wasser vollständig abgegeben wird. Alle Stärken, bis auf die Kartoffelstärke, liegen ungefähr im gleichen Bereich und haben einen

Wassergehalte von ca. 10-12%. Die Kartoffelstärke hat dagegen einen höheren Wassergehalt von etwa 16,5%. Ab 270℃ kommt es zu einer irreversiblen Zersetzung der Matrix.

Abb. 21 zeigt die TGA-Messergebnisse des Papiercompounds. Das Bild zeigt bei 56,5 ℃ eine Reaktion, welche auf die Stärke zurück zu führen ist. Bei Temperaturen oberhalb 100 ℃ wird das physikalisch gebunden Wasser vollständig abgegeben. Der Wassergehalt im Papierkonzentrat nach der Konditionierung beträgt bei dieser Probe 13 %, wobei einzelne Proben zwischen 11 -13 % schwanken. Der Wassergehalt ist von Material und Luftfeuchtigkeit der Umgebung abhängig. Über 200 ℃ ist der Beginn der Zersetzung zu erkennen.

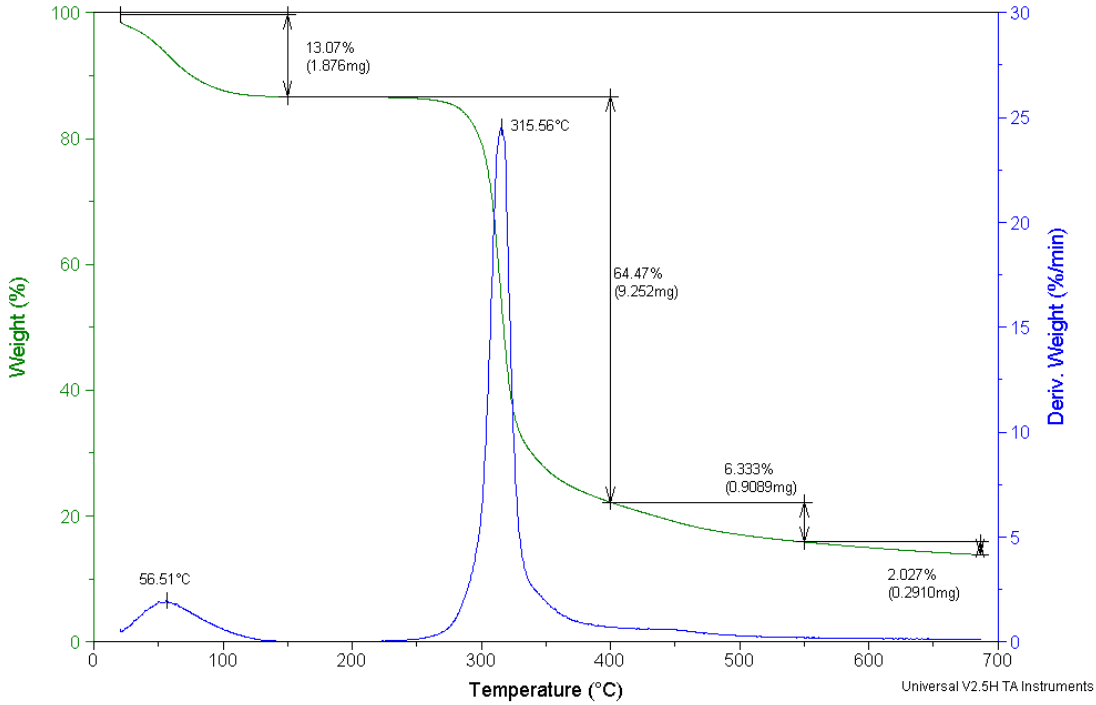

Abb. 20: TGA Kurve Papiercompound

TGA Messwerte von extrudierten Körner können nur bis 250 ℃ durchgeführt werden, da sonst aufgrund der Expansion des Wassers ein Explodieren der Granulatkörner stattfindet.

4.4 DSC

DSC Analysen werden mit einem DSC 25 von Mettler Toledo durchgeführt. Das Gerät ermöglicht die Bestimmung von Phasenübergängen im Material.

TGA Analysen haben gezeigt, dass bis 250 ℃ keine Zersetzung stattfindet. Daher wurden die DSC-Analysen des Papiercompounds bis zu dieser Temperatur durchgeführt. Abb. 21

zeigt die Ergebnisse verschiedener DSC-Messungen. Das Papiercompound wurde im Mörser zerkleinert und zusätzlich mit Wasser (15%, 20%, 26%, 40 % H2O) vermischt und im offenen Tigel mit einem ansteigenden Temperaturgradienten von 10K/min vermessen. Mit steigender Temperatur setzt ab 30 ℃ eine Reakt ion ein, die nicht genau definiert werden kann, da sich in diesem Temperaturbereich die Reaktion der Verdampfung des Wassers und die Gelierung der Stärke überlagern. Bei 200 ℃ ist diese Reaktion jedoch abgeschlossen. Auf weitere DSC-Analysen wird verzichtet da die Reaktionen des Wassers im Material jegliche andere Phasenübergänge überlagert und genaue Aussagen unmöglich machen.

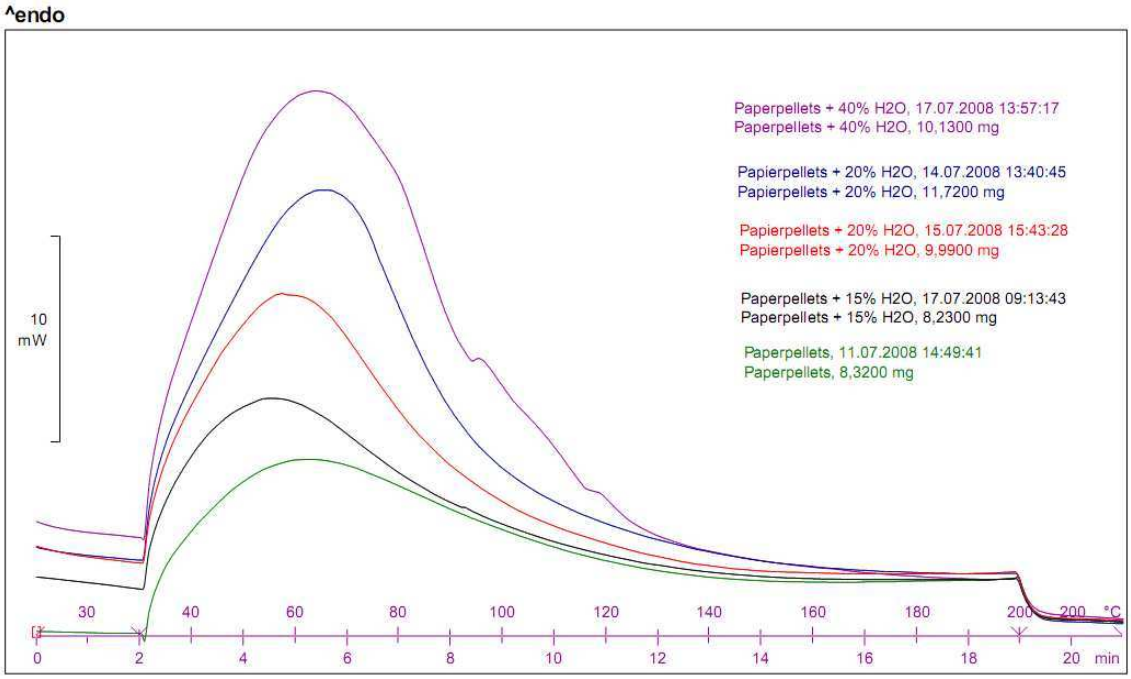

Abb. 21: DSC Messungen, Papiercompound, verschiedenen Feuchtegehalte

4.5 Rheologische Analysen

4.5.1 Schmelzvolumenrate (MVR)

Zur Ermittlung der Fließeigenschaften kommt ein Kapillar-Rheometer zum Einsatz. Der Vorteil dieses am häufigsten eingesetzten Messgerätes liegt in der einfachen Handhabung und Auswertung der Messungen. Die Schmelze-Volumenfließrate (MVR) und Schmelze-Massefließrate (MFR) wurden nach dem in Abb. 21 gezeigten Prinzip ermittelt /21/.

Die Bestimmung von MVR und MFR erfolgte nach der Norm DIN EN ISO 1133. Dazu wurde das zu untersuchende Material zunächst in einen beheizbaren Zylinder gefüllt. Während der Befüllung wurde das Material nachgestopft um Lufteinschlüsse zu vermeiden, die den Messwert verfälschen können. Nach Ablauf einer definierbaren Auf-

schmelzzeit drückt der Kolben, welcher mit abnehmbaren Gewichten belastet wird, die Schmelze durch eine Düse (Kapillarendurchmesser = 2 mm) (Abb. 23). Während dieses Ablaufes wurden die Messwerte zwischen der oberen und unteren Bezugsmarke aufgenommen und liegen je nach Verfahren in den Einheiten cm^3/10min (MVR) oder in g/10min (MFR) vor.

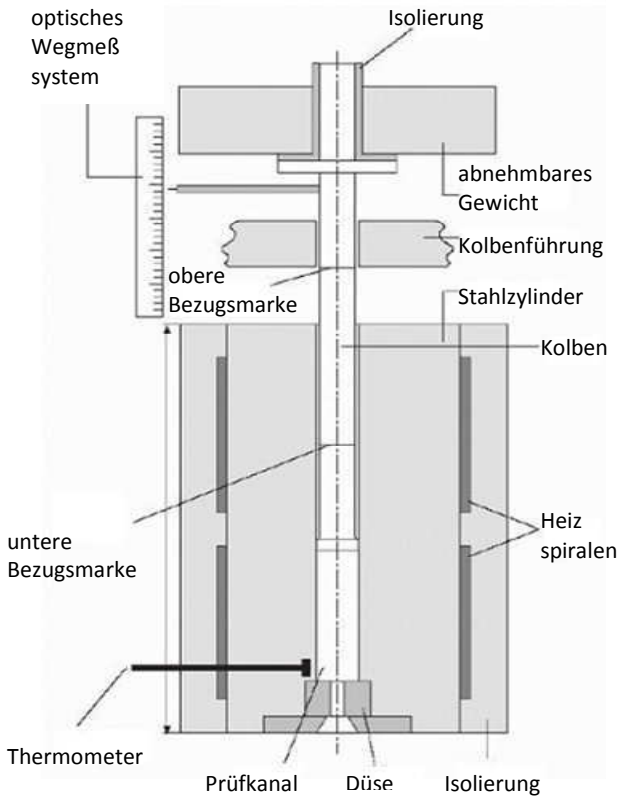

Abb. 22: Aufbau eines Schmelzvolumen-Kapillar-Rheometers

Von Nachteil ist, das MVR und MFR Einpunktmesswerte sind, wodurch Rückschlüsse auf das Materialverhalten bei der Verarbeitung nur bedingt möglich sind. Dieser Fall tritt insbesondere dann auf, wenn die Verarbeitung der Materialien in anderen Schergeschwindigkeitsbereichen als bei den MVR / MFR- Messungen erfolgt /22/.

Das für diese Untersuchungen verwendete Kapillar-Rheometer MP-D des Herstellers Göttfert zeigt die ermittelten Messwerte als Schmelz-Volumenfließrate an. Für dieses Verfahren ist ein geringerer Aufwand nötig, da bei der Schmelze-Massefließrate die in einer bestimmten Zeiteinheit abgestochenen Schmelzestränge zusätzlich noch gewogen werden müssen /22/.

In ersten Versuchen wurde das Papiercompound (nicht extrudiert) im Mörser zerkleinert und mit einem definierten Wassergehalt (10, 15, 20, 30 % Wasser) versetzt. Das Ergebnis war das Volumen welches innerhalb von 10 min durch die Kapillare fließt bei folgenden

Parametern:

Temperatur:	90 ℃
Gewicht:	21,6 kg
Vorheizzeit:	4 min

Die Messergebnisse werden in folgender Tabelle dargestellt.

Tabelle 9: Schmelzvolumenrate (MVR) Papiercompound

Wassergehalt	30 %	20 %	15 %	10 %
MVR [cm^3/10min]	86 - 120	7 - 18	3 - 6	Keine Ergebnisse

Das Wasser wirkt in diesem Fall als Fließhilfsmittel und verbessert den MVR-Wert des Papiercompounds. Eine Zugabe von 30 % Wasser zu dem Material führt zu einem MVR-Wert (> 50) der im Bereich von Polymeren liegt mit denen dünnwandige Kunststoffbauteile hergestellt werden können. Hierzu ist eine hohe Fließfähigkeit notwendig. MVR Werte von 3 – 6 sind charakteristisch für Polymere mit einer normalen Fließfähigkeit. Unterhalb von 15 % Wasserzugabe können bislang keine Ergebnisse erzielt werden. Die meisten Polymere der Kunststoffindustrie liegen in einem Bereich von MVR = 3 – 30 ccm/10min (Abb. 23).

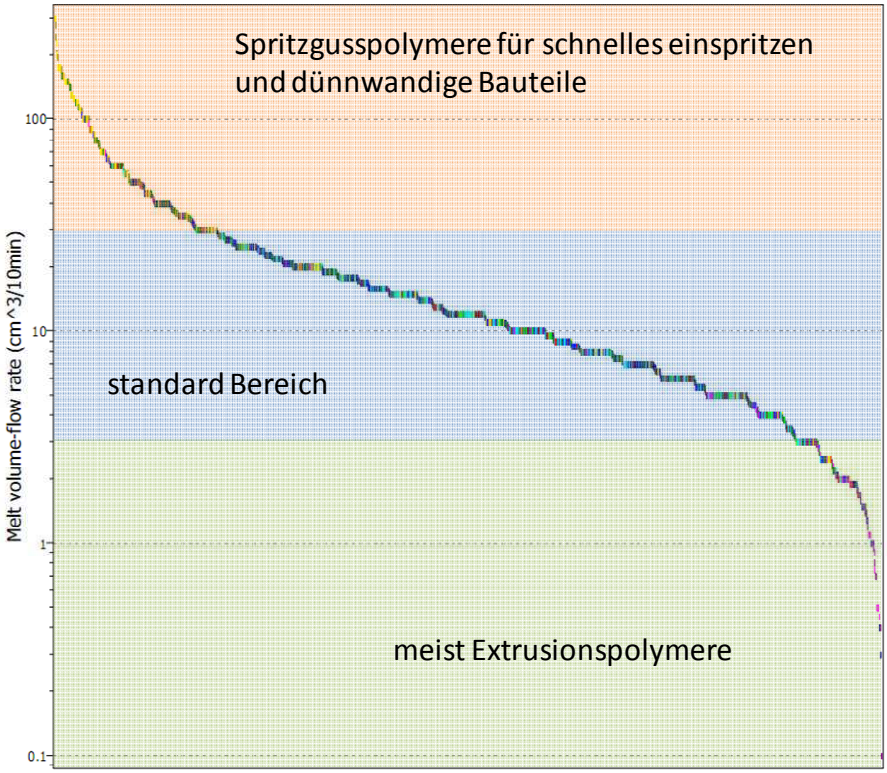

Abb. 23: Übersicht MVR-Werte von Polymeren

Im Weiteren wurde das Papiercompound (PPK) nach dem Extrudieren untersucht. Das Papiercompound wurde nach dem Extrusionsvorgang bei Raumtemperatur und Raumluftfeuchte getrocknet. In regelmäßigen Abständen erfolgte eine Überprüfung des Feuchtigkeitsgehaltes durch eine Thermogravimetrische Analyse (TGA). Wenn ein gewünschter Feuchtigkeitsgehalt erreicht war, wurde das PPK in einem verschließbaren Behälter aufbewahrt, um einen weiteren Feuchtigkeitsverlust zu verhindern.

Für die rheologischen Untersuchungen wurde Granulat mit zwei verschiedenen Feuchtigkeitsgehalten von 15 % und 20 % verwendet. Die Aufschmelzzeit wurde auf 0 min reduziert, da ansonsten die Feuchtigkeit im Material vor dem Start der Messung zu stark reduziert wurde und einen erheblichen Einfluss auf das Messergebnis hat. Zudem wurde die Massetemperatur und das Belastungsgewicht variiert.

Zum Vergleich ist in Abb. 24 die Schmelze-Volumenfließrate bei einer Belastung von 21,6 kg mit den Wassergehalten 15 % und 20 % dargestellt. Bei diesem Vergleich wird die Abhängigkeit der MVR-Werte vom Wassergehalt besonders deutlich. Ein höherer Wassergehalt verursacht jedoch auch einen ungleichmäßigeren Schmelzeaustritt und somit höhere Standardabweichungen.

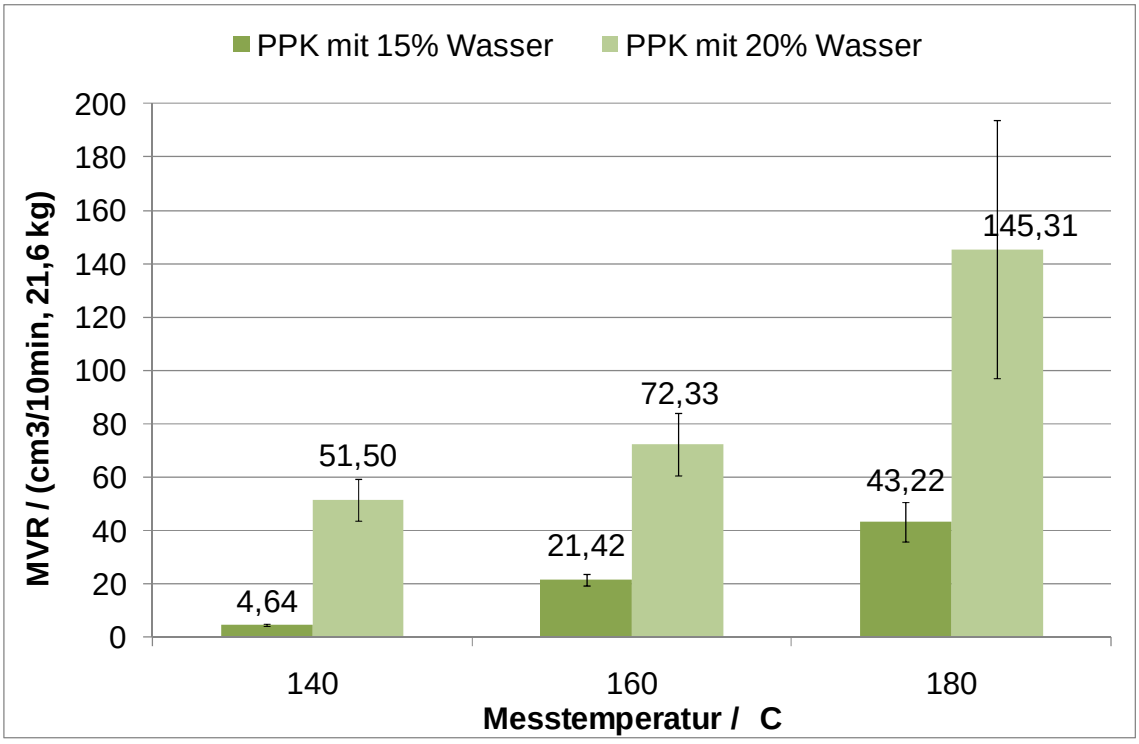

Abb. 24: MVR-Werte Papiercompound bei verschiedenen Feuchtigkeiten

Bei einer Feuchtigkeit von 15 % kann erst ab einer Messtemperatur von 140℃ ein Durchfluss des Papiercompoundes durch die Düse des Messgerätes erreicht werden. Hierfür ist die maximale Belastung von 21,6 kg nötig. Wird das kleinere Belastungsgewicht von

10,0 kg gewählt, kann bei einer Feuchtigkeit von 15 % kein Durchfluss des Papiercompoundes durch die Düse erreicht werden. Mit ansteigender Temperatur wird erwartungsgemäß eine Zunahme des MVR-Wertes festgestellt. Bei den Messtemperaturen von 140 und 160℃ kann ein gleichmäßig fließender Schmelzestrang durch die Düse beobachtet werden. Ein unregelmäßiger Austritt des Schmelzestranges tritt jedoch bei einer Messtemperatur von 180℃ auf, was auch zum Anstieg der Standardabweichung führt. Bei diesen Temperaturen wirkt das im Papiercompound vorhandene Wasser wie ein Treibmittel, welches besonders bei 180℃ einen großen Einfluss hat.

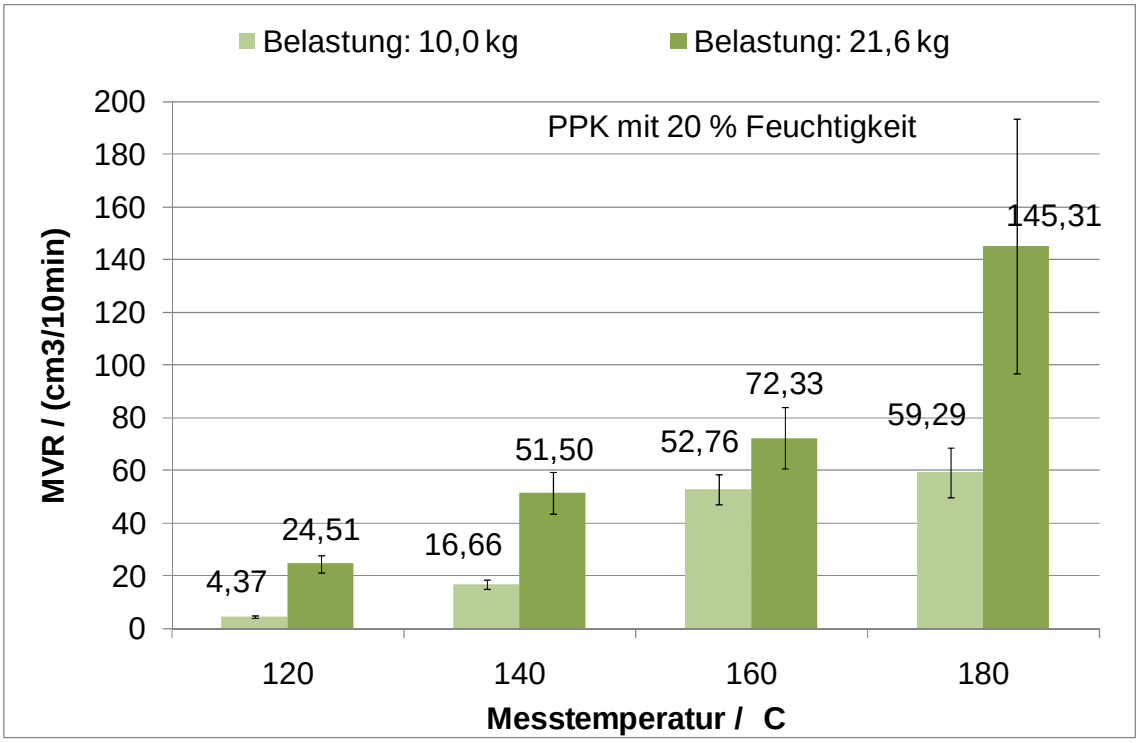

Abb. 25: MVR-Werte Papiercompound bei verschiedenen Belastungen

Bei einem Feuchtigkeitsgehalt von 20 % ist auch bei einer Belastung von 10,0 kg und unter 140 ℃ ein Durchfluss durch die Düse möglich. Über einer Messtemperatur von 160 ℃ ist besonders bei einer höheren Feuchtigkeit ein Aufschäumen des Materials zu beobachten.

Höhere Temperaturen und Belastungen führen zwar zu verbesserten Fließeigenschaften jedoch sollten Temperaturen über 160 ℃ vermieden werden. Ein Papiercompound weist bei einer Feuchtigkeit von 15 % und einer Verarbeitungstemperatur von 160 ℃ ähnliche Fließeigenschaften wie ein Low-Density Polyethylen bei 235 ℃ auf. Diese Fließeigenschaften sind ausreichen zur Verarbeitung im Spritzgießprozess.

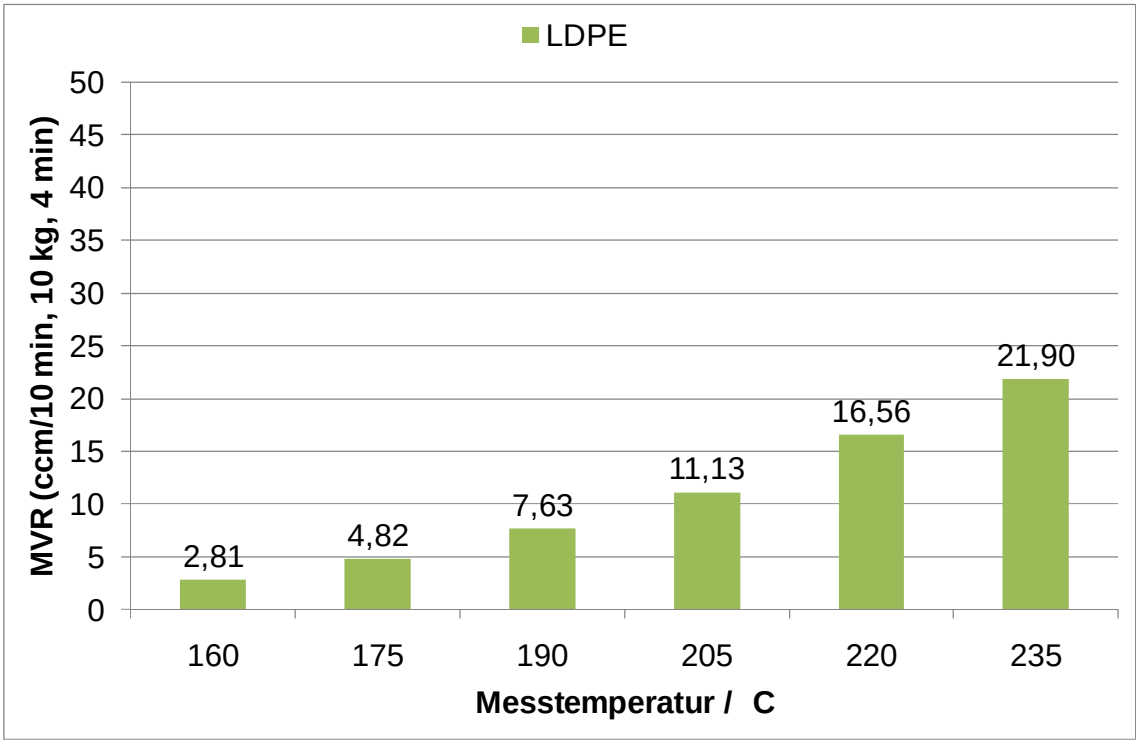

Abb. 26: MVR-Werte LDPE bei verschiedenen Messtemperaturen

Neben dem Papiercompound wurden eine Mischung aus Stärke und Cellulosefasern untersucht. Das Compound wurde aus einer Mischung von 45 % Cellulose, 30 % Maisstärke und 25 % Wasser angefertigt. Nach der Extrusion wurde das Granulat getrocknet und der Wassergehalt überprüft. Für die Untersuchungen wurde das Material auf zwei verschiedene Wassergehalte von 22 % und 15 % eingestellt.

Bei einem Wassergehaltes von 15% im Granulat kann unabhängig von der Messtemperatur kein Durchfluss durch die Düse ermöglicht werden. Hierfür ist die maximal einstellbare Belastung des Rheometers von 21,6 kg nicht ausreichend.

Im Vergleich zum Papiercompound liegen die MVR-Werte selbst bei einem Wassergehalt von 20 % und einer Belastung von 21,6 kg deutlich niedriger. Damit ist auch die Viskosität deutlich höher als bei dem Papiercompound. Demgegenüber tritt der Schmelzestrang im Vergleich zu Papiercompound gleichmäßiger aus. Dies wird auch durch die geringere Standardabweichung sichtbar.

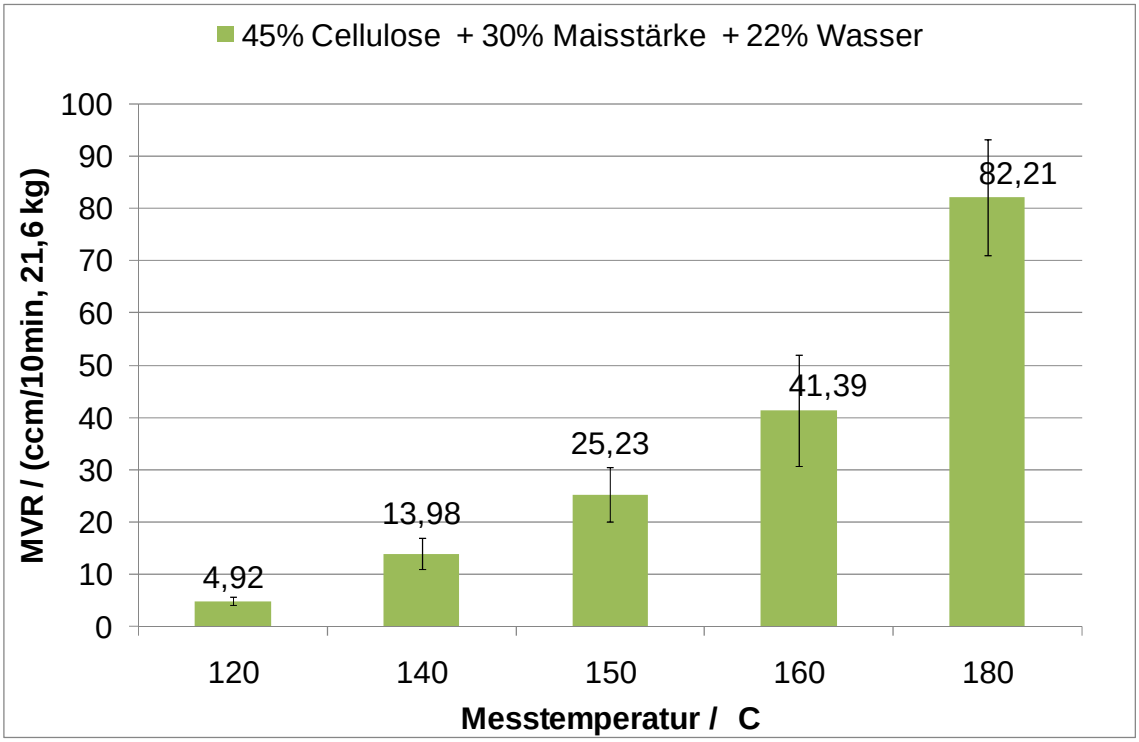

Abb. 27: MVR-Werte Cellulose

Die ermittelten MVR-Werte können nicht direkt auf ein bestimmtes Verarbeitungsverfahren übertragen werden, jedoch lassen sich aus dem Materialverhalten Verarbeitungsempfehlungen ableiten. In allen Messungen musste auf eine Aufschmelzzeit verzichtet werden, da sonst kein Materialfluss durch die Düse ermöglicht wird. Im Spritzgießprozess sollte die Verweilzeit im Aggregat so kurz wie notwendig gehalten werden. Kommt es zu einer voraussichtlich längeren Stillstandszeit, sollte das Material aus dem Aggregat entfernt werden.

Weiterhin wurde bei den Messungen auf ein Nachstopfen des Materials bei der Befüllung verzichtet, da sonst kein Materialaustritt stattfindet bzw. der Materialfluss in hohem Maße unregelmäßig verläuft. Für das Spritzgießverfahren kann dies bedeuten, dass der Staudruck während der Dosierphase nicht zu hoch gewählt werden sollte, um das Material nicht unnötig zu kompaktieren und eine gleichmäßige Einspritzphase zu erzielen.

Die Messungen machen letztlich deutlich, dass zur Verarbeitung des compoundierten Materials im Spritzgießen zusätzlich Wasser oder ein anderes Fließhilfsmittel dem Granulat hinzugefügt werden muss, um für den Spritzgießprozess geeignete Fließraten zu erhalten und den notwendigen Einspritzdruck zu begrenzen.

4.5.2 Hochdruckkapillar-Rheometer

Die Untersuchungen der Fließeigenschaften bei hohen Scherraten wurden mit einem Hochdruckkapillar-Rheometer Smart Rheo 2000 der Firma Instron / Ceast, Pfungstadt durchgeführt. Angelehnt an DIN 54811 wurden die Fließeigenschaften vom Papiercompound mit zwei verschiedenen Feuchtegehalten (10 % und 24 %) bei verschiedenen Temperaturen und Scherraten durchgeführt. Verwendet wurde eine Düse mit einem Durchmesser von 1 mm und einer Länge von 5 mm.

Ergebnisse waren mit einem Hochdruckkapillar-Rheometer nur sehr schwer zu generieren. Der Messverlauf war sehr ungleichmäßig und nicht reproduzierbar. Meist kompaktierte das Material im Zylinder ohne das die Schmelze aus der Düse ausgetreten ist. Sehr hohe Scherraten ab 1000 $^{1}/_{s}$ haben dagegen zu einem Aufschäumen des Materials beim Austritt aus der Düse geführt. Nur mit einer Düsenlänge von 5 mm konnte ein Schmelzefluss durch die Düse realisiert werden. Aus diesem Grund war keine Möglichkeit gegeben eine Korrektur nach Bagley oder Rabinowitsch durchzuführen. Abb. 29 stellt die Ergebnisse der Messungen dar, wobei nur scheinbare Größen der Viskosität und der Schergeschwindigkeit angegeben werden können.

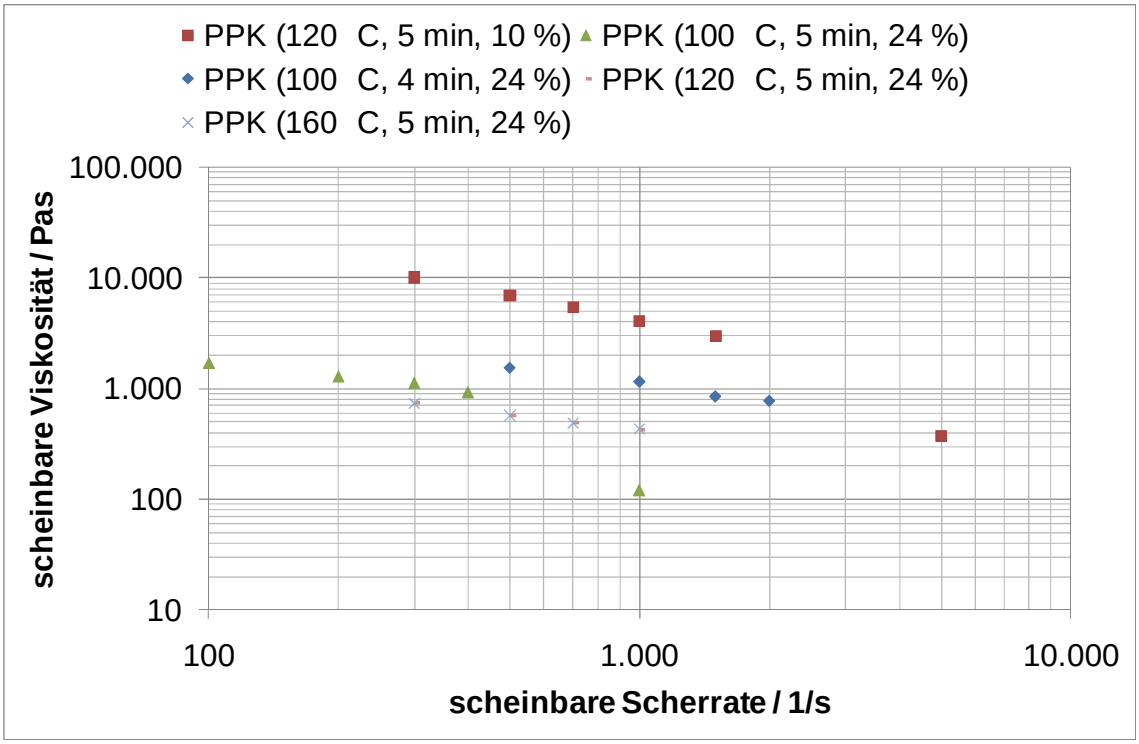

Abb. 28: Hochdruckkapillar-Rheometer Messungen Papiercompound

Den Messwerten kann entnommen werden, dass das Papiercompound ein Scherverdünnendes Verhalten, ähnlich dem von Kunststoffe, aufweist. Die maximale Viskosität liegt zwischen 1.100 Pas (bei 24 % Feuchtigkeit) und 10.000 Pas (10 % Feuchtigkeit). Ähnliche

Fließeigenschaften weist auch Polyethylen niedriger Dichte (PELD) auf (Abb. 29).

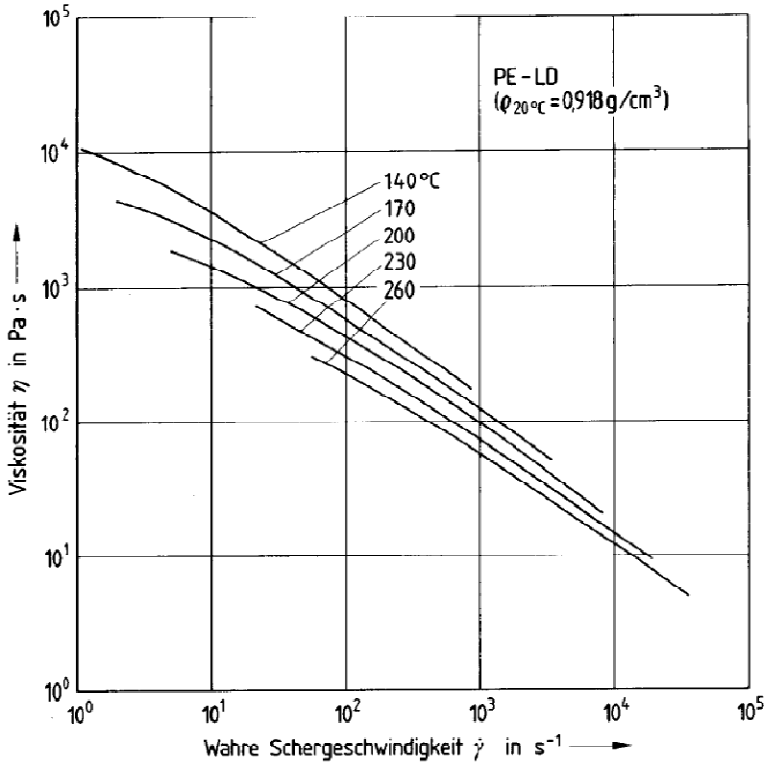

Abb. 29: Hochdruckkapillar-Rheometer Messungen Papiercompound

Die Feuchtigkeit des Papiercompounds hat einen entscheidenden Einfluss auf die Viskosität. Höhere Feuchtigkeiten weisen bessere Fließeigenschaften auf jedoch sind nur schwer im Spritzgießverfahren zu verarbeiten. Die Untersuchungen im Spritzgießverfahren bestätigen, dass eine Feuchtigkeit von 14 – 15 % für das Papiercompound als ideal angesehen werden kann.

Die Bestimmung der Fließkurven der Compounds ist jedoch mit einigen Problemen behaftet. Diese Compounds schmelzen nicht wirklich auf, sondern gehen unter Temperatureinfluss und der Friktion im Spritzgießprozess nur in einen plastischen Zustand über. Ohne diese Scherwirkung im Spritzgießprozess gehen z. B. Matrixwerkstoffe auf Stärkebasis nicht in einen fließfähigen Zustand über, so dass reproduzierbare Messungen mit einem Kapillar-Rheometer nur schwer zu realisieren sind. Auch beeinflusst die Anwesenheit von Plastifizierhilfsmitteln im Compound oder von Restfeuchtigkeit in den Zellstoffen stark das Messergebnis mit einem Hochdruckkapillar-Rheometer. Ein Hochdruckkapillar-Rheometer beschreibt nicht wirklich die Fließeigenschaften und Prozessverhältnisse im Spritzgießprozess. Bessere Ergebnisse werden durch die Analyse der Fließeigenschaften mit Hilfe von Fließspiralen im Spritzgießprozess erwartet.

4.6 Feuchtigkeitsbestimmung

Die Feuchtigkeit in den Werkstoffen und in den compoundierten Mischungen stellt einen wichtigen Kennwert für die Weiterverarbeitung dar. Die Bestimmung der Feuchtigkeit von den Papiercompounds wurde mit verschiedenen Methoden durchgeführt. Die Feuchtigkeit kann bestimmt werden mittels

- Ofentrocknung, bei ca. 105 ℃
- Halogenfeuchtebestimmer
- TGA Analyse bis 250 ℃

Die Feuchtebestimmung im Umlufttrockenschrank stellt oft die Standardmethode dar und wurde hier mit dem Gerät Function Line UT 6 P der Firma Thermo Electron durchgeführt. Die Trocknungstemperatur beträgt 105 ℃. Die Alumin iumschalen wurden vorher vorgetrocknet. Das Material wurde nach bestimmten Zeiten aus dem Ofen entnommen, im Exsikkator abgekühlt und das Gewicht vermessen bis keine Gewichtsveränderung mehr messbar ist. Zur statistischen Absicherung wurden die Messungen sechs Mal wiederholt. Da die Probenvorbereitung einen Einfluss auf das Messergebnis haben kann, indem z. B. beim Mahlen schon Feuchtigkeit verloren geht wurde von gemahlenem und nicht gemahlenem Material die Feuchtigkeit bestimmt.

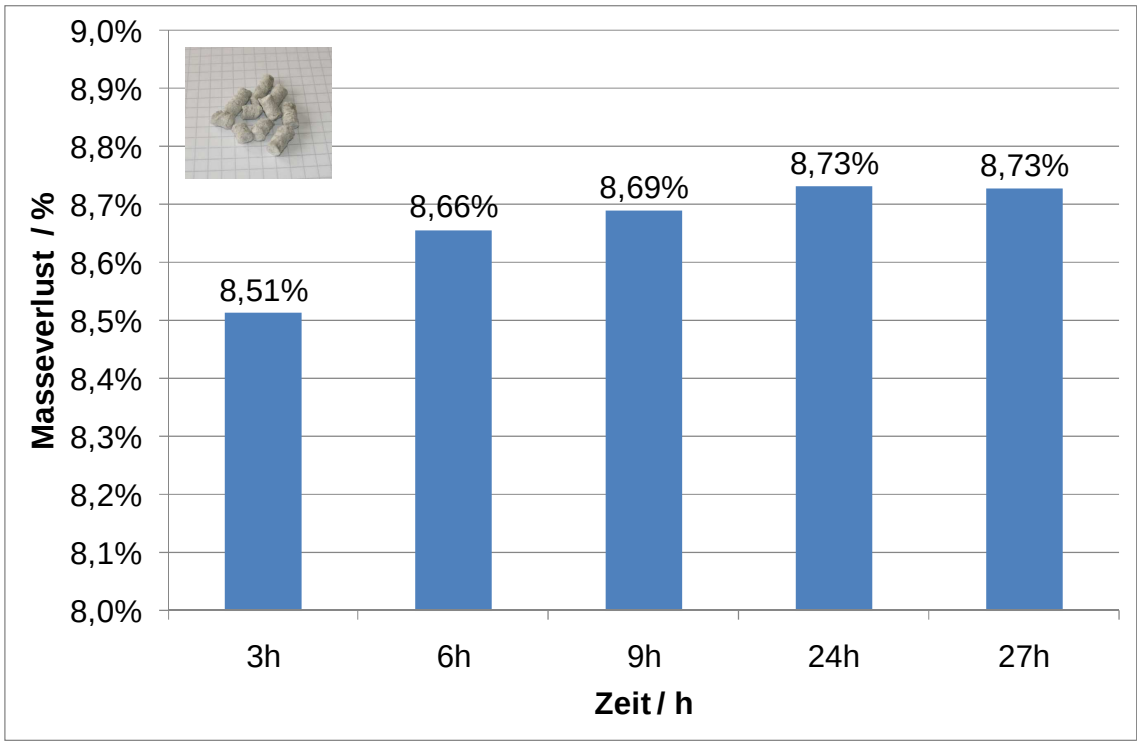

Abb. 30: Masseverlust Ofentrocknung Papiercompound (Granulat)

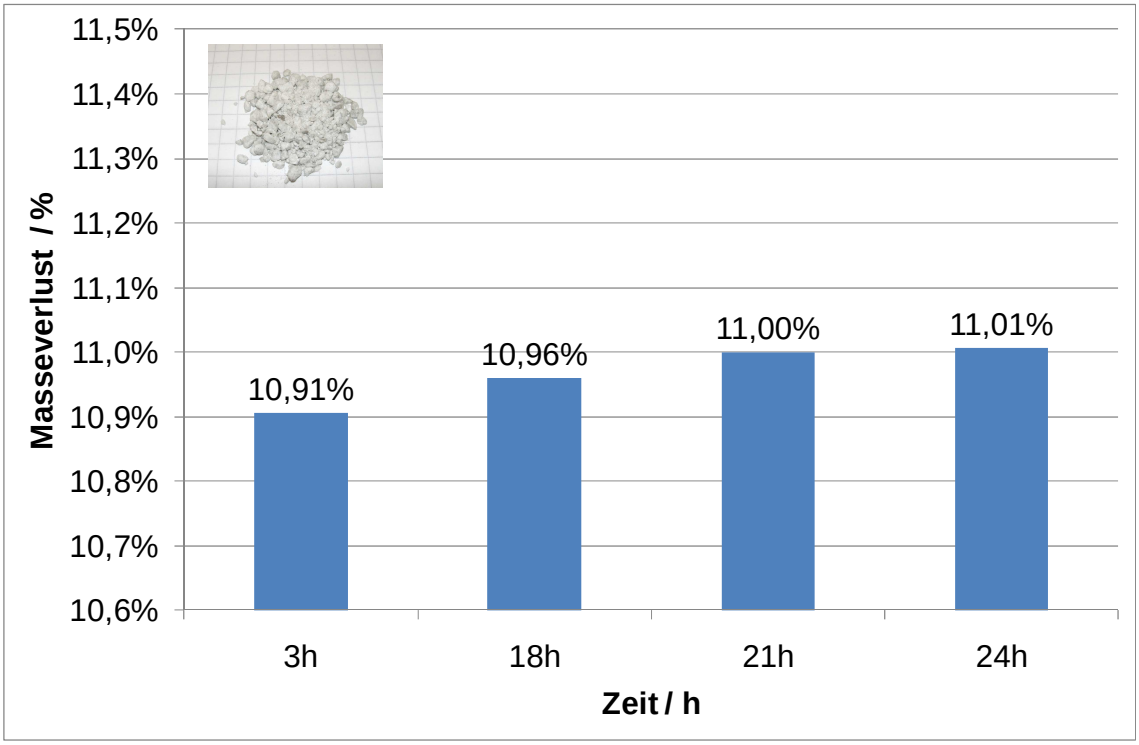

Abb. 31: Masseverlust Ofentrocknung Papiercompound (gemahlen)

Die Abbildungen 31 und 32 zeigen die Ergebnisse der Trocknungsversuche mit dem Umluftofen. Das Granulat hat demnach im nicht gemahlenen Zustand eine Feuchtigkeit von ca. 8,73 %. Wird das Granulat vorher gemahlen kann eine Feuchtigkeit von 11,01 % gemessen werden. Zwar werden nach ca. 24 – 27 h stabile Punkte erreicht an denen kein Gewichtsverlust mehr messbar ist, jedoch wird durch die Grafiken deutlich, dass ohne ein Vormahlen des Granulats nicht die gesamte Feuchtigkeit im Material messtechnisch erfasst wird. Die Bestimmung der Feuchtigkeit mittels Trockenofen entspricht zwar der Standardmethode jedoch ist die sehr lange Messdauer von großem Nachteil.

Schnellere Ergebnisse wurden durch die Verwendung eines Halogenfeuchtebestimmer erhalten. Das HR83 Halogen-Feuchtigkeitsmessgerät von Mettler Toledo ermöglicht die Einstellung von Temperaturprofilen bis zu einer Höhe von 200 ℃ und die Bestimmung selbst von geringen Feuchtigkeiten bis zu 0.001%.

Vorgegeben werden eine Temperatur und ein Abschaltkriterium. Das Abschaltkriterium bestimmt den Abbruch der Messung, wenn in einem Zeitabschnitt keine gravierende Gewichtsveränderung mehr stattfindet. Bei AK5 wird Abgebrochen, wenn die Gewichtsveränderung unter 1 mg/140s und bei AK3 wenn die Gewichtsveränderung unter 1mg/50s liegt.

Abb. 32 und Abb. 33 zeigen die Messergebnisse von dem Papiercompound in gemahlenem und nicht gemahlenem Zustand bei verschiedenen Temperaturen.

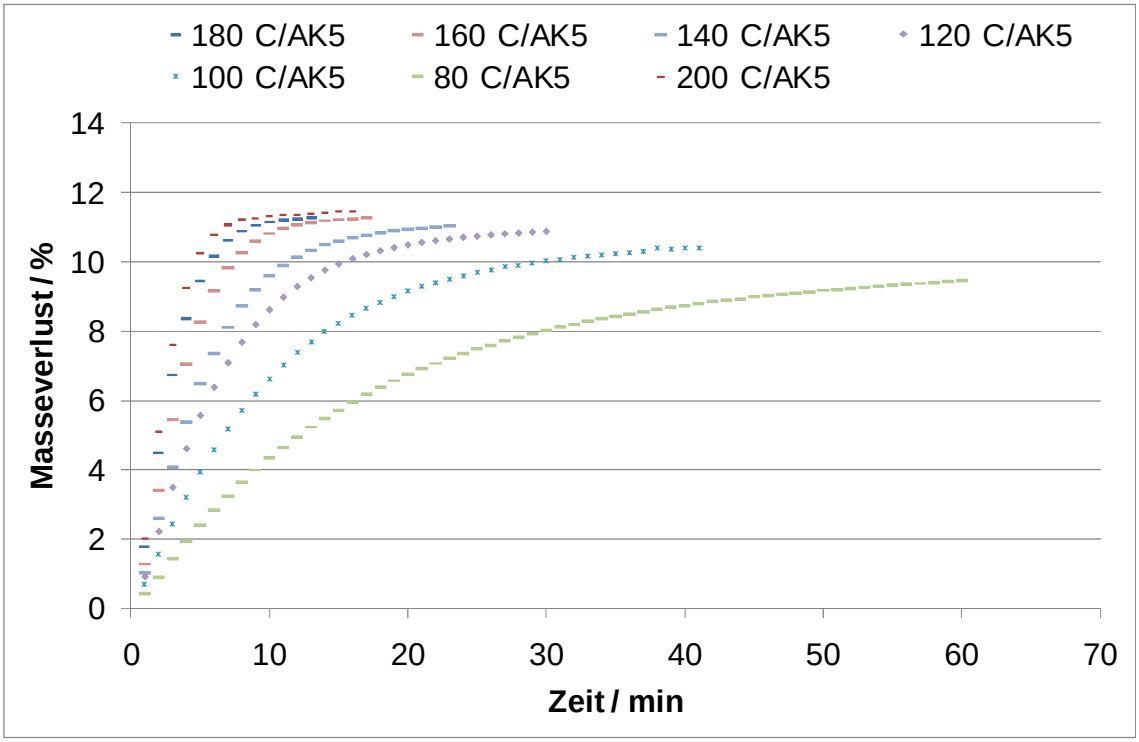

Abb. 32: Masseverlust Halogentrockner Papiercompound (Granulat) – AK5

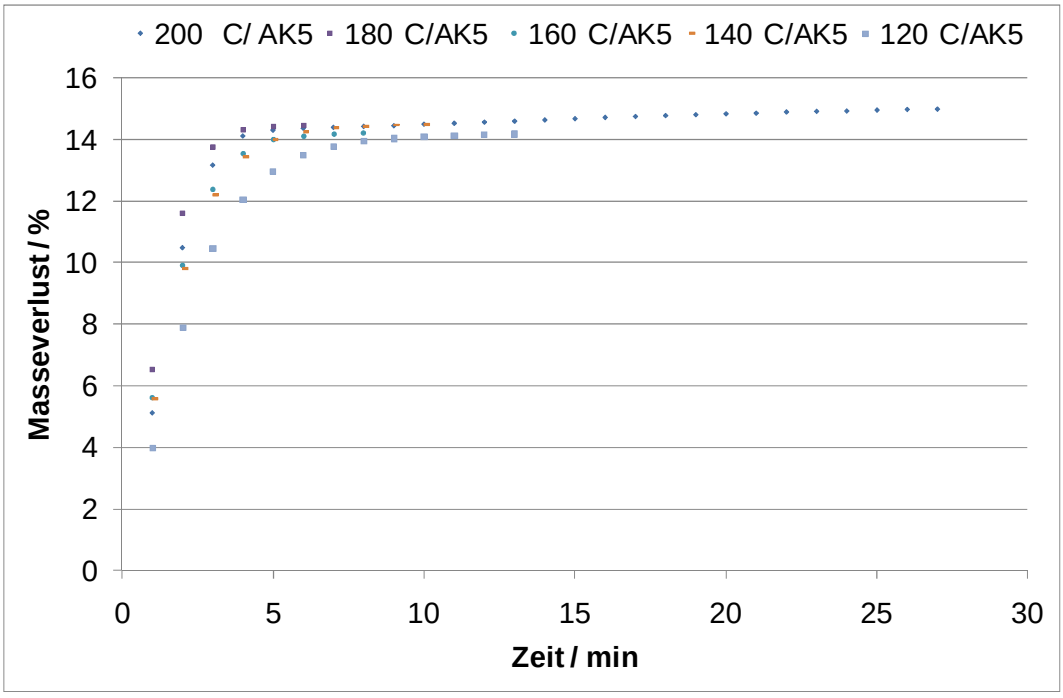

Abb. 33: Masseverlust Halogentrockner Papiercompound (gemahlen) – AK5

Mit steigender Temperatur entweicht mehr Feuchtigkeit aus dem Material und die Messungen werden kürzer. Bei Temperaturen über 160°C werden die Proben jedoch thermisch geschädigt und es tritt eine braune Verfärbung der Granulatkörner ein. Hier besteht die Möglichkeit, dass nicht nur die Feuchtigkeit im Material ermittelt wird sonder zu-

sätzlich Zersetzungsprodukte das Ergebnis verfälschen.

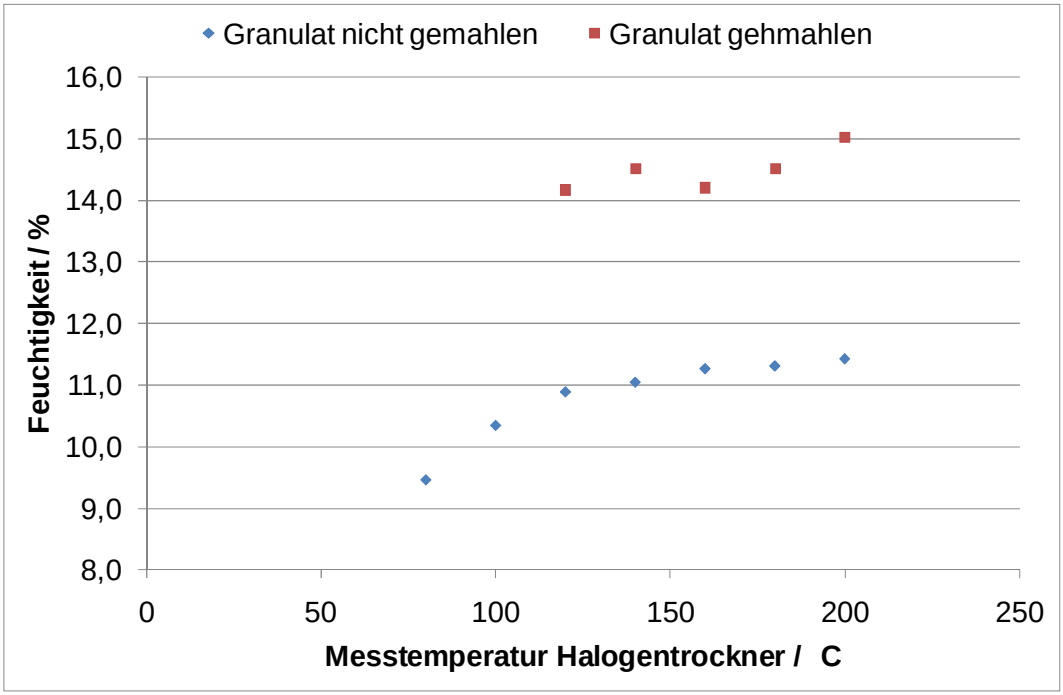

Abb. 34: Masseverlust in Abhängigkeit der Messtemperatur am Halogentrockner

Abb. 35 stellt die Messergebnisse mit dem Halogentrockner des gemahlen und nicht gemahlenen Papiercompounds gegenüber. Die Feuchtigkeit des nicht gemahlenen Granulats zeigt mit steigender Temperatur einen Verlauf, der ca. gegen 11,7 % Feuchtigkeit konvergiert.

Im gemahlenen Papiercompound ist kein konvergenter Kurvenverlauf zu erkennen, jedoch steigt auch hier das Messergebnis der Feuchtigkeit mit steigender Messtemperatur. Die Messergebnisse im gemahlenen Papiercompound zeigen deutlich höhere Feuchtigkeitswerte im Vergleich zum nicht gemahlenen Zustand.

Auf der Basis der Ergebnisse der Ofentrocknung wurde ein Abschaltkriterium am Halogentrockner erzeugt, bei dem entsprechende Kennwerte wie bei der Ofentrocknung erhalten werden. Mit diesem Abschaltkriterium (1mg/25 sek) kann die Feuchtigkeit in ca. 18 min bestimmt werden.

Die Bestimmung der Feuchtigkeit mittels TGA wurde bereits in Kapitel 5.3 dargestellt und wird aufgrund der Schnelligkeit gegenüber den anderen Verfahren weiter angewendet.

5 Compoundieren

5.1 Allgemeine Verarbeitungsparameter

Die Herstellung von verschiedenen Compounds wurde mit einem Doppelschneckenextruder ZSK 18 ML der Firma Coperion Werner & Pfleiderer GmbH und Co KG durchgeführt. Der Schneckendurchmesser (D) beträgt 18 mm mit einer Schneckenlänge von 40 D. Jegliche Entgasungsöffnungen werden zum Extrudieren geschlossen, um ein entweichen des Wassers aus dem Material zu verhindern. Das Wasser übernimmt hier die Aufgabe eines Plastifizierhilfsmittels.

Die Schneckendrehzahl ist von 120 min^{-1} bis 1200 min^{-1} stufenlos regelbar. Die Temperaturregelung ist über sieben steuerbare Heizelemente bis maximal 380℃ realisierbar. Der Schmelzedruck an der Austrittsdüse ist auf 100 bar begrenzt. Die Grundstoffzuführung ist über eine Haupt- und / oder eine Seitenbeschickung möglich.

Ein wichtiger Prozessparameter bei der Extrusion ist der Wassergehalt. In Vorversuchen wurde umfangreiche Untersuchungen durchgeführt um einen geeigneten Wassergehalt zu ermitteln. Dieser sollte im Material zwischen 10 % und 30 % liegen, um ein fließfähiges Material zu erhalten. Ein niedrigerer Wassergehalt führt zum Aufschäumen des Mediums und kann den Ausfall des Extruders verursachen. Höherer Wassergehalt wirkt sich negativ auf die Formstabilität des entstehenden Granulats aus. Nach umfangreichen Versuchen wurde ein optimaler Wassergehalt von 25 - 30 % ermittelt. Dieser setzt sich aus dem natürlichen Wassergehalt der Papierfasern (ca. 10 – 12 %) und dem zugesetztem Wasser im Grundgemisch zusammen.

Durch zahlreiche Experimente wurde ein geeignetes Temperaturprofil von 40 ℃ im Einzug bis 60 ℃ an der Düse gewählt. Friktion führt im System jedoch meist zu einem Temperaturanstieg in der Düse. Somit ergab sich eine Massetemperatur (Materialtemperatur an der Düse) von ca. 60 – 70℃. Die Massetemperatur sollte jedoch den Wert von 75℃ nicht überschreiten, um ein Aufschäumen des Materials zu unterbinden.

Die Drehzahl der Schnecke wurde bei allen Versuchen auf 300 min^{-1} eingestellt. Höhere Drehzahlen führten zu einer zusätzlichen Aufheizung des Extrudates und folglich wieder zum Aufschäumen der Masse. Niedrigere Drehzahlen würden die Prozessdauer unnötig verlängern. Der Druck der sich an der Düse einstellte lag bei allen Versuchen bei ca. 2 – 20 bar, im Einzelfall bis 30 bar.

5.2 Extrudieren von ECF-Fasern

Zur Verarbeitung im Extruder wurden vier Mischungen von ECF Fasern mit jeweils Kartoffelstärke, Maisstärke, Erbsenstärke und modifizierte Stärke mit einem Mischungs-

verhältnis von 50:50 hergestellt. Diesen Gemischen wurde ein Wassergehalt von einmal 25 % (bezogen auf das Endgewicht der Mischung) zugegeben, um die Verarbeitung im Extruder zu gewährleisten. Die Zusammensetzung eines Compounds besteht somit aus 125 g Wasser, 187,5 g ECF-Fasern und 187,5 g Stärke. Zusätzlich wurden noch Compounds mit nur 20 % Wasser verarbeitet.

Diese Gemische konnten nicht ausreichend mit der volumetrischen Dosierung in den Trichter des Extruders gefördert werden. Somit war eine manuelle Zudosierung des Materials notwendig. Zudem wurde das Material nur sehr schlecht von den Schnecken eingezogen. Hier besteht weiter Optimierungsbedarf, der aber nicht Bestandteil dieser Forschung war.

Grundsätzlich konnten die Mischungen jedoch erfolgreich zu einem Granulat verarbeitet werden. Die Materialtemperatur am Ende der Düse lag während der Versuche immer unterhalb von 70 ℃. Aufgrund der Dosierungsproblem e schwankte der Druck in der Düse zwischen 2 – 10 bar.

Abb. 35: links: ECF-Fasern mit Erbsenstärke, rechts: mit Kartoffelstärke

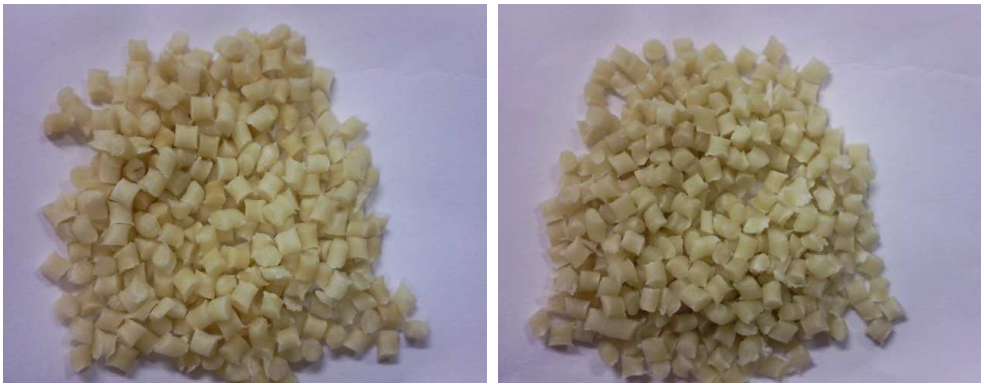

Abb. 36: links: ECF-Fasern mit Maisstärke, rechts: mit modifizierter Stärke

Wie auf den Bildern zu erkennen ist, ergaben die verschiedenen Stärken eine geringfügig

unterschiedliche Farbgebung, sie reicht von einem sehr weißen Farbton bei der Kartoffelstärke, bis zu einer relativ gelben Farbe bei der modifizierten Stärke.

5.3 Extrudieren von DIP-Fasern

Die im Vergleich zu den ECF-Fasern stark grau gefärbten DIP-Fasern wurden auf die gleiche Weise mit Wasser und den Stärkesorten gemischt. Wiederum wurden Probemassen zu je 500 g angefertigt. Der Wasseranteil wurde hierbei auf 20% festgelegt. Die resultierende Zusammensetzung beträgt somit 100 g Wasser, 200 g Stärke und 200 g DIP-Fasern.

Zudem wurden die Faseranteile variiert, wobei jedoch als Stärke nur Kartoffelstärke verwendet wurde. Folgende Mischungen mit einer Zugabe von 20 % Wasser wurden extrudiert:

- 80% DIP-Fasern / 20% Kartoffelstärke (KS)
- 70% DIP-Fasern / 30% Kartoffelstärke
- 60% DIP-Fasern / 40% Kartoffelstärke
- 40% DIP-Fasern / 60% Kartoffelstärke
- 30% DIP-Fasern / 70% Kartoffelstärke
- 20% DIP-Fasern / 80% Kartoffelstärke
- 10% DIP-Fasern / 90% Kartoffelstärke

Alle Mischungen konnten zu Granulaten verarbeitet werden. Jedoch gab es ebenfalls Probleme mit der volumetrischen Dosierung und das Material musste manuell den Schnecken zugeführt werden. Zunächst wurden die Gemische mit den verschiedenen Stärken extrudiert. Hierbei kam es zu einem sehr ähnlichen Extrusionsverhalten wie bei den ECF-Fasergemischen. Druck und Temperatur blieben weitgehend konstant. Der extrudierte Strang hatte eine dunkel braune Farbgebung und eine raue Oberfläche mit leicht abstehenden Faserstücken.

Bei der Variation des Faseranteils sind sehr unterschiedliche Qualitäten und Eigenschaften in der Verarbeitung aufgetreten. Mit steigendem Faseranteil wurden die Fließeigenschaften reduziert und der extrudierte Materialstrang sehr spröde.

Die folgende Tabelle stellt kompakt die Erfahrungen, die bei der Extrusion gemacht wurden zusammen.

Tabelle 10: Eigenschaften beim extrudieren mit unterschiedlichen Fasergehalt

Kartoffelstärke	Altpapierfasern (DIP)	Bemerkung
80	20	hell, leicht gequollen, Oberfläche rau, manche Stellen glänzend, Düsendruck 0 - 9 bar, T_M = 63℃
70	30	hell, gequollen, weicher Strang, raue Oberfläche
60	40	hell, gequollen, raue Oberfläche, Druck an der Düse 8 - 20 bar, T_M = 68℃
40	60	dunkel, nicht gequollen, glatte Oberfläche, Druck an der Düse 18 - 20bar, T_M = 69℃
30	70	dunkel, nicht gequollen, glatte Oberfläche, Druck an der Düse 50 bar, T_M = 65℃
20	80	dunkel, sehr spröde, hoher Druck an Düse (bis 60bar), kein flüssiger Strang-> Extrusion unterbrochen, Düse verstopft

Mit steigendem Fasergehalt steigt ebenfalls der Druck in der Düse an. Bei Faseranteilen über 70 % ist kein stabiler Prozess mehr gewährleistet. Die folgende Grafiken stellen die hergestellten Granulate dar.

Abb. 37: links: 70 % DIP-Fasern + Kartoffelstärke, rechts: 60 % DIP-Fasern

Abb. 38: links: 40 % DIP-Fasern + Kartoffelstärke, rechts: 30 % DIP-Fasern

Abb. 39: links: 20 % DIP-Fasern + Kartoffelstärke, rechts: 10 % DIP-Fasern

5.4 Extrudieren von Papiercompound

Zur Verarbeitung im Extruder wurde auch dem Papiercompound 15 % Wasser zugegeben. Die Zuführung des Granulats zum Extruder über die volumetrische Dosierung stellt keine Probleme dar. Somit war ein stabiler Prozess ohne eventuelle Überlastung der Maschine, bzw. eine sehr hohe Strangqualität ohne Aufschäumerscheinungen realisierbar.

Der aus dem Extruder ausgetretene Strang besaß eine hellgraue Färbung und eine relativ glatte Oberfläche. Die gefertigten Stränge wurden ohne Wasserbad direkt an der Umgebungsluft abgekühlt und anschließend granuliert. Das Material zeigt die besten Verarbeitungseigenschaften im Extrusionsprozess im Vergleich mit den anderen Zellstoffgemischen.

Die Feuchtigkeit in den Compounds ist ein wichtiger Wert für die Weiterverarbeitung im Spritzgießprozess so dass sich Untersuchen des Trocknungsverhaltens der Herstellung der Compounds anschließen. Voruntersuchungen haben ergeben, dass bei einer Feuchtigkeit von 15 % im Compound beste Ergebnisse im Spritzgießprozess erreicht werden konnten.

5.5 Trocknungsverhalten

Von Interesse sind die Lagerbedingungen bei Raumtemperatur (RT) und Raumfeuchtigkeit (RH). Die Stränge wurden nach dem Extrudieren abgekühlt und in einem Granulator zu Pellets verarbeitet. Aluminiumschalen mit den jeweiligen Proben wurden anschließend offen, bei Raumbedingungen, gelagert und regelmäßig mit einer Feinwaage der Gewichtsverlust bestimmt.

Alle Proben wurden am Einlagerungstag mehrmals gewogen, danach nur noch täglich, bzw. in Abständen von mehreren Tagen. Das Gewicht der Proben wurde in Zeiträumen bis zu ca. 700 h untersucht. Danach waren keine gravierenden Masseveränderungen mehr fest zu stellen. Bei allen Proben sind Masseverluste aufgetreten, die ungefähr der Masse des zusätzlich zugegebenen Wassers entsprach.

Wurden hingegen die Granulate verschlossen in Behältern gelagert, blieb der Wassergehalt konstant. Jedoch setzte nach mehreren Tagen die Bildung von Schimmel ein. Daher ist es ratsam die Lagerzeit der Granulate abzukürzen und diese schnell weiterzuverarbeiten oder in weiteren Untersuchungen die Verwendung von Antibakteriellen Zusatzstoffen zu untersuchen. Dies war jedoch nicht Bestandteil dieser Forschungsarbeit. Die folgenden Bilder stellen die Ergebnisse der Trocknungsuntersuchungen dar.

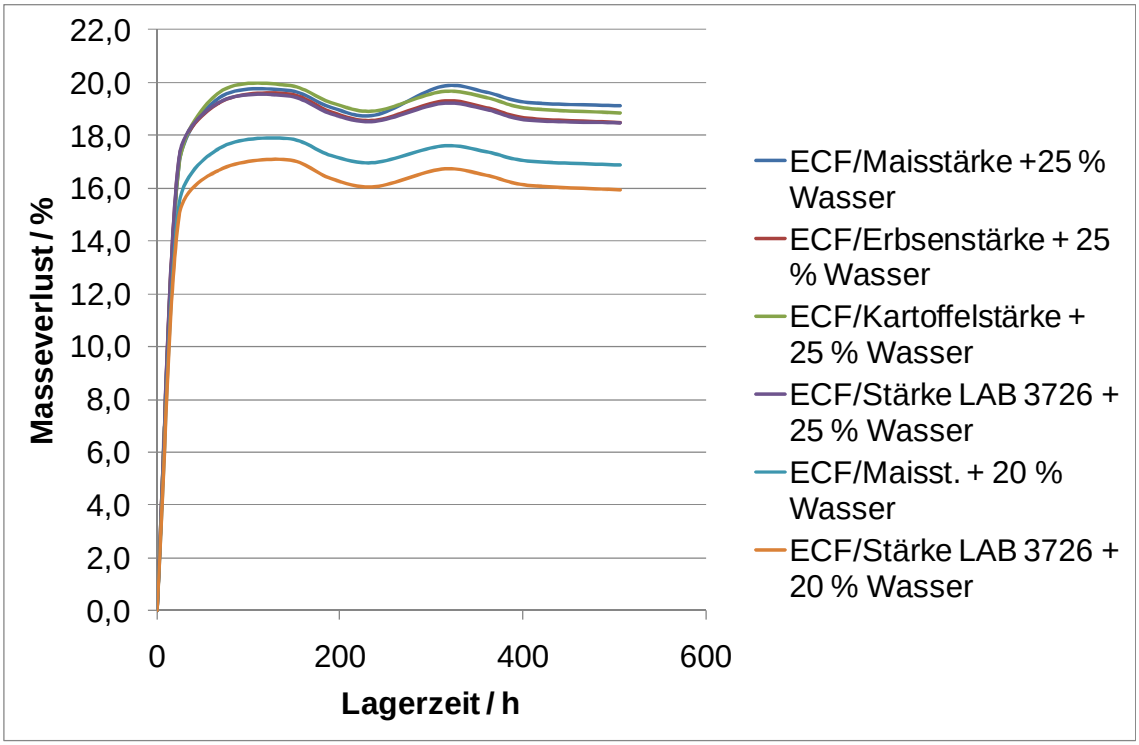

Abb. 40: Masseverlust von ECF-Compounds über der Lagerzeit

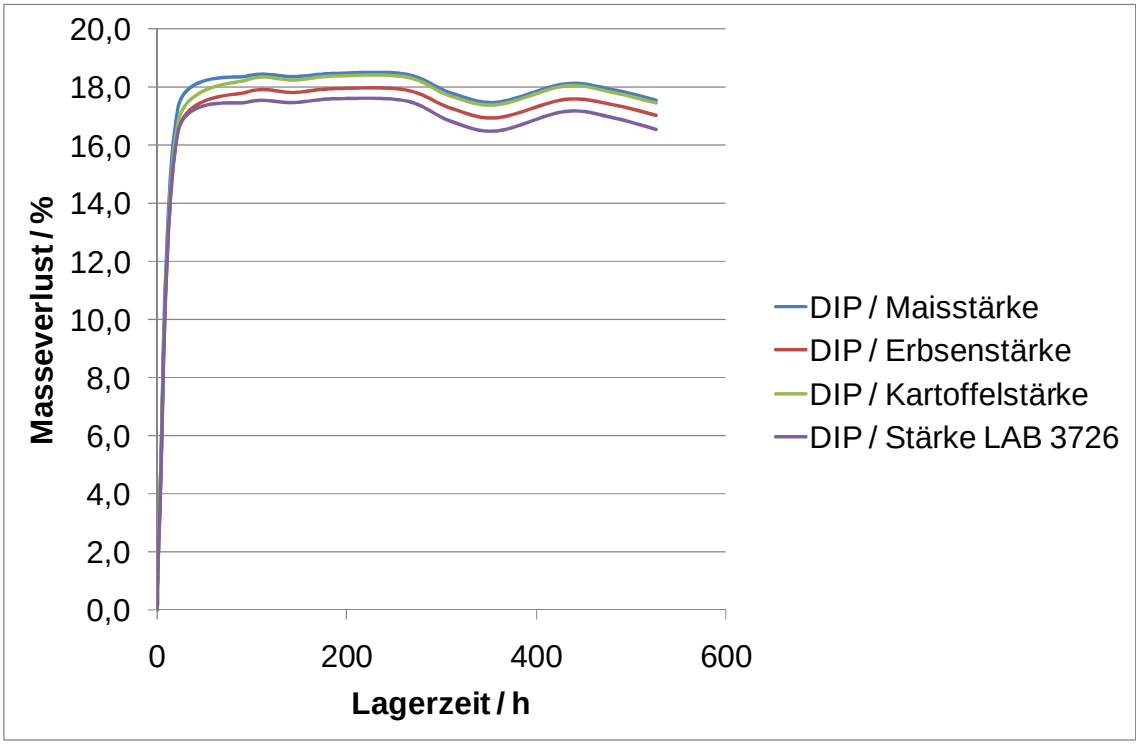

Abb. 41: Masseverlust von DIP-Compounds (1) über der Lagerzeit

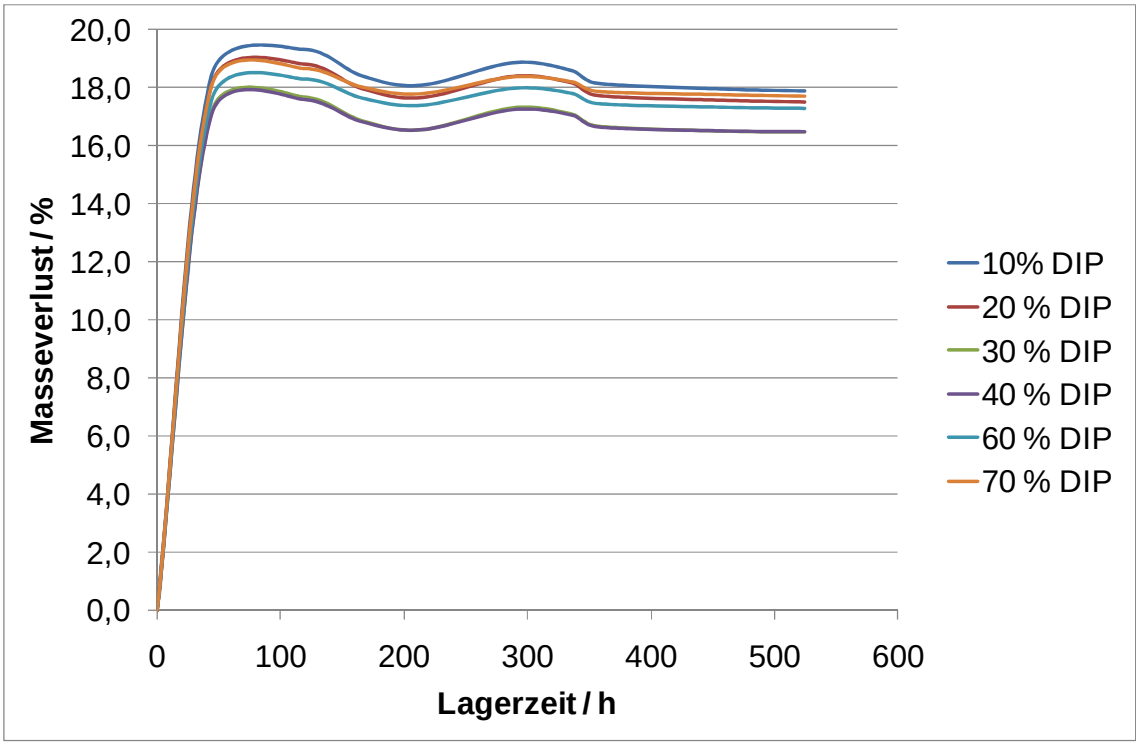

Abb. 42: Masseverlust von DIP-Compounds (2) über der Lagerzeit

In Abb. 40 ist deutlich der Unterschied zu erkennen zwischen den ECF.Compounds, die mit 25 % Wasser und denen welche mit 20 % Wasser extrudiert worden sind. Mais- und Kartoffelstärke weisen grundsätzlich immer den größten Masseverlust auf. Lab 3726 weist

dagegen immer den geringsten Masseverlust auf. Werden ECF-Fasern verarbeitet liegt der Masseverlust je nach Stärke zwischen 18 – 20 % (Abb. 40). Werden dagegen DIP-Fasern verarbeitet liegt der Masseverlust etwas niedriger zwischen 16 – 18 % (Abb. 41). DIP und LAB 3726 scheinen das Wasser besser zu speichern und somit weniger abzugeben.

Allen Gemischen gleich ist eine Feuchtigkeit nach dem Extrudieren zwischen 20 – 22 %. Abb. 43 stellt die Veränderung der Feuchtigkeit des extrudierten Papiercompounds über der Lagerzeit dar.

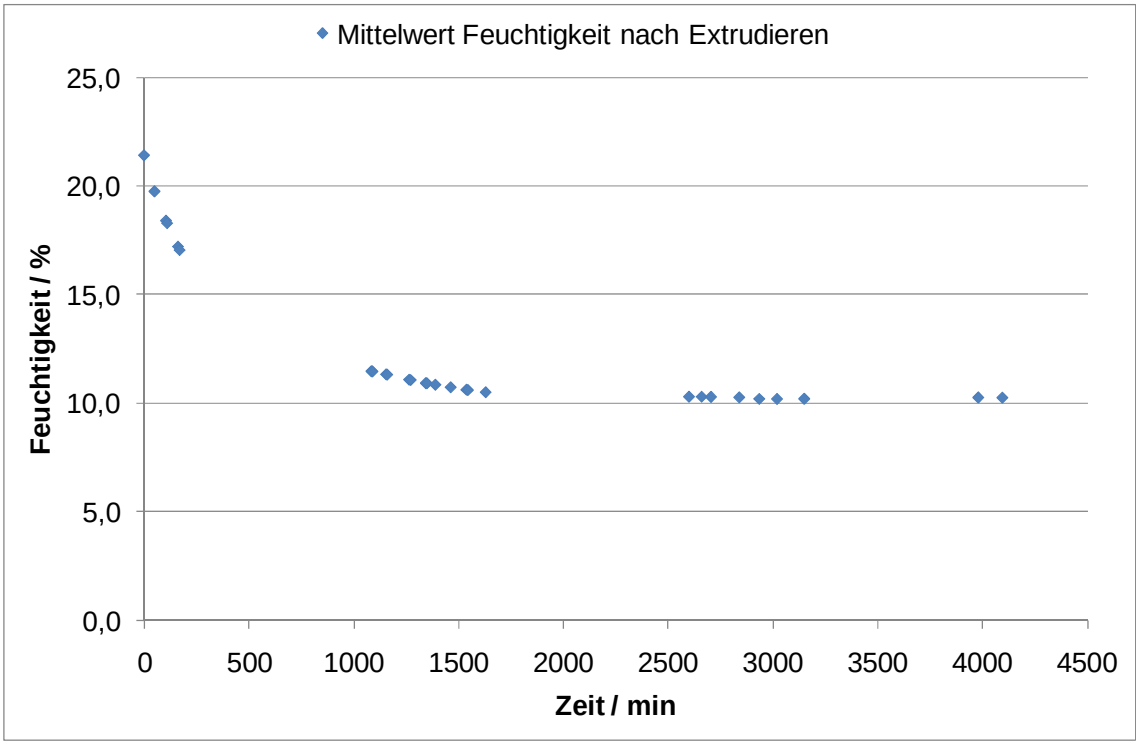

Abb. 43: Feuchtigkeitsabnahme im Papiercompound nach dem Extrudieren

Nach ca. 70 h hat sich im Papiercompound eine Gleichgewichtsfeuchte von ca. 10,5 % eingestellt. Dies entspricht auch der Gleichgewichtsfeuchte von Zellstoffen und Stärkeprodukten. Zur Weiterverarbeitung im Spritzgießprozess ist diese Feuchtigkeit jedoch zu niedrig. Um einen stabilen Spritzgießprozess zu gewährleisten muss im Material eine Feuchtigkeit von ca. 14 – 15 % vorhanden sein. Somit wurden Untersuchungen durchgeführt das Material wieder zu befeuchten

5.6 Wiederbefeuchten des Extrudats

Das Papiercompound wurde nach dem Extrudieren bei 95 ℃ 24 h getrocknet und an-

schließend in verschiedenen Exsikkatoren gelagert. Diese Exsikkatoren waren mit unterschiedlichen gesättigten Salzlösungen gefüllt, welche je nach Temperatur eine definierte Luftfeuchtigkeit im Exsikkator erzeugen, in der das Material konditioniert wird. In Abb. 44 sind die Feuchtigkeiten der verschiedenen Salzlösungen und die Veränderung der Feuchtigkeit im Material über der Lagerzeit dargestellt. Zudem wird eine Probe Calciumchlorid konditioniert. Calciumchlorid erzeugt eine Luftfeuchtigkeit von 0 %.

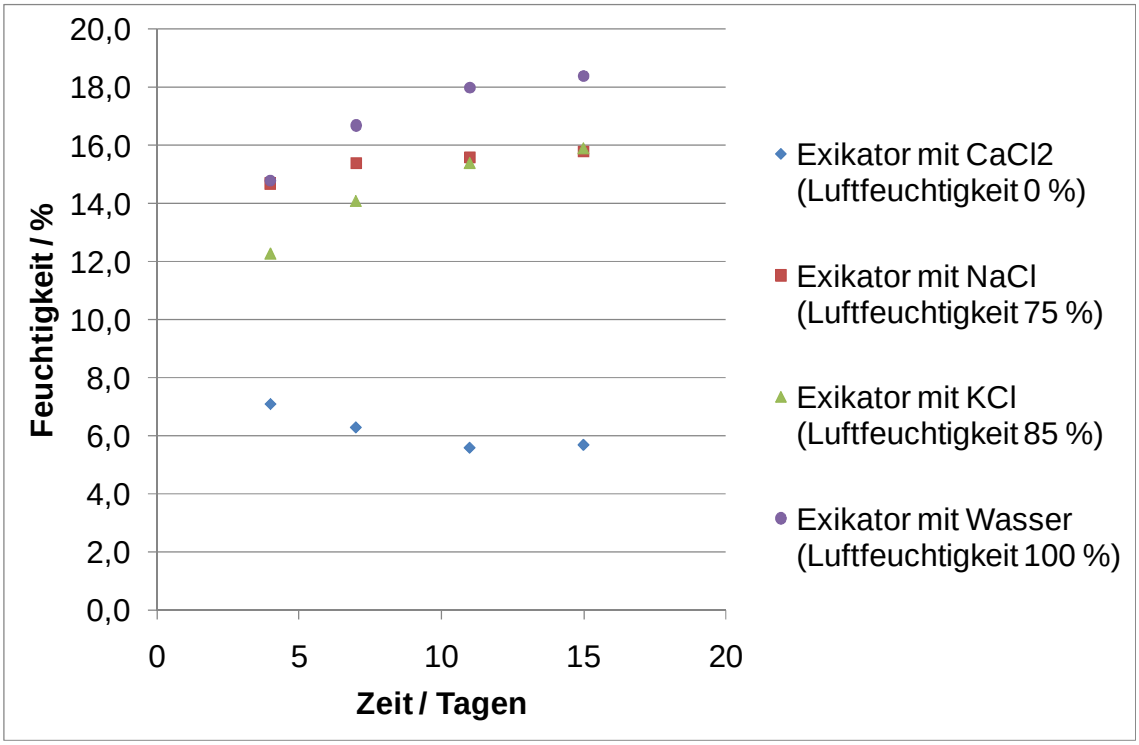

Abb. 44: Feuchtigkeitsabnahme im Papiercompound nach dem Extrudieren

Unabhängig von dem Raumklima wird bei der Verwendung von Natriumchlorid (NaCl) oder Kaliumchlorid (KCl) eine Gleichgewichtsfeuchte von ca. 16 % nach 15 Tagen erreicht. Wird der Exsikkator mit reinem Wasser gefüllt steigt die Gleichgewichtsfeuchte nach 15 Tagen auf über 18 % und das Material ist zu Feucht zum Spritzgießen. Eine Feuchtigkeit von 15 % wird mit Wasser und KCl schon nach 4 Tagen und mit NaCl nach ca. 8 Tagen erreicht. Im Spritzgießprozess sind Feuchtigkeiten über 14 % notwendig, damit das Material eine ausreichende Fließfähigkeit aufweist und unter 16 %, um ein Verkleben im Fülltrichter der Spritzgießmaschine zu vermeiden und somit einen stabilen Prozess zu erzeugen.

6 Spritzgießen

6.1 Vorversuche

Nachdem mit dem Papiercompound erste positive Compoundierversuche durchgeführt wurden, wurde das Granulat im Spritzgießprozess auf einer Spritzgießmaschine der Firma Engel EM310/100 mit einem Schneckendurchmesser von 30 mm verarbeitet. Im Folgenden sind die wichtigsten Parameter des Spritzgießprozesses dargestellt:

- Einspritzgeschwindigkeit 35,3 cm^3/s
- Nachdruck 1 bar
- Nachdruckzeit 1 s
- Temperaturprofil: 100℃ (Düse) – 105 ℃ – 100 ℃ – 95 ℃ – 30 ℃ (Einzug)

Die Spritzgießmaschine ist mit einer offenen Düse (d = 4 mm) ausgestattet und als Werkzeug wurde eine Scheibe (Durchmesser = 130 mm, Dicke = 2 mm) mit Stangenanguss verwendet. Das Granulat wurde der Spritzgießmaschine ohne zusätzliche Zugabe von Wasser zugeführt. Das folgende Bild zeigt eine Füllversuchsreihe mit verschiedenen Einspritzvolumen (10, 15, 20 25, 30, 35 cm^3).

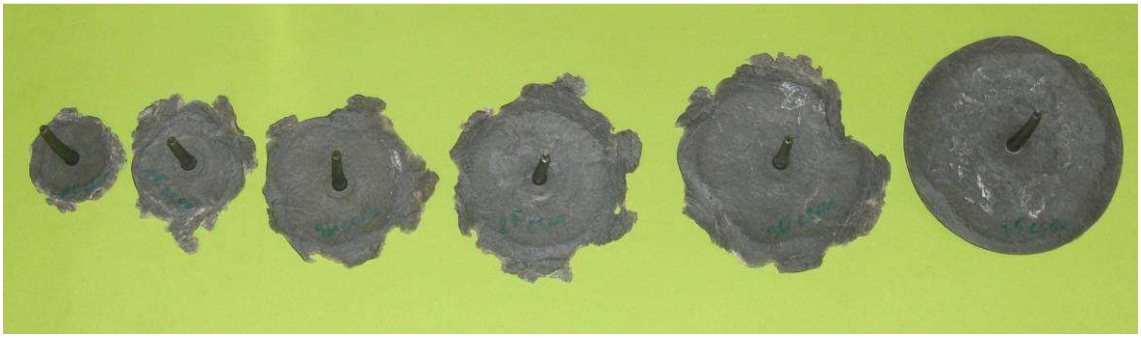

Abb. 45: Füllversuch Spritzgießen Papiercompound

Zu erkennen ist im Grundsatz die Eigenschaft der Quellströmung, welche normalerweise charakteristisch bei Polymeren ist, wobei aber hier an der Fließfront an einigen Stellen die Strömung ausbricht. Das ist zurückzuführen auf die Restfeuchtigkeit im Material welche durch die innere Reibung im Material stark erwärmt wird und partiell in den Gasförmigen Zustand übergeht und dann an der Fließfront austritt.

Die Reduzierung der Verarbeitungstemperatur auf 95 ℃ führt zu verbesserten Ergebnissen im Verarbeitungsverhalten (Abb. 46). Der Einspritzdruck zu Beginn war sehr hoch und konnte hier in diesem Fall auf ca. 800 bar gesenkt werden, was auch dem Standard bei der Verarbeitung von Polypropylen entspricht. Die Probekörper konnten reproduzierbar

hergestellt werden, wobei die Zykluszeit bei t_z = 58 s lag.

Abb. 46: Probekörper Scheibe, d = 2mm, Papiercompound

Bei der Verarbeitung des Materials kam es zu verschiedenen Verarbeitungsproblemen. Der Anguss kann schlecht entformt werden, bleibt in der Angussbuchse stecken und reißt dabei vom Bauteil ab. Das erfordert die Verwendung von Trennmittel und/oder angusslosen Anspritzen am Bauteil. Das Papierkonzentrat weist eine sehr geringe Schwindung auf und haftet stark auf der Oberfläche der Werkzeugkavität. Auch in diesem Fall wird die Verwendung von Trennmittel empfohlen, bzw. die Beschichtung der Oberfläche mit z. B. Teflon. Zudem weisen die Probekörper noch einen hohen Verzug auf, der mit dem neuen Probekörperwerkzeug weiter untersucht werden soll.

6.2 Werkzeug und Einsätze

Ausgehend von der Konzeptentwicklung und den Vorversuchen im Extrudieren und Spritzgießen ist zur Analyse der Materialeigenschaften der Werkstoffe ein angepasstes Werkzeugdesign notwendig. Durch die Konzeptneuentwicklung ist es nicht mehr notwendig eine aufwendige Entwässerung in den Werkzeugaufbau zu integrieren. Dies liegt auch im Interesse von Verarbeitern, die dies in Pflichten-Lasten-Heften geäußert hatten.

Das Werkzeug ist mit einem Schnellwechselsystem der Kavität ausgestattet und bietet somit die Möglichkeit verschiedene Geometrien von Probekörpern herzustellen, um die mechanischen und rheologischen Eigenschaften der Werkstoffe zu analysieren. Zudem ist das Werkzeug mit einem Heißkanal mit Nadelverschlussdüse ausgestattet. Entformungsprobleme des Angusses wurden somit vermieden.

Ein Vielzweckprobekörper/Schulterstab nach Campus Typ A (DIN EN ISO 3167) bietet die Möglichkeit Zug-, Druck- und Biegeversuche durchzuführen. Zudem ermöglicht dieser Vielzweckprobekörper die Analyse der Schlagzähigkeit und der Oberflächenfestigkeit

mittels Kugeleindruckverfahren. Somit wird die Möglichkeit geschaffen, die wichtigsten mechanischen Eigenschaften untersuchen zu können.

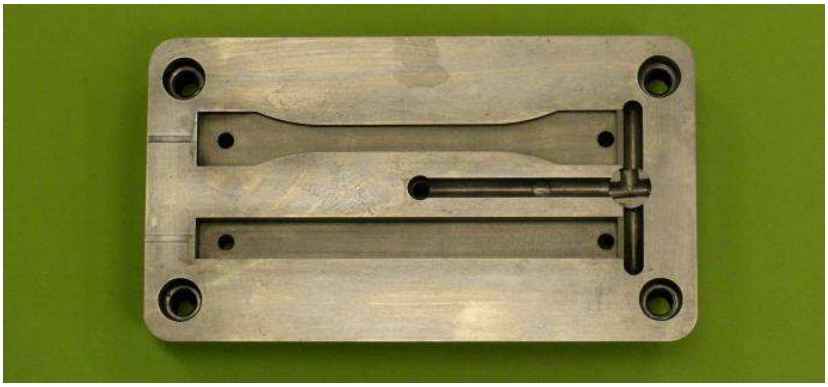

Abb. 47: Schnellwechselkavität Vielzweckprobekörper

Die Fließfähigkeit der Schmelze beim Spritzgießen ist ein entscheidender Kennwert bei der Verarbeitung und der in einem Spiralwerkzeug zurückgelegte Weg ist ein praxisnahes Maß für das Fließverhalten. Hierbei wird für ein Material die Fließweglänge als Funktion vom Druck und der Massetemperatur ermittelt und der Querschnitt des Strömungskanals sowie die Werkzeugtemperatur gemessen. Die Feuchtigkeit im Material muss zusätzlich berücksichtigt werden. Zur Charakterisierung des Fließverhaltens dient bei diesem Test das Verhältnis von Fließweglänge zu Wanddicke. In der Oberfläche der Fließspirale sind zudem Markierungen eingraviert, einerseits, um die Fließweglänge schneller abzuschätzen und andererseits, um die Abbildungsgenauigkeit zu beurteilen.

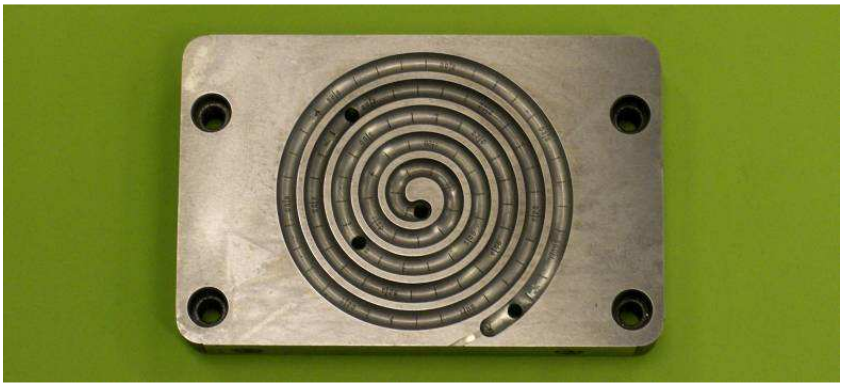

Abb. 48: Schnellwechselkavität Fließspirale

Ein Werkzeugwechseleinsatz mit der Dimension 60x60x2 mm ist angelehnt an die DIN EN ISO 294-4 (Campus TYP D) und wird zur Analyse der Schwindungseigenschaften des Werkstoffs verwendet.

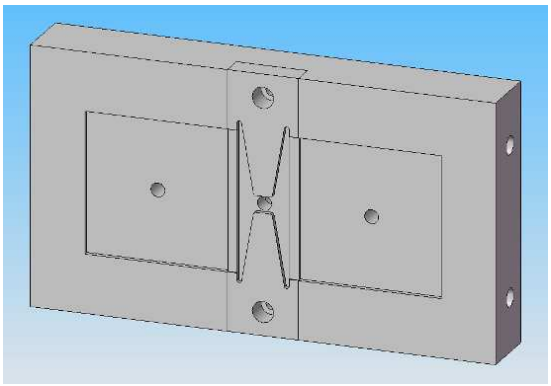

Abb. 49: Schnellwechselkavität kleine Platte

6.3 Verarbeitungseigenschaften

Die Untersuchungen zu den Verarbeitungseigenschaften wurden auf einer Krauss Maffei KM 50 CX SP 55 durchgeführt. Die Spritzgießmaschine ist mit einem Schneckendurchmesser von 18 mm ausgestattet und erlaubt maximale Einspritzdrücke von 2500 bar. Das maximale Spritzgießvolumen liegt bei 20 cm^3. Das Spritzgießwerkzeug mit Wechselkavitäten und Heisskanal inklusive Nadelverschlussdüse wurde über ein Temperiergerät STW200 der Single Temperiertechnik gekühlt.

Ziel ist es geeignete Verarbeitungsparameter für das Spritzgießen der Compounds zu bestimmen, idem das Verarbeitungsverhalten der verschiedenen Compounds untersucht wird. Die Abbildungen 50 - 52 zeigen Zugstäbe aus verschiedenen Compounds (50 % Faser + 50% Stärke.

Abb. 50: Zugstab Papiercompound

Abb. 51: Zugstab DIP + Lab

Abb. 52: Zugstab ECF+ Erbsenstärke

Zwar lassen sich alle Compounds bis zu einem Fasergehalt von 50 % ohne Probleme im Spritzgießprozess verarbeiten, jedoch konnten mit dem Papiercompound die besten Ergebnisse erzielt werden. Die folgenden Tabellen und Bilder stellen daher die wichtigsten Kennwerte des Spritzgießprozesses bei der Verarbeitung des Papiercompounds zu Platten (60x60x2 mm) dar. Variiert wurden die Verarbeitungstemperatur und die Feuchtigkeit im Papiercompound. Die Feuchtigkeit im Compound lag bei den Ergebnissen in Tabelle 11 und Bild 54 bei ca. 15 %.

Tabelle 11: Prozesskennwerte Spritzgießen (1)

		Zyklus-zeit / s	Spritz-zeit / s	Plastifizier-zeit / s	Plastifizier-hub / cm^3	Masse-polster / cm^3	Kühl-zeit / s
140 ℃	Mittelwert	43,80	2,00	14,56	11,41	1,35	22,97
	Stabw	0,04	0,01	1,88	0,03	0,05	0,01
160 ℃	Mittelwert	43,82	2,00	14,85	11,45	1,31	22,98
	Stabw	0,03	0,01	3,76	0,07	0,03	0,01
180 ℃	Mittelwert	43,83	2,00	14,59	11,49	1,27	22,98
	Stabw	0,04	0,01	2,36	0,06	0,05	0,01
200 ℃	Mittelwert	43,79	2,00	13,92	11,46	1,23	22,97
	Stabw	0,06	0,01	0,89	0,07	0,05	0,00

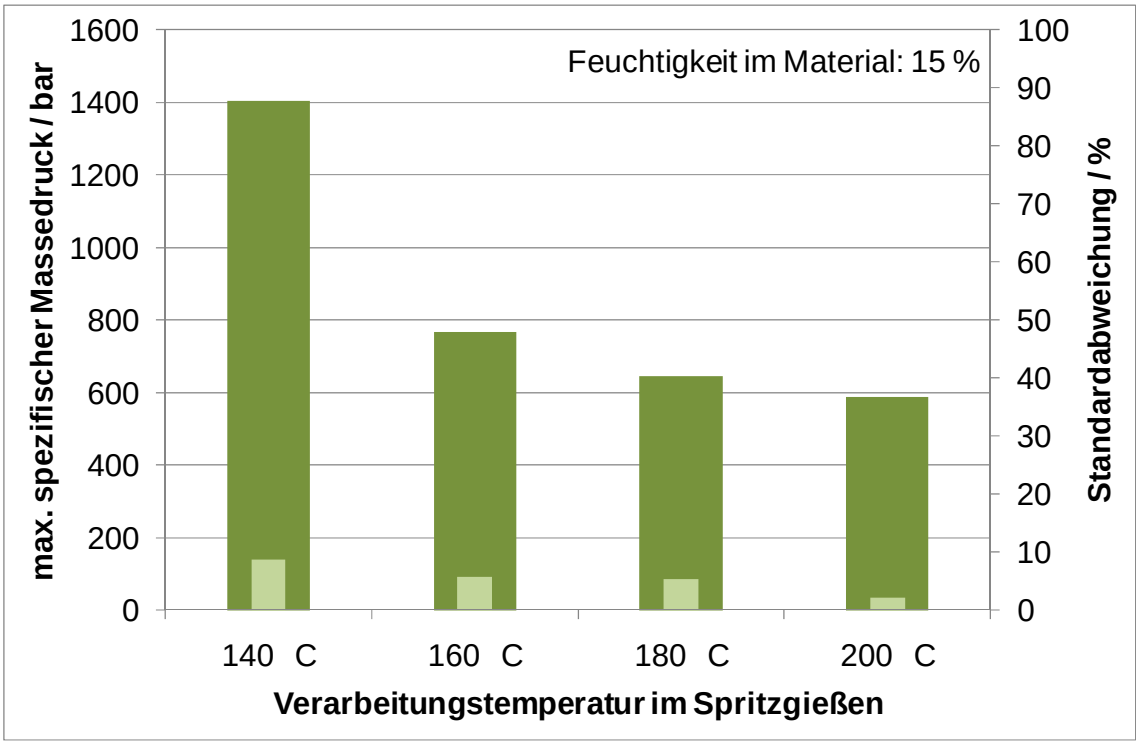

Abb. 53: Max. spez. Massedruck in Abhängigkeit der Verarbeitungstemperatur

Die folgende Tabelle und Bild 54 zeigen die Prozesskennwerte bei einer konstanten Ver-

arbeitungstemperatur von 160 °C, wobei aber die Feuchtigkeit im Papiercompound auf drei Stufen (15 %, 16 %, 17 %) variiert wurde.

Tabelle 12: Prozesskennwerte Spritzgießen (2)

Feuchtigkeit		Zykluszeit / s	Einspritzzeit / s	Plastifizierzeit / s	Plastifizierhub / cm^3	Massepolster / cm^3	Kühlzeit / s
17 %	Mittelwert	54,43	2,01	23,26	11,52	1,40	26,78
	Stabw	14,58	0,01	11,77	0,04	0,00	9,66
16 %	Mittelwert	48,46	2,00	23,64	11,47	1,40	24,87
	Stabw	6,90	0,01	10,05	0,07	0,00	7,27
15%	Mittelwert	46,90	2,00	16,96	11,44	1,40	24,89
	Stabw	9,62	0,01	8,26	0,05	0,00	10,14
LDPE 1	Mittelwert	40,49	2,02	6,52	11,60	1,40	20,13
	Stabw	0,03	0,00	0,10	0,00	0,00	0,01

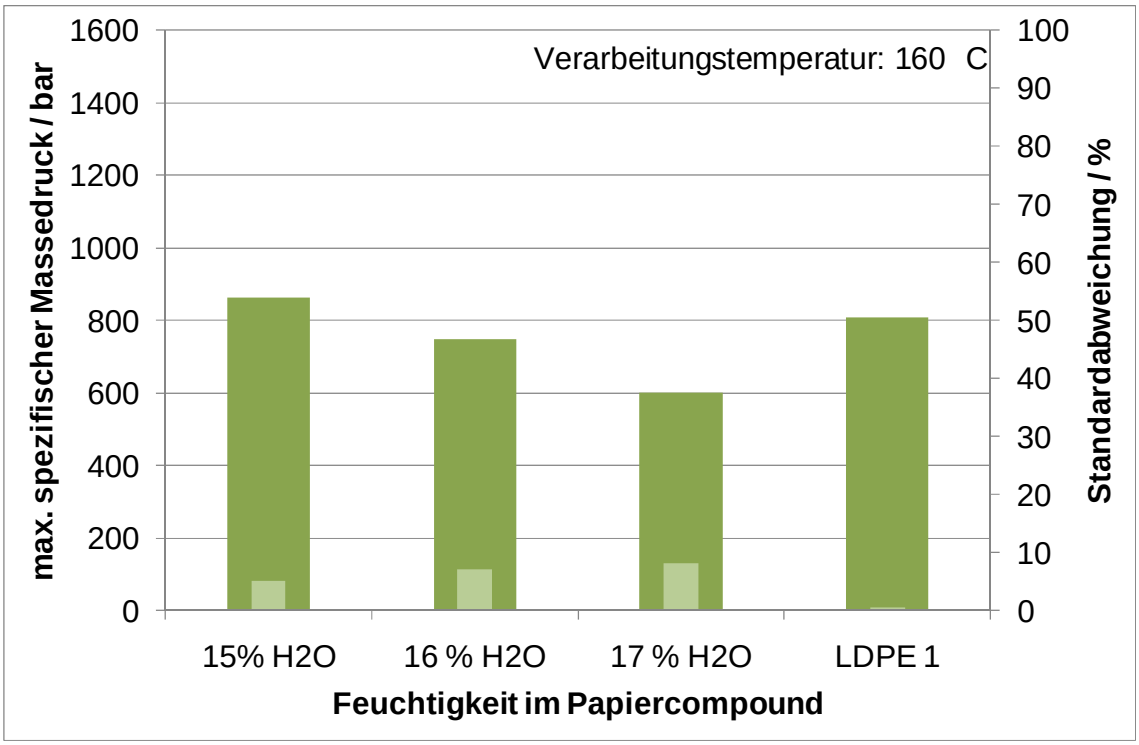

Abb. 54: Max. spez. Massedruck in Abhängigkeit der Feuchtigkeit im Material

Die stabilsten Verarbeitungseigenschaften weist das Papiercompound bei einer Verarbeitungstemperatur von 160 °C und bei einer Feuchtigkeit von 14 – 15 % auf. Die Probekörper können ohne Probleme aus der Kavität entformt werden. Bei der Verarbeitung zu Platten werden Zykluszeiten von ca. 43 s erreicht, welche im Bereich von Standard-Kunststoffen liegen. Anhand der Verarbeitung zu Zugstäben wird deutlich, dass

das Papiercompound ein Quellströmungsverhalten wie Kunststoffe aufweist (Abb. 55 - 56).

Abb. 55: Vergleich Zugstab Papiercompound und LDPE

Abb. 56: Füllbildserie Zugstab Papiercompound

Alle weiteren Untersuchungen zu den Fließeigenschaften und dem Schwindungsverhalten

wurden mit dem Papiercompound durchgeführt, da dieses die besten Verarbeitungseigenschaften gezeigt hat. Als optimalen Basisprozesspunkt wurden die folgenden Maschinenparameter gewählt.

Tabelle 13: Temperaturprofil Spritzgießen

Einzug	Spritzgießaggregat				Heisskanal		Werkzeug
40 ℃	80 ℃	110 ℃	160 ℃	160 ℃	160 ℃	160 ℃	30 ° C

Tabelle 14: Maschinenparameter Spritzgießmaschine

Einspritzgeschwindigkeit	5 cm^3/s	Kühlzeit	20 s
Umschalten Nachdr.	1,5 cm^3	Drehzahl	200 upm
Nachdruckzeit	5 s	Staudruck	250 bar
Nachdruck	200 bar	DK1/Dosieren/DK2	0 / 11 cm^3 / 0

6.4 Analyse der Fließweglänge

Eine Möglichkeit die Fließeigenschaften eines Materials zu charakterisieren ist die Verwendung einer Fließspirale im Spritzgießprozess. Die Durchführung ist im europäischen Raum nicht genormt. Allerdings liegt in den USA von der ASTM „American Society for Testing and Materials“ die Norm D3123 - 98 vor. Entsprechend ist darin ein Verfahren erläutert, um das Fließverhalten von duroplastischen Formmassen bei niedrigem Druck mit einem Spiralwerkzeug vergleichen zu können, bzw. Qualitätstests in der Produktion durchzuführen /20/.

Angelehnt an diese Norm wurde ein Werkzugeinsatz mit einer Spirale als Kavität verwendet. Das Werkzeug weist eine Länge von 1040 mm bei einem halbkreisförmigen Querschnitt mit dem Radius 4 mm auf. Alle Prozessparameter, bis auf den Einspritzdruck, werden nicht verändert. Das Material wird in der Einspritzphase mit einem konstantem Druck in die Kavität gespritzt. Der spezifische Einspritzdruck wird zwischen 200 – 1100 bar variiert. Um den Einfluss des Wassergehaltes auf die Fließfähigkeit und Verarbeitung im Spritzgießprozess zu ermitteln wurden Extrudate aus Papiercompound mit vier verschiedenen Feuchtegehalten (13,4 %; 14,5 %; 16,4 %, 18 %) hergestellt und im Spritzgießverfahren untersucht. Von jedem Prozesspunkt wurden 10 Probekörper untersucht. Die Feuchtigkeit wurde mittels TGA und Trockenofenmethode bestimmt.

Abb. 57: Fließspirale aus Papiercompound

Die folgenden Bilder stellen die Ergebnisse der Untersuchungen dar. Dabei waren nicht alle Compounds bei allen Drücken zu verarbeiten. Einerseits bestehen Grenzen der Spritzgießmaschine durch das maximale Dosiervolumen. Bei hohen Drücken und Feuchtigkeiten reichte das Dosiervolumen nicht aus, um Ergebnisse zu liefern. Andererseits waren mit verschiedenen Feuchtegehalten bei zu hohen bzw. zu niedrigen Drücken keine stabilen Probekörper herstellbar. Zum Vergleich mit Kunststoffen werden die Fließweglängen von LDPE, die bei den gleichen Prozessparametern verarbeitet wurden, zusätzlich dargestellt (Abb. 58 – 59).

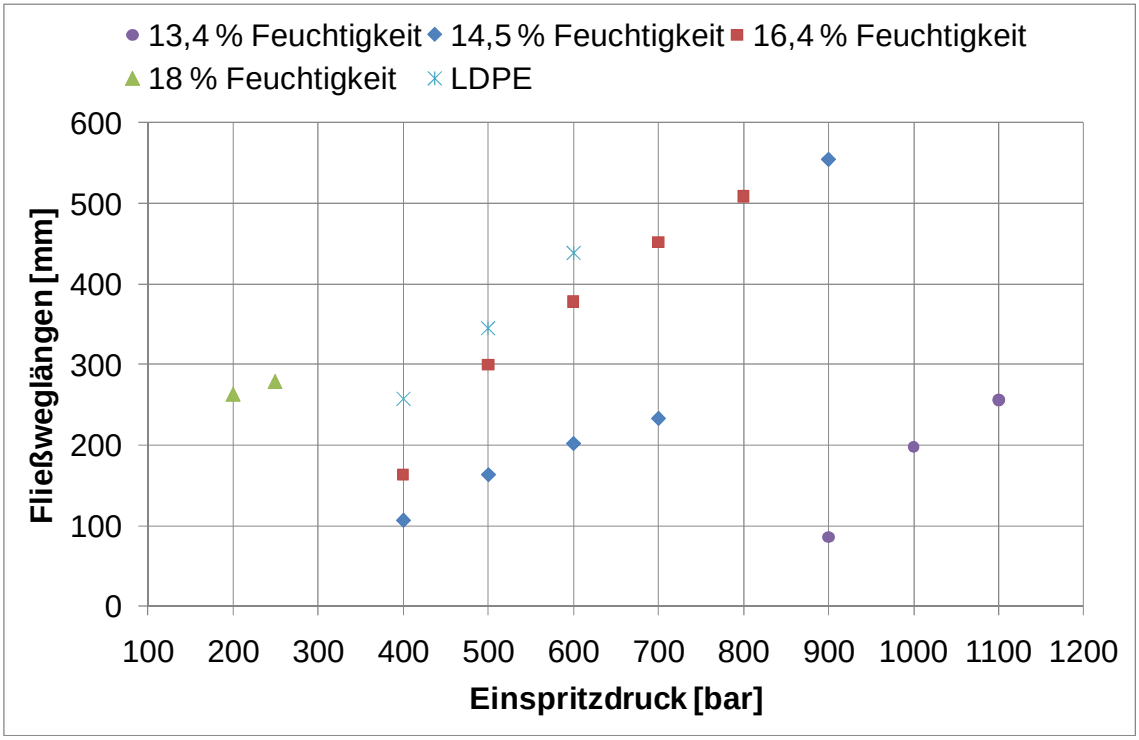

Abb. 58: Fließweglänge für verschiedene Feuchtigkeiten, Papiercompound

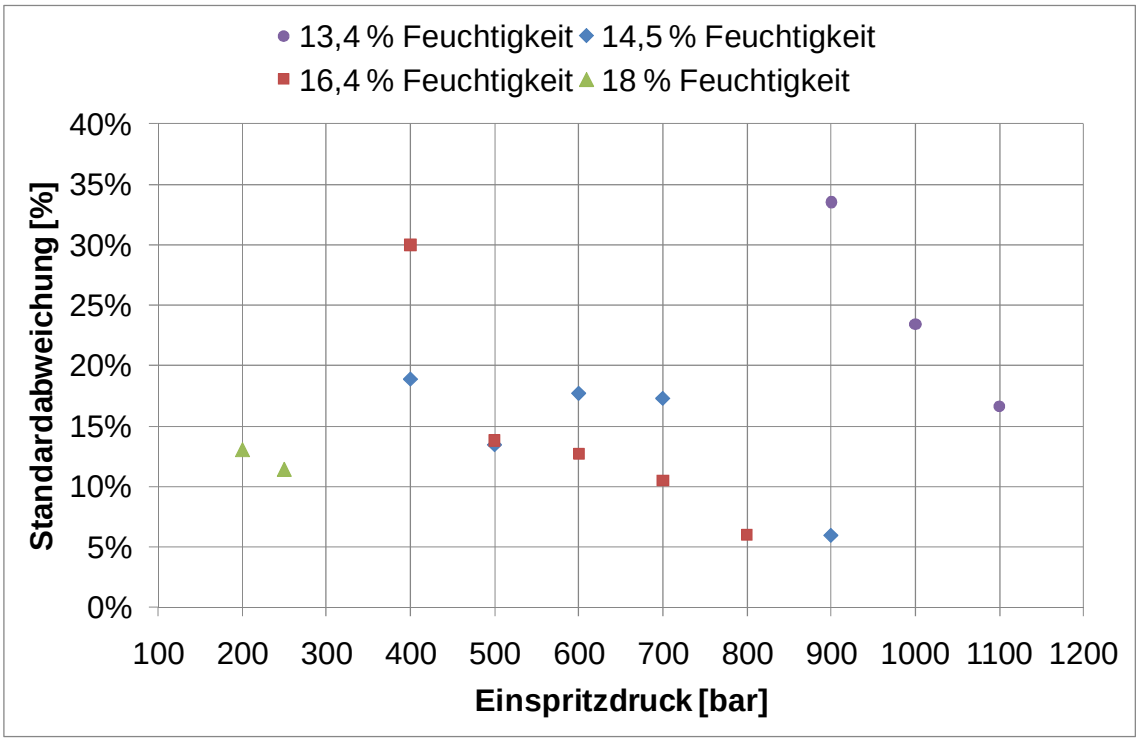

Abb. 59: Standardabweichung Fließweglänge für verschiedene Feuchtigkeiten

Deutlich ist den Bildern zu entnehmen, dass mit steigen Einspritzdruck die Fließweglänge steigt. Zudem weisen bei gleichen Einspritzdruck Papiercompounds mit höherer Feuchtigkeit längere Fließwege auf. Mit steigendem Einspritzdruck ist auch eine Verbesserung der Stabilität des Spritzgießprozesses erkennbar. Auch hier weisen Papiercompounds mit höherer Feuchtigkeit niedrigere Standardabweichungen auf.

Zu hohe und zu niedrige Feuchtigkeiten führen jedoch zu Problemen in der Verarbeitung im Spritzgießprozess. Sinkt die Feuchtigkeit unter 14 % lässt sich das Material nur bei sehr hohen Einspritzdrücken verarbeiten und die Oberflächenqualität der Fließspiralen sinkt. Zu hohe Feuchtigkeiten führen zum Verkleben des Granulats im Einzugsbereich und die Probekörper haften sehr fest auf der Werkzeugoberfläche. Die Fließspiralen sind nach dem Abkühlen nicht ausreichend formstabil und bei hohen Drücken entstehen Schwimmhäute. Ein reproduzierbarer Prozess ist mit höheren Feuchtigkeiten über 17 % im Compound nicht zu realisieren.

Untersucht wurde auch die Feuchtigkeit des Papiercompound vor und nach dem Spritzgießen. Dabei wurde die Feuchtigkeit des Papiercompounds vor dem Spritzgießen mit verschiedenen Methoden ermittelt (Tabelle 15). Die Feuchtigkeit der Fließspiralen wurde aufgrund der hohen Anzahl der Probekörper nur mittels Ofentrocknung bestimmt (Tabelle 16).

Die Differenz der Feuchtigkeit zwischen dem Granulat und den gespritzten Fließspiralen

liegt bei maximal 0,6 %. Die Analyse der Feuchtigkeit stellt somit dar, dass der Spritzgießprozess die Feuchtigkeit im Compound nur unwesentlich beeinflusst und vernachlässigt werden kann.

Tabelle 15: Feuchtigkeit vor dem Spritzgießen, verschiedene Verfahren

Papiercompound	Trockenofen (24h, 105 ℃)	Halogentrockner (160℃, AK 5)	TGA (250 ℃)
	Granulat	Granulat	Granulat
1	-8,3%	-13,2%	-13,4%
2	-10,7%	-14,9%	-14,5%
3	-10,9%	-	-16,4%
4	-14,2%	-18,6%	-18,0%

Tabelle 16: Feuchtigkeit nach dem Spritzgießen

Papiercompound	Trockenofen (24h, 105 ℃)		
	Granulat	Fließspiralen	Differenz
1	-8,3%	-8,8%	0,5%
2	-10,7%	-11,0%	0,3%
3	-10,9%	-11,5%	0,6%
4	-14,2%	-13,8%	-0,4%

Die besten Ergebnisse wurden in diesen Versuchsreihen mit einer Feuchtigkeit von 14,5 % und 16,4 % erzielt. Beide Materialien weisen ausreichende Fließeigenschaften auf und lassen sich ohne Probleme im Prozess verarbeiten. Mit niedrigerer Feuchtigkeit sind die Probekörper jedoch formstabil und lassen sich besser entformen. Eine Verarbeitung des Papiercompounds bei 14,5 % Feuchtigkeit zeigt die besten Ergebnisse. In weiteren Versuchsreihen wird die Schwindung und der Verzug in Abhängigkeit der Feuchtigkeit und der Verarbeitungstemperatur untersucht.

6.5 Schwindung und Verzug

Angelehnt an DIN ISO 294-4 (Campus TYP D) wurden für die Analyse des Schwindungsverhaltens von dem Papiercompound Probekörper mit folgenden Maßen hergestellt: 60x60x2 mm. Dabei wurden die Prozessparameter entsprechend Kapitel 6.3 verwendet.

Beim ersten Versuchsdurchgang wurde die Schmelzetemperatur zwischen 140 ℃ und 200 ℃ variiert. Dabei war die Feuchtigkeit im Mate rial konstant bei 15 %. Beim zweiten Durchgang wurde die Feuchtigkeit zwischen 14 und 17 % variiert ohne die Verarbeitungstemperatur (T = 160 ℃ = konstant) im Spritzgießpro zess zu verändern.

Analysiert wurden die Längen- Breiten- und Dickenschwindung in Abhängigkeit der Lagerzeit. Die geometrischen Abmaße (Länge, Breite, Dicke) wurden für jeden Prozesspunkt an zehn Probekörpern genommen und der Mittelwert gebildet. Die Probekörper wurden dabei an der Luft gelagert.

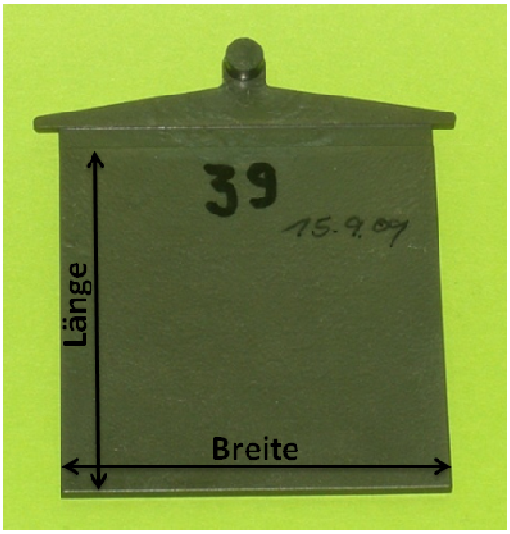

Abb. 60: Messpunkte am Probekörper für Schwindungsanalyse

Die folgenden Bilder stellen die Messergebnisse der Schwindungsuntersuchungen an dem Papiercompound dar. Zum Vergleich ist LDPE bei den gleichen Prozessparametern bei einer Schmelzetemperatur von 160 ℃ verarbeitet und analysiert worden.

Deutlich ist in den Bildern zu erkennen, dass die Probekörper, welche mit einer höheren Temperatur verarbeitet wurden immer eine leicht niedrigere Schwindung aufweisen. Der Unterschied zwischen der höchsten und niedrigsten Verarbeitungstemperatur liegt jedoch bei der Längsschwindung bei 0,17 % und bei der Breitenschwindung bei 0,1 %. Im Mittel liegt die Längs- und Breitenschwindung unabhängig von der Temperatur bei einem Wert von ca. 2 %.

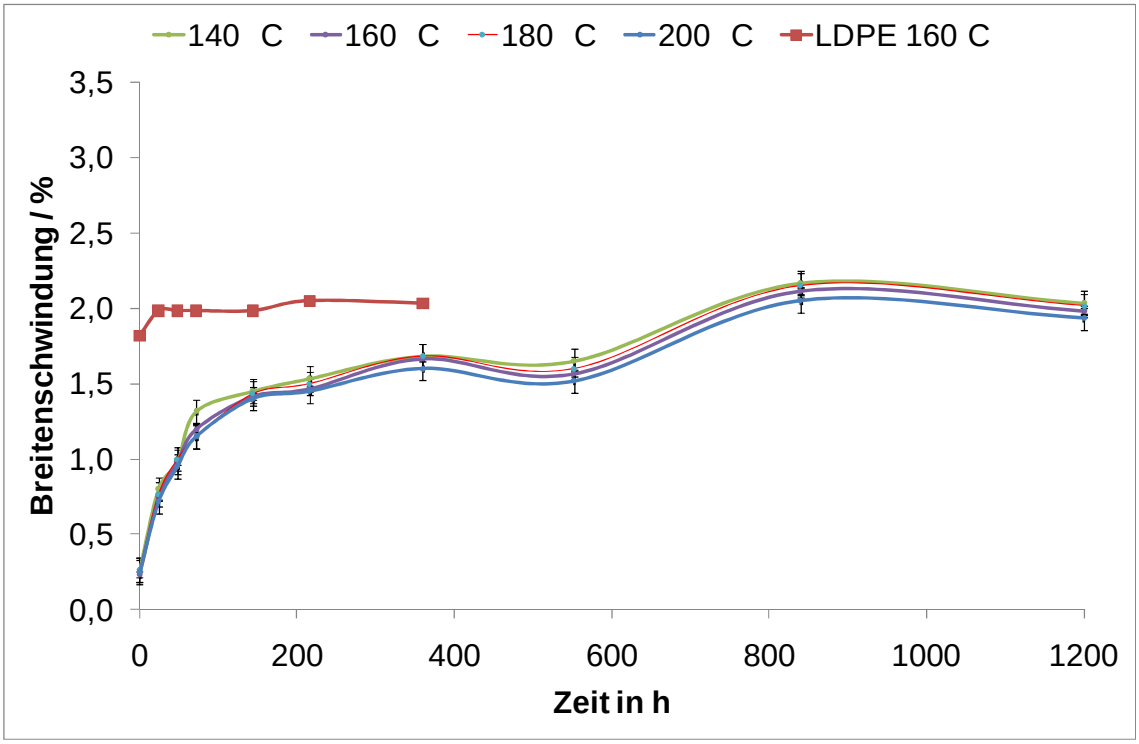

Abb. 61: Temperaturabhängige Breitenschwindung Papiercompound

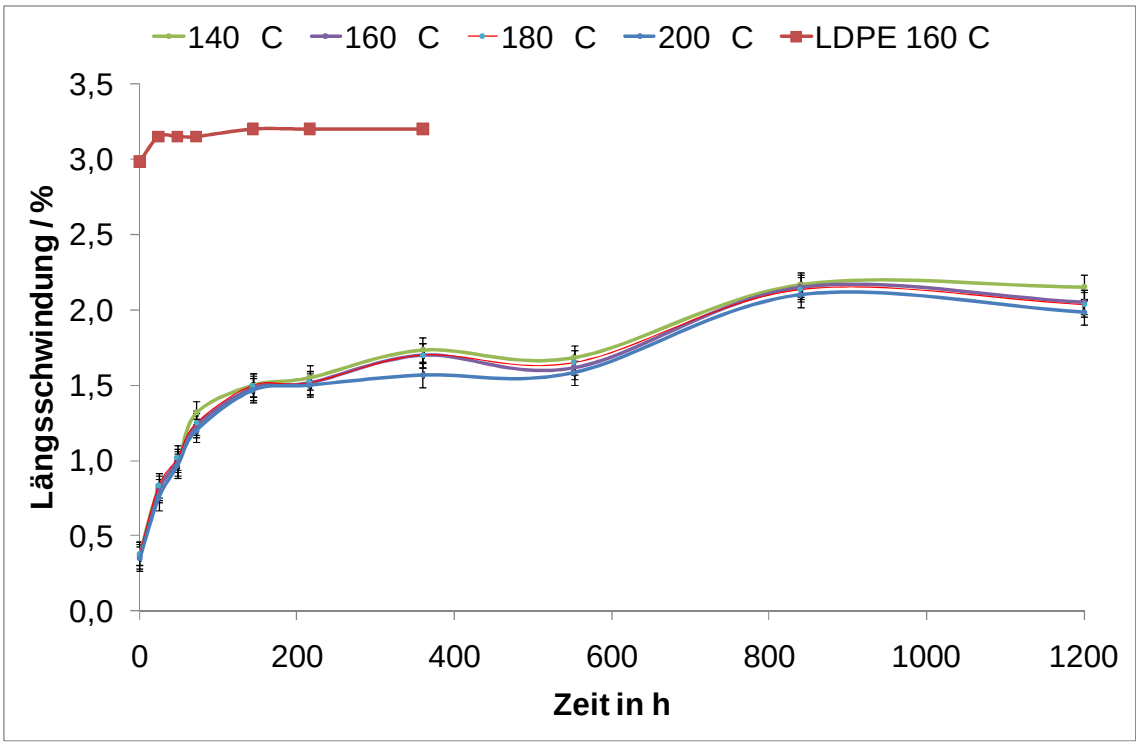

Abb. 62: Temperaturabhängige Längsschwindung Papiercompound

Die Dickenschwindung aller Probekörper aus Papiercompound liegt bei einem Wert von ca. 2,4 %. Demgegenüber weist LDPE nur eine Dickenschwindung von ca. 1 % auf. Bis zum Ende der Lagerzeit weisen die Probekörper aus Papiercompound einen Gewichtsver-

lust unabhängig von der Verarbeitungstemperatur von ca. 4 % auf.

Wird gegenüber der Verarbeitungstemperatur die Feuchtigkeit im Material variiert sind deutlichere Unterschiede im Schwindungsverhalten zu erkennen. Eine hohe Feuchtigkeit im Papiercompound führt selbstverständlich zu einem höheren Schwindungsverhalten. Die Breitenschwindung liegt bei 17 % Feuchtigkeit bei ca. 3 % und bei 15 % Feuchtigkeit bei 2,1 %. Noch Größere Unterschiede sind in der Längsschwindung zu erkennen. Bei 15 % Feuchtigkeit liegt die Längsschwindung bei 2,2 % und bei 17 % Feuchtigkeit bei 3,4 %. Entsprechend der Schwindung steigt auch der Gewichtsverlust mit steigender Feuchtigkeit von 4,8 % auf 6 %. Die Dickenschwindung liegt auch bei der Variation der Feuchtigkeit einheitlich nach der Lagerzeit bei ca. 2,4 %.

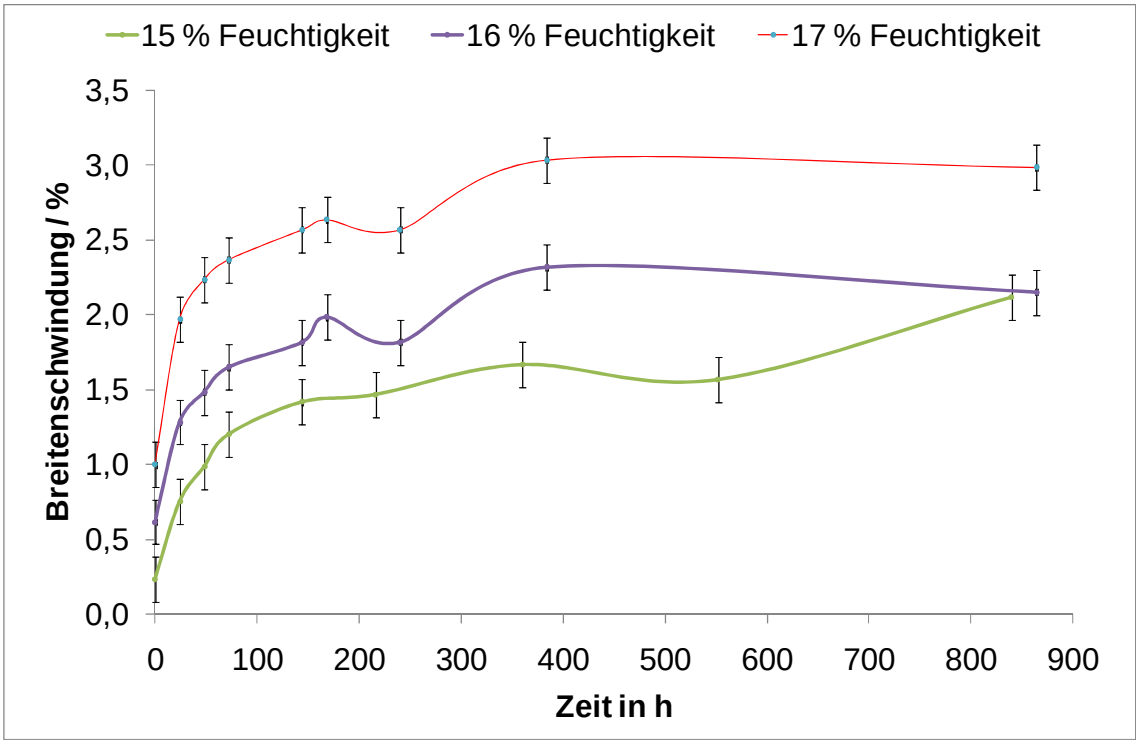

Abb. 63: Feuchtigkeitsabhängige Längsschwindung Papiercompound

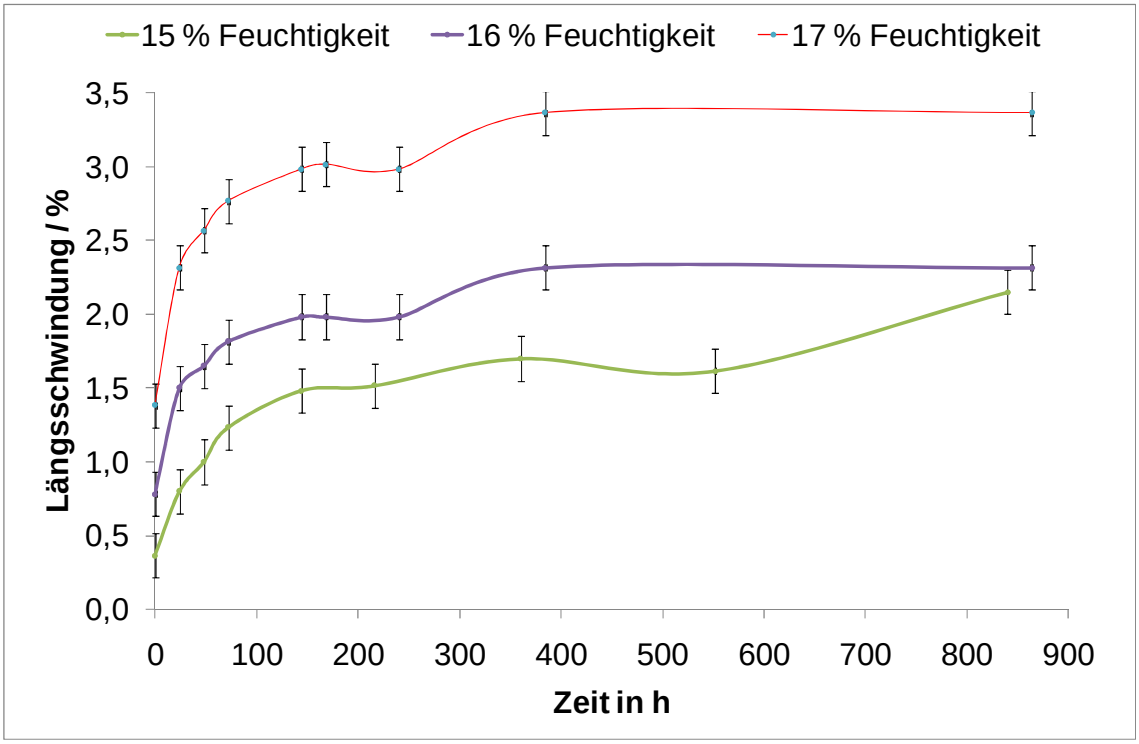

Abb. 64: Feuchtigkeitsabhängige Breitenschwindung Papiercompound

Die Probekörper weisen somit bei niedrigen Feuchtigkeiten und höheren Verarbeitungstemperaturen das geringste Schwindungsverhalten auf.

7 Bauteileigenschaften

7.1 Probekörperherstellung

Die Zugprobekörper wurden auf einer Krauss Maffei KM 50 CX SP 55 hergestellt. Die Spritzgießmaschine ist mit einem Schneckendurchmesser von 18 mm ausgestattet und erlaubt maximale Einspritzdrücke von 2500 bar. Das maximale Spritzgießvolumen liegt bei 20 cm^3. Das Spritzgießwerkzeug mit Wechselkavitäten und Heisskanal inklusive Nadelverschlussdüse wird über ein Temperiergerät STW200 der Single Temperiertechnik gekühlt. In der nachfolgenden Tabelle werden die Maschinenparameter beschrieben die zur Herstellung der Zugprobekörper verwendet wurden.

Tabelle 17: Maschinenparameter Spritzgießmaschine

Einspritzgeschwindigkeit:	5 cm^3/s	Kühlzeit:	20 s
Umschalten Nachdr.:	1,5 cm^3	Drehzahl:	200 upm
Nachdruckzeit:	5 s	Staudruck:	250 bar
Nachdruck:	200 bar	DK1/Dosieren/DK2:	0 / 11 cm^3 / 0

7.2 Bestimmung der Zugfestigkeit

Die Prüfung der gespritzten Zugstäbe erfolgte als Zeitversuch. Nach dem spritzen wurden die Zugstäbe zeitgestaffelt Luftdicht in Laborverschlußbehälter verpackt. Die zu prüfenden Zugstäbe umfassten 12 Serien mit der Zeitstaffelung die in der Tabelle 18 beschrieben wurde.

Tabelle 18: Zeiteinteilung der Serien

Serie	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Zeit	0h	12h	24h	36h	48h	72h	96h	120h	148h	240h	480h	720h

Im Anschluss daran wurden die Prüfkörper, wie im Abb. 67 zu sehen ist, einer mechanisch technologischen Untersuchung unterzogen. Untersucht wurden sowohl die Härte als auch die Zugfestigkeit des Materials. Dazu kamen die wie folgt beschriebenen Messmaschinen zum Einsatz.

Für die Durchführung der Versuche stand die Prüfmaschine Zwick Roell 250 (Abb. 66) zur Verfügung .Die zu messenden Versuchsproben lagen im konditionierten Zustand vor. Die

Bestimmung des E-Modules wurde entsprechend DIN EN ISO 527-4 mit dem Probekörper Typ B (Abb. 67) durchgeführt. Die Prüfungen erfolgten mit einer Zuggeschwindigkeit von 2 mm/min und wurden bei einem maximalen Spannungsabfall von 60% beendet /24/.

Anwendung:
Zug-, Druck-, Biege- und Elastizitätsversuche

Belastungsbereich:
1 kN bis 250 kN

Verfahrwegmax.:
800 mm

Auflösung Prüfgeschwindigkeitmax.:
600 mm/min

Probengeometrie:

- Flachproben bis 20 mm Dicke
- Rundproben mit 4 bis 10 mm Durchmesser
- Formteile und Baugruppen auf Nutenplatte (630x600 mm²)

Abb. 65: UPM Zwick/Roell Z 250 zweispindlige statische Universalprüfmaschine

Abb. 66: Prüfkörper Zugprüfstab nach Prüfung

Pro zu prüfender Serie wurden 10 Proben geprüft. Durch das vorzeitige Abbrechen der Prüfung durch sogenannte Kopfreiser konnten im Durchschnitt 9 Proben zur Auswertung verwendet werden. Aus diesem Serienlos wurden die Mittelwerte gebildet und in dem Diagrammen dargestellt.

In Abb. 67 und 68 ist zu erkennen dass, die Werte der Zugfestigkeit und des E-Moduls der Serien 1 bis 12 einen Anstieg erfahren. Dies hängt mit der Entfeuchtung der Proben über

der Lagerzeit zusammen.

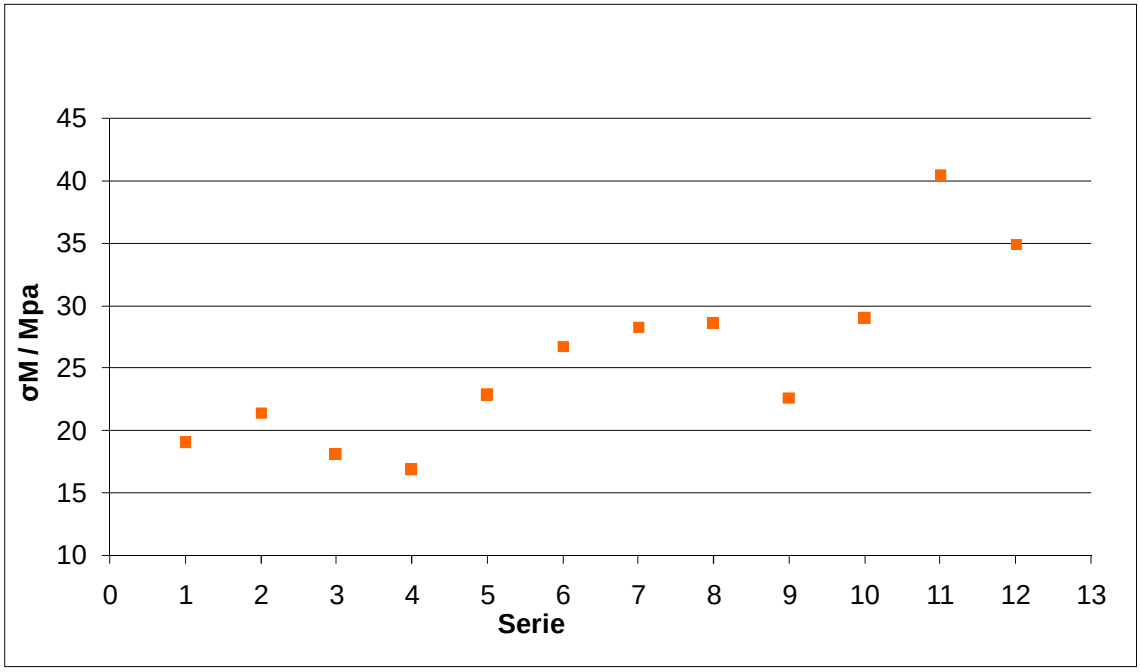

Abb. 67: Darstellung der Zugfestigkeit der Papiercompounds

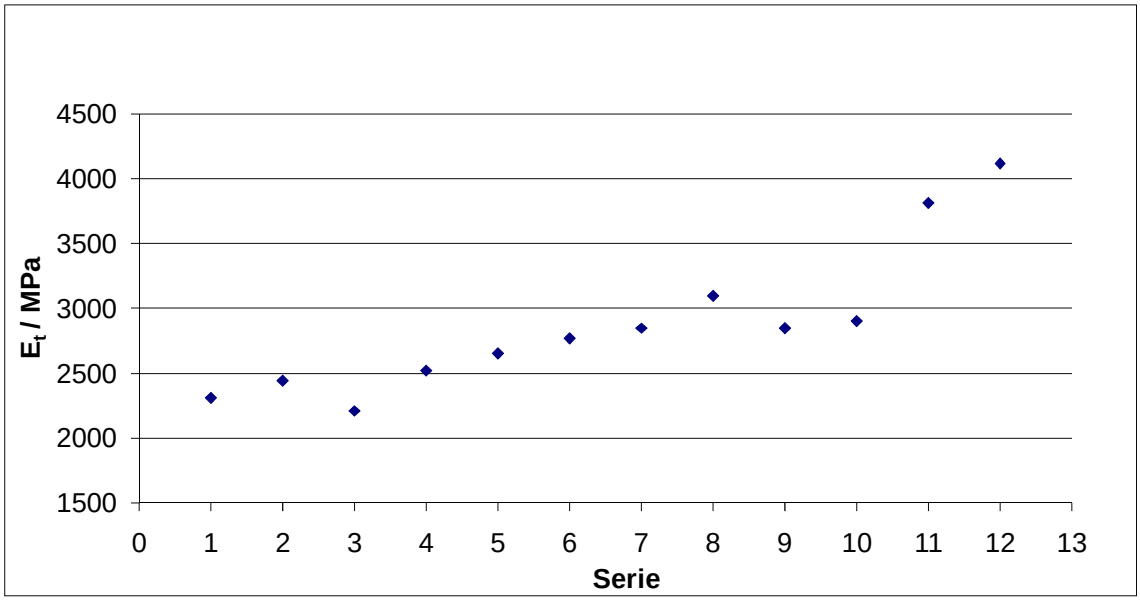

Abb. 68: Darstellung des Zug E-Moduls der Papiercompounds

Die geprüften Proben weisen durchgängig ein duroplastisches sprödes Verhalten bezüglich des Bruchverhaltens auf. Folgende Tabelle stellt die Messergebnisse der Papiercompounds und einiger ausgesuchter Polymere gegenüber.

Tabelle 19: Zusammenfassung der Messwerte

Serie / Prüfzeit	E_t / MPa	σ_M / Mpa
1 / 0h	2307,00	19,00
2 / 12h	2440,00	21,40
3 / 24h	2210,00	18,03
4 / 36h	2520,00	16,80
5 / 48h	2648,75	22,80
6 / 72h	2765,56	26,73
7 / 96h	2848,57	28,27
8 / 120h	3096,36	28,54
9 / 148h	2846,67	22,61
10 / 240h	2897,50	28,98
11 / 480h	3810,00	40,35
12 / 720h	4116,25	34,89
LDPE	172 - 283	13,27 – 26,4
PP (high flow)	1371 – 1585	22,47 – 33,46
Epoxidharz	2350 – 2470	45 – 89,6

Das Papiercompound weist selbst im noch feuchtesten Zustand (Serie 1) noch sprödes Bruchverhalten auf. Das E-Modul vom Papiercompound ist um den Faktor 10 höher als das von LDPE liegt aber im Bereich von Expoxidharzen. Im Anfangsbereich liegt die Zugfestigkeit im Bereich von PP und LDPE steigt aber mit sinkendem Feuchteanteil auf Werte ähnlich von Epoxidharzen an.

Zwar ist deutlich ein Ansteigen der mechanischen Kennwerte mit sinkender Feuchtigkeit im Papiercompound zu erkennen. Jedoch weisen einige Serien Kennwerte auf, die ein abweichendes Verhalten zeigen. Auf Grund der hohen Streuung wurden die verwendeten Zugstäbe mittels Röntgen untersucht. Das folgende Bild zeigt eine Röntgenaufnahme der Proben 3, 9 und 10. Dabei sind deutlich Lufteinschlüsse im Kernbereich des Zugstabes zu sehen. Diese Verändern die mechanischen Kennwerte der Zugstäbe und reduzieren somit das E-Modul und die Zugfestigkeit. Im Rahmen dies Forschungsprojektes konnte jedoch nicht geprüft werden, ob die Lufteinschlüsse im Spritzgießprozess erzeugt werden oder durch die Lagerung entstehen.

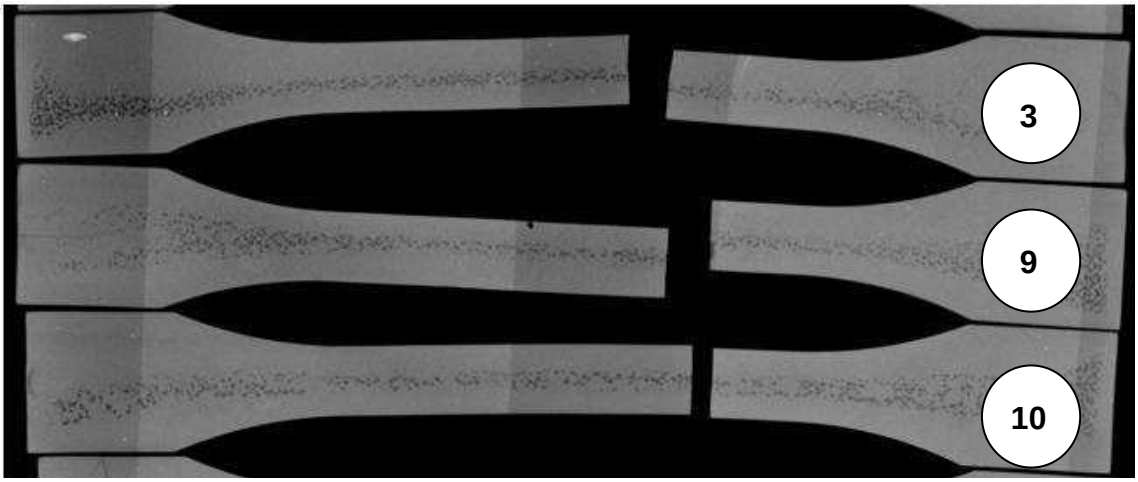

Abb. 69: Röntgenaufnahme der Zugstäbe

7.3 Härtemessung

Die Härteprüfungen erfolgten nach DIN EN ISO 2039-1. Dabei wurde die Kugeleindruckhärte (HB), unter Variation der Prüfkraft (PK) zwischen 49N, 132N, 358N und 961N, gemäß der Tabelle A.1, aus DIN EN ISO 2039-1, gemessen /25/ Aus den ermittelten Härtewerten erfolgte die Berechnung der Mittelwerte (MW). Die Kugeleindruckhärte wurde mit einer Kugel von 2,5 Millimeter Durchmesser und einer Prüfzeit von zehn Sekunden gemessen. Als Härteprüfgerät kam dabei das Wolpert TESTOR 930, von der Fa. Amseler Otto Wolpert GmbH, zum Einsatz. In Abb. 71 sind das Härtemessgerät sowie alle technischen Informationen abgebildet.

Verfahren:

Brinell, Vickers, Rockwell

Prüfkräfte in kg:

- Brinell 5; 10; 15,625; 30; 31,25; 62,5; 125; 187,5; 250
- Vickers 3; 5; 10; 20; 30; 40; 50; 100
- Rockwell 15; 30; 45; 60; 100; 150 [3&10 kg vorlast]

Prüfkraftaufbringung:

“Closed loop“ Regelkreis

Auswahl Prüfkraft:

Automatisch über Prüfprogramm, Prüfzyklus automatisch

Haltezeit:

2-99s

	Genauigkeit nach: EN-ISO 6506, 6507, 6508, ASTM & JIS **Objektiv:** austauschbar 20x, 44x, 70x& 140x Vergrößerung **Bestimmung von Härtewerten:** Display integrierter Härterechner **Auflösung:** Inkrementalgeber **Probenhöhe:** maximal 300 mm **Probentiefe:** maximal 150 mm **Temperaturbereich:** 10 bis 38 ℃

Abb. 70: WOLPERT Universal DIA Testor 930/250 N /26/

Die Formel zur Kugeldruckhärteberechnung lautet:

$$H = \frac{F}{\pi h D}$$

- H = Kugeldruckhärte in MPa
- F = Prüfkraft in N
- π*h*D= Oberfläche des Eindruckes in m²
- D = Durchmesser der Kugel in m
- h = Eindringtiefe in m

Die erste Messung der Härte wurde mit H 61,3 MPa durchgeführt. Jedoch reichte die Prüfkraft nicht aus. Das heißt, dass nach 30 s Prüfzeit die Eindringtiefe nicht den vorgeschriebenen Betrag von 0,15 bis 0,35 mm erreicht hat. Somit musste die Prüfkraft F erhöht werden. Alle weiteren Messungen wurden somit mit H 153,2 MPa durchgeführt. Die Verteilung der Messpunkte ist in Abb. 71 zu sehen.

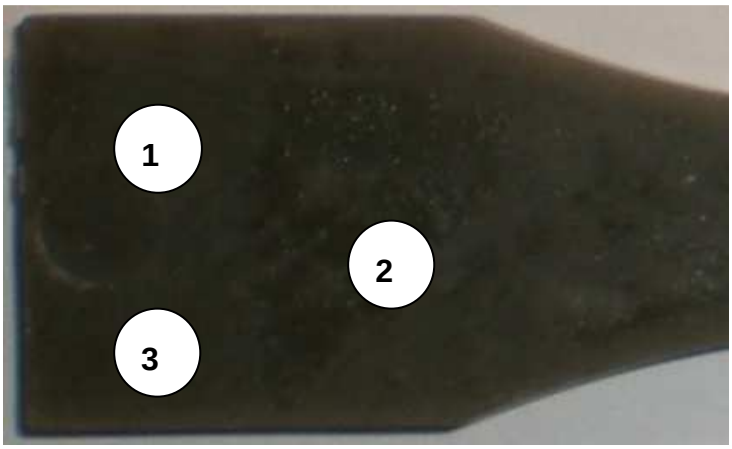

Abb. 71: Verteilung der Messpunkte

Die ermittelten Werte sind in der Tabelle 20, sowie grafisch in Abb. 72 dargestellt. Aus Abb. 73 ist erkennbar, dass die Proben mit längerer Auslagerungszeit einen höheren Härtewert aufweisen. Dies korreliert auch mit den Werten der Zugprüfung und es wird ein fast linearer Anstieg der Härtewerte beobachtet. Dies legt die Vermutung nahe, dass die im Bauteil befindliche Feuchtigkeit einen entscheidenden Einfluss auf die Materialfestigkeit hat. Je höher der Feuchtigkeitsanteil desto geringer fallen die Härte- und Zugfestigkeitswert aus. Ab der Serie 11 ist eine Art Gleichgewichtszustand zu beobachten in dem die Feuchtigkeit im Material und in der Umgebungsluft einen ausgewogenen Zustand eingehen.

Tabelle 20: Zusammenfassung Härte HB 2,5 der Papiercompounds

Serie/Prüfzeit	Härte HB 2,5
1 / 0h	8,97
2 / 12h	9,17
3 / 24h	11,07
4 / 36h	11,27
5 / 48h	11,49
6 / 72h	11,57
7 / 96h	12,11
8 / 120h	13,07
9 / 148h	12,58
10 / 240h	13,95
11 / 480h	15,48
12 / 720h	15,24

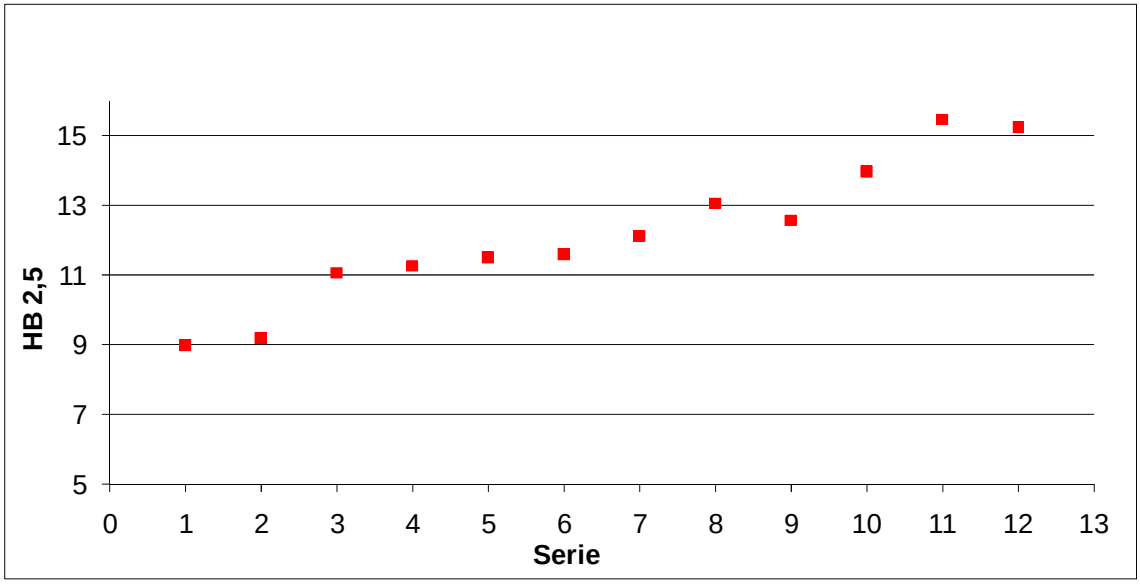

Abb. 72: Darstellung der Härte HB 2,5 Papiercompound

8 Konzept einer optischen, modularen Prüf-, Mess- und Sortieranlage

Die exakte Einhaltung geometrischer Abmessungen spielt bei der Qualitätssicherung in der Produktion eine große Rolle. Der Einsatz mechanischer Messmethoden ist häufig sehr zeitaufwendig und wird deshalb meist nur an Stichproben vorgenommen. Mit der berührungslosen optischen Messtechnik werden die Messungen derzeit etwa zehn- bis tausendfach beschleunigt, was zusammen mit günstigen Systemkosten einen breiteren Einsatzbereich eröffnet und in manchen Fällen sogar die Umsetzung von Null-Fehler-Konzepten in der Produktion erlaubt. Wegen des im Vergleich zu mechanischen Messmethoden völlig anderen Funktionsprinzips und wegen der fehlenden Erfahrung in manchen Anwendungsgebieten bestehen oft noch Vorbehalte und Unsicherheiten bei potenziellen Anwendern.

Optische, modulare Prüf-, Mess- und Sortieranlage Bue-top

In den verschiedensten Fertigungsindustrien besteht Bedarf für 100-Prozent-Messanlagen auf der Basis stark verbesserter Mess- und Prüfverfahren für Dreh-, Fräs-, Stanz-, Spritzguss- und Pressteile. Das optische Mess- und Prüfsystem "Bue-top" kann Prüflinge aus nahezu allen Metallen, Kunststoffen sowie deren Kombinationen analysieren, messen und prüfen. Sowohl alle Außen- als auch diverse Innenkonturen können auf Fehler hin geprüft werden. Diese neuartige Anlagenkonzeption eignet sich insbesondere für Teile mit nicht lagestabilen geometrischen Verhältnissen. Die Prüfeinheit kann innerhalb weniger Minuten komplett ausgetauscht werden und ermöglicht dadurch einen sehr wirtschaftlichen Betrieb bei der Messung von Serienteilen. Sehr schnelle 3-D-Vermessung von Objekten in der Produktion ist somit möglich.

Das optische Mess- und Prüfsystem »Bue-top« erlaubt die Prüfung von Dreh-, Fräs-, Stanz- und Pressteilen aus vielen verschiedenen Fertigungsindustrien. Dabei können die Prüflinge aus allen gängigen Metallen, Kunststoffen sowie deren Kombinationen bestehen. Die Teile können sowohl ein mehr oder weniger kubisches Längen/Breiten-Verhältnis aufweisen als auch sehr dünn und kurz sein. Es können Fehler an Außen- und teilweise an Innenkonturen detektiert werden. Die Transportgeschwindigkeit der zu messenden Teile ist beliebig anpassbar, die Bänder sind wechselbar.

Der Prüfautomat besteht aus einer Aluminiumkonstruktion mit kompakten Abmessungen. Die komplette Prüfeinheit kann leicht mit Hilfe von Schnellspanneinheiten gewechselt werden. Eine Teilezuführung mittels eines Bandsystems schafft neue Möglichkeiten in der vollautomatischen Messung von Serienteilen; der optische Prüfautomat kann so auch Teile mit nicht lagestabilen geometrischen Verhältnissen prüfen.

Die Realisierung der Mess- und Prüftechnik erfolgt über eine netzwerkfähige Bildver-

arbeitungssoftware. Diese Plattform stellt automatische Koordinaten und Lagebestimmungen sicher und liefert Messgenauigkeiten im µ-Bereich.

Technische Daten

- Prüfleistung bis zu 200 Teile pro Minute
- Mehrfachprüfungen auf gleicher Messstrecke möglich
- Keine Verschmutzungen der Messstrecke
- geräuscharmes Design
- Teilebahnhof in Maschine integrierbar
- Elektromagnetische Sortierweiche für IO/NIO Teile
- SPS-Maschinensteuerung sowie eine auf Windows XP basierende Softwareplattform
- ausziehbare Tastatur mit integrierter Maus

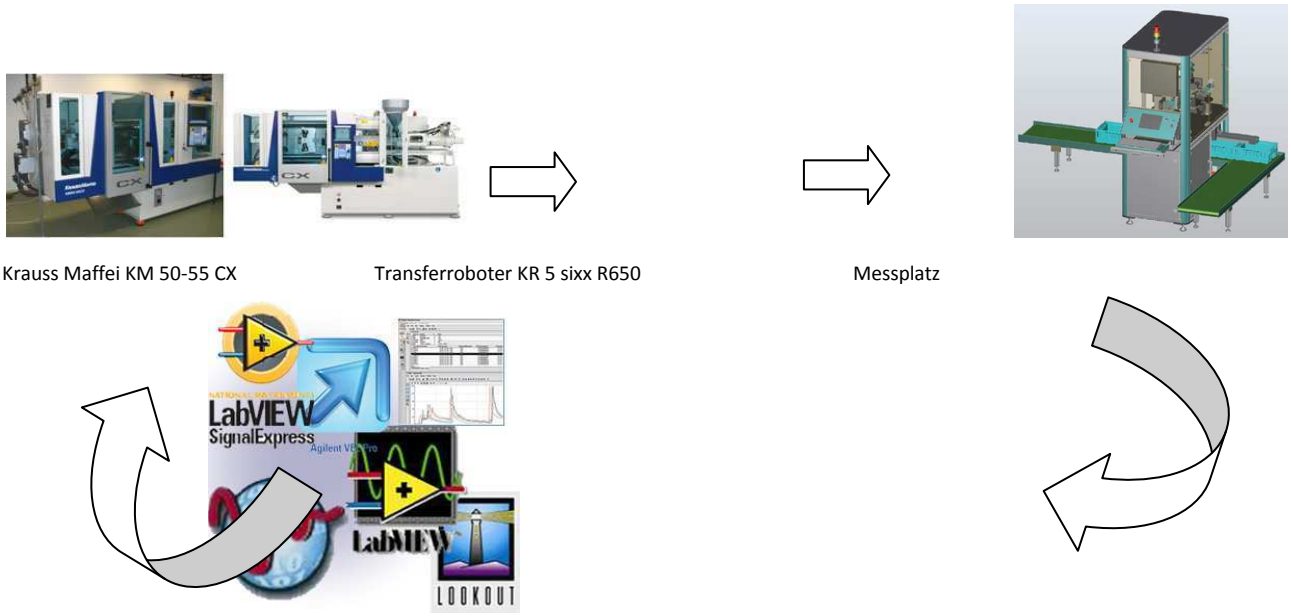

Abb. 73: Ablaufschema Mess- und Sortieranlage

Wie schon dem Schemaplan zu entnehmen ist werden die zu prüfenden Bauteile von einem Roboter entnommen und der Prüfanlage zu geführt. Die Auswertung der Bauteile erfolgt innerhalb von Millisekunden dieser Vorgang wird von der Auswertesoftware direkt erfasst somit kann der Ist-/Sollzustand ermittelt werden. Bei zu starken Abweichungen ist die Software im Stande direkt in den Spritzprozess einzugreifen und die entsprechenden Parameter zu ändern.

Meßsystem Vialux

AutoGrid® *compact* ist einsetzbar in der gesamten Prozesskette, beginnend beim Werkzeug-Tryout über den Serienanlauf, das Produktions-Qualitätsmonitoring bis hin zum finalen Qualitätsnachweis. Das zugrunde liegende Messprinzip beruht auf der 3-dimensionalen Erfassung der Verformung eines auf das Blech applizierten quadratischen Anfangsrasters. In der AutoGrid® Produktfamilie zeichnet sich das neue Modell *compact* insbesondere durch Mobilität und Flexibilität aus, die gepaart sind mit Robustheit und einfacher Bedienbarkeit – Voraussetzungen für den Einsatz im Produktionsumfeld. Die Einbindung neuester Kameratechnologie erlaubt den Betrieb mit einem Notebook – die optimale Lösung für den mobilen Einsatz. Das System arbeitet mit 4 fest im *compact* Messkopf integrierten Kameras. Das sichert einen stabilen Betrieb und macht Neukalibrierungen des Messkopfes überflüssig. Handgehalten, funktioniert das System über Einknopfbedienung, interaktive Einstellungen entfallen, der optimale Arbeitsabstand wird über Laserspots visualisiert und im Messkopf integrierte lichtstarke LEDs sorgen für eine gleichmäßige Ausleuchtung des Auswertebereiches. Über die AutoGrid® Software lassen sich Belichtungszeiten und Kameraparameter leicht vom Benutzer modifizieren.

Im neuen AutoGrid® *compact* sind die Vorteile digitaler Kameratechnik konsequent umgesetzt, insgesamt 5.7 Mio. Pixel werden pro Bildverband aufgenommen und verarbeitet. Aufnahmeoptiken hoher Qualität erlauben die Erfassung von 12.000 Rasterpunkten in einer Aufnahme, das entspricht einem Messfeld von 0,5 x 0,4 m². Das einfache Zusammensetzen von Einzelmessungen erlaubt die zusammenhängende Analyse beliebig großer Bereiche und Bauteile. Nötige Voraussetzungen für dieses Messsystem ist ein Raster ,welches auf das bestehende Messobjekt aufzubringen ist.

- Rasterabstand: 2,0mm
- Linienbreite: 0,2mm
- Rastertiefe: 0,1mm

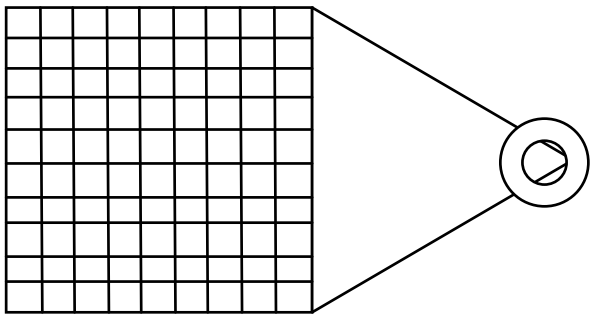

Abb. 74: Rasterabmaße zur optischen Erkennung

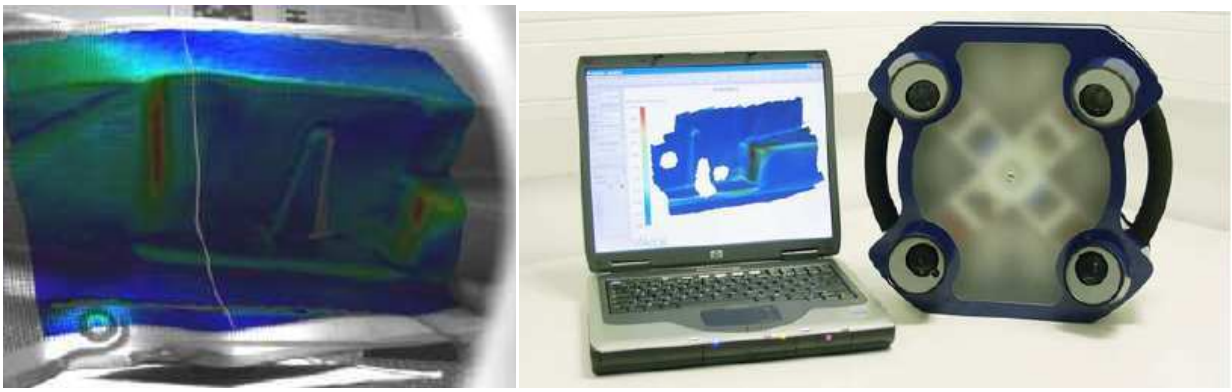

Abb. 75: Darstellung Meßsystem Vialux AutoGrid® compact

9 Zusammenfassung

Biobasierte Polymere sind seit etwa einem Jahrzehnt am Markt und seit kurzem werden in ersten Projekten Standardkunststoffe durch biobasierte Polymere ersetzt. Von Nachteil sind heute jedoch immer noch die schlechteren mechanischen Eigenschaften und meist ein komplizierteres Verarbeitungsverhalten im Spritzgießprozess. Durch die steigenden Nachfrage nach biobasierten Werkstoffen nehmen auch Zellstoffe an Bedeutung zu.

Zellstofffasern selbst lassen sich jedoch im Spritzgießprozess nicht ohne weiteres verarbeiten. Eine Matrix ist jedoch notwendig, um diese Stoffe in einen fließfähigen Zustand zu überführen. Zum Spritzgießen von Zellstoffen und Altpapier wurden diese mit verschiedenen Stärkeprodukten auf einem Doppelschneckenextruder zu spritzgießfähigen Granulaten verarbeitet. Nach der Untersuchung der Verarbeitungseigenschaften beim Extrudieren wurden aus dem Granulat im Spritzgießprozess verschiedene Probekörper gefertigt und das Verarbeitungsverhalten untersucht. Neben der Bestimmung des Schmelzvolumenindexes und der Fließeigenschaften mit einem Hochdruckkapillar-Rheometer konnten mit Hilfe eines Fließspiralwerkzeugeinsatzes die Fließweglängen direkt im Spritzgießprozess untersucht werden. Abgeschlossen wurden die Untersuchungen mit der Analyse der Schwindungseigenschaften und der Bestimmung der mechanischen Kennwerte.

Die besten Verarbeitungseigenschaften konnten mit dem Papiercompound, einem Gemisch aus 50 % Altpapier und 50 % Kartoffelstärke realisiert werden. Nach der Optimierung der Prozesse waren bei optimalen Verarbeitungstemperaturen von 160 °C und Feuchtigkeiten von ca. 14-15 % im Compound Zykluszeiten von ca. 44 s und spezifische Massedrücke von ca. 800 bar bei der Herstellung von 2 mm dicken Probeplatten im Spritzgießprozess zu realisieren. Auch der Schmelzvolumenindex (21,42 cm^3/10min, 160 °C, 21,6 kg) liegt bei 15 % Feuchtigkeit im Material im Bereich von Standardkunststoffen. Die Schwindung ist im Mittel unabhängig von der Verarbeitungstemperatur und liegt bei ca. 2 %. Die gesamte Schwindung stellt sich aber bei Raumbedingungen erst nach einem Zeitraum von mind. 1000 h ein. Die mechanischen Kennwerte steigen mit sinkender Feuchtigkeit. Letztlich weisen die Bauteile im Gleichgewichtszustand sehr sprödes Bruchverhalten auf.

Das Verarbeitungsverhalten, die Schwindung und die mech. Kennwerte sind stark von der Feuchtigkeit im Material abhängig. Ein gewisser Anteil an Feuchtigkeit im Material ist zur Verarbeitung als Fließhilfsmittel notwendig. Eine Veränderung der Luftfeuchtigkeit kann zu Veränderungen der Feuchtigkeit im Compound oder im Bauteil und somit zu einer Veränderung des Verarbeitungsverhaltens und der Bauteileigenschaften führen. Zwar konnten das Papiercompound im Spritzgießprozess erfolgreich zu verschiedene Bauteile verarbeitet werden, jedoch besteht somit Bedarf dieses negative feuchtigkeitsabhängige Werkstoffverhalten zu minimieren.

10 Quellenverzeichnis

/1/ Göttsching, L.: Papier in unserer Welt, ECON Verlag GmbH, Düsseldorf, 1990, ISBN 3-430-13252-5

/2/ Bosse, M.; Niemeyer, S.; Kirchberg, S.; Ziegmann, G.; Frormann, L.: Entwicklung eines Verfahrens zur kostengünstigen Herstellung von komplexen Bauteilen aus Papierwerkstoffen auf der Basis einer modifizierten Spritzgießtechnologie, 4. Internationales Symposium „Werkstoffe aus nachwachsenden Rohstoffen“, Messe Erfurt, 11.-12. September 2003, Erfurt, Deutschland

/3/ Kaeb, H.: Zurück zur Natur. Kunststoffe 09 (2002), S. 34-40

/4/ Dominik, M.: Viel Potenzial für Verbesserungen. Naturfaserverstärkte Kunststoffe. Kunststoffe 09 (2006), S. 187-191

/5/ Schneider, B.: Bioplastics: Investitionen und Lobbying. Packmittel-dfv 02 (2007), S. 22-29

/6/ Kaeb, H.: Risiken in Chancenverwandeln. Kunststoffe 04 (2006), S. 61-68

/7/ Dominik, M.: Viel Potenzial für Verbesserungen. Naturfaserverstärkte Kunststoffe. Kunststoffe 09 (2006), S. 187-191

/8/ Mueller, H.: Mix it natural! - Granulieren von Compounds mit nachwachsenden Rohstoffen. Plastverarbeiter. 09 (2009), S. 68-70

/9/ Carus, M.; Gahle, C.: Verfügbarkeit ist noch ein Nadelöhr. Plastverarbeiter 02 (2009). S. 34-35

/10/ N.N.: Ressourcen schonen mit Bio. Plastverarbeiter 01 (2009), S. 54-55

/11/ Reimer, V.; Künkel, A.; Philipp, S.: Sinn oder Unsinn von Bio. Eine Ökoeffizienzbetrachtung. Kunststoffe 8 (2009), S. 32-36

/12/ Kaplanová, S.; Daďourek, K.; Kroisová, D.: Biodegradable composite materials – improvement of mechanical properties with reinforcing with cellulose fibres; International Students Conference of Department of Material Science, Liberec, Technical University of Liberec (Tschechische Republik), 2007, S. 45-46, ISBN 978-807372-255-5, [CD-ROM] ISBN 978-80-7372-256-2

/13/ Willms, U.: Beanspruchungsgerechte Gestaltung von Faserformprodukten am Beispiel einer Unterarmprothese. Dissertation an der Fakultät Maschinenbau der Universität Dortmund. 2002

/14/ Bos; J.H.; Veenstra, P.; Verhoeven, H.; Vos, de P.D.: Das Papierbuch. Wolters-Noordhoff Verlag, Houten, 2006

/15/ Zerler, D.: Lehrbuch der Papier- und Kartonerzeugung. VEB Fachbuchverlag, Leipzig 1989

/16/ Fakirov, S.; Bhattacharyya, D.: Handbook of Engineering Biopolymers. Carl Hanser Verlag, München, 2007

/17/ Endres, H.; Siebert-Raths, A.: Technische Biopolymere. Carl Hanser Verlag, München, 2009

/18/ Tegge, G.: Stärke und Stärkederivate. Behr's Verlag, Hamburg, 2004

/19/ Zikorsky, Z.: Chemical und Functional Properties of Food Sccharides. CRC Press, Florida, USA, 2000

/20/ N.N.: Standard Test Method for Spiral Flow of Low-Pressure Thermosetting Molding Compounds. ASTM Norm. D 3123 – 98, 1999

/21/ Michaeli, Walter: Einführung in die Kunststoffverarbeitung. 5.Aufl. München: Carl Hanser, 2006, ISBN-10:3-446-40580-1, ISBN-13:978-3-446-40580-6

/22/ Hansmann, Harald.: Vorlesung Rheologie. Wismar, University of Technology

/23/ Göttfert Werkstoff-Prüfmaschinen (Hrsg.): Bedienungsanleitung Schmelzindex-Prüfgerät, Modell MP-D, 1997

/24/ N.N.: Bestimmung der Zugeigenschaften. Norm DIN EN ISO 527-4, Beuth Verlag, Berlin, 1997

/25/ N.N.: Kunststoffe Bestimmung der Härte Teil 1: Kugeleindruckversuch. Norm DIN EN ISO 2039-1, Beuth Verlag, Berlin, 2003

/26/ N.N.:Datenblatt von der Firma WILSON WOLPERT Instruments, www.wolpertgroup.de, 22.08.08

Berichtsblatt

1. ISBN oder ISSN geplant	2. Berichtsart Schlussbericht

3. Titel
Untersuchungen zur Anwendung eines neuartigen Schneckenverarbeitungsverfahrens zur Herstellung von geometrisch komplexen Papierbauteilen ohne polymeren Binder.

4. Autor(en) [Name(n), Vorname(n)]
Hammer, Philipp
Hecht, Oliver

5. Abschlussdatum des Vorhabens
August 2009

6. Veröffentlichungsdatum
geplant

7. Form der Publikation
Geplant: in Fachzeitschriften

8. Durchführende Institution(en) (Name, Adresse)

Westsächsische Hochschule Zwickau
Dr.-Friedrichs-Ring 2A
08056 Zwickau

Fraunhofer-Institut für Bauphysik
Nobelstraße 12
70569 Stuttgart

9. Ber. Nr. Durchführende Institution
Keine interne Nummer

10. Förderkennzeichen *)
22028405

11. Seitenzahl
84

13. Fördernde Institution (Name, Adresse)

Bundesministerium für
Bildung und Forschung (BMBF)

53170 Bonn

12. Literaturangaben
26

14. Tabellen
19

15. Abbildungen
76

16. Zusätzliche Angaben

17. Vorgelegt bei (Titel, Ort, Datum)

18. Kurzfassung
1. Papier wird konventionell durch das Ablegen von Faserstoffsuspensionen auf Sieben hergestellt. Eine Möglichkeit der Herstellung von 3-dimensionalen Teilen aus Papier ist das Kontursieb-Verfahren oder das Scheiden, Falten und Kleben aus eben Papierzuschnitten. Die genannten Verfahren bestehen aus mehreren Arbeitsschritten und haben damit den Nachteil langer Zykluszeiten, was höhere Kosten für das Endprodukt nach sich zieht.
2. Das Gesamtziel des Forschungsvorhabens ist die Weiterentwicklung der grundlegenden Verfahrenstechnik zur Herstellung von geometrisch komplexen Papierbauteilen in einem Verfahrensschritt ohne Polymeren Binder.
3. Eine Matrix ist notwendig, um Zellstoffe in einen fließfähigen Zustand zu überführen und im Spritzgießverfahren zu verarbeiten. Dazu wurden Zellstoffen oder Altpapier mit verschiedene Stärkeprodukten zu spritzgießfähigen Granulaten extrudiert und dieses im Spritzgießen verarbeitet. Neben der Bestimmung des Schmelzvolumenindexes und der Fließeigenschaften mit einem Hochdruckkapillar-Rheometer konnten mit Hilfe eines Fließspiralwerkzeuges konnten die Fließweglängen direkt im Spritzgießprozess untersucht werden. Abgeschlossen wurden die Untersuchungen mit der Analyse der Schwindungseigenschaften und der Bestimmung mechanischer Kennwerte.
4. Aus dem Papiercompound (50% Altpapier und 50 % Kartoffelstärke) konnten erfolgreich verschiedene Bauteile in einem stabilen Prozess hergestellt werden. Das Verarbeitungsverhalten des Granulats und der Bauteile ist stark abhängig vom Feuchtegehalt im Compound. Beste Ergebnisse sind bei einer Feuchtigkeit von 15 % im Material und einer Verarbeitungstemperatur von 160 ℃ im Spritzgießen zu erwarten. Im Feuchtegleichgewichtszustand bei Raumbedingungen weisen die Bauteile sehr sprödes Bruchverhalten auf.
5. Das untersuchte Papiercompound lässt sich ähnlich Standardpolymere auf Spritzgießmaschinen verarbeiten. Für einfache nicht anspruchsvolle Bereiche z. B. mit kurzer Anwendungsdauer ist dieses Compound heute bereits gut geeignet. Weitere Ziele sollten Untersuchungen der rheologischen Eigenschaften und die Verbesserung des spröden Bruchverhaltens sein.

19. Schlagwörter
Papier, Spritzgießen, Zellstofffasern, Stärke, Fließeigenschaften

20. Verlag	21. Preis

*) Auf das Förderkennzeichen des BMBF soll auch in der Veröffentlichung hingewiesen werden.

Elektronische Ergebnisdarstellung

Papier wird konventionell durch das Ablegen von Faserstoffsuspensionen auf Sieben hergestellt. Eine Möglichkeit der Herstellung von 3-dimensionalen Teilen aus Papier ist das Kontursieb-Verfahren oder das Scheiden, Falten und Kleben aus eben Papierzuschnitten. Die genannten Verfahren bestehen aus mehreren Arbeitsschritten und haben damit den Nachteil langer Zykluszeiten, was höhere Kosten für das Endprodukt nach sich zieht.
Das Gesamtziel des Forschungsvorhabens ist die Weiterentwicklung der grundlegenden Verfahrenstechnik zur Herstellung von geometrisch komplexen Papierbauteilen in einem Verfahrensschritt ohne Polymeren Binder.

Eine Matrix ist notwendig, um Zellstoffe in einen fließfähigen Zustand zu überführen und im Spritzgießverfahren zu verarbeiten. Dazu wurden Zellstoffen oder Altpapier mit verschiedene Stärkeprodukten zu spritzgießfähigen Granulaten extrudiert und dieses im Spritzgießen verarbeitet. Neben der Bestimmung des Schmelzvolumenindexes und der Fließeigenschaften mit einem Hochdruckkapillar-Rheometer konnten mit Hilfe eines Fließspiralwerkzeuges die Fließweglängen direkt im Spritzgießprozess untersucht werden. Abgeschlossen wurden die Untersuchungen mit der Analyse der Schwindungseigenschaften und der Bestimmung mechanischer Kennwerte.

Aus dem Papiercompound (50% Altpapier + 50 % Stärke) konnten erfolgreich verschiedene Bauteile in einem stabilen Prozess hergestellt werden. Das Verarbeitungsverhalten ist stark abhängig vom Feuchtegehalt im Compound. Beste Ergebnisse sind bei einer Feuchtigkeit von 15 % im Material und einer Verarbeitungstemperatur von 160 ℃ im Spritzgießprozess zu erwarten. Im Feuchtegleichgewichtszustand bei Raumbedingungen weisen die Bauteile sehr sprödes Bruchverhalten auf.

Das untersuchte Papiercompound lässt sich wie Standardpolymere auf Spritzgießmaschinen verarbeiten. Für einfache nicht anspruchsvolle Bereiche z. B. mit kurzer Anwendungsdauer ist dieses Compound heute bereits gut geeignet. Weitere Ziele sollten Untersuchungen der rheologischen Eigenschaften und die Verbesserung des spröden Bruchverhaltens sein.