

Werkstoff- und Verfahrensentwicklung für Kunststoffbauteile aus naturfaserverstärkten Thermoplasten

Von der Fakultät für Energie-, Verfahrens- und Biotechnik
der Universität Stuttgart
zur Erlangung der Würde eines
Doktors der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)
genehmigte Abhandlung

von
Dirk Franz Johann Schäfer
aus Zülpich

Hauptberichter: Prof. Dr.-Ing. H.-G. Fritz
Mitberichter: Prof. Dr.-Ing. C. Merten

Tag der mündlichen Prüfung: 21. August 2009

Institut für Kunststofftechnik
der Universität Stuttgart

Wir werden Danke sagen wie die Kinder für den Apfel...

Jan Skácel

Vorwort

Die vorliegende Dissertation entstand im Rahmen meiner Tätigkeit am Forschungszentrum Ulm der Daimler AG.

Meinem Betreuer, Herrn Prof. Dr.-Ing. H.-G. Fritz, und meinem Korreferenten, Herrn Prof. Dr.-Ing. C. Merten, bin ich aufrichtig dankbar für die Unterstützung dieser Arbeit. Ihre fachliche und persönliche Betreuung hat in hohem Maße dazu beigetragen, dass die Abhandlung fertiggestellt werden konnte.

Den ehemaligen Kolleginnen und Kollegen bei Daimler danke ich für die konstruktive Arbeitsatmosphäre, insbesondere Herrn Dr. Ralph Greiner für die interne Betreuung und Herrn Eberhard Kübler für die Gewährung der Freiheiten, die zur Bewältigung dieses Vorhabens nötig waren. Vielen Dank für die fachlichen Diskussionen an Herrn Dr.-Ing. Jürgen Knothe, Herrn Thomas Schlösser, Herrn Dr.-Ing. Walter Aichholzer und Herrn Dr.-Ing. Thomas Fölster, der mir schon 1991 die Beschäftigung mit Flachsfasern ans Herz gelegt hat. Ausdrücklich und mit Dankbarkeit zu nennen sind auch die Kollegen im Technikum, Herr Joachim Pfitscher, Herr Gerhard Fink und Herr Andreas Bücheler, die mir bei der praktischen Umsetzung mit Rat und Tat zur Seite standen.

Studentinnen und Studenten, die mich bei der Bearbeitung meines Themas unterstützt haben, waren: Irene Sinz, Anke Traebert, Sasan Habibi-Naini, Martin Mazanec, Stefanie Busch, Manfred Büscher, Anja Raschke, Volker Bamberger, Dirk Boettger, Hans Bosch, Stefan Gaiser, Marco Gruber, Ralf Ihrig, Risto Niemi, Holger Richter, Boris Schubert, Marc Schwarz, Leon Segeren und Dieter Stiele. Sie alle haben zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

Meine Vorgesetzten bei den Firmen Daimler AG und smart GmbH, namentlich die Herren Rudolf Visotschnig, Adolf Marold, Heinz-Jürgen Neu, Roland Tegeler und Jörg Bartels, haben es ermöglicht, dass neben dem Beruf noch Raum für die Fertigstellung der Dissertation blieb. Ohne ihr Verständnis wäre dies nicht realisierbar gewesen, hierfür ein herzlicher Dank.

Die Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe hat einen Teil der Arbeit im Rahmen des Projektes "Entwicklung und Optimierung von Verarbeitungsverfahren zur Herstellung faserverstärkter Kunststoffbauteile", Fkz. 96NR063-F unterstützt.

Last, but not least gilt meine tief empfundene Dankbarkeit Claudia Vogel, meinen Eltern, Inge Ullrich und allen Freunden und Bekannten, die immer wieder neu Impulse gesetzt haben. In diesem Sinne habt Ihr alle ein Stück dieser Arbeit mitgeschrieben.

Stuttgart, im August 2009

Dirk Schäfer

Nomenklatur und Abkürzungen	III
Kurzfassung	VI
Abstract	VIII
1. Einleitung	1
1.1. Problemstellung	1
1.2. Nachwachsende Rohstoffe als Lösungsansatz	3
1.3. Ausgangslage und Motivation	5
1.4. Aufgabenstellung	8
2. Stand der Technik	10
2.1. Werkstoffentwicklung naturfaserverstärkter Kunststoffe	10
2.2. Aufbereitung von naturfaserverstärkten Kunststoffen	13
2.3. Formgebung von naturfaserverstärkten Kunststoffen	13
3. Methoden	15
3.1. Bestimmung des Faseranteils	15
3.2. Bestimmung der Faserlängenverteilung als Kennwert zur Werkstoff- charakterisierung	17
3.3. Mikromechanische Modellierung der mechanischen Eigenschaften naturfaserverstärkter Kunststoffe	22
4. Werkstoffentwicklung	26
4.1. Kriterien für die Komponenten- und Additivauswahl	26
4.2. Ausgangswerkstoffe	28
4.2.1. Matrixkunststoffe	28
4.2.2. Naturfasern	30
4.2.3. Haftvermittler und Additive	35
4.3. Naturfaserverstärktes Polypropylen	35
4.3.1. Einfluss von Faser- und Haftvermittleranteil	36
4.3.2. Beschreibung des Werkstoffsystems durch multiple Regression	39
4.3.3. Einfluss des Polypropylentyps	45
4.3.4. Einfluss des Haftvermittlertyps	47
4.3.5. Einfluss des Naturfasertyps	48
4.4. Naturfaserverstärktes Cellulosepropionat	50
4.4.1. Einfluss des Faseranteils	50
4.4.2. Einfluss des Cellulosepropionattyps	51
4.5. Naturfaserverstärktes Polyamid 11	53
4.5.1. Einfluss des Faseranteils	53
4.6. Vergleich unterschiedlicher Verbundkunststoffrezepturen	55

5.	Aufbereitung	58
5.1.	Verfahrensbeschreibung.....	58
5.1.1.	Dosierung von Fasern, Matrix und Additiven.....	59
5.1.2.	Compoundierung in der Ringmatrizenpresse.....	60
5.1.3.	Granulierung in der Schneidmühle.....	63
5.1.4.	Betriebsparameter und Prozesskenngrößen.....	64
5.1.5.	Versuchsaufbau und Messtechnik.....	64
5.2.	Faserdosierung.....	65
5.2.1.	Experimentelle Untersuchungen zur Faserdosierung.....	65
5.2.2.	Optimierung der Faserdosierung.....	71
5.3.	Beschreibung des Aufbereitungsprozesses in einer Ringmatrizenpresse.....	73
5.3.1.	Beschreibung der Vorgänge im Keilspalt zwischen Verdichters- flügel und Matrize.....	73
5.3.2.	Beschreibung der Vorgänge in den zylindrischen Matrizen- bohrungen und beim Materialaustritt aus der Ringmatrize.....	77
5.4.	Experimentelle Untersuchungen an einer Ringmatrizenpresse.....	82
5.4.1.	Einfluss der Eigenschaften von Ausgangskomponenten auf die Prozesskenngrößen.....	83
5.4.2.	Einfluss der Betriebsparameter auf die Prozesskenngrößen.....	84
5.4.3.	Einfluss der Eigenschaften von Ausgangskomponenten auf die Granulatgeometrie und die Faserschädigung.....	87
5.4.4.	Einfluss der Betriebsparameter auf die Granulatomorphologie, die Faserschädigung und die Produkteigenschaften.....	89
5.4.5.	Schwankungen des Faseranteils im Produkt.....	96
5.5.	Alternative Matrizenpressverfahren.....	100
6.	Formgebung	107
6.1.	Spritzgießverfahren.....	107
6.1.1.	Faserschädigung entlang der Prozesskette.....	108
6.1.2.	Einfluss der Prozessparameter auf die Faserschädigung und die Faserlängenreduktion sowie die Produkteigenschaften.....	109
6.1.3.	Faserschädigung und Faserverteilung entlang des Fließwegs.....	113
6.1.4.	Bauteilversuche.....	114
6.2.	Strangablegeverfahren.....	117
6.2.1.	Faserschädigung, Faserverteilung und Faserorientierung entlang des Fließwegs.....	117
6.2.2.	Bauteilversuche.....	119
6.3.	Extrusion als Verfahren zum werkstofflichen Recycling.....	121
6.3.1.	Mehrfache Extrusion von Granulat.....	122
7.	Zusammenfassung und Ausblick	131
8.	Literatur	133
9.	Anhang	155

Nomenklatur und Abkürzungen

Lateinische Buchstaben:

A		Dimensionslose Kennzahl für das Faseraspektverhältnis
A	[mm ²]	Fläche
b	[mm]	(Arbeits-) Breite
B		Dimensionslose Kennzahl
C		Dimensionslose Kennzahl, Konstante
d	[mm], [μm]	Durchmesser, Faserdurchmesser
D	[mm]	Durchmesser
E	[MPa]	Elastizitätsmodul
H		Häufigkeit
H	[mm]	Höhe
i		Verhältnis
I	[A]	Stromaufnahme
k		Dimensionslose Kennzahl für die Breite einer Faserlängenverteilung
K		Konstante
l	[mm], [μm]	Länge, Faserlänge
L	[mm]	Länge
m	[kg]	Masse
M		Mechanische Eigenschaft allgemein
M	[Nm]	Antriebsmoment
n		Anzahl
n	[min ⁻¹]	Drehzahl
p	[bar]	Druck
P		Werkstoffeigenschaft allgemein (Property)
r	[mm]	Radius
R	[mm]	Radius
s	[mm]	Strecke, Abstand
t	[s]	Zeit
T		Teilung der Ringmatrize
T	[°C]	Temperatur
U	[mm]	Umfang
v	[m/s]	Geschwindigkeit
V	[cm ³]	Volumen
X		Dimensionsloser Abbaufaktor

Griechische Buchstaben:

α		Freie Lochfläche der Ringmatrize
α	[kJ/m ²]	Schlagzähigkeit
δ		relativer Fehler
Δ		absoluter Fehler, Unterschied
φ		Faservolumenanteil
η		Füllgrad der Ringmatrizenpresse
ρ	[g/cm ³]	Dichte
σ	[MPa]	Festigkeit
ψ		Fasermassenanteil

Indizes:

a	äußerer, Ausgang, asymptotisch
A	Additiv, Antriebswelle
As	Austragsschnecke der Faserdosierung
B	Matrizenbohrung, Biegeversuch
C	Verbundwerkstoff
D	Dosierung
e	Eingang
E	Extruder
F	Faser
ges	gesamt
H	Haftvermittler
i	innerer, Istwert
k	gekerbt
K	Koller
l	linear
L	Lochreihe
M	Matrix eines Verbundkunststoffs, (Ring-, Flach-) Matrize
max	maximal
min	minimal
n	anzahl, anzahlbezogen, ungekerbt
o	oberer
P	Polymer
Prod	Produkt
r	radial
R	Ringmatrizenpresse
rel	relativ
s	Sollwert
S	Schlagbiegeversuch, Schmelze, Siebloch in der Schneidmühle
St	Strahlung
u	unterer, Umgebung
v	volumenbezogen
Vf	Verdichterflügel
W	Wärmeträger
z	axial
Z	Zugversuch
φ	tangential
0	schlupffrei

Abkürzungen:

CP	Cellulosepropionat
DSD	Duales System Deutschland
FMP	Flachmatrizenpresse
FVK	Faserverbundkunststoff
GF	(Kurz-) Glasfasern
GFF	Grünflachsfasern
GHF	Grünhanffasern
HT	Halpin-Tsai-Gleichung
JF	Jutefasern
LGF	Langglasfasern
MAH	Maleinsäureanhydrid
NF	Naturfaser
NFVK	Naturfaserverstärkter Verbundkunststoff
PA 11	Polyamid 11
PC/PBT	Polycarbonat/Polybutylenterephthalat
PE	Polyethylen
PP	Polypropylen
PP-B	Polypropylen-Block-Copolymer
PP-G	Glasfaserverstärktes Polypropylen
PP-H	Polypropylen-Homopolymer
PP-T	Talkumgefülltes Polypropylen
REM	Rasterelektronenmikroskopie
RFF	Röstflachsfasern
RMP	Ringmatrizenpresse
SPPL	Single Pass Property Loss
TGA	Thermogravimetrische Analyse
THC	Tetrahydrocannabinol
TPE	Thermoplastisches Elastomer
ZP	Zentralpunkt

Kurzfassung

In der vorliegenden Arbeit werden alle Aspekte eines naturfaserverstärkten Verbundkunststoffes (NFVK) behandelt. Die Werkstoffentwicklung erfolgt mit der Zielsetzung, diesen Verbundkunststoff möglichst weitgehend auf Basis nachwachsender Rohstoffe darzustellen. Die ermittelten, auf ein spezielles Anforderungsprofil aus der Automobilindustrie maßgeschneiderten Rezepturen werden mit Hilfe eines innovativen Matrizenpressverfahrens zu einem Granulat geformt. Die Formgebung erfolgt dann mittels des etablierten Spritzgieß- oder Strangablegeverfahrens. Abschließend wird das Recycling der Werkstoffe untersucht und diskutiert.

Am Anfang der Werkstoffentwicklung steht eine Beschreibung der zur Verbundwerkstoffgenerierung verwendeten Ausgangskomponenten. Nach einer Darstellung der zur Komponenten- und Additivauswahl herangezogenen Kriterien werden auf dieser Basis verschiedene Polypropylene, Cellulosepropionate und Polyamid 11 selektiert. Als Verstärkungsfasern werden Flachs-, Hanf- und Jutefasern herangezogen. Für Rezepturen aus Polypropylen und Naturfasern wird weiterhin maleinsäureanhydridgepfropft Polypropylen als Additiv zur Verbesserung der Faser-Matrix-Wechselwirkung eingesetzt. Variationen der Verbundkunststoffrezepturen können weiterhin durch die Wahl verschiedener Polypropylen- und Cellulosepropionattypen herbeigeführt werden. Dabei wird der Zusammenhang zwischen Eigenschaften von Ausgangskomponenten und Produkten anhand des Vergleichs verschiedener ausgewählter Rezepturen erarbeitet. Der Zug-Elastizitätsmodul ausgewählter Rezepturen wird mittels einer mikromechanischen Modellierung analytisch beschrieben. Beim Vergleich berechneter und gemessener Werte ergibt sich eine gute Übereinstimmung der Daten. Dieser Vergleich erlaubt weiterhin eine Schlussfolgerung auf maximal mögliche Fasergehalte, wie sie für manche Anwendungsfälle in der Praxis angestrebt werden. Mechanische Kennwerte, die einer analytischen Modellierung nicht ohne Weiteres zugänglich sind, werden für ausgewählte Rezepturen mittels multipler Regression beschrieben. Die Übereinstimmung zwischen Theorie und Praxis kann hier durch Modifikationen der Regressionsgleichungen verbessert werden. Eine Vereinfachung der Gleichungen sichert gleichzeitig ihre praxisingerechte Anwendbarkeit. Als Ergebnis der theoretischen Betrachtungen können Verbundkunststoffrezepturen aus naturfaserverstärkten Thermoplasten im Hinblick auf ein gegebenes Anforderungsprofil bezüglich der mechanischen Kennwerte maßgeschneidert werden. Zum Abschluss der Werkstoffentwicklung werden Rezepturen aus naturfaserverstärktem Polypropylen, Cellulosepropionat und Polyamid 11 einander vergleichend gegenübergestellt. Sie weisen den Weg zu einem Faserverbundkunststoff, der das gegebene Anforderungsprofil erfüllt und überwiegend aus nachwachsenden Rohstoffen hergestellt werden kann.

Als Aggregat zur Aufbereitung naturfaserverstärkter Verbundkunststoffe wird der sogenannte Agglomerator vorgestellt. Hierbei handelt es sich um eine Ringmatrizenpresse, die mit einer Schneidmühle kombiniert ist. Eine Grundlage für die Untersuchung dieser Aufbereitungstechnik bildet die Optimierung der Zudosierung von kurzen Schnitffasern. Durch eine Regelung der Zuführschneckenrehzahl anhand der Stromaufnahme des Aufbereitungsaggregats kann eine hervorragende Langzeitkonstanz der Faserdosierung erreicht werden. Die aufgrund

von Faseragglomerationen kurzzeitig schwankende Faserdosierung wird durch die physikalische Vermischung der Rezepturbestandteile im Arbeitsraum der Ringmatrizenpresse zumindest teilweise kompensiert. Das Resultat ist eine hinreichend robuste Prozessführung mit einer zufriedenstellenden Genauigkeit des Fasergehalts im Produkt. Ein besseres Verständnis des Aufbereitungsprozesses wird durch eine Beschreibung der Strömungsvorgänge im Arbeitsraum der Ringmatrizenpresse sowie in den zylindrischen Matrizenbohrungen gewonnen. Es zeigt sich, dass insbesondere die thermische Schädigung der Naturfasern aufgrund der kurzen Verweilzeiten im Aufbereitungsaggregat weitgehend vermieden werden kann. Weiterhin wird der Einfluss von Eigenschaften der Ausgangskomponenten und Prozessparametern auf Produkteigenschaften und Betriebsparameter geklärt. Durch Ermittlung der Faserlängenverteilung im Produkt wird die geringe Faserschädigung bei der Verarbeitung von Naturfasern in der Ringmatrizenpresse nachgewiesen. Faserbündel werden dennoch vereinzelt, woraus hohe mechanische Eigenschaften des Faserverbundkunststoffs resultieren. Besonders deutlich wird dies anhand des Vergleichs mit der Aufbereitung in einer Flachmatrizenpresse als alternativem Aufbereitungsverfahren. Das weitere Potenzial des Agglomerators als Aggregat zur Aufbereitung von Granulaten aus naturfaserverstärkten Kunststoffen wird schließlich durch Versuche auf einer Großanlage bestätigt. Hier können noch deutlich geringere Faserschädigungen während der Aufbereitung realisiert werden.

Die Formgebung des aufbereiteten Granulats erfolgt mittels des Spritzgieß- oder des Strangablegeverfahrens. Die verfahrensspezifischen Gegebenheiten im Hinblick auf die Faserschädigung und -verteilung werden diskutiert. Dazu wird zunächst der Einfluss von Prozessparametern des Spritzgießens auf die Faserschädigung erörtert. Anschließend werden die Spezifika beider Verfahren im Hinblick auf Faserschädigung, -verteilung und -orientierung im Produkt gezeigt. Anhand von ausgewählten Demonstrationsbauteilen wird schließlich die Eignung des Werkstoffs und der vorgestellten Prozesskette für Anwendungen im Automobilbereich nachgewiesen. Nach dem Ende des Produktlebenszyklus können naturfaserverstärkte Thermoplaste problemlos und ohne wesentliche Eigenschaftsänderungen werkstofflich recycelt werden. Dies wird anhand des Verfahrens der Extrusion auch über mehrere Recyclingdurchläufe mit anschließender Wiederverarbeitung gezeigt. Die Faserlängenreduktion kann über die einzelnen Recycling- und Wiederverarbeitungsschritte anhand ausgewählter Abbaualgorithmen theoretisch beschrieben werden. Die Ergebnisse zeigen eine gute Übereinstimmung mit den in der Praxis gefundenen Gegebenheiten.

Abstract

This thesis deals with all aspects of natural fiber reinforced plastics. The material is developed with the objective to incorporate renewable resources to the greatest possible extent. The formulations which are found are tailored to certain requirements of the automotive industry. They are used in an innovative press process which delivers a granulate which can subsequently be processed by well known injection and compression molding methods. Finally the recycling of the materials is examined and discussed.

The chapter on material development begins with the description of the components utilized to generate the composites. After the criteria for selecting the components and additives have been described, different types of polypropylene, cellulose propionate and polyamide 11 are selected based on these criteria. Flax, hemp, and jute fibers are used for reinforcement. In addition, maleic anhydride grafted polypropylene is used to improve the fiber-matrix-interaction in formulations based on polypropylene and natural fibers. Variations of the composites' formulations can furthermore be generated by using different types of polypropylene and cellulose propionate. The relation between properties of the product and its components is shown by comparing selected formulations. A micro-mechanical model analytically describes the tensile modulus of the chosen formulations. The comparison of calculated and measured values displays a good conformity of the data. This comparison also allows the conclusion that a high content of natural fibers can be incorporated in thermoplastic matrixes. Practical examinations underline this conclusion. For some formulations, multiple regression is used to describe the mechanical properties which cannot be derived easily through analytical methods. A conformity of theory and practice can be improved by modifying the regression equations. The simplification of the equations at the same time ensures their practical applicability. The conclusion to be drawn from these theoretical considerations is that the mechanical properties for formulations of short natural fiber reinforced thermoplastics can be tailored to given requirements. The chapter on material development concludes with comparing formulations of natural fiber reinforced polypropylene, cellulose propionate and polyamide 11. They point the way to a composite which fulfils the given requirements and is generated from renewable resources to a great extent.

The so-called "agglomerator" is introduced as an aggregate for preparing a natural fiber reinforced thermoplastic granulate. This machine basically combines a ring die press and a cutting mill. A prerequisite for examining the preparation method is the optimization of the short fiber dosing. A remarkable long-term constancy of the fiber dosing can be achieved by regulating the feeding-screw revolution according to the electric current consumption of the aggregate. The short-term inconsistency caused by fiber agglomeration is partly levelled by physically mixing the formulations' ingredients inside of the ring die press' processing chamber. The result is a sufficiently stable process with a satisfactorily precise product fiber content. A better understanding of the preparation process is achieved by describing the flow process inside the processing chamber of the ring die press and the cylindrical die holes. It becomes evident that especially thermal degradation of the natural fibers can be substantially avoided because of their short residence time inside the aggregate. Furthermore it is explained how component properties and processing parameters influence product properties and process

measurement results. The fiber length distribution of the product proves the low fiber length degradation of natural fibers when processed with a ring die press. Fiber bundles are separated nevertheless, leading to high mechanical properties of the composite. This becomes even clearer by comparing a ring die press with a flat die press. Tests with a production plant finally show the agglomerator's potential as an aggregate to prepare short fiber reinforced thermoplastic granulate. Here even lower fiber length degradation can be realized.

The granulate is further processed by injection or compression molding. Specific process properties are discussed with respect to fiber degradation and distribution. First it is shown how process parameters of the injection molding process influence fiber degradation. Then, the specific properties of both processing methods are described regarding fiber degradation, distribution and orientation inside the product. Finally, some demonstrator parts are produced. It is proven that the material and the process chain can be applied in the automotive industry. After the product life cycle has ended, short natural fiber reinforced thermoplastics can easily and completely be recycled without losing their essential properties. This is shown for the extrusion process with several recycling steps. Fiber length degradation can be theoretically described for the single recycling and re-processing steps by selected degradation algorithms, which closely correspond to the conditions found in practice.

1. Einleitung

1.1. Problemstellung

In den vergangenen Jahrzehnten hat die Bedeutung von Polymerwerkstoffen im Automobilbau stetig zugenommen. Beginnend mit den ersten Vollgummireifen auf Basis von Naturkautschuk Anfang des letzten Jahrhunderts über Bauteile aus Phenol-, Melamin- oder Harnstoffharzen um 1920 und Anwendungen der ersten thermoplastischen Celluloseester um 1930 haben sie bis heute einen breiten Raum eingenommen. Ein wesentlicher Grund dafür ist ihr vielfältiges Eigenschaftsspektrum, das durch Füllen oder Verstärken mit anorganischen Stoffen unter Bildung von Faserverbundkunststoffen (FVK) weiter modifiziert werden kann. Eingesetzt werden sie für verschiedenste Anwendungsfälle im Automobilinnen- und -außenbereich bis hin zu Fahrwerkskomponenten. Beispiele hierfür sind großflächige Komponenten der Karosserieaußenhaut und Verglasungen. Ein modernes, in Großserie produziertes Automobil wie z. B. der smart fortwo, enthält, wie aus Bild 1.1 hervorgeht, einen Anteil an Polymerwerkstoffen von ca. 20 Masse-%.

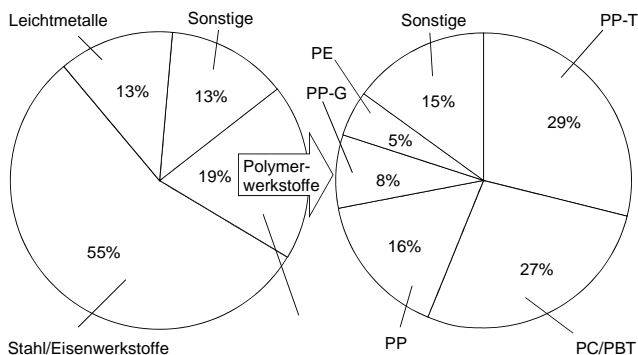


Bild 1.1: Werkstoffbilanz des smart fortwo [Quelle: smart GmbH]

Im rechten Teilbild ist eine Bilanzierung der enthaltenen unterschiedlichen Kunststoffe gezeigt. Offensichtlich wird, dass im Automobilbau bei steigendem Kunststoffeinsatz unterschiedlichste Kunststoffe zum Einsatz kommen, wobei im gezeigten Beispiel polypropylenbasierte Polymere und PC/PBT-Copolymere den überwiegenden Anteil ausmachen. Diese Entwicklung wird maßgeblich von drei Faktoren getrieben:

- Die Forderung nach einem möglichst geringen Kraftstoffverbrauch und gleichzeitig steigende Ansprüche an den Fahrkomfort bedingen erhebliche Anstrengungen im Hinblick auf den Leichtbau eines Automobils. Dies bestärkt das Bestreben, für die jeweilige Anwendung und Funktion maßgeschneiderte Leichtbau-Werkstoffe zu verwenden. Diesem Bestreben kann durch das breite Eigenschaftsspektrum der Kunststoffe in besonderer Weise Rechnung getragen werden.
- Das Design eines Automobils gewinnt als imagebestimmender Bestandteil des Markenwerts von Automobilherstellern ständig an Bedeutung. Die weitreichende Designfreiheit bei der Gestaltung von Kunststoffbauteilen, die mit urformenden Verfahren hergestellt werden, ermöglicht hier technisch innovative und gestalterisch prägende Alleinstellungsmerkmale.
- Gleichzeitig nimmt der Kostendruck bei der Produktion von Automobilen stetig zu. Kunststoffbauteile bieten hierzu vielfältige Lösungen an. Der Teilepreis kann aufgrund preiswerter Rohstoffe, Werkzeuge und Verarbeitungsverfahren in der Großserie günstig gestaltet werden. Auch bieten sie das Potenzial, durch eine weitgehende Integration von Funktionen innerhalb eines Bauteils nachgelagerte Montageprozesse zu optimieren oder gar ganz einzusparen.

Neben diesen Aspekten tragen auch die hohe chemische und physikalische Langzeitbeständigkeit sowie die hervorragenden elektrischen, thermischen und akustischen Isolations- und Dämpfungseigenschaften zur steigenden Bedeutung der Kunststoffe im Automobilbau bei. Im Hinblick auf ökologische Forderungen ist die im Vergleich zu anderen Leichtbauwerkstoffen über den Produktlebenszyklus günstige Energiebilanz von Vorteil.

Das steigende Umweltbewusstsein bringt es weiterhin mit sich, dass auch die Verwertung von Altfahrzeugen und ihren Bauteilen in den Blickpunkt des Interesses rückt. Hier sieht die geltende Altautoverordnung vor, dass

- seit 01. Januar 2006 die Wiederverwendung und Verwertung bei allen Altfahrzeugen auf mindestens 85 % der durchschnittlichen Fahrzeugmasse erhöht werden. Innerhalb derselben Frist werden die Wiederverwendung und das Recycling auf mindestens 80 % der durchschnittlichen Fahrzeugmasse erhöht.
- bis spätestens 01. Januar 2015 die Wiederverwendung und Verwertung bei allen Altfahrzeugen auf mindestens 95 % der durchschnittlichen Fahrzeugmasse erhöht werden. Bis zu diesem Termin werden die Wiederverwendung und das Recycling auf mindestens 85 % der durchschnittlichen Fahrzeugmasse erhöht.

Dabei definiert die Altautoverordnung die Begriffe Wiederverwendung, Recycling und Verwertung wie folgt:

- "Wiederverwendung" sind Maßnahmen, bei denen Altfahrzeugbauteile zu dem gleichen Zweck verwendet werden, für den sie entworfen wurden.

- "Recycling" steht für die in einem Produktionsprozess erfolgende Wiederaufarbeitung der Abfallmaterialien für den ursprünglichen Zweck oder für andere Zwecke, jedoch mit Ausnahme der energetischen Verwertung. Unter energetischer Verwertung ist die Verwendung von brennbarem Abfall zur Energieerzeugung durch direkte Verbrennung mit oder ohne Abfall anderer Art, aber mit Rückgewinnung der Wärme zu verstehen.
- "Verwertung" ist jedes der anwendbaren in Anhang II B der Richtlinie 75/442/EWG genannten Verfahren (Verfahren zum teilweisen oder vollständigen rohstofflichen Recycling, zur Energiegewinnung als Hauptnutzung oder zur Nutzbarmachung als Katalysator).

Die Eigenschaften von Kunststoffen sind im Hinblick auf diese Anforderungen zwiespältig zu bewerten: Während thermoplastische Kunststoffe ohne eine wesentliche Verschlechterung ihrer Eigenschaften auch mehrfach verarbeitet und in ihrem ursprünglichen Anwendungsgebiet erneut eingesetzt werden können, sind duromere Kunststoffe nicht wiederholt formbar. Üblicherweise steht am Ende des Produktlebenszyklus die thermische Verwertung. Alternative Verfahren wie beispielsweise die Glykolyse haben sich für das Recycling größerer Mengen duromerer Verbundkunststoffe noch nicht auf breiter Front durchsetzen können. Thermoplastische Faserverbundkunststoffe lassen sich dagegen werkstofflich rezyklieren, wobei durch die Schädigung der Verstärkungsfasern mit einer Verschlechterung der Werkstoffeigenschaften zu rechnen ist. Dies begrenzt die Anzahl der praktizierbaren Recyclingzyklen, weshalb am Ende in der Regel auch eine thermische Verwertung steht. Bei allen gefüllten und faserverstärkten Kunststoffen ist der Gehalt an anorganischen Bestandteilen problematisch. Dieser fällt bei der thermischen Verwertung als Schlacke an und muss im Allgemeinen deponiert werden.

Ein weiterer Aspekt, der bei der thermischen Verwertung von auf Basis fossiler Rohstoffe synthetisierten Kunststoffen negativ in Betracht gezogen werden muss, betrifft die Freisetzung von zuvor in eben diesen Rohstoffen gebundenem Kohlenstoff in Form von Kohlendioxid (CO_2). Diese trägt zu einer Anreicherung von CO_2 in der Erdatmosphäre bei. Damit geht eine potenzielle Veränderung des Erdklimas, verursacht durch den Treibhauseffekt und begleitet von erheblichen Einflüssen auf die Lebensbedingungen der Menschheit auch in ökonomischer, kultureller und gesellschaftlicher Hinsicht einher. Neben der Freisetzung von Kohlendioxid spricht auch die Begrenztheit natürlicher Vorkommen fossiler Rohstoffe, insbesondere in Form von Erdöl und -gas, gegen einen ständig wachsenden Einsatz von auf dieser Basis synthetisierten Kunststoffen.

1.2. **Nachwachsende Rohstoffe als Lösungsansatz**

Ein Mittel zur Bewältigung der vorstehend beschriebenen Problematik stellt die Nutzung nachwachsender Rohstoffe dar. In Bezug auf Faserverbundkunststoffe kommt dabei sowohl die Synthese der Kunststoffmatrix auf Basis nachwachsender Rohstoffe als auch die Verwendung von Naturfasern zur Matrixverstärkung in Betracht.

Ein derartiger Einsatz regenerativer Ressourcen für FVK bietet langfristig die Perspektive einer größeren Versorgungssicherheit, verglichen mit den langsam versiegenden Quellen fossiler Rohstoffe. Weiterhin vermeidet die Nutzung nachwachsender Rohstoffe politische Abhängigkeiten, indem ein Import knapper Rohstoffe entfällt. Gleichzeitig kann so der Forderung nach einem "local content" auf den Absatzmärkten der Produkte begegnet werden. Die Nutzung lokaler Ressourcen ermöglicht darüber hinaus eine regionale Struktur- und Entwicklungspolitik im Sinne einer Förderung der Landwirtschaft. Dem Landwirt werden Alternativen zur Erzeugung herkömmlicher Agrarprodukte für weitgehend gesättigte Märkte eröffnet.

Werden FVK auf Basis nachwachsender Rohstoffe am Ende des Produktlebenszyklus thermisch verwertet, so ergibt sich für den Anteil nachwachsender Rohstoffe ein geschlossener CO_2 -Kreislauf, d. h. bei der Verbrennung wird nur die Menge an CO_2 freigesetzt, die bei der Erzeugung gebunden wurde.

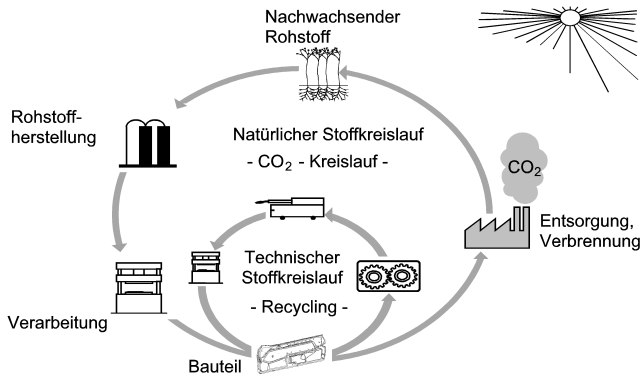


Bild 1.2: Technischer und natürlicher Stoffkreislauf eines FVK auf Basis nachwachsender Rohstoffe [189]

Wenn anorganische Füll- und Verstärkungsstoffe in FVK durch Naturfasern ersetzt werden, reduziert sich bei der Verbrennung weiterhin der Anteil nicht verwertbarer Inertstoffe. Damit wird den durch die Altautoverordnung gegebenen gesetzlichen Rahmenbedingungen Rechnung getragen. Auch beim werkstofflichen Recycling haben mit Naturfasern verstärkte thermoplastische FVK gegenüber herkömmlichen glasfaserverstärkten Thermoplasten Vorteile. Eine Wiederverarbeitung lässt sich ohne nennenswerte Einbußen bei den technischen Kennwerten realisieren, da die biegeweichen Naturfasern bei der erneuten Verarbeitung weit weniger stark geschädigt werden als spröde Glasfasern. Darüber hinaus ist der Energieaufwand zur technischen Aufbereitung von Naturfasern deutlich geringer als der für die Glasfaserbereitstellung erforderliche. Schließlich bieten Naturfasern im Vergleich mit Glasfasern arbeitsmedizinische Vorteile hinsichtlich eines einfacheren Handlings sowie der drastisch reduzierten Neigung zur Auslösung von Haut- und Lungenirritationen.

Neben diesen ökologischen und politischen Gründen sprechen aber auch technische Vorteile für den Einsatz von nachwachsenden Rohstoffen für FVK, insbesondere von Naturfasern zur Matrixverstärkung:

- Naturfasern reduzieren durch ihr Leichtbaupotential (z. B. [48], [73], [74], [85]) die Masse eines Bauteils um ca. 10 % - 20 % durch ihre im Vergleich zu anorganischen Füll- und Verstärkungsstoffen nahezu halbierte Dichte.
- Naturfasern haben die natürliche Fähigkeit zum Feuchtigkeitsausgleich. Die gezielte Nutzung dieser Fähigkeit kann zu einem angenehmen Umgebungsklima beitragen.
- Die für Bauteile aus herkömmlichen Kunststoffen gegebenen Vorteile der weitreichenden Gestaltungsfreiheit und Funktionsintegration bleiben auch bei der Anwendung naturfaserverstärkter Kunststoffe erhalten.

Ein letzter wichtiger Aspekt sind potenzielle ökonomische Vorteile. Geringere Rohstoffpreise und reduzierte Zykluszeiten im Verarbeitungsprozess eröffnen ein bauteilbezogenes Kostenparpotential von 5 % - 10 %.

1.3. Ausgangslage und Motivation

Erste Anwendungen fanden Naturfasern mit polymeren Bindern um 1900 in Sitzen und Behältern. Auch die ersten Polymerwerkstoffe zu dieser Zeit basierten auf Schellack, Kautschuk oder Cellulose, also auf nachwachsenden Rohstoffen. Steigende Anforderungen an die Produkte und die preiswerte Verfügbarkeit von petrochemisch synthetisierten Kunststoffen und Glasfasern brachte den Einsatz von nachwachsenden Rohstoffen in technischen Anwendungen fast gänzlich zum Erliegen. Erst im Zuge eines wachsenden Umweltbewusstseins erleben die Naturfasern eine Renaissance [27]. Motiviert durch vorstehend beschriebene Gesamtsituation wird der Einsatz naturfaserverstärkter Kunststoffe in technischen Anwendungen wieder häufiger ins Auge gefasst. Ein interessantes Einsatzgebiet stellt der Automobilssektor dar. Hier sind naturfaserverstärkte Kunststoffe bereits weit verbreitet. Typische Beispiele sind Kissen und Lehnen von Automobilsitzen sowie Kopfstützen, die heute aus mit Naturkautschuk verklebten Kokosfasern bestehen. Ihre hohe Feuchtigkeitsaufnahme sorgt für ein angenehmes Sitzklima und begründet damit einen technischen Vorteil gegenüber geschäumten Konstruktionen. Weitere, schon länger realisierte Einsatzmöglichkeiten für diese Werkstoffe sind z. B. Türinnenverkleidungen aus holzmehlgefülltem oder naturfaserverstärktem Epoxidharz oder Polyurethan sowie C-Säulen-Verkleidungen aus naturfaserverstärktem Polypropylen. Auch in Dämmmaterialien finden sich häufig Naturfasern. Ein aktuelles Fahrzeug der Mercedes-Benz E-Klasse enthält 50 Bauteile mit einer Gesamtmasse von mehr als 30 kg, bei deren Herstellung nachwachsende Rohstoffe eingesetzt werden.



Bild 1.3: Anwendungsbeispiele nachwachsender Rohstoffe in der Mercedes-Benz E-Klasse [Quelle: Daimler AG, [3]]

Andere potenzielle Anwendungen im Interieurbereich sind Laderaumverkleidungen, Dachhimmel, Hutablagen, Instrumententafelträger, aber auch Heizungskästen [146], [9], [2]. Ein Einsatz naturfaserverstärkter Kunststoffe im Exterieurbereich ist derzeit noch weit weniger häufig. Zu nennen ist beispielsweise eine Motorkapselung im Nutzfahrzeugbereich, bei der Naturfaservliese mit ungesättigtem Polyesterharz verpresst werden [107]. Insgesamt belief sich der Einsatz von Naturfasern allein in der deutschen und österreichischen Automobil- und Automobilzulieferindustrie im Jahre 2002 auf 17.200 t [102]. Neben diesen erwähnten Anwendungen existiert jedoch, wie Bild 1.4 zeigt, noch ein breites Spektrum weiterer Einsatzmöglichkeiten, welches es auszuschöpfen gilt.

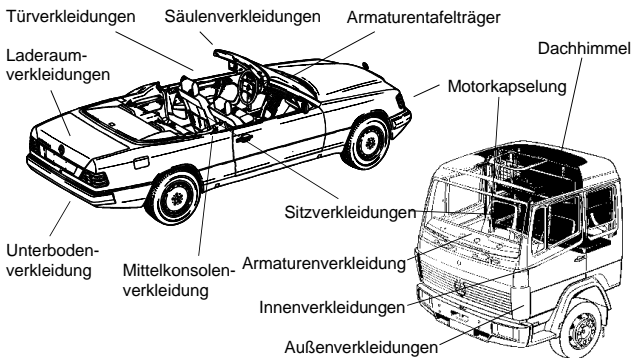


Bild 1.4: Einsatzspektrum naturfaserverstärkter Verbundkunststoffe im Automobilbereich [189], nach [204]

Außerhalb des Automobilbereichs werden Einsatzmöglichkeiten für naturfaserverstärkte Kunststoffe z. B. bei Helmen gesehen [10]. Auch im Freizeitbereich gibt es ein diesbezügliches Potenzial, wie der Prototyp eines Kick-Board zeigt, welches zumindest partiell aus naturfaserverstärktem Polyamid 12 gefertigt wird [1]. Häufig wird über einen möglichen Einsatz von Naturfasern bei der Substitution von Holz berichtet, so z. B. in der Möbelindustrie [6]. Ferner wird ein Einsatz in der Bauindustrie ins Auge gefasst (z. B. [108]).

Gemein ist allen Anwendungsbeispielen, dass spezifische Eigenschaften von Naturstoffen in technische Produktvorteile umgesetzt werden. Die genannten Einsatzmöglichkeiten können jedoch nur dann realisiert werden, wenn es gelingt, die technischen Anforderungen, die an ein bestimmtes Bauteil gestellt werden, zu erfüllen. Neben den grundlegenden mechanischen Kennwerten, welche die Festigkeit, Steifigkeit und Schlagzähigkeit kennzeichnen, existiert eine Vielzahl von Einsatzvoraussetzungen, die durch die Funktion eines Bauteils gegeben ist. Naturfaserverstärkte Kunststoffe haben das Potenzial, diese Forderungen unter Erschließung der genannten vielfältigen Werkstoffvorteile zu erfüllen.

Die derzeit im Automobilbereich eingesetzten naturfaserverstärkten Kunststoffe werden häufig über die Zwischenstufe einer textilen Vliesaufbereitung aus langen Naturfasern unterschiedlicher Art (Flachs, Hanf, Sisal, Jute) konfektioniert. Im Kaltpressverfahren werden derartige Vliese mit einem flüssigen, vernetzbaren Kunststoff (Polyester, Polyurethan, Epoxidharz) getränkt oder besprüht und anschließend in einem beheizten Werkzeug verpresst und ausgehärtet. Bei der Verwendung thermoplastischer Kunststoffe wird dagegen üblicherweise aus Polymer- und Naturfasern ein Hybridvlies hergestellt, das dann ebenfalls im Pressverfahren zum Bauteil ausgeformt wird (z. B. [92]). Auch der Einsatz des Strangablegeverfahrens unter Verwendung von Kardenbändern, die direkt in einen Plastifizierextruder eingezogen werden, ist eine gängige Verarbeitungstechnik. Als Matrixwerkstoff wird in diesem Fall Polypropylen herangezogen.

Neben den Pressverfahren wird im Automobilbau bei der Fertigung großer Stückzahlen die Technik des Spritzgießens angewendet. Im Produkt liegen die Verstärkungsfasern dann als Kurzfasern vor. Beim Formgebungsschritt können die Naturfasern in Form eines Kardenbandes direkt in das Spritzgießaggregat eingeführt, mit dem vorplastifizierten Kunststoff vermischt und zum Bauteil ausgeformt werden. Gelegentlich wird auch die Verwendung eines Extruders beschrieben, mit dem aus einem Naturfaser-Kardenband und einem Thermoplast ein im Spritzgießverfahren verarbeitbares Granulat hergestellt wird. Nachteilig bei beiden Verfahren ist die kostenintensive Fertigung des Kardenbandes. Nicht zuletzt deshalb werden spritzgegossene Bauteile aus naturfaserverstärkten Thermoplasten noch relativ selten eingesetzt [12]. Sie sind über die Darstellung von Prototypen (Tür-, Innenraumverkleidungen, Kühlgitter, Steinschlagschutz) bislang nicht hinausgekommen (z. B. [38], [1]). Sofern das Spritzgießen als Verarbeitungsverfahren für die Serienfertigung erschlossen werden kann, steht EU-weit ein Absatzmarkt von 60.000 t allein an Bauteilen für die Automobilindustrie offen [4]. Deutlich geringere Kosten sind im Falle einer Verwendung von kurzen Schnittfasern zu erwarten, die für eine textile Aufbereitung nicht geeignet sind, oder die bei der Herstellung von Kardenbändern und Vliesen als Nebenprodukt anfallen.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass FVK, bei denen Kunststoffe mit Naturstoffen gefüllt oder mit auf Basis von textilen Vlieslegungsprozessen aufbereiteten Naturfasern verstärkt werden, für Bauteile im Automobilbau den Stand der Technik darstellen. Die Formgebung erfolgt üblicherweise im Pressverfahren, die Vorteile des Spritzgießens werden für naturfaserverstärkte Kunststoffe noch nicht genutzt. Auch Matrixkunststoffe auf Basis nachwachsender Rohstoffe haben auf dem Automobilssektor noch keine große Bedeutung erlangt.

1.4. Aufgabenstellung

Zentrale Aufgabe der vorliegenden Arbeit ist es, eine wie folgt gekennzeichnete Prozesskette zu beschreiben:

- Die Fasern der Werkstoffrezeptur sind kurze Naturfasern, die für eine Vlieslegung oder Verarbeitung zu einem Kardenband nicht geeignet sind.
- Die thermoplastische Matrix der Rezeptur wird optional zumindest teilweise auf Basis nachwachsender Rohstoffe generiert.
- Die Rezepturbestandteile werden auf einfache und kostengünstige Weise zu einem Granulat aufbereitet und
- das erzeugte Granulat wird mittels des Spritzgieß- oder des Strangablegeverfahrens verarbeitet.

Das angestrebte Werkstoff- und Verfahrenskonzept ist in Bild 1.5 schematisch gezeigt.

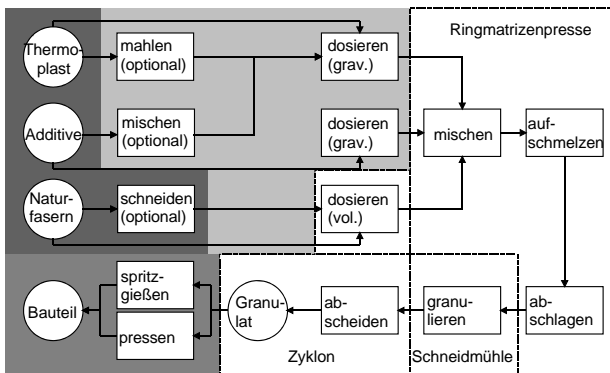


Bild 1.5: Werkstoff- und Verfahrenskonzept, dargestellt als Flussdiagramm

Im ersten Teil der Arbeit steht die Materialentwicklung (im Diagramm dunkelgrau hinterlegt) im Mittelpunkt. Ausgehend von Polypropylen als Matrixwerkstoff soll zunächst der Einfluss unterschiedlicher Naturfasertypen auf die Werkstoffeigenschaften untersucht werden. Auch der Einfluss verschiedener Polypropylen-Typen auf die Composite-Eigenschaften wird analysiert. Da das unpolare Polypropylen und die polaren cellulosehaltigen Naturfasern nur geringe

Wechselwirkungen aufbauen können, wird mit Maleinsäureanhydrid gefropftes Polypropylen als Haftvermittler zur Verbesserung der Faser-Matrix-Wechselwirkung eingesetzt. Ziel dieses Teils der Arbeit ist es, ein Composite mit einem ausgewogenen Profil mechanischer Eigenschaften zu entwickeln, das ein vorgegebenes Anforderungsprofil aus der Automobilindustrie erfüllt.

Einen möglichen Weg zu einem vollständig auf Basis nachwachsender Rohstoffe hergestellten Faserverbundkunststoff weisen die Untersuchungen naturfaserverstärkten Cellulosepropionats und Polyamids 11. Für das Cellulosepropionat soll der Einfluss des Weichmachergehalts auf die Verbundwerkstoffeigenschaften näher untersucht werden. Insgesamt soll durch die Einbeziehung des unpolaren teilkristallinen Polypropylens, des polaren teilkristallinen Polyamids und des amorphen Cellulosepropionats das Potenzial unterschiedlicher Rezepturen für naturfaserverstärkte Kunststoffe herausgearbeitet werden.

Zentraler Punkt der Arbeit ist die Beschreibung eines neuen Verfahrens, Naturfasern mit einem thermoplastischen Kunststoff zu einem Zwischenprodukt in Form eines Granulats aufzubereiten. Es handelt sich dabei um die Granulierung in einem Agglomerator, wie er bislang zur Agglomeration von Feststoffen und zur Aufbereitung von Folienabfällen aus Sammlungen des Dualen Systems Deutschland (DSD) verwendet wird (in Bild 1.5 weiß mit gestrichelten Rahmen). Im Anschluss an verschiedene vorbereitende Operationen (in Bild 1.5 hellgrau) werden die Naturfasern gemeinsam mit dem Polymer und den Additiven dem Kernbestandteil der Anlage, einer Ringmatrizenpresse, zugeführt. Die Rezepturkomponenten werden darin vermischt, das Polymer aufgeschmolzen, die Materialkompaktierung vorgenommen und schließlich das entstehende Compound von umlaufenden Messern abgeschlagen. Die endgültige Form erhält das Produkt nach einer weiteren Granulierung in einer Schneidmühle sowie durch das Abscheiden von Feinbestandteilen in einem Zyklon. Die prinzipielle Eignung dieses Prozesses für die Compoundierung eines Verbundwerkstoffs aus thermoplastischen Kunststoffen und Naturfasern soll aufgezeigt werden. Weiterhin sollen die Einflüsse der Prozessparameter auf die Werkstoffeigenschaften untersucht und durch deren Variation die Eigenschaften und die Morphologie des Granulats optimiert werden.

Den Abschluss der Prozesskette bildet die Formgebung eines derartigen Granulats (in Bild 1.5 mittelgrau dargestellt). Dazu geeignete Verfahren sind das Spritzgieß- und das Strangablegeverfahren. Für beide Verfahren wird der Einfluss der Verarbeitungsparameter auf die mechanischen Eigenschaften untersucht. Weiterhin werden Musterbauteile für Anwendungen im Automobilbereich gefertigt. Schließlich soll die besondere Eignung naturfaserverstärkter Kunststoffe für das werkstoffliche Recycling dokumentiert werden.

2. Stand der Technik

Die aktuelle Kunststoffforschung konzentriert sich auf die Werkstoffentwicklung mit einem Schwerpunkt auf naturfaserverstärkten Thermoplasten sowie auf die Erschließung alternativer Naturfaserarten. Demgegenüber tritt die spezifische Aufbereitungs- und Verarbeitungstechnik etwas in den Hintergrund, insbesondere hinsichtlich ihrer Eignung für einen wirtschaftlichen, großserienmäßigen Einsatz. Bemerkenswert ist, dass die Forschungsstandorte geographisch häufig mit lokalen Märkten für Naturfasern und andere cellulosebasierte Verstärkungsmaterialien zusammenfallen. So werden in Europa häufig Flachs und Hanf, in den USA auch Kenaf, in Indien fast ausschließlich Jute sowie in Ostasien Bambus als Verstärkungsfasern herangezogen.

2.1. Werkstoffentwicklung naturfaserverstärkter Kunststoffe

Grundvoraussetzung bei der Rezepturerstellung für thermoplastische Naturfaserverbundkunststoffe ist die Kenntnis des Einflusses von Faseranteil und Faser-Matrix-Wechselwirkung auf die mechanischen Eigenschaften. Hierzu finden sich in der Literatur zahlreiche Informationen, insbesondere zu naturfaserverstärktem Polypropylen, die nachfolgend kurz zusammengefasst sind.

Am Institut für Werkstofftechnik, Kunststoff- und Recyclingtechnik der Universität Kassel wird flachs- und jutefaserverstärktes Polypropylen besonders unter dem Aspekt der Faser-Matrix-Wechselwirkung sowie hinsichtlich des Einflusses der Faser- auf die Verbundeigenschaften untersucht ([25], [26], [53], [54], [55], [56], [57], [58], [59], [60], [61]). Das Institut für nichtmetallische Werkstoffe, Lehrstuhl für Polymerphysik an der Technischen Universität Berlin analysiert ebenfalls flachs- und jutefaserverstärktes Polypropylen, das im Spritzgießverfahren verarbeitet wird ([88], [89], [90], [98], [99], [100]). Das Thüringische Institut für Textil- und Kunststoff-Forschung (TITK), Rudolstadt, beschäftigt sich mit flachsfaserverstärktem Polypropylen, welches von einem Vliesbildungsprozess ausgehend erzeugt wird ([5], [134], [137], [138], [139], [143]), aber auch mit biologisch abbaubaren Verbundkunststoffen mit einer Matrix auf Cellulosebasis ([130], [131]). Ebenfalls ausgehend von textilen Aufbereitungstechniken wird am Institut für angewandte Forschung, Fachhochschule Reutlingen, der Einsatz von Flachsfasern in Flachs-Polypropylen-Verbundkunststoffen untersucht ([109]).

Cellulosehaltige Fasern und Füllstoffe in Thermoplasten mit einem Schwerpunkt auf der Faser-Matrix-Wechselwirkung sind Gegenstand der Arbeiten am Department of Polymeric Materials, Chalmers University of Technology, Göteborg, Schweden. Dalvåg et al. berichten von einer signifikanten Verbesserung der mechanischen Eigenschaften des mit Naturstoffen gefüllten Polypropylens durch die Zugabe eines maleinsäureanhydridgepfropften Polypropylens als Haftvermittler [40]. Sowohl die Zugfestigkeit als auch die Schlagzähigkeit werden deutlich gesteigert, der Zug-E-Modul bleibt dabei nahezu unverändert. Anhand einer Untersuchung der mechanischen Eigenschaften nach Wasserlagerung wird gezeigt, dass die Faser-Matrix-Wechselwirkung deutlich verbessert wird. Die Art der Haftvermittlung wird von

Felix et al. [41] untersucht. Sie stellen fest, dass das maleinsäureanhydridgepfropfte Polypropylen durch kovalente Esterbindungen und Wasserstoffbrückenbindungen an die Naturfasern gekoppelt ist (siehe auch [55], [56], [175]). Durch Kontaktwinkelmessungen wird festgestellt, dass die Naturfasern durch die Anlagerung von maleinsäureanhydridgepfropftem Polypropylen ihren polaren Charakter vollständig verlieren. Dadurch kann eine erhebliche Verträglichkeitsverbesserung zur Polypropylenmatrix herbeigeführt werden. In [42], [64] zeigen die Autoren, dass auch die Molmasse des maleinsäureanhydridgepfropften Polypropylen die Faser-Matrix-Wechselwirkung beeinflusst. Je höher die Molmasse ist, desto mehr Kristallisationskeime bilden sich auf der Oberfläche der Naturfaser mit Rückwirkungen auf die Kristallisation der Polymermatrix. Es bildet sich eine transkristalline Grenzschicht, die den Kraftfluss zwischen Faser und Matrix verbessert [144]. Damit geht eine Verbesserung der mechanischen Eigenschaften einher. Der Einfluss der Molmasse wird auch bei Mieck et al. [135] diskutiert, allerdings mit dem gegenteiligen Ergebnis. Da aufgrund des Herstellungsprozesses von maleinsäureanhydridfunktionalisiertem Polypropylen zwischen der Molmasse und der Pfropfrate ein umgekehrt proportionaler Zusammenhang besteht [52], existiert offensichtlich ein Optimum, an dem die positiven Auswirkungen einer hohen Molmasse im Hinblick auf die Grenzschicht zwischen Faser und Matrix und einer hohen Pfropfrate im Hinblick auf die kovalenten Bindungen zur Faseroberfläche gleichermaßen wirksam werden [157], [139]. Des Weiteren werden auch Celluloseacetat sowie andere Matrixwerkstoffe für biologisch abbaubare Verbundkunststoffe eingesetzt ([29], [40], [41], [43], [44], [45], [46], [62], [63], [64], [65], [81], [82], [93], [97], [105]).

Das Department of Forestry der University of Wisconsin wie auch das Department of Chemical Engineering, Michigan State University, beide USA, untersuchen die Eigenschaften von Polypropylenen, welche mit Kenaf zu Naturfasercomposites aufbereitet werden ([184], [185], [101], [114]). Weiterhin arbeitet auch das Bay Zoltan Institute on Material Science and Technology, Budapest, zusammen mit dem Department of Polymer Engineering and Textile Technology, Technical University of Budapest, Ungarn, an flachsfaserverstärktem Polypropylen ([78], [79], [164], [165]). Weitere Belege für Forschungsaktivitäten, bei denen naturfaserverstärkte Polypropylene im Mittelpunkt stehen, finden sich in [94], [144], [147], [149], [150], [161], [175], [176], [179].

Die grundlegenden Mechanismen der Wechselwirkung von Naturstoffen mit Polymermatrices, insbesondere Polypropylen, werden häufig auch mit anderen Verstärkungs- oder Füllstoffen untersucht. Am Pulp and Paper Research Center, Université du Québec a Trois-Rivières, Kanada, sind beispielsweise Holzfasern in Polypropylen, aber auch in anderen Thermoplasten [23] [110], [111], [112], [125], [166], [167], [168], [169], [170], [171], [172], [173] Gegenstand der Betrachtungen. Auch am Department of Chemical Engineering and Applied Chemistry, University of Toronto, Kanada [206], [207], sowie an der Faculty of Agriculture, Kyoto University, Japan [75], [76], [77], [104], [196], werden Holzfasern in Polypropylen sowie in anderen Thermoplasten hinsichtlich ihrer Auswirkungen erforscht. Das Chemical Engineering Department der École Polytechnique de Montreal, Kanada, beschäftigt sich mit cellulosefaserverstärktem Polypropylen und Polyethylen, wobei Silane und MAH-funktionalisiertes Polypropylen als Haftvermittler fungieren [18], [19]. Belege für die Werk-

stoffentwicklung von Polypropylen-Composites mit Holzfasern oder Fasern auf Cellulosebasis finden sich auch in [18], [19], [29], [37], [39], [118], [156], [157], [160], [163].

Naturfaserverstärkte Celluloseester werden in der Literatur bislang nur vereinzelt beschrieben. Der wesentliche Aspekt der Forschung liegt dabei auf der Generierung von biologisch abbaubaren Verbundkunststoffen. Deshalb werden überwiegend Verbunde aus Naturfasern und biologisch abbaubarem Cellulosediacetat (Bioceta) als Matrixwerkstoff beschrieben. Das Institut für Strukturmechanik der Deutschen Forschungsanstalt für Luft- und Raumfahrt, Braunschweig, untersucht solche Verbundwerkstoffe, insbesondere naturfaserverstärktes Celluloseacetat in Form von Laminaten ([72], [73], [74], [85], [86]). Mieck et al. [141], [142] bereiten am Thüringischen Institut für Textilforschung Flachs- und Celluloseacetatfasern vom Typ Bioceta zu einem Hybridvlies auf und verarbeiten dieses im Formpressverfahren. Auch das niederländische Forschungsinstitut ATO-DLO in Wageningen, Niederlande, arbeitet an dieser Thematik.

Auch alternative Matrixkunststoffe wie Polyethylen [23], [29], [152], [153], [154], [155], [160], [187], [194], [209], Polymethylmetacrylat [121], Styrol-Acrylnitril-Copolymer (SAN) [34], Polystyrol [29], [119], [120], [122], [123], [194], [200] und Polyvinylchlorid [34], [35] werden mit Fasern auf Cellulosebasis untersucht. Einzelne Verbundwerkstoffkomponenten werden dabei auch als Rezyklate (z. B. [194], [209]) oder in geschäumter Form (z. B. [128], [129], [180]) eingesetzt.

Zu dem breiten Spektrum weiterer möglicher Faser-Matrix-Rezepturen, die aktueller Gegenstand der Forschung sind, gehören ananasblattfaserverstärktes Polyhydroxybutyrat [117], strohfaserverstärktes Polyhydroxybutyrat [13] und Polypropylen [14], ginsterfaserverstärktes Polypropylen [15], jutefaserverstärktes Polyethylen [24], henequenfaserverstärktes Polyethylen [84] und Polyvinylchlorid [35] sowie kokosnusssfaserverstärktes Polyvinylchlorid und Polypropylen [158].

Häufig gehören zur Entwicklung der jeweiligen Werkstoffrezepturen ein Aufbereitungsschritt für die Fasern (Plasmabehandlung, Alkalibehandlung, Dampfdruckaufschluss, Bestrahlung) sowie Maßnahmen zur Beeinflussung der Faser-Matrix-Wechselwirkung.

In Einzelfällen wird auch die gleichzeitige Verwendung verschiedenartiger Fasern beschrieben, so z. B. holz- und glasfaserverstärktes Polystyrol [124] sowie hanf- und kohlenstofffaserverstärktes Polyamid 12 [1].

Bestrebungen, die Vielfalt der unterschiedlichen Werkstoffrezepturen und der vielfältigen Anbieter von naturfaserverstärkten Kunststoffen für den Endverarbeiter transparenter zu machen, gehen aktuell vom Nova-Institut für Ökologie und Innovation, Hürth, aus. Hierzu gehört z.B. die Einrichtung einer Kennwertdatenbank zur Auslegung und Berechnung von Bauteilen aus naturfaserverstärkten Kunststoffen [133], [148].

2.2. Aufbereitung von naturfaserverstärkten Kunststoffen

Neben der Werkstoffentwicklung von naturfaserverstärkten Composites ist die Aufbereitung zu granulatförmigen Zwischenprodukten, die anschließend zum endgültigen Produkt umgeformt werden, ein gleichfalls intensiv bearbeiteter Schwerpunkt der Forschung.

Zur Aufbereitung von Granulaten aus naturfaserverstärkten Thermoplasten werden verschiedene Verfahren untersucht, wobei ein eindeutiger Schwerpunkt auf der Extrusion liegt. Bislang wird sie kommerziell primär für holzfaserverstärkte oder -gefüllte Thermoplaste eingesetzt. Dabei kommen unterschiedliche Verfahrensvarianten zum Einsatz. In [191] wird beispielsweise die Verwendung gleich- und gegensinnig drehender Doppelschneckenextruder beschrieben, wobei die Ausgangskomponenten getrennt oder vorgemischt zudosiert werden. Holzfasern oder -partikel als Verstärkungs- oder Füllstoffe haben den verfahrenstechnischen Vorteil, dass sie verhältnismäßig gut rieselfähig und damit leicht zu dosieren sind. Für Flachs-, Hanf- oder ähnliche Naturfasern trifft dies nicht zu. Das ist unter anderem ein Grund dafür, dass der kommerzielle Einsatz von Spritzgießgranulaten, die solche Fasern beinhalten, noch nicht gelungen ist. Am Thüringischen Institut für Textil- und Kunststoff-Forschung (TITK), Rudolstadt, werden deshalb Flachsfasern in Form von Kardenbändern mittels eines Doppelschneckenextruders [7] in Polypropylen eingearbeitet. Diese Technik verfolgen auch das Institut für Kunststofftechnik, Universität Stuttgart [181], und das Institut für Kunststoffverarbeitung, Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen [48]. Am Institut für Kunststofftechnik wird darüber hinaus untersucht, inwiefern die Werkstoffaufbereitung und -formgebung zu einem Einstufenprozess verknüpft werden können. Dieser Einstufenprozess integriert die Prozessschritte der Einarbeitung von Haftvermittlern und Naturfasern in das Matrixpolymer und die Formgebung zum fertigen Bauteil auf einem gleichlaufenden, dichtkämmenden Doppelschneckenextruder. Ziel ist die Übertragung des für langglasfaserverstärkte Thermoplaste etablierten Strangablegeverfahrens mit Direkteinzug der Fasern auf naturfaserverstärkte Kunststoffe [181], [182], [183].

In [209] wird die Aufbereitung von holzfaserverstärktem Polyethylen in einem gleichsinnig drehenden Doppelschneckenextruder untersucht. Rietveld et al. beschreiben den Einfluss der Prozessparameter bei der Extrusion von cellulosefaserverstärktem Polypropylen [179]. In [29] wird die Aufbereitung in einem Doppelschneckenextruder mit derjenigen in einem Buss-Co-Kneter verglichen. Häufiges Verfahren bei der Herstellung von Probekörpern zur Materialcharakterisierung ist die Compoundierung mittels Haake- oder Brabender-Kneter. Letzteres Verfahren behandeln Sapiuha et al. [186] unter besonderer Betrachtung des thermischen Abbaus von cellulosefaserverstärktem Polyethylen. In [159] wird die Aufbereitung eines Spritzgießgranulats aus Holzfasern und Thermoplasten mit verschiedenen Mischern und Mühlen verglichen.

2.3. Formgebung von naturfaserverstärkten Kunststoffen

Zur Formgebung naturfaserverstärkter Thermoplaste werden in der einschlägigen Literatur das Spritzgieß- und das Pressverfahren beschrieben. Am Lehrstuhl für Kunststoffver-

arbeitungstechnik des Instituts für Allgemeinen Maschinenbau der Technischen Universität Chemnitz wird flachfaserverstärktes Polypropylen mittels eines gleichsinnig drehenden Doppelschneckenextruders aufbereitet und im Spritzgießverfahren weiterverarbeitet [12]. In [126] wird die Spritzgießverarbeitung verschiedener Rezepturen aus Sisal, Miscanthus und Hanf sowie Polypropylen, Polyethylen, Celluloseacetat und Polymilchsäure beschrieben. Das zur Formgebung erforderliche Granulat wird in einem Heiz-Kühl-Mischer aufbereitet, muss aber anschließend noch in einem Zwei-Wellen-Zerkleinerer und einer Schneidmühle zerkleinert werden. Colberg et al. stellen Bauteile für den Exterieurbereich im Automobilbau vor, hergestellt durch Spritzgießen von naturfaserverstärktem Polypropylen [38]. In [70] wird das Spritzgießen von naturfaserverstärktem Polypropylen vorgestellt. In [208] wird der Einfluss der Verarbeitungstemperatur auf die Eigenschaften von holzfaserverstärktem Polypropylen untersucht.

Das Pressverfahren zur Formgebung von großflächigen, dünnwandigen Bauteilen aus naturfaserverstärkten Thermoplasten wird in der wissenschaftlichen Literatur nur selten diskutiert. Üblich ist allerdings der Einsatz als Verfahren zur Herstellung von Probekörpern bei der Werkstoffentwicklung. Praktiziert wird insbesondere das Verpressen von Hybridvliesen (z. B. in [140], [141], [142], [210]) oder aber das Filmstackingverfahren (z. B. in [127]) mit jeweils nur geringen Fließwegen. Beim EXPRESS-(Extrusions-Press-)Verfahren wird über einen Extruder mit Breitschlitzdüse der aufgeschmolzene thermoplastische Kunststoff auf ein in einem geöffneten Presswerkzeug liegendes Naturfaservlies gegeben. Anschließend wird der so entstehende Verbund verpresst [188]. Erwähnt wird weiterhin ein FMT- oder NMT-Verfahren (Flachs- bzw. Naturfasermattenverstärkter Thermoplast) analog zum Verpressen von GMT-Zwischenprodukten [136]. Die Verfahrenstechnik wird dabei nur selten detailliert untersucht. Das Strangablegeverfahren als ein großindustriell eingesetztes Formgebungsverfahren mit potenziell langen Fließwegen findet für naturfaserverstärkte Thermoplaste in der wissenschaftlichen Diskussion zunehmend Interesse. In [203] wird die Herstellung von Profilen aus naturfaserverstärkten Thermoplasten beschrieben.

3. Methoden

3.1. Bestimmung des Faseranteils

Die Fasergehaltsbestimmung von naturfaserverstärkten Kunststoffen wird in dieser Arbeit auf zwei verschiedene Arten durchgeführt:

Bei der Thermogravimetrischen Analyse (TGA) wird eine Probe von 20 mg bis 50 mg in einem Ofen mit einem definierten Gradienten $\partial T/\partial t$ erhitzt, wobei die Masse der Probe über der Zeit als Funktion der Temperatur erfasst wird. Zur Bestimmung des Faseranteils werden die unterschiedlichen Zersetzungstemperaturbereiche der Naturfasern und des Polymers ausgenutzt. In einer inerten Stickstoffatmosphäre können diese beiden Bereiche hinreichend scharf voneinander getrennt werden. Damit kann ein oxidativer Abbau des Polymers zunächst ausgeschlossen werden. Bei einer Temperatur, die eindeutig oberhalb der beiden Zersetzungstemperaturbereiche liegt, wird die Atmosphäre dann auf Raumluft umgeschaltet, so dass das Residuum, das im Wesentlichen von den Naturfasern stammt, oxidiert wird.

Bild 3.1 zeigt eine exemplarische Darstellung der Masse als Funktion der Temperatur sowie die Ableitung dieser Funktion (dm/dt) für ein flachsfaserverstärktes Polypropylen. Die Ableitung ist dabei auf den maximalen Masseverlust bezogen, um eine von Probenmasse unabhängige Größe zu erhalten. Insbesondere am Verlauf der Ableitung wird deutlich, dass der Massenverlust bei ca. 400 °C deutlich zurückgeht und somit eine scharfe Trennung der Temperaturbereiche gegeben ist.

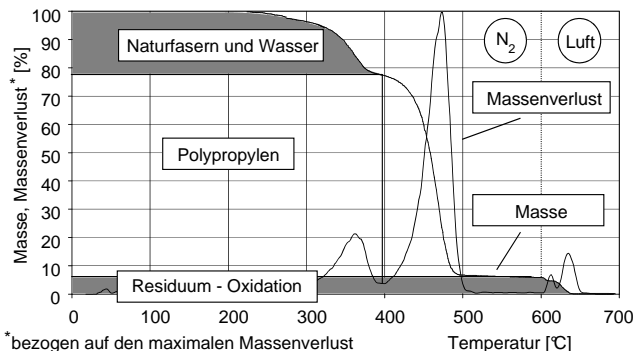


Bild 3.1: Thermogravimetrische Analyse zur Bestimmung des Faseranteils

Zur Bestimmung des Fasergehalts wird davon ausgegangen, dass der Masseverlust bis einschließlich des ersten Peaks von der Freisetzung des in den Naturfasern enthaltenen Wassers (ca. 8 Masse-%) sowie der Zersetzung der Naturfasern stammt. Auch das nach der Umschaltung oxidierte Residuum wird den Naturfasern zugeordnet. Bestätigt wird diese An-

nahme durch die TGA der reinen unverstärkten Matrixpolymere, deren Residuum einen Masseanteil von < 1 % ausmacht.

Diese Methode eignet sich für naturfaserverstärktes Polypropylen und Polyamid 11, nicht jedoch für Cellulosepropionat. Wegen der ähnlichen chemischen Grundstruktur liegen hier die Zersetzungspeaks auch in einer inerten Atmosphäre so nahe beieinander, dass sie sich nicht hinreichend scharf auflösen lassen. Somit ist der Masseverlust nicht eindeutig dem Polymer bzw. den Naturfasern zuzuordnen.

Der Vorteil der thermogravimetrischen Analyse liegt in der schnellen und einfachen Versuchsdurchführung. Sie eignet sich auch zur Bestimmung der thermischen Beständigkeit von Naturfasern. Nachteilig ist die kleine Probenmenge, die mehrere Versuche erforderlich macht, um das Versuchsergebnis statistisch abzusichern. Außerdem werden die Naturfasern zerstört und stehen damit für eine anschließende Faserlängenauswertung nicht mehr zur Verfügung.

Dieser Nachteil wird bei der zweiten Methode, der Soxhlet-Extraktion, umgangen. Dabei wird die Polymermatrix chemisch gelöst, die Fasern werden durch eine Extraktionshülse abfiltriert. Die eingesetzten Lösemittel finden sich in der folgenden Tabelle 3.1.

Tab. 3.1: Lösemittel für die Soxhlet-Extraktion

Polymer	Lösemittel
Polypropylen	Xylol (Isomergemisch oder p-Xylol)
Cellulosepropionat	Dichlormethan
Polyamid 11	m-Kresol

Mit der Soxhlet-Extraktion kann der Fasergehalt sämtlicher in dieser Arbeit betrachteter naturfaserverstärkter Thermoplaste analysiert werden. Die Naturfasern stehen für eine anschließende Faserlängenbestimmung zur Verfügung. Außerdem können auch große Probenmengen untersucht werden, so dass eine statistische Auswertung der Versuche entfällt.

Fasergehalte werden in dieser Arbeit als Fasermassenanteile angegeben, wie sie mittels der oben beschriebenen Methoden bestimmt oder bei der Aufbereitung eingestellt werden. Aus Gründen der Vergleichbarkeit mit anderen FVK wird aber auch der Faservolumenanteil angegeben, sobald im Rahmen der Werkstoffentwicklung auf die Werkstoffeigenschaften abgestellt wird. Er wird aus dem Fasermassenanteil nach folgender Formel bestimmt:

$$\varphi = \frac{\psi \cdot \rho_M}{\psi \cdot \rho_M + (1 - \psi) \cdot \rho_F}. \quad (3.1)$$

Dabei wird durchgängig eine Faserdichte von $\rho_F = 1,45 \text{ g/cm}^3$ angenommen, ein Wert, der mit den verschiedenen Literaturangaben korrespondiert (z. B. [48], [134]).

3.2. Bestimmung der Faserlängenverteilung als Kennwert zur Werkstoffcharakterisierung

Während der Aufbereitung und Formgebung faserverstärkter Kunststoffe findet in aller Regel eine Fasereinkürzung statt. Diese Faserlängenreduktion lässt sich auf verschiedene Ursachen zurückführen [202], [190], [205]. Bei der in dieser Arbeit vorgestellten Aufbereitung mittels eines Agglomerators treten im Prinzip folgende Faserschädigungsmechanismen auf:

Faser-Faser-Wechselwirkungen

- bei der Dosierung der Fasern,
- im Polymer-Faser-Gemisch in der Ringmatrize des im Rahmen dieser Arbeit speziell eingesetzten Agglomerators (siehe Seite 58) und
- in der Schmelze durch Fließwegumlenkungen.

Faser-Matrix-Wechselwirkungen

- im Polymer(Feststoff)-Faser-Gemisch in der Ringmatrize und
- in der Schmelze durch Geschwindigkeitsgradienten.

Wechselwirkungen zwischen Fasern und dem Aufbereitungs- bzw. Verarbeitungsaggregat

- bei der Dosierung,
- durch Friktion in der Ringmatrize,
- als Abscherung am Anfang (Verdichterflügel) und Ende (Messer) der Ringmatrizenbohrungen und
- durch Abscherung beim abschließenden Granulierschritt in der Schneidmühle.

Auf die während der Aufbereitung oder Formgebung vorherrschenden Faserschädigungsmechanismen kann indirekt anhand der Produkteigenschaften geschlossen werden: Zeigt das Produkt eine Abhängigkeit der mittleren Faserlänge bzw. deren Verteilung vom Faseranteil, so ist von Faser-Faser-Wechselwirkungen als hauptsächlichem Schädigungsmechanismus auszugehen. Eine Abhängigkeit vom eingesetzten Matrixwerkstoff deutet dagegen auf Faser-Matrix-Wechselwirkungen hin [47].

Zur Optimierung der Composite-Eigenschaften ist eine möglichst geringe Faserschädigung erstrebenswert. Entsprechend sind die Aufbereitungs- und Verarbeitungsparameter zu wählen. Für die Beurteilung der Faserschädigung wird die nach dem jeweiligen Prozessschritt vorliegende Faserlängenverteilung herangezogen. Die Proben bestehen entweder aus ungranulierten Strängen oder einer hinreichend großen Menge Granulat aus Aufbereitungsversuchen sowie aus den mittleren Sektionen von Zugstäben aus Verarbeitungsversuchen. Die Bestimmung der Faserlänge wird bildanalytisch an zuvor mittels Soxhlet-Extraktion aus den Verbundkunststoffen gelösten Fasern vorgenommen. Dadurch kann eine hinreichend große Probenmenge untersucht werden, so dass Fehler aufgrund einer Probenvariation nicht berücksichtigt werden müssen.

Die Fasern werden aus den Extraktionshülsen möglichst schonend auf eine Petrischale verbracht. Zu beachten ist, dass dabei ein an der Hülse fest haftender Rest verbleibt, der zu einer

Unterbewertung kurzer Faserlängen führen kann. Auf eine anschließende Siebung der Fasern zur Klassierung unterschiedlicher Fraktionen, wie sie bei [201] beschrieben ist, wird in Betracht der gefundenen engen Verteilungen mit niedrigen mittleren Faserlängen verzichtet. Der Petrischale werden an mehreren Stellen mittels einer Pinzette Fasern entnommen und auf dem Objektträger eines Mikroskops platziert. Dabei wird auf eine gleichmäßige Verteilung der Fasern geachtet.

Das System zur bildanalytischen Faserlängenbestimmung besteht aus einem Mikroskop vom Typ Nikon Mikrophot SA, einer Hitachi CCD (Charge Coupled Device) - Kamera mit einer Control Unit CU-7700 sowie einem PC Pentium 2, auf dem die Software Lucia 32 V 4.1 der Fa. Laboratory Imaging installiert ist. Die Beleuchtung der Fasern wird mit Hilfe einer Durchlichttechnik realisiert. Das Bild wird zum Auswertungsrechner übertragen und dort mit einer Bildschirmauflösung von 800 x 600 Pixeln dargestellt. Nach einer Einrichtung und Kalibrierung kann das Bild der Naturfasern direkt am Bildschirm bearbeitet und ausgewertet werden. Alternativ wird zur Offline-Bildbearbeitung und -auswertung die Software Optimas 5.1 der Fa. Media Cybernetics eingesetzt.

Vor der Bestimmung der Faserlänge muss das Bild bearbeitet werden (Bild 3.2), um eine hinreichend kontrastreiche Abbildung zu erhalten. Beide Bildbearbeitungsprogramme stellen die benötigten Filter zur Verfügung.

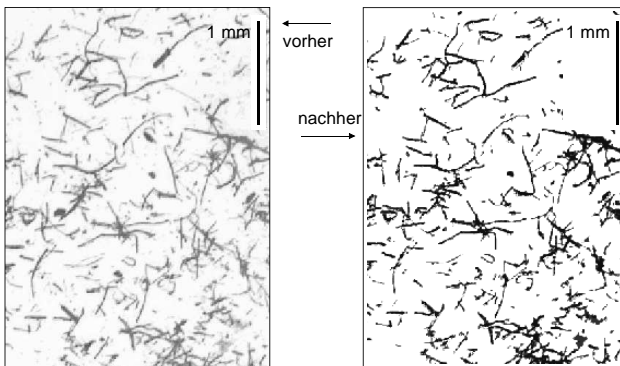


Bild 3.2: Bildbearbeitung zur Faserlängenbestimmung am Beispiel von Grünflachs-Kurzfasern nach der Aufbereitung im Agglomerator

Bei der Auswertung der Bilder zur Faserlängenbestimmung werden die Enden der betrachteten Fasern mit der Maus markiert. Nach einer einmaligen Kalibrierung kann daraus unmittelbar die jeweilige Faserlänge ermittelt werden.

Die so beschriebene Vorgehensweise zur Ermittlung der mittleren Faserlänge und der Faserlängenverteilung beinhaltet einige Fehlerquellen, die sich stichwortartig wie folgt umreißen lassen:

- Residuum in der Extraktionshülse, dadurch sind die kurzen Fasern unterrepräsentiert.
- Entnahme der Fasern von der Petrischale, dadurch sind die kurzen Fasern gleichfalls unterrepräsentiert.
- Platzierung der Probe auf dem Objektträger, wieder sind kurze Fasern unterrepräsentiert.
- Bei gekrümmten Fasern sind die gemessenen Faserlängen zu kurz.
- Durch Kontrastverstärkung bei der Bildverarbeitung sind die gemessenen Faserlängen zu kurz, und Feinanteil wird unterschlagen.
- Durch subjektive Auswahl bei der Bildverarbeitung sind lange Fasern überrepräsentiert.
- Durch Markierungsfehler bei der Bildverarbeitung sind gemessene Faserlängen zu kurz.

Zur weiteren Auswertung der ermittelten Faserlängen werden aus den Einzellängen Kennwerte gebildet. Dazu werden sie zunächst in Klassen untergliedert, wobei sich bei der gegebenen Aufgabenstellung eine Klassenbreite von 100 μm als geeignet erweist. Die Häufigkeit des Auftretens in der jeweiligen Klasse i kann entweder anzahl- ($H_{n,i}$) oder volumenbezogen ($H_{v,i}$) ermittelt werden. Es gelten [197], [201]

$$H_{n,i} = \frac{n_i}{\sum_i n_i} \quad (3.2), \quad H_{v,i} = \frac{n_i \cdot l_i}{\sum_i n_i \cdot l_i}. \quad (3.3)$$

Ebenso kann die mittlere Faserlänge aus diesen Klassen anzahl- oder volumengewichtet angegeben werden:

$$\bar{l}_n = \frac{\sum_i n_i \cdot l_i}{\sum_i n_i} \quad (3.4), \quad \bar{l}_v = \frac{\sum_i n_i \cdot l_i^2}{\sum_i n_i \cdot l_i}. \quad (3.5)$$

Ohne Berücksichtigung der Klassen ergeben sich daraus

$$\bar{l}_n = \frac{\sum_1^n l}{n} \quad (3.6), \quad \bar{l}_v = \frac{\sum_1^n l^2}{\sum_1^n l}. \quad (3.7)$$

Die Angabe volumenbezogener Größen ist dann zu bevorzugen, wenn damit aufgrund der stärkeren Gewichtung längerer Fasern deren größerer Beitrag zur Beeinflussung der Materialeigenschaften hervorgehoben werden soll. Manche Autoren halten die Angabe von anzahlgewichteten Kennzahlen bei Proben mit einem hohen Anteil an kurzen Fasern und Faserfragmenten gar für ungeeignet [47]. Deshalb werden im Folgenden, wenn nicht anders angegeben, volumenbezogene Faserlängen genannt.

Der Quotient aus anzahl- und volumenbezogener mittlerer Faserlänge kann zur Beurteilung der Breite der Faserlängenverteilung herangezogen werden:

$$k = \frac{\bar{l}_v}{\bar{l}_n}. \quad (3.8)$$

Wie Meyer et al. [132] anhand von Wahrscheinlichkeitsrechnungen zeigen, kann dieser Quotient auch zu Aussagen über das Bruchverhalten von Fasern während der Aufbereitung oder Formgebung herangezogen werden. Dies gilt allerdings nur dann, wenn der jeweilige Prozess zu einer minimalen Faserlänge führt, bei der keine weiteren Brüche mehr auftreten [197]. Die Erfüllung dieser Voraussetzung kann für den mit sehr kurzen Verweilzeiten behafteten Aufbereitungsprozess im Agglomerator (siehe Seiten 77, 81) jedoch nicht mit hinreichender Sicherheit nachgewiesen werden.

Das Faserlängenspektrum kann statistisch durch eine Wahrscheinlichkeitsfunktion beschrieben werden. Für die hier behandelten Werkstoffe und Prozessschritte hat sich gezeigt, dass eine logarithmische Normalverteilung die gefundenen Faserlängenverteilungen am Besten wiedergibt.

Neben der Beachtung der bereits oben aufgeführten Fehlerquellen ist es von erheblicher Bedeutung für die Bestimmung von Faserlängen-Mittelwert und Faserlängenverteilung, eine ausreichende Anzahl von Fasern zu vermessen. Hierzu sind in der Literatur deutlich unterschiedliche Angaben zu finden, die sich allerdings größtenteils auf Glasfasern beziehen. Thieltges [197] und Renz [178] zählen mindestens 500, vorzugsweise 800 - 1.000 Fasern aus, um zu einer gesicherten Längenverteilungsbestimmung zu gelangen. Andere Autoren berücksichtigen bei manuellen Zählverfahren 300 - 1.000 Fasern [83], [190]. Beim Einsatz von Siebverfahren zur vorherigen Klassierung der Fasern werden 800 - 2.400 Fasern ausgewertet [17], [22]. Truckenmüller weist darauf hin, dass die Anzahl der auszuwertenden Fasern von der Breite der Faserlängenverteilung sowie der Faserdispersion abhängig ist. Bei einer unbefriedigenden Dispersion nennt er 2.400 Fasern als Mindestmenge [201].

Für die hier behandelten naturfaserverstärkten thermoplastischen Kunststoffe ist es zum einen notwendig, die mittlere Faserlänge von Proben hinreichend genau bestimmen zu können. Zum anderen ist es insbesondere beim Vergleich verschiedener Aufbereitungsparameter wichtig, die Unterschiedlichkeit der Proben sicher nachweisen zu können. Die damit verbundenen Fragestellungen lauten:

- Wieviele Fasern müssen zur Bestimmung der mittleren Faserlänge ausgewertet werden? und
- Wieviele Fasern müssen zur sicheren Unterscheidung von Proben ausgewertet werden?

Die für die Bestimmung der mittleren Faserlänge als notwendig erachtete Anzahl wird anhand von Fasern aus einem Granulat, welches aus Cellulosepropionat mit 10 % Weichmacheranteil und 30 Vol.-% Grünflachfasern besteht, bestimmt (Bild 3.3). Dazu wird zunächst die mittlere Faserlänge aus einem Probenumfang von 2.400 Einzelfasern bestimmt. Dann werden die mittleren Faserlängen jeweils nach 50, 100 usw. Fasern dieser Probe bestimmt und mit der mittleren Faserlänge der Gesamtprobe normiert. Deutlich ist zu erkennen, dass bei dem gezeigten Beispiel bereits eine Anzahl von 500 Fasern ausreicht, die mittlere Faserlänge mit

einer hinreichenden Genauigkeit von $\pm 2\%$ zu ermitteln. Die Schwankungen der ermittelten Werte lassen deutlich die mit der Probenahme und der Auswertung am Bildschirm verbundenen Schwierigkeiten erkennen [201].

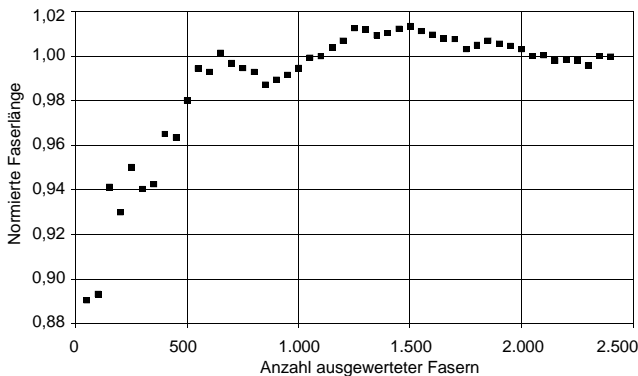


Bild 3.3: Auf die mit 2.400 Fasern ermittelte mittlere Faserlänge normierte mittlere Faserlänge in Abhängigkeit von der Anzahl ausgewerteter Fasern, CP 400-10 / GFF $\varphi = 30\%$

Neben einer genauen Ermittlung des Mittelwerts ist weiterhin wichtig, ähnliche Verteilungen, die jedoch aus unterschiedlichen Quellen stammen, mit einer hinreichenden Sicherheit voneinander unterscheiden zu können. Dieser Vertrauensbereich hängt ebenfalls von der Anzahl ausgewerteter Fasern ab. Um die notwendige Anzahl zu bestimmen, werden zwei Proben mit jeweils 2.400 Fasern betrachtet, die aus einem PA 11-Granulat mit $\varphi = 26$ Vol.-% Grünflachsfasern stammen. Für die Herstellung des Granulats werden unterschiedliche Aufbereitungsparameter eingestellt, die einen nur geringen Unterschied in der mittleren Faserlänge und Faserlängenverteilung erwarten lassen. An zufällig gewählten Teilmengen der Gesamtprobe wird dann die (falsche) Hypothese überprüft, die besagt, dass beide Proben gleich seien. Je nach Umfang der Teilmenge kann diese Hypothese mit einem bestimmten, mit der Größe der Teilmenge wachsenden Vertrauensbereich zurückgewiesen und damit die Verschiedenheit der Proben bestätigt werden (Bild 3.4) [36].

In der vorliegenden Arbeit wird, wenn nichts anderes angegeben ist, ein Vertrauensbereich von 95 % als ausreichend angenommen. Damit sind zur sicheren Unterscheidung der Proben mindestens 1.500 Fasern auszuwerten. Diese Anzahl ist deutlich größer als die zur Bestimmung der mittleren Faserlänge erforderliche.

Als Ergebnis der vorstehend beschriebenen Untersuchungen werden im weiteren Verlauf der Arbeit stets 1.500 Fasern zur Auswertung herangezogen.

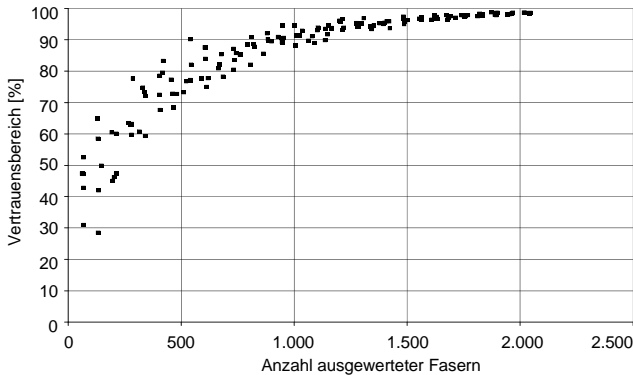


Bild 3.4: Vertrauensbereich für die Identifikation unterschiedlicher Faserlängenverteilungen zweier verschiedener Granulatproben in Abhängigkeit von der Anzahl ausgewerteter Fasern, PA 11 / GFF $\varphi = 26\%$, hergestellt mit unterschiedlichen Aufbereitungsparametern

3.3. Mikromechanische Modellierung der mechanischen Eigenschaften naturfaserverstärkter Kunststoffe

In der Vergangenheit wurden zahlreiche Versuche unternommen, die Eigenschaften von Verbundwerkstoffen im Hinblick auf die einsatzbedingten Anforderungen maßzuschneidern. Die analytische Beschreibung der Verbundwerkstoffeigenschaften ist dazu ein wichtiges Instrument. Hierbei wird zwischen einer mikromechanischen und einer makromechanischen Betrachtungsweise unterschieden. Bei der mikromechanischen Beschreibung wird versucht, das Verbundwerkstoffverhalten ausgehend von den Eigenschaften der Ausgangskomponenten zu modellieren. Aus makromechanischer Sicht hingegen wird der Verbundwerkstoff als homogen angenommen.

Die folgenden Ausführungen beschreiben die mikromechanische Modellierung naturfaserverstärkter Kunststoffe. Zurückgegriffen wird dabei auf Modelle, die für die Beschreibung kurzglasfaserverstärkter Kunststoffe bereits etabliert sind, aber auch bei anderen Verbundwerkstoffen, beispielsweise mit metallischer oder keramischer Matrix, eingesetzt werden können. Exemplarisch für die mechanischen Composite-Eigenschaften wird die Steifigkeit naturfaserverstärkter Thermoplaste betrachtet.

Die Modellierung der Steifigkeit kurzglasfaserverstärkter Kunststoffe ist heute bereits sehr zuverlässig möglich. Die dabei entwickelten Modelle lassen sich auf eine Reihe weiterer mechanischer und physikalischer Eigenschaften von Verbundwerkstoffen, wie Wärmeausdehnung, Wärmeleitfähigkeit und elektrische Eigenschaften, übertragen. Dagegen bereitet die Beschreibung der Festigkeit aufgrund komplexer Versagensmechanismen und lokaler Spannungskonzentrationen deutlich größere Schwierigkeiten [32].

Ein Ausgangspunkt für die Beschreibung der Steifigkeit des Verbundwerkstoffs ist eine einfache Mischungsregel. Anschaulich modelliert sie eine Parallelschaltung von Faser und Matrix und setzt damit eine gleiche Dehnung in den beiden Komponenten voraus. Sie gilt insbesondere für endlosfaserverstärkte Verbundwerkstoffe, wobei die Fasern vollständig ausgerichtet sind [31]. Somit gibt sie eine obere Grenze für die Verbundsteifigkeit an:

$$E_C = \varphi \cdot E_F + (1 - \varphi) \cdot E_M. \quad (3.9)$$

Die untere Grenze kann durch eine Reihenschaltung von Faser und Matrix beschrieben werden, was eine gleiche Spannung in beiden Verbundwerkstoffkomponenten voraussetzt [66]:

$$E_C = \frac{1}{\frac{\varphi}{E_F} + \frac{1 - \varphi}{E_M}}. \quad (3.10)$$

Beide Ansätze liefern nur eine sehr grobe Abschätzung des Bereichs, in dem die Steifigkeit des Verbundwerkstoffs liegt, da die getroffenen Annahmen für kurzfaserverstärkte Kunststoffe nur teilweise gültig sind. Daher wurden zahlreiche andere Modelle entwickelt, beispielsweise von Hill und Hashin auf der Basis von energetischen Betrachtungen [87], [80], oder von Mori und Tanaka [145]. Das in den Ingenieurdisziplinen am weitesten verbreitete Modell ist nach Halpin und Tsai benannt [71]. Anhand der Untersuchung von mit teils modifizierten cellulosehaltigen Fasern verstärktem Polyvinylchlorid weisen Canché-Escamilla et al. nach, dass die Halpin-Tsai-Gleichung zumindest bei guter Faser-Matrix-Wechselwirkung bei naturfaserverstärkten Thermoplasten anwendbar ist [35]. Die Vorteile dieses Modells liegen in seiner einfachen geschlossenen Form und der universellen Einsetzbarkeit:

$$E_C = \frac{1 + A \cdot B \cdot \varphi}{1 - B \cdot \varphi} \cdot E_M \quad (3.11)$$

mit

$$A = 2 \cdot \frac{l}{d}, \quad (3.12)$$

wobei l die Faserlänge und d den Faserdurchmesser bezeichnet, und

$$B = \frac{E_F - E_M}{E_F + A \cdot E_M}. \quad (3.13)$$

Es hat sich gezeigt, dass diese ursprünglichen Gleichungen für höhere Faseranteile keine exakte Beschreibung mehr erlauben [32]. Durch die Berücksichtigung des maximal möglichen Faseranteils ergibt sich deshalb die folgende, von Nielsen modifizierte Form der Halpin-Tsai-Gleichung [151]:

$$E_C = \frac{1 + A \cdot B \cdot \varphi}{1 - B \cdot C \cdot \varphi} \cdot E_M \quad (3.14)$$

mit

$$C = \frac{1 - \varphi_{\max}}{\varphi_{\max}^2} \cdot \varphi. \quad (3.15)$$

Der maximal mögliche Faseranteil φ_{\max} hängt von der Faserorientierungsverteilung sowie vom Aspektverhältnis der Fasern ab. Typische Werte für kurzfaserverstärkte Kunststoffe liegen im Bereich von 30 % bis 60 % [32], Canché-Escamilla et al. nennen als Grenzwerte 50 % für statistisch orientierte Fasern und 90 % für parallel orientierte Endlosfasern in hexagonal dichtester Packung [35].

Bild 3.5 zeigt exemplarisch die Anwendung der vorgestellten Modelle auf ein röstflachsfaserverstärktes Cellulosepropionat. Der Modellierung wird dabei ein im Zugversuch bestimmter Matrix-Elastizitätsmodul von 1.270 MPa, ein Faser-Elastizitätsmodul von 30 GPa, ein Faserdurchmesser von 30 μm sowie eine an Fasern aus dem Verbundwerkstoff bestimmte anzahlgewichtete mittlere Faserlänge von 250 μm zugrunde gelegt.

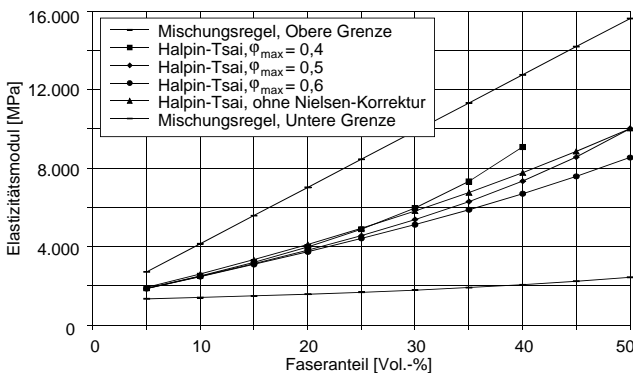


Bild 3.5: Vergleich der mit unterschiedlichen Modellansätzen berechneten Verbundsteifigkeiten, ausgeführt am Beispiel von CP / RFF

Dabei wird deutlich, dass die Verbundsteifigkeit anhand der Mischungsregeln nur sehr grob eingegrenzt werden kann. Die Modelle nach Halpin-Tsai schließen dagegen ein vergleichs-

weise schmales Band ein. Bis zu einem Faservolumenanteil von 20 % sind die Unterschiede kleiner als 10 %.

Insgesamt zeigt sich, dass die analytische Beschreibung der Steifigkeit naturfaserverstärkter Kunststoffe mit den modifizierten Halpin-Tsai-Gleichungen gelingt. Die in den Gleichungen verwendeten Bestimmungsparameter der Steifigkeit sind empirisch einfach ermittelbar. Für die mechanischen Kennwerte Festigkeit und Zähigkeit ist dies keineswegs der Fall. Deshalb wird hierfür ein später erläutertes, deskriptiver Ansatz gewählt.

4. Werkstoffentwicklung

4.1. Kriterien für die Komponenten- und Additivauswahl

Aus den Anforderungen an das Eigenschaftsprofil eines naturfaserverstärkten Verbundkunststoffs auf Basis nachwachsender Rohstoffe für den Einsatz im Automobilbereich werden im Folgenden Kriterien für die Komponenten- und Additivauswahl abgeleitet. Davon ausgehend werden potenzielle Rezepturbestandteile vorgestellt und diskutiert.

Die ökologischen Randbedingungen für die Werkstoffentwicklung lassen sich wie folgt umreißen:

- Die Faser- und Matrixmaterialien sollen möglichst nachwachsenden Rohstoffen entspringen,
- der Anteil nachwachsender Rohstoffe im Verbundkunststoff soll bei 70 % - 80 Masse-% liegen und
- das werkstoffliche Recycling des Verbundkunststoffs für ähnliche Einsatzzwecke soll möglich sein.

Für den Einsatz im Automobilbereich müssen die Verbundwerkstoffe die folgenden technischen Anforderungen erfüllen:

- Eine biologische Abbaubarkeit muss unterbunden werden,
- die Feuchtigkeitsaufnahme darf 3 Masse-% nicht übersteigen,
- die Temperaturformbeständigkeit muss bis 100 °C reichen,
- die Zugfestigkeit muss 50 MPa erreichen,
- der Zug-Elastizitätsmodul soll im Bereich von 5.000 MPa und
- die Schlagzähigkeit im Bereich von 20 kJ/m² liegen.

Darüber hinaus gelten bauteilspezifische Anforderungen, die sich am jeweiligen Einsatzfall orientieren:

Für Komponenten Anwendungen im Innenraum eines Fahrzeugs sind die Aspekte Sicherheit und Komfort maßgeblich. Hinsichtlich der Sicherheit ist wichtig, dass im Versagensfall des Bauteils, der durch äußere Einwirkung hervorgerufen wird, keine scharfkantigen Bruchstellen bzw. Splitter entstehen, aus denen ein Gefährdungspotential für die Fahrzeuginsassen resultiert. Dies gilt im besonderen Maße für Säulenverkleidungen, die sich im Kopfraum der Insassen befinden. Diesem Bedürfnis wird durch einen Kopfaufpralltest Rechnung getragen, der besonders hohe Anforderungen an die Beständigkeit eines Bauteils stellt. Für alle Bauteile im Fahrzeuginnenraum gilt die Anforderung, dass von ihnen keine Komfortbeeinträchtigung in Form von Gerüchen sowie von gasförmigen oder kondensierbaren Emissionen (Fogging) ausgehen darf. Weiterhin können an Innenraumbauteilen, die der direkten Sonneneinstrahlung ausgesetzt sind, so hohe Temperaturen auftreten, dass die Wärmeformbeständigkeit eines dafür verwendeten Werkstoffs an Grenzen stößt.

Die Anforderungen an Bauteile für Anwendungen im Exterieurbereich sind grundsätzlich anders geartet. Hier stehen stärker äußere Einflüsse in Form von hohen Temperaturen und Temperaturwechseln, Feuchtigkeit oder Chemikalien im Blickpunkt. Daraus ergeben sich spezifische Anforderungen an den Werkstoff. Insbesondere dürfen die mechanischen Kennwerte unter derartigen äußeren Einflüssen nicht oder nur unwesentlich abfallen. Die schädliche Wirkung von Feuchtigkeit und Chemikalien auf naturfaserverstärkte Kunststoffe kann durch eine Lackierung der Bauteile wesentlich reduziert werden. Dazu müssen die verwendeten Werkstoffe allerdings eine gute Lackierbarkeit aufweisen. Dies gilt in besonderem Maße für Anwendungen im Sichtbereich, die auch aus optischen Gründen in der Regel nicht unlackiert ausgeführt werden können. Für derartige Anwendungen ist weiterhin die Oberflächengüte ein Kriterium. Außenanwendungen im Sichtbereich erfordern eine sogenannte Class-A-Oberfläche, die keine sichtbaren Welligkeiten oder andere Strukturen aufweisen darf.

Neben den ökologischen und technischen Anforderungen gelten vordergründig auch ökonomische Rahmenbedingungen für den Verbundkunststoff. Hierzu zählen

- eine hinreichende und preisstabile Verfügbarkeit der Einzelkomponenten, insbesondere der Fasern sowie
- Granulatkosten, die Werte von 1,50 €/kg bis 2,- €/kg nicht übersteigen.

Für die in dieser Arbeit verwendeten Komponenten zur Generierung von naturfaserverstärkten Verbundkunststoffen wird anhand der vorstehend beschriebenen Anforderungen eine Reihe wichtiger Kriterien abgeleitet, die sich wie folgt darstellt:

Als Matrixmaterialien kommen aufgrund der Forderung, ein werkstoffliches Recycling durch Wiederaufschmelzen und Wiederverarbeitung zu ermöglichen, nur thermoplastische Kunststoffe in Betracht. Der Verarbeitungstemperaturbereich wiederum muss an die thermische Schädigungsgrenze der Naturfasern angepasst sein. Die Verarbeitungstemperatur darf daher maximal 230 °C betragen, einhergehend mit einer niedrigen Schmelzeviskosität. Ebenfalls aus ökologischen Gründen sollen die Kunststoffe zumindest partiell auf Basis nachwachsender Rohstoffe herstellbar sein, dürfen aber gleichzeitig nicht biologisch abbaubar sein.

Die Kriterien für die Auswahl der Naturfasern sind im Wesentlichen nichttechnischer Art: Bevorzugt werden Fasern aus regionalem Anbau, die mit der erforderlichen Liefersicherheit zur Verfügung stehen. Die Lieferform der Fasern wird in erster Linie durch die mit ihrer Aufbereitung verbundenen Kosten bestimmt. Eines der Ziele der Arbeit ist, Kurzfasern, die nicht zu Bändern, Vliesen oder gezwirnten Garnen aufbereitet werden können, einer technischen Nutzung zuzuführen. Daher werden derartige textile Zwischenprodukte nicht untersucht bzw. vor ihrer Verwendung mit einer Schneidmühle eingekürzt.

Additive werden in dieser Arbeit nur dann verwendet, wenn ihr Einsatz in Form von Haftvermittlern eine Intensivierung der Faser-Matrix-Wechselwirkungen verspricht. Dies ist insbesondere dann der Fall, wenn der unpolare Kunststoff Polypropylen als Matrix für die polaren Naturfasern verwendet werden soll.

4.2. Ausgangswerkstoffe

Die Eigenschaftsprofile naturfaserverstärkter Verbundkunststoffe auf Basis nachwachsender Rohstoffe und die Kriterien für die Komponenten- und Additivauswahl berücksichtigend werden im Folgenden Rezepturbestandteile selektiert und vorgestellt.

4.2.1. Matrixkunststoffe

Unter Beachtung der vorstehend erwähnten Kriterien werden in dieser Arbeit Polypropylen, Cellulosepropionat und Polyamid 11 als potenzielle Matrixmaterialien für naturfaserverstärkte Kunststoffe untersucht.

Polypropylen ist ein in der Automobilindustrie weitverbreiteter, teilkristalliner thermoplastischer Kunststoff. Aufgrund seiner niedrigen Verarbeitungstemperatur eignet er sich in hervorragender Weise zur Herstellung naturfaserverstärkter Kunststoffe. Er ist nicht biologisch abbaubar, allerdings auch nicht auf Basis nachwachsender Rohstoffe hergestellt. In die Betrachtung findet er dennoch Eingang, weil er gegenüber anderen potenziellen Matrixpolymeren natürlichen Ursprungs sehr preiswert ist.

Untersucht werden vier verschiedene Polypropylentypen. Neben zwei herkömmlichen Homopolymeren wird ein Block-Copolymer betrachtet, das Vorteile im Hinblick auf die Schlagzähigkeit des Produkts verspricht. Weiterhin wird ein metallocen-katalysiertes Homopolymer untersucht. Dessen enge Molmassenverteilung ermöglicht potenziell niedrigere Verarbeitungstemperaturen mit einer damit möglicherweise einhergehenden geringeren Faserschädigung. Die wichtigsten physikalischen Kennwerte der vier verwendeten Polypropylentypen sind im Anhang zusammengefasst.

Bei der zweiten untersuchten Matrixwerkstoffgruppe handelt es sich um Celluloseester. Diese Werkstoffe sind amorphe thermoplastische Kunststoffe, deren Eigenschaften durch die Art der Substituenten und verwendeten Weichmachersysteme geprägt sind. Ohne die Zugabe von Weichmachern sind Celluloseester nicht verarbeitbar, da ihr Schmelzpunkt oberhalb der Zersetzungstemperatur liegt. Abhilfe bieten monomere Weichmachersysteme, die den Anteil kristalliner Bereiche verringern und sowohl die Kristallitschmelz- als auch die Glasübergangstemperatur drastisch senken. Als Weichmacher kommen Phthalsäureester, Arylphosphate und Ester von aromatischen und aliphatischen Dicarbonsäuren in Frage [21], die allerdings synthetischen Ursprungs sind. Der Anteil nachwachsender Rohstoffe nimmt also mit zunehmendem Weichmachergehalt weiter ab [195]. In der Praxis werden in das Celluloseacetat bis zu 40 Masse-% Weichmacher eingearbeitet, für Cellulosepropionat und -acetobutyrat liegt der Weichmacheranteil üblicherweise zwischen 9 Masse-% und 20 Masse-%. Die mechanischen Eigenschaften der Celluloseester werden ebenfalls in hohem Maße durch den Weichmachergehalt beeinflusst, wie die nachfolgende Darstellung am Beispiel der Kerbschlagzähigkeit und der Streckspannung von Cellulosepropionat zeigt (Bild 4.1).

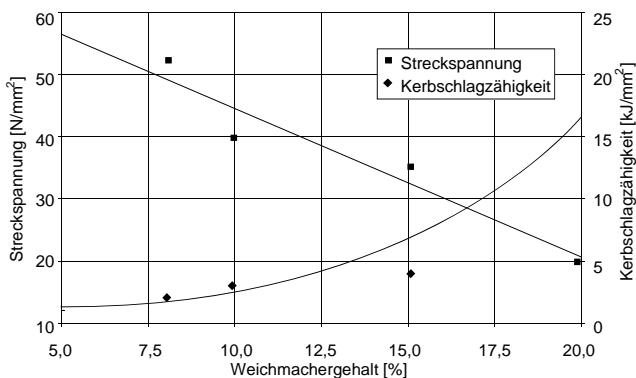


Bild 4.1: Mechanische Eigenschaften von Cellulosepropionat in Abhängigkeit vom Weichmachergehalt

Celluloseester zeichnen sich durch folgende interessante Eigenschaften aus:

- Hohe Festigkeit und Schlagzähigkeit,
- Hoher Oberflächenglanz, gute Griffigkeit, angenehme Haptik,
- Geringe Kratzempfindlichkeit aufgrund hoher Oberflächenelastizität, Selbstpoliereffekt,
- Hohe Transparenz,
- Geringe elektrostatische Aufladbarkeit, staubfreie Oberfläche,
- Hohes akustisches Dämpfungsvermögen,
- Hohe Fließfähigkeit und
- Keine Spannungsrissbildung.

Nachteilig bei diesen Werkstoffen sind die Wasseraufnahme und die Weichmachermigration.

Celluloseester spielen in der Automobilindustrie derzeit keine Rolle. Früher wurden aus den transparenten, kratzfesten und polierbaren Kunststoffen Zierleisten hergestellt. Heutige Einsatzgebiete sind beispielsweise Werkzeuggriffe, Brillengestelle, Schreibgeräte oder Kosmetikartikel. Die Verarbeitungstemperatur von Celluloseestern eignet sich für die gemeinsame Formgebung mit Naturfasern. Als Nachteil erweist sich ihr relativ hoher Preis.

Für die vorliegende Arbeit wird aus der Gruppe der Celluloseester das Cellulosepropionat ausgewählt. Es besitzt im Vergleich zu Celluloseacetat eine niedrigere Dichte, höhere Festigkeitswerte, eine größere Zähigkeit und Kratzfestigkeit, eine höhere Wärmeformbeständigkeit sowie eine geringere Wasseraufnahme.

Der Anteil nachwachsender Rohstoffe in den verwendeten Cellulosepropionaten beträgt je nach Weichmacheranteil ca. 45 - 50 Masse-%. Weitere physikalische Eigenschaften für die drei in dieser Arbeit verwendeten Cellulosepropionattypen, die sich im Weichmachertyp und -gehalt unterscheiden, sind im Anhang aufgelistet.

Der dritte untersuchte Matrixwerkstofftyp entstammt der Gruppe der Polyamide. Teilkristalline thermoplastische Polyamide wie Polyamid 6 oder Polyamid 66 sind in der Automobilindustrie gängige Werkstoffe. Sie werden für Bauteile, an die erhöhte mechanische oder thermische Anforderungen gestellt werden, eingesetzt, z. B. für Griffe oder für Komponenten im Motorraum. Polyamide entstehen entweder durch ringöffnende Polymerisation von Lactamen, durch Polykondensation von Diaminen mit Dicarbonsäuren oder durch Polykondensation von Aminosäuren. Einige dieser Ausgangskomponenten können auf Basis nachwachsender Rohstoffe hergestellt werden, so beispielsweise die ω -Aminoundecansäure oder die Sebacinsäure aus Rizinusöl. Die ω -Aminoundecansäure ist Basis für die Polykondensation von Polyamid 11, das im Folgenden auf seine Eignung als Matrixwerkstoff für Naturfaserverbundkunststoffe untersucht wird. Polyamid 11 besteht zu weit mehr als 90 Masse-% aus nachwachsenden Rohstoffen, ist aber nicht biologisch abbaubar. Mit einer Schmelztemperatur von 190 °C ist es für die Verarbeitung mit Naturfasern geeignet. Nachteilig ist sein hoher Preis. Im Anhang sind die Eigenschaften des untersuchten Polyamid 11 tabellarisch gezeigt.

Ein ebenfalls in die Überlegungen einbezogenes Polyamid 610, hergestellt aus Hexamethyldiamin und Sebacinsäure als Komponente auf Basis nachwachsender Rohstoffe, lässt aufgrund seiner mechanischen Eigenschaften und seiner polaren Struktur naturfaserverstärkte Verbundkunststoffe mit einem günstigen Eigenschaftsprofil erwarten. Erste Versuche zeigten aber bereits, dass die Verarbeitungstemperatur der angestrebten Composites zu hoch liegt und zu einer inakzeptablen Schädigung der Naturfasern führt.

4.2.2. Naturfasern

Vor der Beschreibung der verwendeten Naturfasertypen soll zunächst am Beispiel Flachs kurz auf die Gewinnung von Naturfasern aus den jeweiligen Faserpflanzen eingegangen werden. Die geerntete Faserpflanze besteht nicht nur aus als Fasern nutzbaren Bestandteilen. Diese machen, wie die folgende Tabelle 4.1 zeigt, lediglich einen Masseanteil von ca. 9 % aus:

Tab. 4.1: Bestandteile der Flachspflanze

Bestandteil	Anteil [Masse-%]
Langfasern	9
Werg	7
Samen	11
Schäben	45
Wachs	1
Abfall	27

Zur Fasergewinnung müssen die übrigen Pflanzenbestandteile von den Fasern getrennt werden. Insbesondere müssen die einzelnen Faserbündel aus dem mit Bindemitteln gefügten Verbund herausgelöst werden. Traditionellerweise geschieht dies nach dem Raufen der Pflanze durch die sogenannte Röste, eine drei- bis achtwöchige (in der Regel je nach Witterung ca. 30 Tage) Feldlagerung. In dieser Zeit werden die Bindemittel zwischen den Fasern durch Mikroorganismen biologisch abgebaut. Witterungsabhängig entsteht dabei ein Risiko der Faserschädigung durch die Mikroorganismen oder gar eines kompletten Ernteausfalls. Nach der Röste werden die Fasern auf mechanischem Wege mittels einer Schwinde von Begleitsubstanzen, Holzanteilen und Schäben befreit. Der gewonnene sogenannte Röstflachs lässt sich mit Techniken der Textilindustrie vielfältig weiterverarbeiten. Die Zusammensetzung technischer Röstflachsfasern geht aus der folgenden Tabelle 4.2 hervor.

Tab. 4.2: Zusammensetzung technischer Röstflachsfasern [115], [88], [27]

Bestandteil	Anteil [Masse-%]
Cellulose	64 - 72
Hemicellulose	16 - 18,5
Wasser	8 - 10
Pektin	1,8 - 3
Eiweiß	3
Lignin	2 - 2,5
Fette und Wachse	1,5
Mineralien	1

Aufgrund der Kosten und Risiken der Feldröste wird seit einigen Jahren die Grünflachsaufbereitung als alternatives Verfahren zur Fasergewinnung untersucht. Nach üblicherweise drei Tagen der Anröste auf dem Feld werden die Fasern gleich mit mechanischen Verfahren aus dem Stängel extrahiert. Üblicherweise geschieht die Grobentholzung auf dem Feld, die Feinentholzung beim Faserlieferanten [50]. Da die Stängel zum Zeitpunkt der mechanischen Bearbeitung weniger weit aufgeschlossen sind, entstehen gröbere Fasern. Diese besitzen aber aufgrund der fehlenden Schädigung durch Mikroorganismen bei der Röste bessere mechanische Eigenschaften als der Röstflachs. Weiterhin ist die Witterungsabhängigkeit der Fasergewinnung bei der Grünflachsaufbereitung reduziert, geringere Qualitätsschwankungen sind die Folge [49], [162].

Die durch das Aufbereitungsverfahren hervorgerufenen Unterschiede in der Faserstruktur von Röst- und Grünflachs lassen sich anhand rasterelektronenmikroskopischer (REM) Aufnahmen zeigen (Bild 4.2).

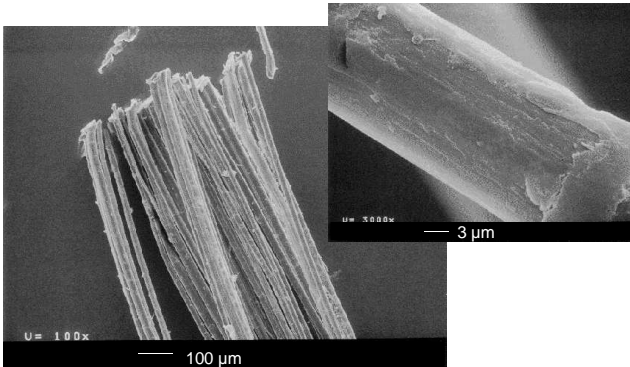


Bild 4.2: REM-Aufnahmen von Röstflachsfasern

Beim Röstflachs bilden die Einzelfasern nur noch einen sehr gelockerten, losen Verbund. Das Bindemittel ist durch den biologischen Abbau so weit verschwunden, dass einzelne Fasern aus dem Verbund herausgelöst werden. Diese besitzen einen Durchmesser von ca. 20 µm. Die Oberfläche ist glatt und nahezu belagfrei, allerdings sind einige Schädigungen erkennbar.

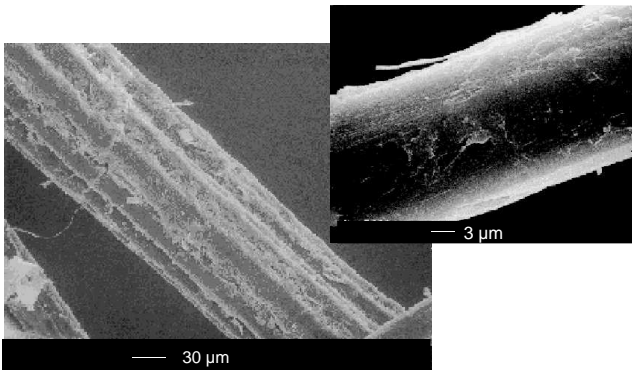


Bild 4.3: REM-Aufnahmen von Grünflachsfasern

Beim Grünflachs liegen die Fasern in Form kompakter Faserbündel vor, die im gezeigten Beispiel einen Durchmesser von ca. 120 µm aufweisen. Die Einzelfasern, die ebenfalls einen Durchmesser von ca. 20 µm aufweisen, werden durch das Bindemittel zusammengehalten. Kinken und einzelne Schädigungen an der Faseroberfläche sind gut erkennbar, die Anzahl der Schädigungen ist aber geringer als beim Röstflachs. Ansonsten ist die Faseroberfläche glatt und mit einem leichten Belag behaftet.

Der Stängel Aufbau von Hanf und Jute ist dem Flachs sehr ähnlich, und auch die Hanf- und Jutfaseraufbereitung unterscheidet sich von der Flachsfaserpräparation nicht wesentlich [74]. Hanffaserpflanzen werden bei der Ernte nicht gerauft, sondern geschnitten. Wegen der höheren Flächenerträge und der Verfügbarkeit THC-freier Sorten ist der Hanfanbau für die Produktion von Naturfasern in Europa in den letzten Jahren wieder zunehmend interessant geworden.

Für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Studien werden vier unterschiedliche Typen von Naturfasern verwendet. Es handelt sich um verschiedene Grün- und Röstflachsfasern, Grünhanffasern sowie Jutfasern. Die einzelnen Typen und ihre Aufbereitungsfolge sind im Anhang tabellarisch zusammengefasst. Andere Fasertypen wie beispielsweise Sisal, Curaua, Ramie oder Kenaf, die teils schon Verwendung als Verstärkungsfasern in technischen Bauteilen gefunden haben, werden im Rahmen dieser Arbeit nicht betrachtet.

Alle verwendeten Naturfasern werden mit einer Schneidmühle vom Typ Alpine PS 4-5 F S3GS3 auf eine einheitliche Faserlänge geschnitten, um den Einfluss der Ausgangsfaserlänge auf die Verarbeitbarkeit zu Fasergranulaten, insbesondere im Hinblick auf die Faserdosierung, auszuschließen. Die Ausgangsfaserlänge hat keinen Einfluss auf die Faserlänge nach der Verarbeitung und damit auf die Materialeigenschaften [202], sofern sie oberhalb einer bestimmten, durch den späteren Verarbeitungsprozess gegebenen Grenze bleibt. Wie weiter unten gezeigt wird, ist diese Voraussetzung gegeben. Die Auswahl der Faserlänge bei der Aufbereitung in der Schneidmühle kann sich daher an einer optimalen Dosier- und Verarbeitbarkeit orientieren.

Wie vorstehend gezeigt wurde, enthalten Naturfasern unter Umgebungsbedingungen ca. 8 % Wasser. Da dieses Wasser die Produkteigenschaften bei Aufbereitung und Formgebung ganz erheblich beeinträchtigt, werden die Fasern vor dem Compoundierschritt über 24 h bei 80 °C im Umluftofen getrocknet.

Die mechanischen Eigenschaften von Naturfasern werden in dieser Arbeit nicht gesondert untersucht. Hierzu findet sich eine Vielzahl von Angaben in der Literatur. Die Faserfestigkeiten werden beispielsweise bei [50] mit 195 MPa für Röstflachs und 337 MPa für Grünflachs angegeben, mit 200 MPa - 550 MPa für Grünflachs bei [106], mit 400 MPa - 1.100 MPa für Flachs bei [8] und mit 450 MPa - 800 MPa bei [74], wobei nach der Aufbereitungsart nicht unterschieden wird. Angaben für Hanffasern liegen bei 195 MPa für Rösthanf und 173 MPa für Grünhanf [50] oder bei 500 MPa - 1.000 MPa bei [74], wieder ohne Unterscheidung der Aufbereitungsart. Die Festigkeit von Jutfasern nennt die gleiche Quelle mit 430 MPa - 500 MPa, [88] ermittelt 320 MPa.

Für die Steifigkeiten von Flachsfasern finden sich beispielsweise bei [8] Angaben von 30 GPa - 100 GPa, wobei der erstgenannte Wert für die theoretischen Betrachtungen in dieser Arbeit verwendet wird. Für Flachs nennt [74] 8 GPa - 10 GPa, für Jute 5 GPa. In [88] wird für Jutfasern eine Steifigkeit von 27 GPa angegeben.

Bruchdehnungen von Naturfasern werden bei [50] unabhängig vom Fasertyp mit ca. 1,25 % angegeben, andere Quellen nennen Werte von 0,2 % - 6 % [74].

Der Grund für diese erheblich schwankenden Angaben liegt in der Unterschiedlichkeit der Rahmenbedingungen, unter denen die Fasern angebaut und aufbereitet werden, sowie insbesondere in den uneinheitlichen Messmethoden. Die naturgegebenen Abhängigkeiten der mechanischen Kennwerte von Naturfasern werden am Beispiel Grünflachs für die Umweltbedingungen Standort und Jahrgang ausführlich bei [106] diskutiert. Ein Grund für den nennenswerten Einfluss der Messmethode auf das Messergebnis liegt in der Abhängigkeit der mechanischen Eigenschaften von der Fasereinspannlänge bei der Messung. Bild 4.4 zeigt diesen Zusammenhang beim Zugversuch mit verschiedenen Naturfaserproben.

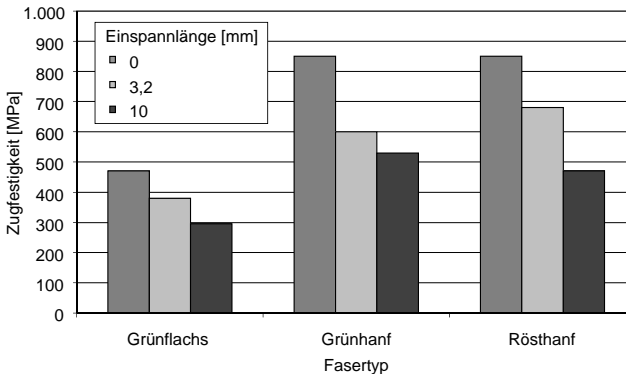


Bild 4.4: Festigkeit von Naturfasern in Abhängigkeit von der Einspannlänge (nach Knothe [106])

Da im Hinblick auf die Versuche zur Aufbereitung von Granulaten aus naturfaserverstärkten Kunststoffen und der Formgebung dieser Granulate zu Bauteilen für die Automobilindustrie die thermische Beständigkeit der Naturfasern von erheblichem Interesse ist, werden eigene Messungen mittels TGA durchgeführt. Ergebnisse sind beispielhaft für Röst- und Grünflachs in Bild 4.5 veranschaulicht.

Ein wesentlicher Unterschied der Fasertypen in Bezug auf ihre maximale Verarbeitungstemperatur ist nicht ersichtlich. Aus den Messungen lässt sich eine Obergrenze der Verarbeitungstemperatur von 230 °C ableiten, ein Wert, der auch in der Literatur seine Bestätigung findet.

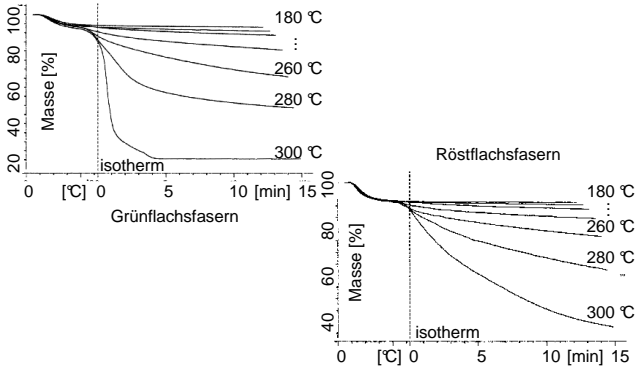


Bild 4.5: Thermische Beständigkeit von Naturfasern, TGA, Heizrate 50 K/min, anschließend 15 min isotherm bei $T = 180 - 300\text{ °C}$

4.2.3. Haftvermittler und Additive

Bei der Verwendung von Polypropylen als Matrixmaterial für naturfaserverstärkte Verbundwerkstoffe hat sich gezeigt, dass ohne die Verwendung eines Haftvermittlers zwischen den polaren Naturfasern und dem unpolaren Polypropylen keine wesentliche Verstärkungswirkung durch die Naturfasern erzielt werden kann [89]. Aufbauend auf früheren Untersuchungen wird für die Intensivierung der Faser-Matrix-Wechselwirkungen ein maleinsäureanhydridgepfropftes Polypropylen-Copolymer verwendet. Dieses ist unter der Bezeichnung Hostaprima HC5 in Pulverform kommerziell erhältlich.

Alternativ wird auch ein Styrol-Ethylen-Butylen Block-Copolymer mit der Bezeichnung Kraton G eingesetzt. Der Anteil elastischer Bestandteile soll ergänzend eine Verbesserung der Schlagzähigkeit erbringen [153].

Weitere in der Literatur erwähnte Haftvermittler für Polypropylen-Naturfaser-Rezepturen auf Basis maleinsäureanhydridgepfropfter Polymere (Hostaprima WK 127, Exxelor PO 1015, Epolene G, Fusabond D108, Polybond 3002) werden in der vorliegenden Abhandlung nicht betrachtet.

Sofern ein Haftvermittler Bestandteil der Verbundwerkstoffrezeptur ist, wird immer sein Masseanteil auf den Faseranteil bezogen angegeben ($\psi_{H,F}$).

4.3. Naturfaserverstärktes Polypropylen

Polypropylen ist als Matrixwerkstoff für naturfaserverstärkte Verbundkunststoffe am interessantesten [12]. Er ist deshalb Gegenstand intensiver Untersuchungen. Weil das aliphatische

Polypropylen keine befriedigende Kompatibilität zu polaren Naturfasern aufweist, wird bei derartigen Untersuchungen besonderes Augenmerk auf die Faser-Matrix-Wechselwirkung und deren Intensivierung gerichtet. Hierzu werden der Verbundkunststoffrezeptur Haftvermittler als Additive zugesetzt. Bewährt haben sich einerseits Organosilane und andererseits maleinsäureanhydridgepfropfte Polyolefine oder Styrolcopolymerer [135], [153]. Diese funktionalisierten Polymere werden im Rahmen dieser Arbeit ausschließlich eingesetzt. Sie werden dabei nicht in einem Vorbehandlungsschritt direkt auf die Faser appliziert, sondern mit dem Polypropylen in einem Taumelmischer oder unter Verwendung zweier gravimetrischer Dosiersysteme gemischt. Im Zuge der nachstehend beschriebenen Rezepturentwicklung naturfaserverstärkter Verbundkunststoffe werden Probekörper hergestellt und untersucht, die unter Rückgriff auf das in Kapitel 5 beschriebene Aufbereitungsverfahren mittels Spritzgießens erzeugt werden. Die für die Werkstoffentwicklung ausgewählten und konstant gehaltenen Aufbereitungs- und Verarbeitungsparameter finden sich im Anhang.

4.3.1. Einfluss von Faser- und Haftvermittleranteil

Ein wesentlicher Parameter für die Einstellung der Verbundkunststoffeigenschaften ist der Fasergehalt. Ausgehend von den Eigenschaften glasfaserverstärkten Polypropylens ist auch bei den naturfaserverstärkten Polypropylenen eine deutliche Zunahme von Festigkeit und Steifigkeit sowie eine Reduktion der Schlagzähigkeit zu erwarten. Wie das folgende Bild 4.6 am Beispiel von grünflachfaserverstärktem Polypropylen-Homopolymer PP-H 0180 zeigt, können diese Abhängigkeiten auch für naturfaserverstärkte Kunststoffe und die gegebene Prozesskette bestätigt werden.

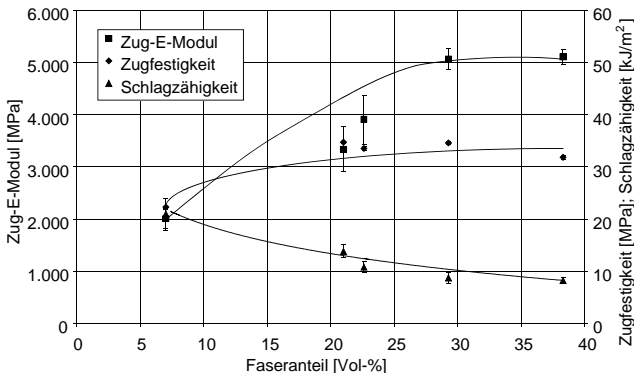


Bild 4.6: Mechanische Eigenschaften von PP-H 0180 / GFF ohne Haftvermittler

Deutlich wird, dass durch die Verstärkung mit Naturfasern die Zugfestigkeit des Verbundkunststoffes nicht über das Niveau des reinen Matrixpolymers (34 MPa) hinaus gesteigert werden kann. Lediglich der Elastizitätsmodul wird höher, allerdings auch nur bis zu einem Faseranteil von ca. $\phi = 30\%$. Über diesen Faseranteil hinaus bleibt die Steifigkeit des Ver-

bundwerkstoffs nahezu unverändert. Ferner zeigt sich, dass die Naturfasern für eine erhebliche Versprödung des Materials sorgen, welche deutlich stärker ausgeprägt ist als bei glasfaserverstärktem Polypropylen.

Dieses Composite-Verhalten kann bereits durch die Zugabe einer geringen Menge eines Haftvermittlers signifikant verändert werden, wie aus Bild 4.7 hervorgeht.

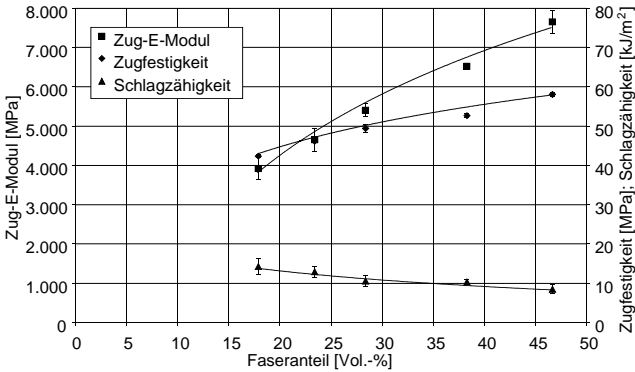


Bild 4.7: Mechanische Eigenschaften von PP-H 0180 / GFF / HC5 $\psi_{H,F} = 1,5 \%$

Der Zug-E-Modul und insbesondere die Zugfestigkeit können im Vergleich zu der haftvermittlerfreien Rezeptur deutlich gesteigert werden, wobei das Niveau der Schlagzähigkeit nahezu unverändert bleibt. Dieses Verhalten stimmt in der Tendenz mit den in der Literatur gefundenen Angaben überein.

In der Tabelle 4.3 werden die bei diesen Studien ermittelten Zug-E-Modul-Werte mit den mit Hilfe der Halpin-Tsai-Gleichungen berechneten Werten verglichen. Das Faseraspektverhältnis wird dabei mit $l/d = 8,33$ in Rechnung gesetzt.

Tab. 4.3: Zug-E-Modul von PP-H 0180 / GFF / HC5 $\psi_{H,F} = 1,5 \%$, Vergleich gemessener und berechneter Werte (in MPa)

Faservolumenanteil	$\phi = 18 \%$	$\phi = 23 \%$	$\phi = 28 \%$	$\phi = 38 \%$	$\phi = 47 \%$
Gemessen	3.921 ± 272	4.652 ± 299	5.403 ± 167	6.523 ± 77	7.652 ± 299
HT, unkorrigiert	4.137	5.076	5.984	7.956	9.837
HT, $\phi_{max} = 40 \%$	4.000	4.991	6.054	8.938	-
HT, $\phi_{max} = 50 \%$	3.878	4.724	5.563	7.513	9.628
HT, $\phi_{max} = 60 \%$	3.819	4.599	5.343	6.950	8.507

Offensichtlich kann für niedrige Faseranteile bis ca. $\varphi = 30\%$ eine gute Übereinstimmung erzielt werden. Darüber hinaus können die theoretisch ermittelten Steifigkeiten in der Praxis nicht realisiert werden. Insgesamt ist die Übereinstimmung der Halpin-Tsai-Gleichungen bei hohen angenommenen maximalen Faseranteilen φ_{\max} besser als bei niedrigen. Dies legt nahe, dass der mögliche maximale Fasergehalt eher bei 60 Vol.-% als bei 40 Vol.-% liegt. Diese Tendenz kann durch Verarbeitungsversuche mit Verbundwerkstoffen, welche solch hohen Faseranteile enthalten, bestätigt werden.

Die Frage nach dem notwendigen und sinnvollen Haftvermittlergehalt lässt sich anhand von Bild 4.8 für grünflachfaserverstärktes Polypropylen-Homopolymer, $\varphi = 23\%$ und Hostaprime HC5 als Haftvermittler beantworten.

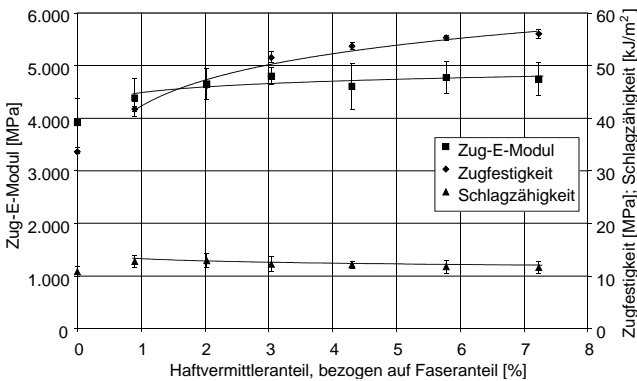


Bild 4.8: Mechanische Eigenschaften von PP-H 0180 / GFF $\varphi = 23\%$

Es zeigt sich, dass die Schlagzähigkeit nahezu unabhängig vom Haftvermittlergehalt ist. Ein schwacher Einfluss auf den Elastizitätsmodul lässt sich bis zu einem Haftvermittleranteil von $\psi_{H,F} = 3\%$ ausmachen, eine Steigerung über diesen Wert hinaus bringt für die gewählte Rezeptur keine weitere Verbesserung der Steifigkeit. Die Zugfestigkeit steigt kontinuierlich mit dem Haftvermittlergehalt, allerdings sind Anteile über $\psi_{H,F} = 5$ bis 6% aufgrund der dann nur noch unwesentlichen Verbesserungen weder sinnvoll noch wirtschaftlich.

Diese Beobachtungen über die Abhängigkeit der mechanischen Eigenschaften vom Haftvermittlergehalt stimmen mit Angaben aus der Literatur überein (vgl. Rana et al. [175]).

Offen bleibt bei einer Untersuchung unter Variation nur jeweils eines Parameters jedoch die Frage, inwiefern sich die gefundenen Zusammenhänge für Faser- und Haftvermittlergehalt auf Rezepturen mit anderen als den gewählten, konstant gehaltenen Parametern übertragen lassen. Da sich in den durchgeführten Studien gezeigt hat, dass sich die komplexen Zusammenhänge zwischen Faserverstärkung und Haftvermittlerzugabe nicht vollständig durch die Variation jeweils nur eines Parameters darstellen lassen, wird im Weiteren eine alternative Art der Beschreibung gewählt.

4.3.2. Beschreibung des Werkstoffsystems durch multiple Regression

Aufgrund der eingangs dargestellten Schwierigkeiten bei der analytischen Beschreibung insbesondere der Zugfestigkeit, von naturfaserverstärkten Thermoplasten und des wechselseitigen Einflusses von Faseranteil und Haftvermittlergehalt schlagen Kokta et al. [113] einen deskriptiven Ansatz vor: Für die Zugfestigkeit, den Zug-E-Modul und die Bruchenergie wird auf Basis experimentell ermittelter Daten mittels multipler Regression der Einfluss von Füllstoff- und Haftvermittleranteil approximativ beschrieben. Im Folgenden soll die Anwendbarkeit dieses Ansatzes für naturfaserverstärkte Thermoplaste am Beispiel der Zugfestigkeit von grünflachfaserverstärktem Polypropylen-Homopolymer, gekoppelt mit maleinsäureanhydridgepropftem Polypropylen, überprüft werden.

Dazu werden 15 unterschiedliche Rezepturen aufbereitet, im Spritzgießverfahren verarbeitet sowie mittels Zug- und Schlagbiegeversuch charakterisiert. Es werden je 10 Proben geprüft, um die Ergebnisse statistisch abzusichern. Die Zugfestigkeiten sind in Bild 4.9 dargestellt.

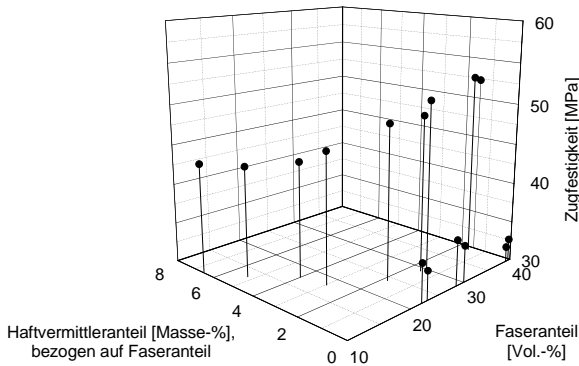


Bild 4.9: Experimentelle Basis für die Beschreibung mittels multipler Regression, PP-H 0180 / GFF / HC5

Aufbauend auf den Versuchsergebnissen wird für die Regression folgender Ansatz gewählt:

$$\sigma_z = A_{z,1} \cdot \varphi + B_{z,1} \cdot \psi_{H,F} + C_{z,1} \cdot \varphi^2 + D_{z,1} \cdot \psi_{H,F}^2 + E_{z,1} \cdot \varphi \cdot \psi_{H,F} + F_{z,1} \quad (4.1)$$

Dabei sind die freien Variablen $A_{z,1}$ - $E_{z,1}$ Koeffizienten der Parameter φ und $\psi_{H,F}$, $F_{z,1}$ ist eine freie Konstante. Sie werden bei der Regression mit der Methode der kleinsten Fehlerquadrate ermittelt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4.4 zusammengestellt.

Tab. 4.4: Koeffizienten der Regressionsgleichung (4.1)

	Regressions-	Vertrauens-
	koeffizienten	
	[MPa]	
$A_{Z,1}(\varphi)$	1,2309	0,06
$B_{Z,1}(\psi_{H,F})$	2,2531	0,47
$C_{Z,1}(\varphi^2)$	-0,0218	0,05
$D_{Z,1}(\psi_{H,F}^2)$	-1,2199	0,16
$E_{Z,1}(\varphi \cdot \psi_{H,F})$	0,3274	0,00
$F_{Z,1}$	17,6778	0,07

Eine Analyse der Ergebnisse zeigt, dass die Gleichung eine statistisch signifikante Korrelation der Parameter in einem Vertrauensbereich von > 99 % beschreibt und die durch die Versuchsergebnisse gegebene Variabilität der Zugfestigkeit hervorragend wiedergibt. Der mittlere absolute Fehler beim Vergleich gemessener und berechneter Werte beträgt 0,45 MPa. Alle berechneten Werte liegen innerhalb der Standardabweichung der für die Regression verwendeten gemessenen Werte.

Die weitere Analyse der gefundenen Gleichung zeigt, dass die Terme $B_{Z,1} \cdot \psi_{H,F}$ und $D_{Z,1} \cdot \psi_{H,F}^2$ das Ergebnis nur geringfügig beeinflussen. Damit kann die Gleichung erforderlichenfalls weiter vereinfacht werden, ohne wesentlich an Genauigkeit zu verlieren.

Allerdings zeigt sich auch, dass die Gleichung an den Grenzen des Approximationsraums nur schlecht mit der Praxiserfahrung übereinstimmt. So wird beispielsweise für die Zugfestigkeit bei einem Faseranteil von $\varphi = 40\%$ und einem Haftvermittleranteil von $\psi_{H,F} = 3\%$ ein Wert von 67 MPa errechnet. Eine so hohe Zugfestigkeit kann in der Praxis auf Basis der gegebenen Prozesskette mit keiner Rezeptur aus den beschriebenen Komponenten erzielt werden.

Daher wird der Ansatz für die Regressionsgleichung (4.1) modifiziert, indem nicht der unveränderte Haftvermittleranteil, sondern sein natürlicher Logarithmus Eingang in die Gleichung findet:

$$\sigma_Z = A_{Z,2} \cdot \varphi + B_{Z,2} \cdot \ln(\psi_{H,F} + 1) + C_{Z,2} \cdot \varphi^2 + D_{Z,2} \cdot \ln^2(\psi_{H,F} + 1) + E_{Z,2} \cdot \varphi \cdot \ln(\psi_{H,F} + 1) + F_{Z,2} \quad (4.2)$$

Wieder werden die Regressionskoeffizienten mit der Methode der kleinsten Fehlerquadrate berechnet. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4.5 zusammengestellt.

Tab. 4.5: Koeffizienten der Regressionsgleichung (4.2)

	Regressions-	Vertrauens-
	koeffizienten	
	[MPa]	
$A_{Z,2} (\varphi)$	1,1781	0,08
$B_{Z,2} (\ln(\psi_{H,F}+1))$	3,6856	0,64
$C_{Z,2} (\varphi^2)$	-0,0210	0,06
$D_{Z,2} (\ln^2(\psi_{H,F}+1))$	-2,3724	0,64
$E_{Z,2} (\varphi \cdot \ln(\psi_{H,F}+1))$	0,5156	0,00
$F_{Z,2}$	18,4654	0,07

Auch durch diese Gleichung wird eine statistisch signifikante Korrelation der Parameter in einem Vertrauensbereich von > 99 % beschrieben. Die Variabilität der Zugfestigkeit wird durch die modifizierte Gleichung zu 99,58 % erklärt. Der mittlere absolute Fehler beim Vergleich gemessener und berechneter Werte beträgt 0,47 MPa.

Die vergleichende Analyse beider Ansätze zeigt also eine nahezu übereinstimmende Qualität bei der Beschreibung der vorliegenden Messdaten. Allerdings stimmt der Ansatz (4.2) an den Grenzen des Approximationsraums sehr viel besser mit den Praxiserfahrungen überein, wie das folgende Bild 4.10 veranschaulicht.

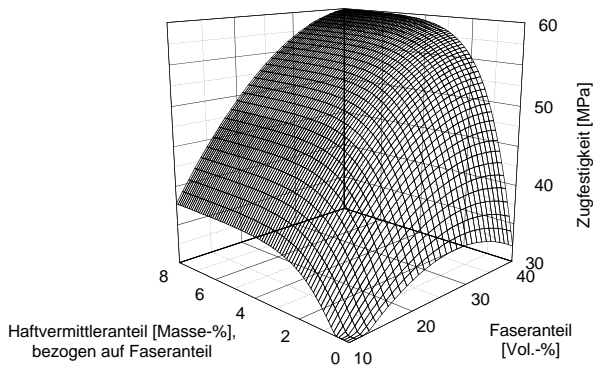


Bild 4.10: Modifizierter Ansatz für die Zugfestigkeit, PP-H 0180 / GFF / HC5

Auch hier zeigt die weitere Analyse der modifizierten Gleichung wieder, dass die Terme, die ausschließlich den Haftvermittleranteil beinhalten, einen nur geringen Einfluss auf das Ergebnis haben.

Deshalb werden abschließend die folgenden vereinfachten Regressionsgleichungen weiter untersucht:

$$\sigma_Z = A_{Z,3} \cdot \varphi + C_{Z,3} \cdot \varphi^2 + D_{Z,3} \cdot \ln^2(\psi_{H,F} + 1) + E_{Z,3} \cdot \varphi \cdot \ln(\psi_{H,F} + 1) + F_{Z,3}, \quad (4.3)$$

$$\sigma_Z = A_{Z,4} \cdot \varphi + B_{Z,4} \cdot \ln(\psi_{H,F} + 1) + C_{Z,4} \cdot \varphi^2 + E_{Z,4} \cdot \varphi \cdot \ln(\psi_{H,F} + 1) + F_{Z,4} \quad (4.4)$$

und

$$\sigma_Z = A_{Z,5} \cdot \varphi + C_{Z,5} \cdot \varphi^2 + E_{Z,5} \cdot \varphi \cdot \ln(\psi_{H,F} + 1) + F_{Z,5}. \quad (4.5)$$

Eine Analyse der vereinfachten Regressionsgleichungen, verglichen mit den Ursprungsgleichungen, zeigt, dass sich auch diese gut zur Darstellung der Zugfestigkeit naturfaserverstärkten Polypropylens der beschriebenen Rezeptur eignen.

Tab. 4.6: Analyse der Regressionsgleichungen gemäß (4.1) - (4.5)

	(4.1)	(4.2)	(4.3)	(4.4)	(4.5)
Vertrauensbereich	> 99 %	> 99 %	> 99 %	> 99 %	> 99 %
R ²	99,57 %	99,58 %	99,56 %	99,56 %	99,56 %
Mittlerer absoluter Fehler [MPa]	0,45	0,47	0,49	0,49	0,49

Darüber hinaus liegen die mit allen Regressionsgleichungen berechneten Zugfestigkeiten innerhalb der Standardabweichungen der gemessenen Werte.

Als die einfachste der beschriebenen Regressionsgleichungen soll (4.5) weiter betrachtet werden. Die folgende Tabelle 4.7 gibt die dabei verwendeten Regressionskoeffizienten wieder.

Tab. 4.7: Koeffizienten der Regressionsgleichung gemäß (4.5)

	Regressions-	Vertrauens-
	koeffizienten	
	[MPa]	
$A_{Z,5} (\varphi)$	1,3886	0,0008
$C_{Z,5} (\varphi^2)$	-0,0244	0,0005
$E_{Z,5} (\varphi \cdot \ln(\psi_{H,F}+1))$	0,5580	0,0000
$F_{Z,5}$	15,4208	0,0041

Eine Gegenüberstellung der gemessenen und berechneten Zugfestigkeiten für verschiedene Faser- und Haftvermittleranteile einer Rezeptur PP-H 0180 / GFF / HC5 zeigt Bild 4.11. Herangezogen wird hierfür weiterhin die Regressionsgleichung (4.5).

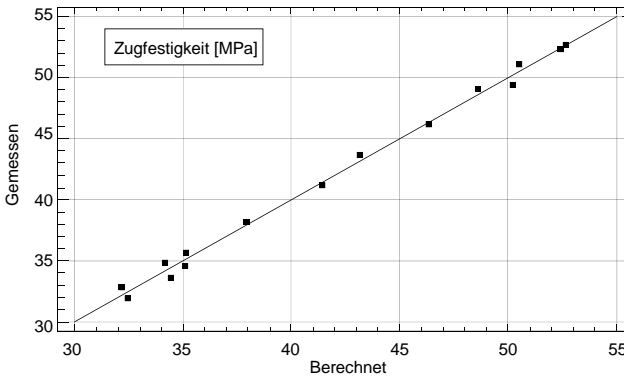


Bild 4.11: Vergleich der gemessenen und berechneten Zugfestigkeitswerte, Rezeptur PP-H 0180 / GFF / HC5

Die Genauigkeit der Ansätze (4.3) - (4.5) nimmt an den Grenzen des Approximationsraums wieder ab. Bei einem Faseranteil von $\varphi = 40\%$ und einem Haftvermittleranteil von $\psi_{H,F} = 3\%$ wird mit diesen Gleichungen eine Zugfestigkeit von jeweils ca. 63 MPa errechnet.

Die erläuterte Vorgehensweise ist auch auf die Beschreibung anderer Verbundkunststoffeigenschaften anwendbar. Gezeigt sei dies bei gleichen Rezepturbestandteilen am Beispiel der Schlagzähigkeit. Hierfür hat sich folgende Regressionsgleichung bewährt:

$$\alpha = A_{S,1} \cdot \varphi + B_{S,1} \cdot \psi_{H,F} + C_{S,1} \cdot \varphi^2 + D_{S,1} \cdot \psi_{H,F}^2 + F_{S,1} \quad (4.6)$$

Die darin auftretenden Regressionsparameter sind in Tabelle 4.8 zusammengestellt.

Tab. 4.8: Koeffizienten der Regressionsgleichung gemäß (4.6)

	Regressions-	Vertrauens-
	koeffizienten	
	[MPa]	
$A_{S,1} (\varphi)$	-2,0178	0,0031
$B_{S,1} (\psi_{H,F})$	3,7214	0,0027
$C_{S,1} (\varphi^2)$	0,0282	0,0056
$D_{S,1} (\psi_{H,F}^2)$	-1,4674	0,0077
$F_{S,1}$	43,6146	0,0004

Diese Regressionsgleichung beschreibt die Schlagzähigkeit in einem Vertrauensbereich von > 99 %. Die Variabilität der Schlagzähigkeit wird durch die Gleichung (4.6) zu 93,84 % erklärt. Der mittlere absolute Fehler beim Vergleich gemessener und berechneter Schlagzähigkeitswerte beträgt 0,38 kJ/m².

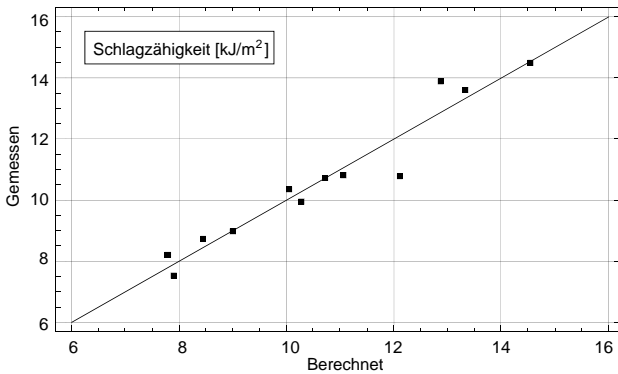


Bild 4.12: Vergleich der gemessenen und berechneten Schlagzähigkeitswerte, Rezeptur PP-H 0180 / GFF / HCS

Untersuchungen mit weiteren Polypropylen- und Naturfasertypen bestätigen die generelle Anwendbarkeit des vorgestellten Ansatzes. Er ist insbesondere dann von Vorteil, wenn Verbundwerkstoffeigenschaften wie beispielsweise die Zugfestigkeit oder die Schlagzähigkeit nicht ohne größeren Aufwand einer analytischen Beschreibung zugänglich sind. Auf Basis weniger Versuche und Messungen kann dann die Rezepturoptimierung im Hinblick auf ein gefordertes Eigenschaftsprofil oder in Richtung Kostenminimierung betrieben werden.

Ein Beispiel für eine praktische Anwendung soll hier noch ergänzend gegeben werden. Die zugrunde liegende Idee ist, einen effizienten Einsatz des teuren Haftvermittlers zu gewährleisten, d. h. sicherzustellen, dass mit jeder weiteren Vergrößerung des Haftvermittleranteils noch eine Steigerung der Zugfestigkeit um einen beliebig wählbaren Faktor K möglich ist. Ausgehend von der vereinfachten Regressionsgleichung (4.5) für die Zugfestigkeit wird diese zunächst nach dem Haftvermittlergehalt differenziert

$$\frac{d}{d\psi_{H,F}} \sigma_Z = E_{Z,5} \cdot \frac{\varphi}{\psi_{H,F} + 1} = K. \quad (4.7)$$

Aus dem so ermittelten Zusammenhang folgt mit der Regressionsgleichung für die Schlagzähigkeit (4.6) durch Gleichsetzen des Haftvermittlergehalts

$$\alpha = \left(C_{S,1} + \frac{D_{S,1} \cdot E_{Z,5}^2}{K^2} \right) \cdot \varphi^2 + \left(A_{S,1} + \frac{B_{S,1} \cdot E_{Z,5}}{K} - 2 \cdot \frac{D_{S,1} \cdot E_{Z,5}}{K} \right) \cdot \varphi - (B_{S,1} - D_{S,1} - F_{S,1}) \quad (4.8)$$

Mit einem Zielwert für die Schlagzähigkeit von $\alpha = 20 \text{ kJ/m}^2$ und einem angenommenen Faktor $K = 2 \text{ MPa}$ (d. h. mit jedem weiteren Masseprozent Haftvermittlergehalt soll die Zugfestigkeit um 2 MPa steigen) ergibt sich ein Faseranteil von $\varphi = 13,73 \%$ und ein Haftvermittlergehalt von $\psi_{H,F} = 2,83 \%$. Die berechnete Zugfestigkeit dieser Rezeptur beträgt $\sigma_Z = 53,79 \text{ MPa}$, ein Wert, der in der Praxis knapp erreicht wird und oberhalb der eingangs beschriebenen Anforderung an den Verbund liegt. Eine weitere Zugabe von Haftvermittler führt zwar noch zu einer weiteren Steigerung der Zugfestigkeit, ist aber nicht mehr in der geforderten Weise effizient. Zusammenfassend bleibt festzuhalten, dass mit der beschriebenen Vorgehensweise eine Möglichkeit gegeben ist, eine Rezeptur im Hinblick auf ein vorgegebenes Eigenschaftsprofil maßzuschneidern.

4.3.3. Einfluss des Polypropylentyps

Bei der Rezepturentwicklung ist weiter die Frage des Matrixpolymers interessant. Gerade im Hinblick auf das bislang gezeigte niedrige Niveau der Schlagzähigkeit erscheint die Verwendung eines Polypropylen-Block-Copolymers vielversprechend. Weiterhin werden ein Homopolymer niedrigerer Viskosität und ein metallocen-katalysiertes Polypropylen-Homopolymer untersucht. Bei Letzterem besteht aufgrund der sehr engen Molmassenverteilung die Möglichkeit, die Verarbeitungstemperatur um 5 K abzusenken und die mit der Verarbeitung verbundene thermische Belastung der Naturfasern zu verringern.

Mechanische Eigenschaften von Polypropylen-Naturfasercomposites, die im Zug- und Schlagbiegeversuch ermittelt werden, sind in Bild 4.13 dargestellt.

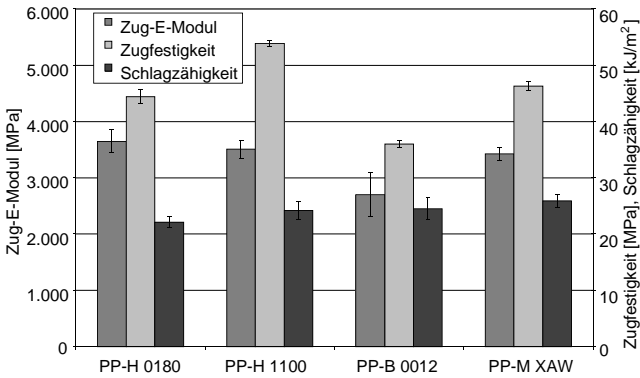


Bild 4.13: Mechanische Eigenschaften von PP / RFF $\phi = 17\%$ / HC5 $\psi_{H,F} = 4\%$

Nicht überraschend besitzen die Verbundkunststoffe mit einem Homopolymer als Matrix eine deutlich höhere Festigkeit und Steifigkeit. Auffallend ist die erhebliche Zunahme der Zugfestigkeit bei dem Homopolymer mit reduzierter Viskosität. Das metallocenkatalysierte Polypropylen bewirkt keine Änderungen der mechanischen Eigenschaften im Vergleich zu dem als Referenz herangezogenen Homopolymer PP-H 0180. Die angestrebte Verbesserung der Schlagzähigkeit kann durch die Verwendung des Polypropylen-Copolymers für den betrachteten Faseranteil nicht erzielt werden. Weitere Untersuchungen unter Variation des Fasergehalts zeigen aber folgendes Bild:

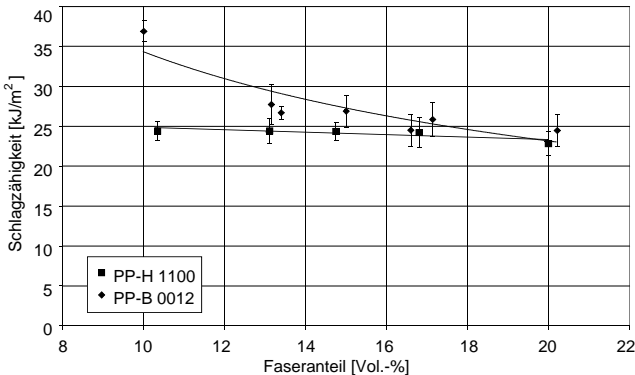


Bild 4.14: Schlagzähigkeit von PP / RFF / HC5 $\psi_{H,F} = 4\%$

Der schlagzähe Charakter des Block-Copolymers kommt demnach nur bei niedrigeren Faseranteilen zum Tragen. Bei dieser Zusammensetzung sinken aber die Festigkeit und

Steifigkeit des Verbundkunststoffs gegenüber einem Composite, welches ein Homopolymer als Matrixwerkstoff enthält, deutlich ab.

4.3.4. Einfluss des Haftvermittlertyps

Vorstehend konnte gezeigt werden, dass ein maleinsäureanhydridgepropftes Polypropylen als Haftvermittler die Einbindung der Naturfasern in Polypropylen durch Erhöhung der Faser-Matrix-Wechselwirkung deutlich verbessert und insbesondere die Zugfestigkeit steigert. Allerdings bleibt die Schlagzähigkeit des Werkstoffs nahezu unverändert niedrig. Als eine Möglichkeit, im Verbundkunststoff auch die Schlagzähigkeit zu steigern, wird von Oksman [153] die Verwendung eines Styrol-Ethylen-Butylen-Copolymers mit der Bezeichnung Kraton G vorgeschlagen. Erwartet wird, dass das Styrol mit den Naturfasern und die Ethyl- und Butylabschnitte des Copolymers mit dem Polyolefin interagieren. Die Zudosierung des Copolymers und damit die Herstellung der Proben erfolgt in gleicher Weise wie bei der Additivierung mit maleinsäureanhydridgepropftem Polypropylen. Die entsprechenden Ergebnisse sind in Bild 4.15 dargestellt.

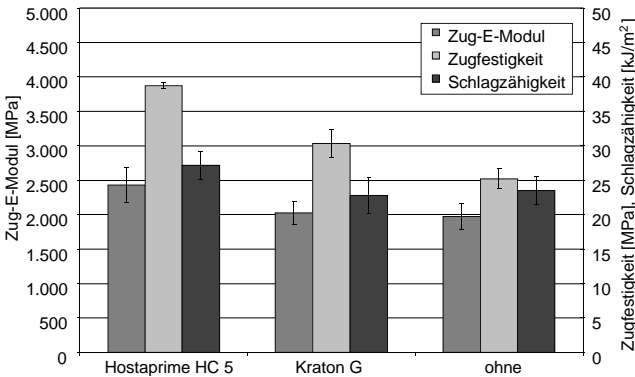


Bild 4.15: Mechanische Eigenschaften von PP-B 0012 / RFF $\varphi = 13\%$ / $\psi_{H,F} = 5\%$

Bild 4.15 zeigt, dass die Werkstoffeigenschaften gegenüber der nicht additivierten Rezeptur bis auf eine leichte Erhöhung der Zugfestigkeit im Wesentlichen unverändert bleiben. Eine Verbesserung der Faser-Matrix-Wechselwirkung kann bei Zugabe von Styrol-Ethylen-Butylen-Copolymer zu einer Polypropylen-Naturfaser-Rezeptur nicht nachgewiesen werden. Auch der erwartete Effekt der Verbesserung der Schlagzähigkeit tritt nicht ein. Das von Oksman [153] an holzmehlgefülltem Polypropylen nachgewiesene Potenzial von Styrol-Ethylen-Butylen Block-Copolymer zur Schlagzähigkeitsverbesserung kann also für flachfaserverstärktes Polypropylen nicht bestätigt werden. Vielversprechend könnte allerdings die gemeinsame Verwendung mit maleinsäureanhydridgepropftem Polypropylen oder die Ver-

wendung von maleinsäureanhydridgepfropftem Styrol-Ethylen-Butylen Block-Copolymer sein [156]. Entsprechende Ansätze werden aber im Rahmen der Arbeit nicht weiterverfolgt.

4.3.5. Einfluss des Naturfasertyps

Im nächsten Schritt soll der Einfluss der verwendeten Naturfasern untersucht werden. Zunächst stellt sich die Frage, inwiefern die in der unterschiedlichen Aufbereitung von Grün- und Röstflachsfasern begründeten verschiedenen Fasereigenschaften einen Einfluss auf die Compositeigenschaften haben. Grünflachsfasern sollten durch die geringere Verweildauer auf dem Feld und den entsprechend geringeren Angriff durch Mikroorganismen bessere mechanische Eigenschaften im Verbund zeigen.

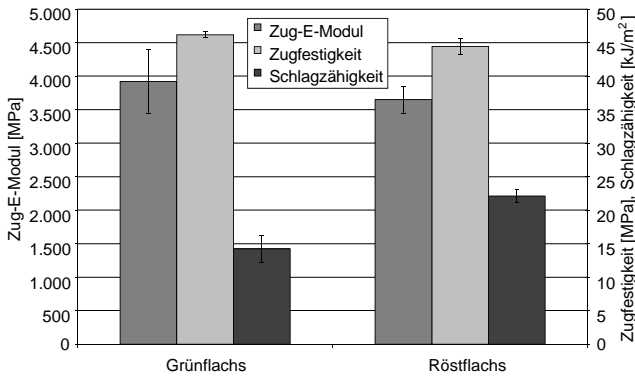


Bild 4.16: Mechanische Eigenschaften von PP-U 0180 / NF $\phi = 17\%$ / HC5
 $\psi_{H,F} = 4\%$

Diese These kann durch die untersuchten Proben bestätigt werden. Allerdings sind die Zugfestigkeit und der Zug-E-Modul bei der Verwendung von Grünflachsfasern nur geringfügig höher als bei Röstflachsfasern. Die Schlagzähigkeit ist im Falle von Grünflachsfasern deutlich reduziert, weil die Grünflachsfasern weniger filamentisiert vorliegen und ihre Oberfläche zudem stärker verunreinigt ist.

Einen Vergleich zwischen Grünflachs- und -hanffasern zeigt das folgende Bild 4.17.

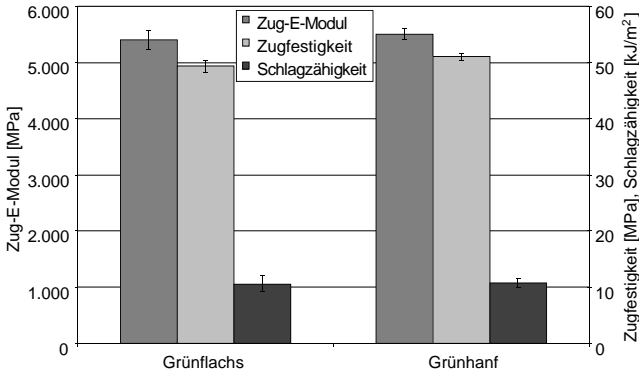


Bild 4.17: Mechanische Eigenschaften von PP-U 0180 / NF φ = 28 % / HC5

$$\Psi_{H,F} = 2 \%$$

Der Vergleich von Grünflachs- und Grünhanffasern zeigt wiederum, dass während der Röste weniger stark geschädigte "grüne" Fasern im Verbund recht hohe Festigkeits- und Steifigkeitswerte ermöglichen, während die Schlagzähigkeit deutlich abfällt. Unterschiede können für die verschiedenen Fasertypen Flachs und Hanf nicht nachgewiesen werden. Der Einfluss der Aufbereitungsart scheint hier gegenüber den fasertypspezifischen Eigenschaften zu dominieren.

Schließlich soll noch die Verstärkungswirkung von Jutfasern im Vergleich zu Röstflachsfasern verdeutlicht werden.

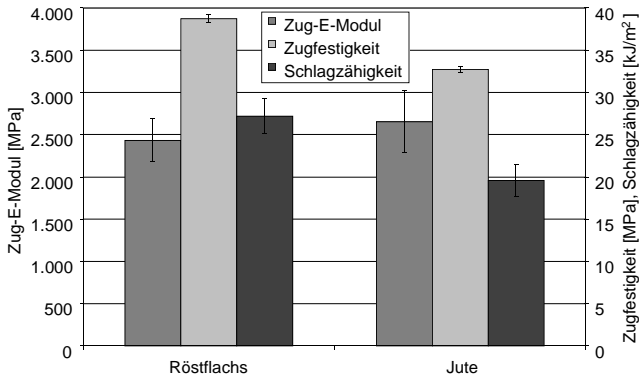


Bild 4.18: Mechanische Eigenschaften von PP-B 0120 / NF φ = 17 % / HC5

$$\Psi_{H,F} = 5 \%$$

Jutefaserverstärktes Polypropylen weist in den wesentlichen mechanischen Kennwerten schlechtere oder bestenfalls gleichwertige mechanische Eigenschaften auf. Insgesamt erweist sich Röstflachs als die am besten für die Verstärkung von Polypropylen geeignete Naturfaser, aber auch als die teuerste Lösung.

4.4. Naturfaserverstärktes Cellulosepropionat

In dem Bestreben, einen Faserverbundkunststoff möglichst weitgehend aus nachwachsenden Rohstoffen aufzubauen, wird zunächst naturfaserverstärktes Cellulosepropionat untersucht.

4.4.1. Einfluss des Faseranteils

Röstflachsfaserverstärktes Cellulosepropionat wird in analoger Weise wie die unterschiedlichen Polypropylen-Naturfaser-Verbundkunststoffe aufbereitet, verarbeitet und geprüft. Auch hier soll zunächst die Abhängigkeit der mechanischen Eigenschaften vom Faseranteil gezeigt werden.

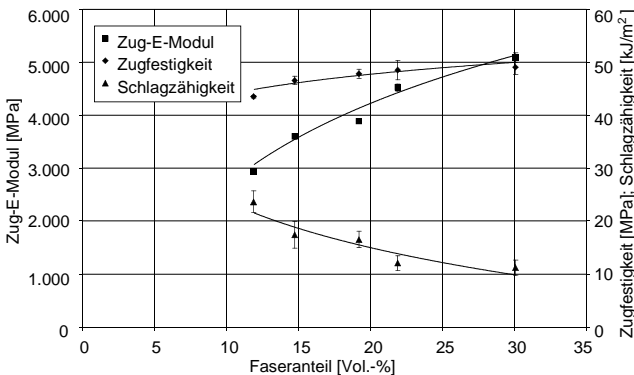


Bild 4.19: Mechanische Eigenschaften von CP 300-10 / RFF

Das Eigenschaftsprofil zeigt ein dem röstflachsfaserverstärkten Polypropylen-Homopolymer vergleichbares Niveau mit ähnlichen Schwächen bei der Schlagzähigkeit. Bemerkenswert ist, dass kein Haftvermittler zur Verbesserung der Faser-Matrix-Wechselwirkung zugegeben werden muss. Dies wird auch durch die folgende REM-Aufnahme einer Bruchfläche aus einer Zugprobe bestätigt.

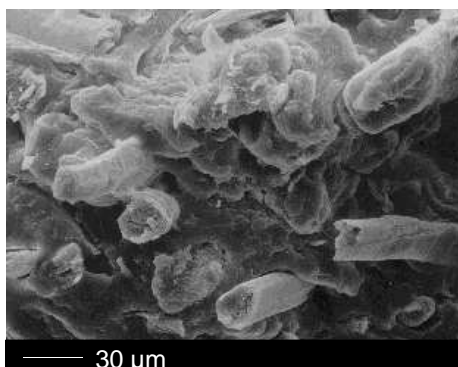


Bild 4.20: REM-Aufnahme der Bruchfläche aus Zugversuchen CP 300-10 / GFF

Den Vergleich der im Versuch gemessenen Werte mit nach dem Halpin-Tsai-Modell berechneten Werten für den Zug-E-Modul von röstflachfaserverstärktem Cellulosepropionat CP 300-10 (Faseraspektverhältnis $l/d = 8,33$) zeigt die folgende Tabelle 4.9.

Tab. 4.9: Zug-E-Modul von CP 300-10 / RFF,
Vergleich gemessener und berechneter Werte (in MPa)

Faservolumenanteil	$\varphi = 12 \%$	$\varphi = 15 \%$	$\varphi = 19 \%$	$\varphi = 22 \%$	$\varphi = 30 \%$
Gemessen	2.940 ± 49	3.602 ± 53	3.885 ± 46	4.525 ± 67	5.090 ± 89
HT, unkorrigiert	3.695	4.179	4.969	5.466	7.058
HT, $\varphi_{\max} = 40 \%$	3.578	4.045	4.835	5.357	7.210
HT, $\varphi_{\max} = 50 \%$	3.536	3.971	4.684	5.136	6.625
HT, $\varphi_{\max} = 60 \%$	3.515	3.935	4.611	5.031	6.363

Die rechnerisch ermittelten Zug-E-Modulwerte können im Experiment nicht erzielt werden. Tendenziell ist die Übereinstimmung bei niedrigen Fasergehalten besser.

4.4.2. Einfluss des Cellulosepropionattyps

Ein Potenzial zur Erhöhung der Schlagzähigkeit von naturfaserverstärktem Cellulosepropionat liegt in der Verwendung eines Matrixmaterials mit höherem Weichmachergehalt. Gewählt wird weiterführend ein Cellulosepropionat mit 16 % Weichmacher im Vergleich zu 10 % bei dem vorstehend beschriebenen Material. Bei Variation des Faseranteils zeigen die

mechanischen Eigenschaften des mit diesem Matrixmaterial aufbereiteten Composites einen prinzipiell ähnlichen Verlauf.

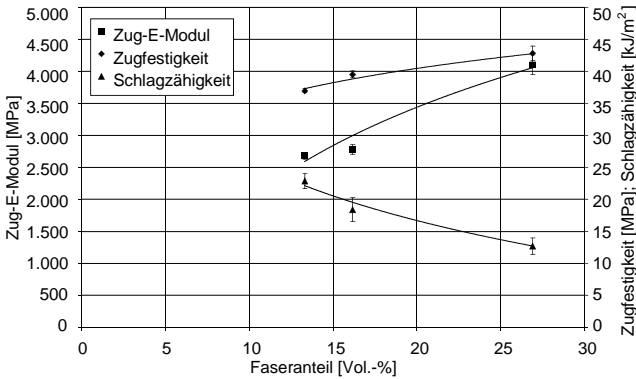


Bild 4.21: Mechanische Eigenschaften von CP 360-16 / RFF

Der Vergleich mit dem zuvor beschriebenen röstflachfaserverstärkten Cellulosepropionat CP 300-10 zeigt, dass beide Typen durch die Faserinkorporierung eine Steigerung der mechanischen Eigenschaften erfahren. Ein Zugewinn an Zähigkeit durch den höheren Weichmachergehalt kann aber nicht erzielt werden. Das Niveau der Schlagzähigkeit scheint bei den betrachteten Fasergehalten im Wesentlichen durch die Verstärkungsfaser bestimmt zu werden. Im Hinblick auf ein ausgewogenes Eigenschaftsprofil des Verbundwerkstoffs unter Berücksichtigung der Schlagzähigkeit ist es deshalb sinnvoll, das Matrixpolymer mit möglichst guten mechanischen Eigenschaften zu wählen und den Faseranteil zugunsten der Schlagzähigkeit eher niedrig zu belassen.

Ein Vergleich der im Versuch gemessenen Kennwerte mit nach dem Halpin-Tsai-Modell berechneten Werten für den Zug-E-Modul zeigt die folgende Tabelle 4.10.

Tab. 4.10: Zug-E-Modul von CP 360-16 / RFF,
Vergleich gemessener und berechneter Werte (in MPa)

Faservolumenanteil	$\varphi = 13 \%$	$\varphi = 16 \%$	$\varphi = 27 \%$
Gemessen	2.679 ± 51	2.780 ± 74	4.130 ± 151
Halpin-Tsai, unkorrigiert	3.037	3.485	5.279
Halpin-Tsai, $\varphi_{\max} = 40 \%$	2.919	3.352	5.291
Halpin-Tsai, $\varphi_{\max} = 50 \%$	2.870	3.265	4.878
Halpin-Tsai, $\varphi_{\max} = 60 \%$	2.845	3.223	4.692

Auch hier ist die Übereinstimmung bei niedrigen Fasergehalten besser. Die Halpin-Tsai-Gleichungen, die einen hohen maximal möglichen Faseranteil voraussetzen, liefern eine bessere Übereinstimmung mit den experimentell ermittelten Kennwerten.

4.5. Naturfaserverstärktes Polyamid 11

Naturfaserverstärktes Polyamid 11 ist ein Verbundkunststoff, der weitestgehend auf Basis nachwachsender Rohstoffe hergestellt werden kann.

4.5.1. Einfluss des Faseranteils

Wieder werden Proben unter Rückgriff auf das in Kapitel 5 beschriebene Aufbereitungsverfahren mittels Spritzgießens erzeugt und geprüft. Naturfaserverstärktes Polyamid 11 bietet, wie Bild 4.22 zeigt, ein dem naturfaserverstärkten Polypropylen-Homopolymer ähnliches Eigenschaftsprofil. Die Schlagzähigkeit ist wie bei allen untersuchten Verbundkunststoffen niedrig. Bemerkenswert ist bei röstflachfaserverstärktem Polyamid 11 der verhältnismäßig geringe Zugewinn an Steifigkeit.

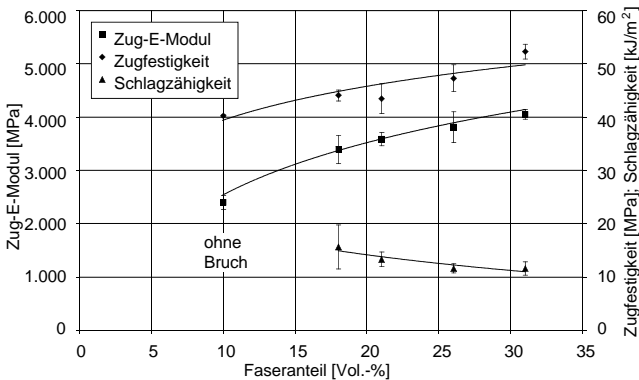


Bild 4.22: Mechanische Eigenschaften von PA 11 / RFF

Einen Vergleich der im Experiment gemessenen Werte mit den nach dem Halpin-Tsai-Modell berechneten Werten für den Zug-E-Modul zeigt die folgende Tabelle 4.11.

Tab. 4.11: Zug-E-Modul von PA 11 / RFF,
Vergleich gemessener und berechneter Werte (in MPa)

Faservolumenanteil	$\varphi = 10 \%$	$\varphi = 18 \%$	$\varphi = 21 \%$	$\varphi = 26 \%$	$\varphi = 31 \%$
Gemessen	2.399 ± 129	3.396 ± 263	3.586 ± 124	3.813 ± 291	4.048 ± 91
HT, unkorrigiert	2.816	4.061	4.559	5.430	6.356
HT, $\varphi_{\max} = 40 \%$	2.720	3.925	4.440	5.408	6.568
HT, $\varphi_{\max} = 50 \%$	2.695	3.802	4.247	5.039	5.910
HT, $\varphi_{\max} = 60 \%$	2.682	3.742	4.156	4.871	5.624

Die Übereinstimmung ist nur für niedrige Fasergehalte befriedigend. Die gegenüber naturfaserverstärktem Polypropylen-Homopolymer und Cellulosepropionat CP 300-10 geringere Steifigkeit des naturfaserverstärkten Polyamid 11 wird durch die berechneten Werte bestätigt. Die bei hohen Faseranteilen errechneten E-Modulwerte können im Experiment nicht verifiziert werden.

Dennoch kann von einer guten Einbettung der polaren Naturfasern in die ebenfalls polare Polyamidmatrix ausgegangen werden. Dies wird durch die folgende REM-Aufnahme von der Bruchfläche eines Zugstabs bestätigt.

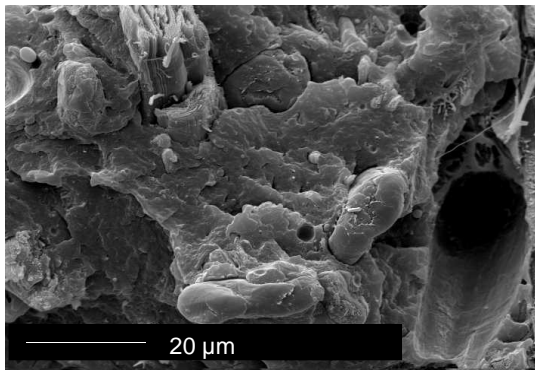


Bild 4.23: REM-Aufnahme von der Bruchfläche eines Zugstabs aus PA 11 / GFF

4.6. Vergleich unterschiedlicher Verbundkunststoffrezepturen

Abschließend sollen die Eigenschaftsprofile der untersuchten naturfaserverstärkten Verbundkunststoffe nochmals einander gegenübergestellt werden.

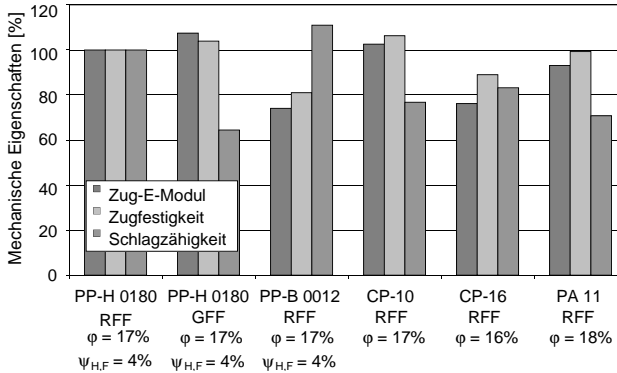


Bild 4.24: Eigenschaftsvergleich verschiedener Rezepturen naturfaserverstärkter Thermoplaste

In der Darstellung sind die Eigenschaften von röstflachsfaserverstärktem Polypropylen PP-H 0180 mit Hostaplime HC5 auf 100 % normiert dargestellt. Im Vergleich zeigt röstflachsfaserverstärktes Cellulosepropionat Schwächen in der Schlagzähigkeit, Polyamid 11 hingegen beim Zug-E-Modul. Dennoch haben diese beiden Verbundkunststoffe auf Basis nachwachsender Rohstoffe das Potenzial, ein dem naturfaserverstärkten Polypropylen ähnliches Eigenschaftsspektrum zu erreichen.

Bemerkenswert ist, dass die Steigerung der mechanischen Kennwerte bei naturfaserverstärktem Cellulosepropionat und Polyamid 11 ohne den Einsatz eines Haftvermittlers erzielt wird. Ausschlaggebend sind bei Cellulosepropionat die enge chemische Verwandtschaft und eine damit verbundene gute Kompatibilität zwischen Matrixmaterial und Verstärkungsfasern. Bei Polyamid 11 wird die gute Kompatibilität durch den gemeinsamen polaren Charakter von Matrix und Faser hervorgerufen.

Gespiegelt an den eingangs postulierten Anforderungen an das Eigenschaftsprofil naturfaserverstärkter Kunststoffe im Automobilbau wird offensichtlich, dass alle untersuchten Matrixmaterialien bei der Verstärkung mit geeigneten Naturfasern und erforderlichenfalls der Additivierung mit Haftvermittlern ein Potenzial zur Erfüllung dieser Anforderungen besitzen. Dies gilt insbesondere für röstflachsfaserverstärktes Polypropylen, das zur Verbesserung der Faser-Matrix-Wechselwirkung mit maleinsäureanhydridgepfropftem Polypropylen additiviert ist. Das folgende Bild ermöglicht eine Einordnung im Vergleich mit anderen gängigen Werkstoffen auf Polypropylenbasis im Automobilbereich.

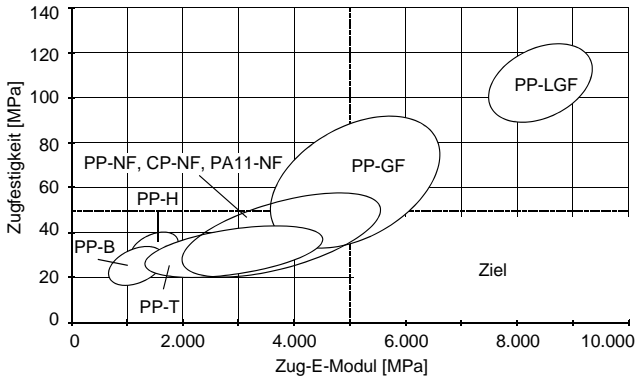


Bild 4.25: Eigenschaftsspektrum naturfaserverstärkter Thermoplaste im Vergleich zu verstärktem und unverstärktem Polypropylen

Offensichtlich wird, dass naturfaserverstärkte Thermoplaste ein Bindeglied zwischen talkumgefülltem und glasfaserverstärktem Polypropylen darstellen. Das angestrebte Eigenschaftsprofil wird allerdings nur von einem kleinen Teil der potenziell möglichen Rezepturen erreicht. Damit gewinnt die beschriebene Möglichkeit, maßgeschneiderte Werkstoffe zu entwickeln, weiter an Bedeutung.

Entscheidend für die Aussichten, naturfaserverstärkte Thermoplaste für Anwendungen im Automobilbereich zum Einsatz zu bringen, sind die damit verbundenen Kosten.

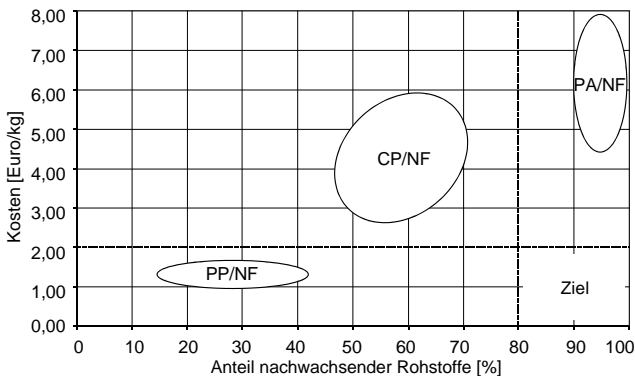


Bild 4.26: Kosten für Granulate aus naturfaserverstärkten Thermoplasten in Abhängigkeit vom Anteil darin enthaltener nachwachsender Rohstoffe

Dargestellt sind die Kosten für ein verarbeitungsfertiges Granulat. Zugrunde gelegt sind die aktuellen Kosten für die Rezepturbestandteile und ein Beitrag von 0,50 € für den Aufbereitungsschritt.

Deutlich wird, dass insbesondere die untersuchten Werkstoffe mit einem hohen Anteil nachwachsender Rohstoffe weit vom Zielpreis entfernt sind. Lediglich naturfaserverstärktes Polypropylen liegt hier auf einem konkurrenzfähigen Niveau und besitzt eine realistische Perspektive für einen Einsatz im Automobilbereich. Der Verzicht auf einen Haftvermittler kann einen Beitrag zur besseren Wirtschaftlichkeit leisten. Die daraus resultierenden Einbußen im Eigenschaftsprofil können jedoch für übliche Anwendungen nicht in Kauf genommen werden. Eine wirtschaftliche Alternative könnte die Direktpfropfung von Maleinsäureanhydrid auf die PP-Matrix im Rahmen eines Einstufenprozesses zur Granulatgenerierung oder Bauteilherstellung bieten.

5. Aufbereitung

Das hier vorgestellte Konzept zur Aufbereitung naturfaserverstärkter Kunststoffe orientiert sich an verschiedenen, in der Automobilzulieferindustrie gängigen Prozessen: Im Entstehungsprozess von Bauteilen aus Verbundkunststoffen liefert zunächst ein Rohstoffhersteller die Ausgangskomponenten an einen Compoundeur, der daraus ein Zwischenprodukt produziert. Der Zulieferer überführt dann dieses Zwischenprodukt in ein Formteil. Daher wird im Rahmen dieser Arbeit für die Herstellung von Bauteilen aus naturfaserverstärkten Thermoplasten ein zweistufiger Prozess vorgestellt, bei dem zunächst ein granuläres Zwischenprodukt aufbereitet wird, das dann im Spritzgieß- oder Strangablegeverfahren in Form gebracht wird.

5.1. Verfahrensbeschreibung

Zur Aufbereitung des granulären Zwischenprodukts wird eine als Agglomerator bezeichnete Anlage vom Typ Pallmann PFV 120/35S eingesetzt. Die Abkürzung FV - Folienverdichter - deutet auf den ursprünglichen Einsatzzweck der Anlage hin: Folienabfälle, die z. B. aus Sammlungen des Dualen Systems Deutschland (DSD) stammen, sollen mit ihrer Hilfe zu einem leicht handhabbaren und gut dosierbaren Granulat aufbereitet werden. Die Zahlenkombination bezeichnet die Hauptabmessungen (Innendurchmesser, Arbeitsbreite) der Ringmatrizenpresse als wesentlichem Bestandteil des Agglomerators. Die Gesamtanlage besteht aus den im Bild 5.1 gezeigten Komponenten Vorratsbehälter und Dosierung für Naturfasern, Polymer und Additiven, Ringmatrizenpresse, Förderventilator, Schneidmühle und Zyklon. Die Steuerung der Anlage ist in einem separaten Schaltschrank untergebracht.

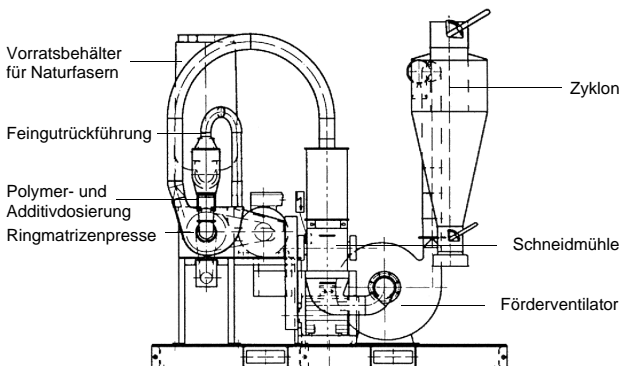


Bild 5.1: Gesamtanlage des Agglomerators Typ Pallmann PFV 120/35S

Bei der Aufbereitung eines Granulats aus Thermoplasten und Naturfasern, der sogenannten Agglomeration, werden die geschnittenen Naturfasern mittels einer Austragsschnecke aus einem Vorratsbehälter, in dem sie durch ein kontinuierlich betriebenes Rührwerk aufgelockert

werden, in einen Schacht dosiert. In diesen Schacht werden auch das Polymer und weitere Rezepturbestandteile wie Haftvermittler verbracht. Aus dem Schacht fällt das Materialgemisch auf eine Zuführschnecke, die es in den Arbeitsraum der Ringmatrizenpresse fördert (Bild 5.2).

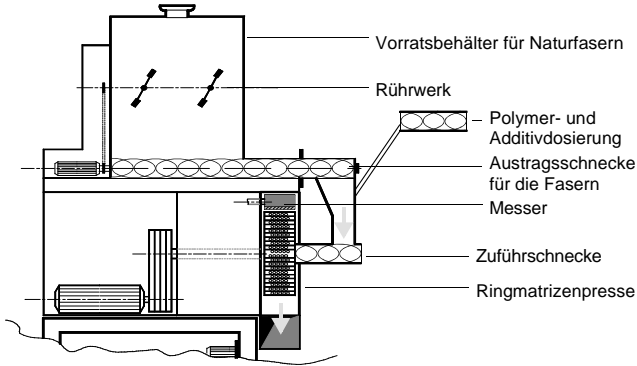


Bild 5.2: Materialzufuhr zur Ringmatrizenpresse

Ein rotierender Verdichterflügel presst das Materialgemisch durch die Bohrungen der Ringmatrize, wobei zunächst eine intensive Durchmischung und Kompaktierung stattfindet. Durch den hohen mechanischen Energieeintrag kommt es weiterhin zu einem Aufschmelzen des pulverförmigen Matrixpolymers und in Folge zu einer Inkorporierung der Naturfasern. Das compoundierte Material wird an der Außenseite der Matrize von umlaufenden Messern abgeschabt. Die aus den Bohrungen austretenden Zylinder verkleben dabei miteinander. Ein Förderventilator bewirkt den Transport des Produkts zur Schneidmühle, wo es heiß granuliert wird, so dass sich eine unregelmäßige Granulatmorphologie einstellt. Er erzeugt weiterhin einen Unterdruck an der Außenseite der Ringmatrize, durch den über einen Bypass Feinanteil und der aufgrund der Restfeuchte der Fasern bei der Compoundierung entstehende Dampf an der Ringmatrizenpresse vorbei zum Zyklon geleitet werden. Dieser trennt dann Feinanteil und Dampf vom Zielprodukt, das anschließend abgesackt werden kann. Die technischen Daten der Gesamtanlage sind im Anhang zusammengestellt.

5.1.1. Dosierung von Fasern, Matrix und Additiven

Die geschnittenen Naturfasern befinden sich in einem Vorratsbehälter, der ein Volumen von ca. 300 l fasst und somit je nach Beschaffenheit der Fasern ein Fassungsvermögen von 20 - 25 kg aufweist. Dieser Vorrat reicht je nach Durchsatz und Fasergehalt des zu compoundierenden Materials für eine Betriebsdauer von ca. 2 h. Im Behälter arbeitet ein Rührwerk in Form von zwei mit Flügeln versehenen Wellen kontinuierlich mit einer konstanten Drehzahl von 5 min^{-1} , um die Fasern aufzulockern und damit die Gleichmäßigkeit der Dosierung zu verbessern. Der Füllstand des Behälters wird von zwei Füllstandsmeldern überwacht.

Die Fasern werden mit einer Austragsschnecke aus dem Vorratsbehälter in den Dosierschacht gefördert. Diese Schnecke besitzt im Bereich des Einzugs innerhalb des Vorratsbehälters eine aufgeschweißte eingängige Spiralwendel mit einer Steigung von 80 mm. Auf der Strecke zwischen Behälter und Schacht werden die Fasern von 6 Paddelpaaren gefördert. Die einzelnen Paddel sind auf der Schnecke um 45° verdreht, und die Paddelpaare sind zueinander um je 90° versetzt. Die Schneckendrehzahl ist im Bereich von 8 bis 106 min⁻¹ einstellbar. Dazu wird am Frequenzwandler für den Antrieb der Austragsschnecke eine Frequenz von 5 - 70 Hz gewählt, die linear mit der Schneckendrehzahl korreliert. In dieser Konfiguration besteht keine Möglichkeit, einen gravimetrisch geregelten und damit konstanten Faser-Massestrom einzustellen. Die Dosiergenauigkeit und -konstanz leidet zum einen an der schlechten Rieselfähigkeit der Naturfasern, zum anderen an der fehlenden Möglichkeit zur gravimetrischen Dosierung.

Die Dosierung von Polymer und Additiven erfolgt ebenfalls in den Dosierschacht. Dazu werden zwei Differentialdosierwaagen verwendet, die nach dem Prinzip des 'Loss-in-Weight-Feeders' arbeiten. Je nach Morphologie des zu dosierenden Materials (Granulat, Pulver) können verschiedene Förderschnecken eingesetzt werden. Technische Daten der Differentialdosierwaagen sind im Anhang aufgeführt.

5.1.2. Compoundierung in der Ringmatrizenpresse

Kernstück des Agglomerators ist die Ringmatrizenpresse, in der die eigentliche Compoundierung stattfindet. Dazu werden der Ringmatrizenpresse die Rezepturbestandteile in axialer Richtung mittels einer ca. 300 mm langen, zweigängigen Schnecke (zweigängig entsprechend der Anzahl der aktiven Flanken des Verdichterflügels bzw. der Teilbereiche des Arbeitsraums der Ringmatrize) zugeführt. Die Zuführschnecke und der Verdichterflügel der Ringmatrizenpresse sitzen auf einer gemeinsamen Antriebswelle. Beide Komponenten rotieren also stets mit gleicher Drehzahl. Diese ist stufenlos zwischen 260 min⁻¹ und 433 min⁻¹ einstellbar.

Bereits während des Transportvorgangs in der Zuführschnecke werden die Rezepturbestandteile physikalisch vorgemischt. Der Zylinder, in dem die Zuführschnecke läuft, verengt sich im mittleren Drittel der Förderstrecke konisch auf den Außendurchmesser der Schnecke. Im letzten Drittel der Förderstrecke findet dann eine Zwangsförderung des Feststoffgemischs in geschlossenen Kammern statt. Durch diese Gestaltung wird der Arbeitsraum der Ringmatrizenpresse in axialer Richtung nach außen abgeschlossen. Leckströme aus dem Arbeitsraum über die Zuführschnecke nach außen werden deshalb in praxi nicht beobachtet.

Durch die externe Dosierung der Rezepturbestandteile sind die Kammern der Zuführschnecke in der Regel nur teilweise gefüllt. In diesem Fall ist der Durchsatz der Ringmatrizenpresse weder vom Einzugsverhalten der Schnecke noch von ihrer Drehzahl abhängig, sondern lediglich von der externen Dosierung. Allerdings existiert für jeden Arbeitspunkt der Ringmatrizenpresse ein maximaler Durchsatz, der nicht überschritten werden kann. Wird durch die externen Dosierungen dennoch mehr Material zugeführt, so verstopft die Anlage.

Das Herzstück des Agglomerators, die Ringmatrizenpresse, besteht aus den folgenden Baukomponenten (vgl. Bild 5.3):

- Verdichterflügel,
- Ringmatrize,
- stirnseitige Deckel einschließlich Kühl- bzw. Temperierkanälen und
- umlaufende Messer zum Abtragen des Composites.

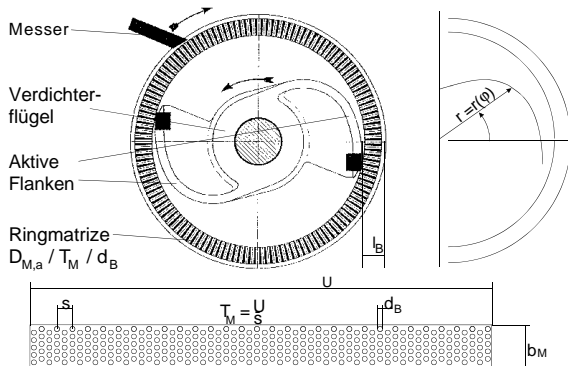


Bild 5.3: Prinzipskizze der Ringmatrizenpresse

Die Arbeitsbreite der Ringmatrizenpresse wird durch die Breite des Verdichterflügels vorgegeben, sie beträgt $b_M = 35$ mm. Der Verdichterflügel selbst besitzt zwei aktive Flanken. Die Anzahl der aktiven Flanken kann jedoch je nach Durchmesser des Arbeitsraums auch größer sein. Durch den Verdichterflügel, die Matrize, den hinteren Deckel und den vorderen, stirnseitigen Deckel mit der Zuführschnecke wird der Arbeitsraum der Ringmatrizenpresse begrenzt. Er unterteilt sich je nach Anzahl der aktiven Flanken des Verdichterflügels in mehrere Sektionen. Die Geometrie eines dieser Teilbereiche geht aus der Abwicklung in Bild 5.4 hervor.

Mittels des Verdichterflügels werden die eingebrachten Rezepturbestandteile physikalisch weiter gemischt und durch die Bohrungen der Ringmatrize gepresst, wobei die thermoplastischen Bestandteile plastifiziert werden.

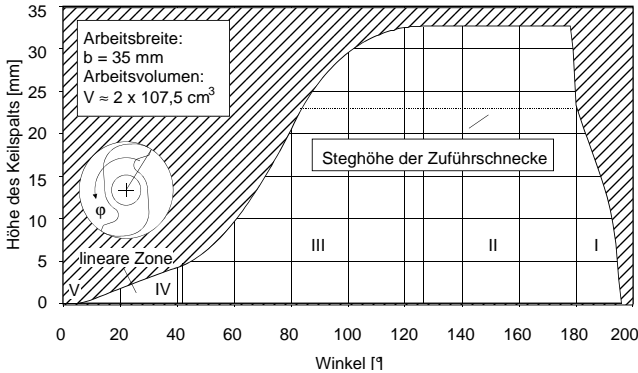


Bild 5.4: Abwicklung eines Arbeitsraums der Ringmatrizenpresse, Höhe des Keilspalts der Ringmatrize

Die Ringmatrize bildet das eigentliche Ausformwerkzeug der Ringmatrizenpresse. Sie ist durch die folgenden geometrischen Daten gekennzeichnet:

- Innendurchmesser der Ringmatrize $D_{M,i}$,
- Breite b_M der Ringmatrize,
- Anzahl der Matrizenbohrungen n_B ,
- Durchmesser der Matrizenbohrungen d_B und
- Außendurchmesser der Ringmatrize $D_{M,a}$ (dadurch gegeben die Länge der Matrizenbohrungen).

Eine Ringmatrize ist nach dem Schema $D_{M,a} / T_M / d_B$ bezeichnet: $D_{M,a}$ gibt den Außendurchmesser an, T_M die Teilung und d_B den Bohrungsdurchmesser. Die Teilung ergibt sich aus dem Quotienten aus dem Umfang der Ringmatrize und dem Abstand zweier Wiederholeinheiten des Lochbildes. Die Teilung multipliziert mit der Anzahl der Bohrungen pro Wiederholeinheit ergibt die Gesamtanzahl der Bohrungen.

Eine Kennzahl für das Durchsatzverhalten und den Druckaufbau einer Ringmatrize ist die freie Lochfläche. Sie berechnet sich zu

$$\alpha = \frac{n_B \cdot A_B}{A_{M,i}} = \frac{n_B \cdot d_B^2}{4 \cdot D_{M,i}^2 \cdot b_M} \quad (5.1)$$

In Tabelle 5.1 sind die Kenndaten der in dieser Arbeit verwendeten Matrizen zusammengestellt.

Tab. 5.1: Geometrische Daten der verwendeten Ringmatrizen

Matrize		160/30/4	145/30/3,2
Innendurchmesser	[mm]	120	120
Außendurchmesser	[mm]	160	145
Anzahl der Bohrungen		300	300
Durchmesser der Bohrungen	[mm]	4	3,2
Länge der Bohrungen	[mm]	20	12,5
Freie Lochfläche	[%]	28,57	18,29

Die während der Aufbereitung entstehende Reibungswärme wird über wasserdurchströmte Kühlkanäle in den Deckeln an beiden Stirnseiten der Ringmatrize abgeführt. Bei konstanten Aufbereitungsbedingungen stellt sich ein Temperaturgleichgewicht ein. Diese Temperatur kann lediglich durch Variation der Aufbereitungsbedingungen beeinflusst werden. Deshalb wird alternativ ein Temperiergerät eingesetzt, das einen Energieeintrag durch Wärmezufuhr ermöglicht. Die Wärme wird hier über ein Wärmeträgeröl übertragen. Über ein Thermoelement wird dabei die stirnseitige Oberflächentemperatur der Ringmatrize erfasst.

Das aus den Bohrungen der Ringmatrize austretende Produkt wird von den umlaufenden Messern abgetragen. Diese Stränge sind jedoch noch nicht soweit abgekühlt, dass sie formstabil sind und damit sofort granuliert werden können. Vielmehr verkleben die Stränge beim Abtrag durch die Messer, was eine anschließende Granulierung in einer Schneidmühle erforderlich macht. Die Messerdrehzahl wird deshalb so gewählt, dass die Fliehkraft ausreicht, einzelne Ballen verklebter Stränge von den Messern zu lösen und in das Verbindungsrohr zur Schneidmühle zu befördern. Im Luftstrom des Förderventilators wird das Produkt anschließend der Schneidmühle zugeführt. Bei zu niedriger Messerdrehzahl lagert sich das Produkt im Raum außerhalb der Ringmatrize ab. Nach einiger Zeit blockieren dann die Messer und es kommt zu einer Betriebsstörung.

5.1.3. Granulierung in der Schneidmühle

Das verklebte Zwischenprodukt der Ringmatrizenpresse wird anschließend heiß granuliert. Eingesetzt wird hierfür eine Schneidmühle vom Typ Pallmann PS-HG 300x300, deren technische Daten im Anhang zusammengestellt sind.

Nach [116] ist ein Maximum der Granulatgrößenverteilung bei 30 % - 35 % des Sieblochdurchmessers von $d_s = 8$ mm zu erwarten. Der resultierende Wert von 2,4 mm bis 2,8 mm wird bei den Versuchen durchweg beobachtet. Die Granulatgröße wird beim Agglomeratorsystem also ausschließlich durch die Schneidmühle bestimmt.

5.1.4. Betriebsparameter und Prozesskenngrößen

Folgende Betriebsparameter können bei der Einstellung des Agglomerators zur Herstellung eines Granulats aus naturfaserverstärkten Thermoplasten variiert werden:

- Temperatur der Ringmatrize (bei Temperierung),
- Geometrie der Ringmatrize,
- Drehzahl des Verdichterflügels,
- Drehzahl der umlaufenden Messer,
- Durchsatz,
- Faseranteil,
- Drehzahl der Schneidmühle und
- Siebgeometrie der Schneidmühle.

Von diesen Parametern werden bei den nachstehend beschriebenen Versuchen die Geometrie der Ringmatrize, die Drehzahl des Verdichterflügels, der Durchsatz und der Fasergehalt variiert und ihr Einfluss auf Prozesskennwerte und Produkteigenschaften untersucht. Daneben wird auch der Einfluss des Matrixwerkstoffs, seiner Form (Pulver oder Granulat), des Fasertyps und der Faser Trocknung betrachtet. Die zur Beurteilung herangezogenen Prozesskenngrößen sind

- die Temperatur der Ringmatrize (an der Außen- und an der Stirnseite),
- die Temperatur des Wärmeträgeröls (bei Temperierung),
- der Volumenstrom des Wärmeträgeröls (bei Temperierung) und
- die Stromaufnahme des Verdichterflügelantriebs.

Die entsprechend beurteilten Produkteigenschaften sind

- die Morphologie des Granulats (Farbe, Schüttdichte),
- die Faserlängenverteilung im Produkt,
- die mechanischen Kennwerte des Produkts und
- der Faseranteil des Produkts.

5.1.5. Versuchsaufbau und Messtechnik

Zur Erfassung der Betriebsparameter und Prozesskennwerte wird teils auf die im Schaltschrank des Agglomerators bereits vorhandene Prozessdatenerfassung zurückgegriffen, teils eine ergänzende Messtechnik aufgebaut.

Die Temperatur der Ringmatrize wird auf zwei unterschiedliche Weisen erfasst: Zur Grundausstattung des Agglomerators gehört ein Infrarot-Pyrometer, das die Temperatur der äußeren zylindrischen Mantelfläche der Ringmatrize misst. Das Pyrometer liefert ein Stromsignal 4 - 20 mA. Abgesehen von den grundsätzlichen Schwierigkeiten der Temperaturerfassung mittels Pyrometern (Eichung) ist bei der gegebenen Konfiguration problematisch, dass die

vom Pyrometer erfasste Fläche mehrere Matrizenbohrungen beinhaltet. Gemessen wird deshalb ein Mittelwert der Temperaturen von durch die Bohrungen austretendem Produkt, von Bohrungen mit eingefrorenem Material und von Stegen zwischen den Bohrungen. Deshalb wird die Temperaturmessung an der Ringmatrize durch ein Thermoelement, Typ K nach DIN IEC 584 Teil 1 bzw. DIN 43710, ergänzt, das allerdings, bedingt durch das Anlagenkonzept, nur an der Stirnseite der Ringmatrize angebracht werden kann.

Im Falle einer Temperierung der Ringmatrizenpresse werden die Vor- und Rücklauftemperaturen des Wärmeträgeröls mittels zweier im Temperiergerät integrierter Thermoelemente, Typ Pt 100, erfasst. Der Volumenstrom des Wärmeträgeröls wird durch einen Ovalradzähler erfasst, der im Rücklauf des Temperiersystems angebracht ist. Er liefert ein Spannungssignal von 0 - 10 V.

Die Stromaufnahme des Verdichterflügelantriebs wird im Schaltschrank des Agglomerators angezeigt. Für die externe Weiterverarbeitung kann ein Stromsignal von 4 - 20 mA abgegriffen werden. Die Drehzahl des Verdichterflügels wird am Schaltschrank des Agglomerators eingestellt und nicht gesondert erfasst.

Was die Dosiersysteme anbetrifft, so kann die mit Hilfe eines Frequenzumformers einstellbare Drehzahl der Austragsschnecke für die Naturfasern und der Istwert der gravimetrischen Matrixdosierung erfasst werden. Diese Signale liegen als Spannungswerte im Bereich von 0 - 10 V an.

Alle vorgenannten Messwerte werden mit Hilfe von Gantner-Modulen und eines zugehörigen Konverters aufbereitet, so dass sie an der seriellen Schnittstelle eines PC zur Verfügung stehen. Erfasst, gespeichert und aufbereitet werden sie mit Hilfe der Software Diadem 4.0.

5.2. Faserdosierung

Als hervorstechende Schwierigkeit bei den bislang durchgeführten Studien zur Herstellung eines Granulats aus naturfaserverstärkten Thermoplasten hat sich die Faserdosierung herausgestellt. Da kurze Naturfasern sehr schlecht rieselfähig sind und somit nur ungenau dosiert werden können, wurden bislang meist Kardenbänder zur Faserdosierung herangezogen (z. B. [91]). Der Zwischenschritt der Aufbereitung von kurzen Naturfasern zu Bändern ist allerdings teuer und kann dazu führen, dass das gesamte Verfahren unwirtschaftlich wird. Aus diesem Grund wird im Folgenden versucht, mit der gegebenen Anlagenkonfiguration eine zufriedenstellende Dosierung kurzer Naturfasern zu erreichen.

5.2.1. Experimentelle Untersuchungen zur Faserdosierung

Die exakte Einstellung eines definierten Fasergehalts erfordert neben der beschriebenen gravimetrischen Dosierung des Matrixwerkstoffs eine möglichst genaue Dosierung der Kurzfasern. Eine allgemeine Betrachtung der Auswirkungen von Fehlern in der Faserdosierung ergibt für

den absoluten Unterschied zwischen angestrebtem Faseranteil im Granulat ψ_s und erzieltm Faseranteil ψ_i folgenden Zusammenhang:

$$\psi_i - \psi_s = \frac{\psi_s \cdot (1 - \psi_s) \cdot \delta_D}{1 - \psi_s \cdot \delta_D} \quad (5.2)$$

Darin steht δ_D für den relativen Fehler der Faserdosierung, der wie folgt definiert ist:

$$\delta_D = \frac{\dot{m}_{F,i} - \dot{m}_{F,s}}{\dot{m}_{F,s}} \quad (5.3)$$

Die graphische Darstellung in Bild 5.5 zeigt für relative Fehler der Faserdosierung von $\delta_D = 2\% - 12\%$, dass der absolute Fehler mit sinkendem angestrebtem Faseranteil kleiner wird.

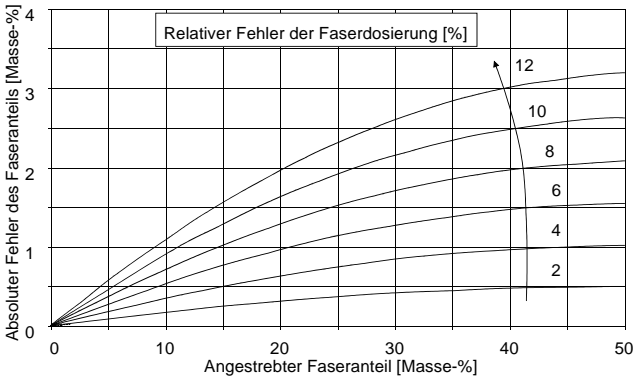


Bild 5.5: Auswirkungen des Fehlers der Faserdosierung auf den Faseranteil im Produkt

Für eine anzustrebende Genauigkeit des Fasergehalts von $\pm 0,5\%$ kann bei praxisrelevanten Faseranteilen von bis zu 35 Masse-% also ein Dosierfehler von bis zu 2% toleriert werden.

In der hier vorgestellten Konfiguration der Faserdosierung ergeben sich zwei potenzielle Fehlerquellen:

- Bei Betrachtung von kurzen Zeitintervallen: Schwankungen der Dosierung durch eine pulsierende Förderung von agglomerierten Fasern.
- Bei Betrachtung von längeren Zeitintervallen: Abweichungen vom Sollwert der Faserdosierung durch die fehlende Möglichkeit zur gravimetrischen Regelung der Dosierung, bedingt durch die Anlagenkonfiguration.

Beide Effekte werden durch den folgenden Dosiersversuch veranschaulicht: Der Vorratsbehälter wird mit Röstflachfasern mit einer Faserlänge von $l_f < 10$ mm gefüllt. Die Drehzahl der Austragsschnecke wird so eingestellt, dass sich eine angestrebte Fördermenge von $\dot{m}_F = 9$ kg/h ergibt. Bei einem Durchsatz des Agglomerators von $\dot{m} = 30$ kg/h und damit einer Fördermenge des Polymers von $\dot{m}_p = 21$ kg/h entspricht dies einem Fasergehalt von $\psi = 30$ %. Es wird jedoch kein Polymer zudosiert, sondern nur die geförderte Fasermenge über einen Zeitraum von 30 min in Intervallen von 15 s gewogen.

Eine Klassierung der im Messintervall über die Versuchsdauer geförderten Fasermenge zeigt eine breite Häufigkeitsverteilung (Bild 5.6), welche die kurzfristige Schwankung der Faserdosierung wiedergibt. Sie ist nicht symmetrisch, so dass der weiteren Auswertung eine logarithmische Normalverteilung der Häufigkeit zugrunde gelegt wird.

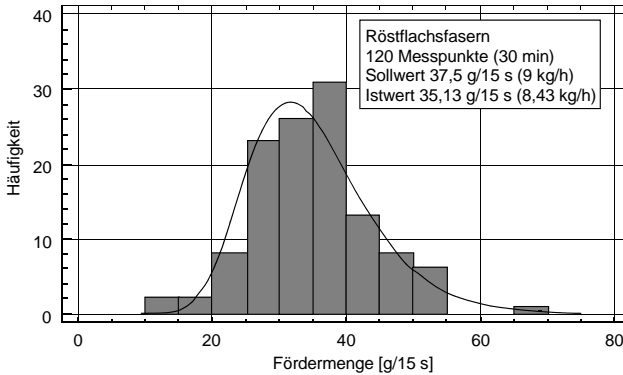


Bild 5.6: Kurzzeitige Schwankung der Faserdosierung

Werden nun die nebeneinander gelegenen Messintervalle zu einem entsprechend längeren Intervall zusammengefasst, so zeigt der Auftrag der Variation der Verteilung über der Messintervalllänge (Bild 5.7), wie sich die kurzfristigen Schwankungen über einen längeren Zeitraum ausgleichen, die Häufigkeitsverteilung also enger wird.

Die nach 30 min geförderte gesamte Fasermenge beträgt $\dot{m}_F = 8,432$ kg/h. Die Abweichung vom Sollwert 9 kg/h beträgt $\delta_D = -6,31$ %. Die Auswirkung dieses Effektes auf den Fasergehalt ist derart, dass sich bei einer konstant gehaltenen Matrixdosierung von $\dot{m}_p = 21$ kg/h im Produkt ein Faseranteil von $\psi = 28,65$ Masse-% ergeben würde. Hier zeigt sich der Langzeitfehler der Dosierung. Er entsteht, weil eine direkte gravimetrische Regelung der Faserdosierung in der gegebenen Anlagenkonfiguration nicht realisiert ist.

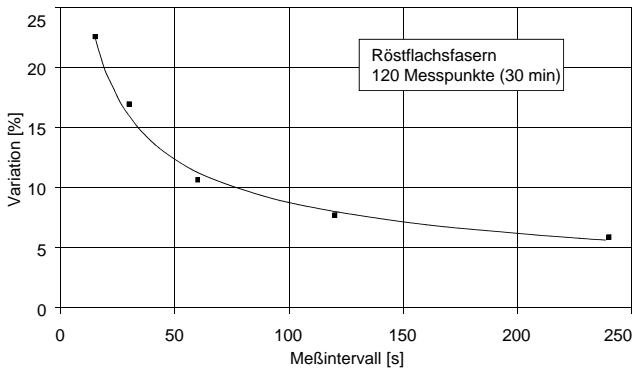


Bild 5.7: Schwankung der Faserdosierung bei Verlängerung des Messintervalls

Die Menge der durch die Faserdosierung geförderten Fasern \dot{m}_F wird durch die Drehzahl der Austragsschnecke n_{As} bestimmt. Dieser Zusammenhang $\dot{m}_F(n_{As})$ wird allerdings durch mehrere Faktoren beeinflusst. Hierzu zählen

- die Faserlänge,
- die Faserart (Grünflachs, Röstflachs usw.),
- der Feuchtigkeitsgehalt der Fasern,
- die Betriebsweise des Rührwerks im Vorratsbehälter und
- der Füllstand im Vorratsbehälter.

Bei Extrusionsversuchen mit faserverstärkten Thermoplasten hat sich gezeigt, dass die Länge der zudosierten Fasern keinen Einfluss auf die Faserlänge im Produkt hat, sofern die Länge der Fasern oberhalb einer durch die Schneckenkonfiguration und die Betriebsparameter bei der Extrusion bestimmten Faserlänge liegt ([202], [33], [95]). Dieses Verhalten kann für den Agglomerator bestätigt werden. Auch hier ist die Faserlänge im Produkt außer von geometrischen Faktoren lediglich von den Betriebsparametern abhängig. Die Wahl der Länge der eingesetzten Schnittfasern orientiert sich deshalb an einer optimalen Prozesstauglichkeit. Eine Faserlänge von $l_F < 10$ mm hat sich aufgrund ihrer zufriedenstellenden Dosier- und Verarbeitbarkeit bewährt. Sie liegt deutlich oberhalb der nach der Aufbereitung beobachteten mittleren Faserlänge, so dass diese tatsächlich nur durch die Betriebsparameter bestimmt wird. Die eingesetzte Faserlänge wird bei den Aufbereitungsversuchen deshalb nicht variiert.

Der Einfluss der Faserart erklärt sich aus der unterschiedlichen Oberflächenbeschaffenheit und Schüttdichte. Diese Unterschiede ergeben sich aus der Aufbereitung der Fasern (Röstgrad, mechanischer Aufschluss). Eine rauere Oberfläche führt zu einer stärkeren Verhakung, wodurch sich voluminösere bzw. weniger dichte Faseragglomerate bilden. Eine geringere Schüttdichte geht bei der gegebenen Art der Faserförderung mit einem niedrigeren Massestrom einher.

Da die Dosierung der Fasern nicht gravimetrisch erfolgt, muss zur Einstellung einer geeigneten Drehzahl der Austragsschnecke zunächst für jede Faserart eine Kalibrierkurve aufgenommen werden, welche die am Frequenzwandler einzustellende Frequenz des Antriebs der Austragsschnecke und somit deren Drehzahl mit der Förderleistung korreliert (Bild 5.8). Um den Einfluss der kurzfristigen Schwankungen der Faserdosierung auszuschließen, werden zur Ermittlung der einzelnen Arbeitspunkte die Förderströme über eine Zeitdauer von jeweils 3 min gemessen.

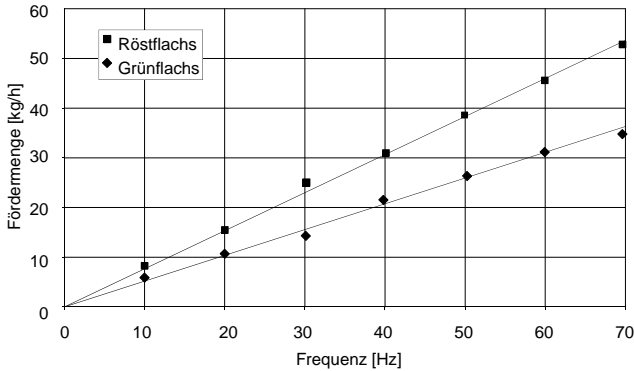


Bild 5.8: Kalibrierkurve für die Abhängigkeit der Fördermenge von der Dosierschneckendrehzahl und der Faserart (Fasern geschnitten $l_F < 10$ mm, getrocknet)

Das Bild 5.8 zeigt exemplarisch den linearen Zusammenhang zwischen Schneckendrehzahl und langfristig gemittelter Fördermenge, wobei für Röstflachsfasern, bedingt durch deren höhere Schüttdichte, eine deutlich höhere Förderleistung erreicht wird als für Grünflachsfasern.

Wesentliche Voraussetzung für den gezeigten linearen Zusammenhang zwischen Schneckendrehzahl und Fördermenge ist eine kontinuierliche Betriebsweise des Rührwerks im Vorratsbehälter für die Fasern. Hierdurch wird eine Auflockerung der Fasern erreicht sowie eine Brückenbildung über der Austragsschnecke vermieden. Schon eine diskontinuierliche Betriebsweise mit einheitlichen Betriebs- und Pausenzeiten von 5 s führt zu einem deutlichen Abfall der Förderleistung, insbesondere bei höheren Schneckendrehzahlen (Bild 5.9). Der degressive Verlauf der Durchsatzkennlinie erschwert dann die Einstellung einer definierten Förderrate.

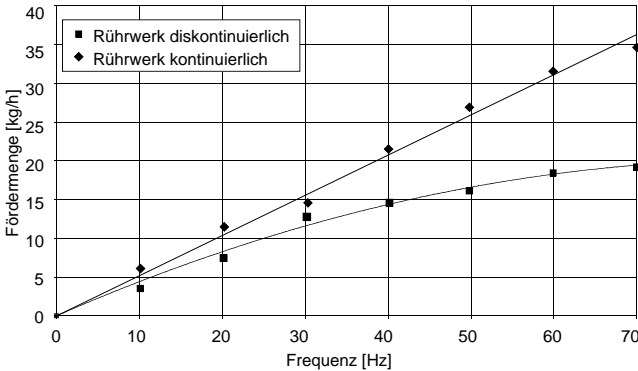


Bild 5.9: Abhängigkeit der Fördermenge von der Betriebsweise des Rührwerks im Vorratsbehälter (Grünflachfasern geschnitten $l_f < 10$ mm, getrocknet)

Neben den bereits beschriebenen Einflussfaktoren ist die in den Fasern enthaltene Feuchtigkeit von entscheidender Bedeutung für die Dosiergenauigkeit. Zum einen erhöht die Feuchtigkeit die Schüttdichte, so dass bei konstanter Dosierschneckendrehzahl im Vergleich zu trockenen Fasern eine größere Menge gefördert wird (Bild 5.10). Zum anderen bildet sich bei der Verarbeitung ungetrockneter Fasern Dampf, der zwar zum großen Teil durch den Bypass entweichen kann, zu einem kleinen Teil aber während der Förderung an den Fasern kondensiert und dadurch ein stärkeres Agglomerieren der Fasern bewirkt. Dies wiederum führt zu einer instationären Dosierung. Deshalb werden bei den Versuchen nur Fasern verarbeitet, die zuvor über 24 h bei 80 °C im Umluftofen getrocknet wurden.

Eine über die Versuchsdauer konstant eingestellte Drehzahl der Austragsschnecke für die Fasern berücksichtigt weiterhin nicht den Effekt, dass die Förderleistung vom Füllstand im Vorratsbehälter abhängt (Bild 5.10). Diese Erscheinung tritt generell bei der volumetrischen Dosierung von Schüttgütern auf, sie macht sich aber bei den kompressiblen Naturfaserhaufwerken besonders stark bemerkbar.

Um eine möglichst hohe Dosiergenauigkeit zu erzielen, sollte der Vorratsbehälter stets zu mindestens einem Drittel seines Fassungsvermögens gefüllt sein.

Zur Einstellung der Faserdosierung wird bei der Agglomeration zunächst eine Schneckendrehzahl entsprechend der zuvor aufgenommenen Kalibrierkurve gewählt. Während der Aufbereitung wird dann die Produktmenge in regelmäßigen Zeitabständen gewogen, über die exakt gravimetrisch dosierte Masse der Faseranteil berechnet und dieser durch eine Anpassung der Schneckendrehzahl ständig an den Sollwert angeglichen.

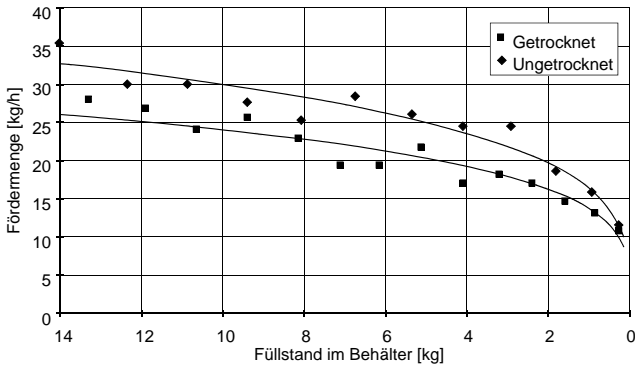


Bild 5.10: Abhängigkeit der Faserdosierung von Füllstand und Feuchtegehalt bei konstanter Schneckendrehzahl
(Grünflachfasern geschnitten, $l_F < 10$ mm)

Diese Vorgehensweise zur Einstellung eines definierten Fasergehalts ist aus zwei Gründen unbefriedigend: Zum einen ist eine manuelle Anpassung der Schneckendrehzahl für die Faserdosierung nur in relativ großen Zeitabständen möglich. Deshalb kann ein bestimmter Fasergehalt mit dieser Vorgehensweise nur mit einer Genauigkeit von ± 2 Masse-% eingestellt werden. Zum anderen ist diese Methode sicher für größere Produktionsmengen nicht praktikabel.

5.2.2. Optimierung der Faserdosierung

Eine Regelung der Schneckendrehzahl anhand des Faser-Massestroms, oder bei bekannter Polymer- und Additivdosierung auch anhand des Produkt-Massestroms, also letztlich eine gravimetrische Dosierung der Naturfasern, würde eine Lösung des oben beschriebenen Problems ermöglichen. Allerdings bedingt eine Integration einer solchen Regelung in das bestehende Anlagenkonzept einen erheblichen konstruktiven Aufwand, so dass eine einfachere Lösung ins Auge gefasst wird.

Die Stromaufnahme des Antriebsmotors für den Verdichterflügel der Ringmatrizenpresse ist für eine gegebene Matrize neben der Drehzahl im Wesentlichen von den Eigenschaften und der Menge des aufgegebenen, zu compoundierenden Materials abhängig. Es gilt:

$$I_R = f(n, T, \psi, \dot{m}). \quad (5.4)$$

Mit

$$\psi = \frac{\dot{m}_F}{\dot{m}} \quad (5.5)$$

und

$$\dot{m} = \dot{m}_p + \dot{m}_A + \dot{m}_F \quad (5.6)$$

gilt

$$I_R = f(n, T, \dot{m}_F, \dot{m}_p, \dot{m}_A). \quad (5.7)$$

Für eine bestimmte Rezeptur mit gegebenem Fasergehalt und einen frei wählbaren, bestimmten Arbeitspunkt kann der Polymer- und Additiv-Massestrom aufgrund der gravimetrischen Dosierung als konstant angesehen werden. Es folgt

$$I_{R;n,T,\dot{m}_p,\dot{m}_A=\text{const}} = f(\dot{m}_F). \quad (5.8)$$

Diese Beziehung kann zur Verbesserung der Dosiergenauigkeit der Naturfasern herangezogen werden, wenn die Drehzahl der Austragsschnecke für die Faserdosierung über die Stromaufnahme des Verdichterflügel-Antriebsmotors geregelt wird. Diese Regelung hat zwar keinen Einfluss auf die durch Faseragglomerationen hervorgerufenen kurzzeitigen Dosierschwankungen. Es besteht jetzt aber die Möglichkeit, einen bestimmten Faseranteil gezielt einzustellen und während des Aufbereitungsprozesses unbeeinflusst von äußeren Faktoren wie beispielsweise dem Füllstand im Vorratsbehälter im langfristigen Mittel konstant zu halten.

Zur Regelung der Schneckendrehzahl wird dabei eine obere und eine untere Grenze vorgegeben, innerhalb derer die Stromaufnahme des Verdichterflügel-Antriebsmotors schwanken darf. In regelmäßigen, einstellbaren Zeitabständen wird überprüft, ob die aktuelle Stromaufnahme noch innerhalb der vorgegebenen Grenzen liegt. Falls sie außerhalb liegt, wird die Drehzahl der Austragsschnecke um einen bestimmten Betrag angehoben oder abgesenkt.

Folgende Parameter können also zur Regelung der Schneckendrehzahl eingestellt werden:

- Obere Grenze der Stromaufnahme I_o ,
- Untere Grenze der Stromaufnahme I_u ,
- Zeitabstand t , in dem die Stromaufnahme überprüft wird und
- Änderungsbetrag der Schneckendrehzahl Δn .

Da jeweils der aktuelle Wert der Stromaufnahme zur Regelung der Schneckendrehzahl verwendet wird, die Stromaufnahme aber aufgrund der kurzfristig schwankenden Faserdosierung ebenfalls kurzfristig schwankt, ist die Güte der Regelung bezüglich der einstellbaren Parameter sehr sensitiv. In der Praxis stellt sich heraus, dass der Zeitabstand t zwischen den Überprüfungen und die Änderungshöhe der Schneckendrehzahl Δn möglichst klein gewählt werden sollten. Die Eingriffsgrenzen I_0 und I_u sollten mit der realen, durch die Kurzzeitfehler der Faserdosierung hervorgerufenen Schwankung der Stromaufnahme möglichst exakt übereinstimmen. Weiter zeigt sich, dass die untere Eingriffsgrenze I_u näher am angestrebten Mittelwert liegen sollte, da die Stromaufnahme des Verdichterflügel-Antriebsmotors aufgrund des abnehmenden Füllstands im Faser-Vorratsbehälter bei konstanter Schneckendrehzahl langfristig immer kleiner wird.

Bei Praxisversuchen mit einer derart geregelten Drehzahl der Austragsschnecke für die Naturfasern treten im fertigen Produkt Abweichungen des Fasergehalts vom Sollwert von bis zu $\pm 0,5$ Masse-% auf. Grund dafür sind Ungenauigkeiten bei der Bestimmung des Zusammenhangs zwischen der Drehzahl der Austragsschnecke für die Naturfasern, der Fördermenge und der Stromaufnahme des Verdichterflügel-Antriebsmotors, die in Abhängigkeit von der verwendeten Matrice, der Verdichterflügeldrehzahl, der Temperatur, dem Durchsatz und dem angestrebten Fasergehalt jeweils neu vorgenommen werden muss. In dem hierfür erforderlichen Aufwand liegt auch der größte Nachteil dieser Vorgehensweise. Allerdings kann im Vergleich zur unregelmäßigen Dosierung eine erhebliche Verbesserung der Dosiergenauigkeit erzielt werden, die eine Aufbereitung großer Produktmengen mit einem konstanten Fasergehalt nahe dem vorgegebenen Sollwert ermöglicht. Eine weitere Verbesserung ist nur noch mit einer gravimetrischen Faserdosierung möglich.

5.3. Beschreibung des Aufbereitungsprozesses in einer Ringmatrizenpresse

In den folgenden Abschnitten werden die Vorgänge innerhalb der Ringmatrizenpresse beschrieben und Folgerungen für die Praxis abgeleitet.

5.3.1. Beschreibung der Vorgänge im Keilspalt zwischen Verdichterflügel und Matrice

Bild 5.11 zeigt den Arbeitsraum der Ringmatrizenpresse, wenn der Antrieb von Verdichterflügel und Zuführschnecke im laufenden Betrieb plötzlich abgeschaltet wird. Der Arbeitsraum ist vollständig gefüllt, so dass sich eine Betrachtung des Füllgrads der Ringmatrizenpresse erübrigt. Die Rezepturbestandteile liegen im Arbeitsraum überwiegend in kompaktierter, fester Form vor. Deshalb können für die mittlere Dichte der Werkstoffe je nach Rezeptur Werte von $0,9 \text{ g/cm}^3$ (unverstärktes Polypropylen) bis $1,3 \text{ g/cm}^3$ (Cellulosepropionat mit 40 Vol.-% Naturfasern) abgeschätzt werden. Diese Werte werden durch ein Auswiegen der Ringmatrize bestätigt.

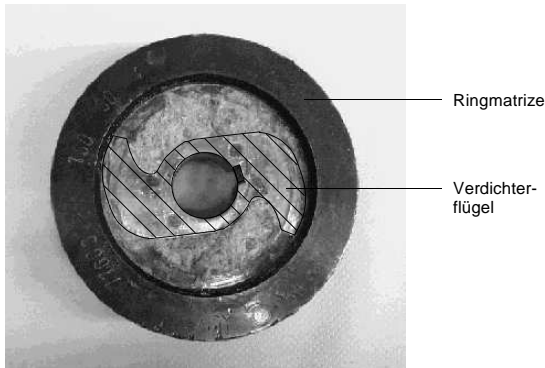


Bild 5.11: Gefüllter Arbeitsraum der Ringmatrize

Die Drehzahl von Zuführschnecke und Verdichterflügel begrenzt in der Praxis den möglichen Durchsatz der Ringmatrizenpresse. Für einen stabilen Betrieb muss sichergestellt werden, dass der Durchsatz auch bei Kurzzeitschwankungen der Faserdosierung jederzeit unterhalb des Maximaldurchsatzes liegt. Dies wird durch die vorgegebene Dosierung von Fasern, Matrix und Additiven erreicht.

Bei der Beschreibung der Bewegungsabläufe des Materials innerhalb eines Arbeitsraums der Ringmatrizenpresse wird weiter davon ausgegangen, dass keine Leckagen über die Zuführschnecke oder zwischen den Arbeitsräumen über den Verdichterflügel hinweg auftreten. Dann kann die Bewegung des Materials innerhalb eines Arbeitsraums der Ringmatrizenpresse als dreidimensionales Feld in ortsfesten Zylinderkoordinaten mit der Antriebswelle als z -Achse wie folgt beschrieben werden:

$$v(\varphi, r, z) = v_{\varphi}(\varphi, r, z) + v_r(\varphi, r, z) + v_z(\varphi, r, z). \quad (5.9)$$

Die axiale Bewegungskomponente v_z wird durch die Beschickung der Ringmatrizenpresse über die Stirnseite verursacht. Als kinematische Randbedingung kann formuliert werden:

$$v_z(\varphi, r, z) \Big|_{r \rightarrow R_{M,i}} \rightarrow 0. \quad (5.10)$$

Für den Radius des Verdichterflügels $r = r_{\min}$ entspricht v_z an der Stelle $z = 0$ der axialen Geschwindigkeit des aufgegebenen Materials in der Zuführschnecke.

Die tangentielle Bewegungskomponente kann als Überlagerung der Verdichterflügeldrehzahl und der Relativbewegung zwischen Material und Verdichterflügel beschrieben werden. Es gilt

$$v_{\varphi}(\varphi, r, z) = 2\pi \cdot n_{VF} \cdot r + v_{\varphi,rel}(\varphi, r, z). \quad (5.11)$$

Die Relativbewegung zwischen Material und Verdichterflügel ist entgegen der Drehrichtung des Verdichterflügels orientiert. Sie ist gegenüber der Verdichterflügeldrehzahl klein. Damit gilt:

$$v_{\varphi}(\varphi, r, z) \sim n_{VF}. \quad (5.12)$$

Weiter wird angenommen, dass an der inneren Mantelfläche der Ringmatrize nur ein radialer Materialfluss stattfindet:

$$v_{\varphi}(\varphi, r, z) \xrightarrow{r \rightarrow R_{M,i}} 0. \quad (5.13)$$

Die radialen Bewegungsvorgänge innerhalb des Arbeitsraums der Ringmatrizenpresse können anhand einer Betrachtung des Massestroms diskutiert werden. Dazu wird von einer über die Breite des Arbeitsraums und den Winkel φ gemittelten radialen Bewegungskomponente ausgegangen:

$$\bar{v}_r(r) = \frac{1}{2\pi} \cdot \frac{1}{b_M} \cdot \int_{\varphi} \int_z v(\varphi, r, z) dz d\varphi. \quad (5.14)$$

Nach der Kontinuitätsgleichung gilt dann mit einer mittleren Dichte des Werkstoffgemischs:

$$\dot{m} = \bar{\rho} \cdot \bar{v}_r(r) \cdot 2\pi \cdot r \cdot b_M = \text{const} \quad (5.15)$$

bzw.

$$\bar{v}_r(r) = \frac{\dot{m}}{\bar{\rho} \cdot 2\pi \cdot r \cdot b_M}. \quad (5.16)$$

Die radiale Bewegungskomponente ist also unter den oben beschriebenen Voraussetzungen eine Funktion des Durchsatzes, der mittleren Dichte der eingesetzten Rezeptur und der Geometrie des Arbeitsraums der Ringmatrizenpresse. Das folgende Bild 5.12 zeigt diese Abhängigkeit, parametrisiert mit dem Durchsatz und mit einer angenommenen mittleren Dichte

von $1,00 \text{ g/cm}^3$, wie sie einem naturfaserverstärkten Polypropylen mit $\psi = 30$ Masse-% entspricht:

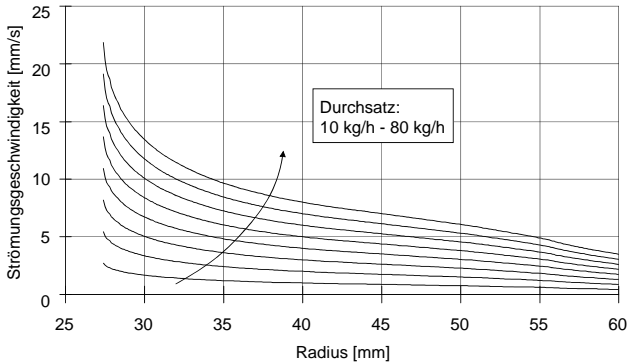


Bild 5.12: Radiale Bewegungskomponente in der Ringmatrizenpresse

Unberücksichtigt bei dieser Betrachtungsweise bleiben die Einflüsse der Matrizenbohrungen auf die Strömung innerhalb der Ringmatrize sowie Grenzflächeneffekte insbesondere am Verdichterflügel.

Zur Beurteilung der thermischen Beanspruchung des zu compoundierenden Materials ist eine Abschätzung der mittleren Verweilzeit im Arbeitsraum der Ringmatrizenpresse aufschlussreich. Mit einer mittleren Dichte im Arbeitsraum, dessen Volumen mit V_M bezeichnet wird, folgt für die mittlere Masseverweilzeit in der Ringmatrizenpresse

$$\bar{t} = \frac{\bar{\rho} \cdot V_M}{\dot{m}} \quad (5.17)$$

Damit ist die Drehzahl des Verdichterflügels bei der angenommenen vorgegebenen Dosierung ohne Einfluss auf den Durchsatz. Für die mittlere Verweilzeit ergibt sich ein hyperbolischer Verlauf als Funktion des Durchsatzes (Bild 5.13) mit der mittleren Dichte der eingesetzten Rezeptur als Scharparameter.

Bei praxisrelevanten Durchsätzen von 30 kg/h bis 40 kg/h ergeben sich mittlere Verweilzeiten im Arbeitsraum der Ringmatrizenpresse von 15 s bis 35 s . Diese kurzen Zeiten bedingen eine sehr geringe thermische Beanspruchung des Materials während des Aufbereitungsvorgangs. Verglichen mit den Untersuchungen zur thermischen Beständigkeit von Naturfasern zeigt sich, dass die Agglomeration im Hinblick auf den thermischen Abbau der Fasern als gänzlich unkritisch einzustufen ist. Hier liegt ein erheblicher Vorteil im Vergleich zu alternativen Verfahren wie beispielsweise der Extrusion.

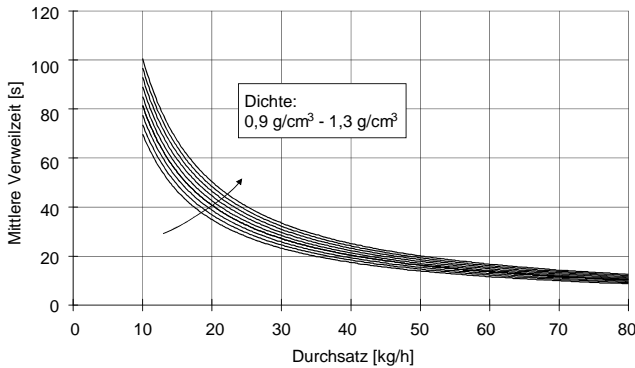


Bild 5.13: Mittlere Verweilzeit im Arbeitsraum der Ringmatrizenpresse

5.3.2. Beschreibung der Vorgänge in den zylindrischen Matrizenbohrungen und beim Materialaustritt aus der Ringmatrize

Die Strömung des Materials innerhalb einer Matrizenbohrung, in der es aufgeschmolzen vorliegt, kann ebenfalls auf einfache Weise beschrieben werden. Angenommen wird, dass die Strömung in den Matrizenbohrungen nicht von der Bohrungsposition auf der Matrizenbreite abhängig ist. Gewählt wird ein weiteres Zylinderkoordinatensystem, dessen Ursprung im Mittelpunkt einer Matrizenbohrung auf dem inneren Umfang der Ringmatrize liegt. Für die Strömungsgeschwindigkeit der Schmelze gilt

$$v_s(r, z) = v_{s,r}(r, z) + v_{s,z}(r, z), \quad v_s \neq f(\varphi). \tag{5.18}$$

Die mittlere Austrittsgeschwindigkeit des Produkts aus der Ringmatrizenpresse kann überschlägig wieder mit der Kontinuitätsgleichung abgeschätzt werden. Dazu wird die Austrittsgeschwindigkeit der Stränge über den gesamten Matrizenumfang gemittelt und als konstant angenommen:

$$\bar{v}_s = \frac{1}{r_B} \cdot \frac{1}{l_B} \cdot \int \int_{r,z} v_s(r, z) dz dr. \tag{5.19}$$

In diesem Fall ist sie ebenfalls nur vom Durchsatz als einzigem Prozessparameter abhängig:

$$\bar{v}_s = \frac{\dot{m}}{\bar{\rho}_s \cdot n_B \cdot \pi \cdot r_B^2}. \tag{5.20}$$

In der Praxis jedoch ist die Austrittsgeschwindigkeit der Stränge entgegen der Annahme nicht konstant. Die Schmelzstränge werden vielmehr durch den Verdichterflügel ausgeschoben, wodurch ein pulsierender Materialfluss hervorgerufen wird.

Für die Beschreibung des Materialaustritts wird nun wieder das ursprüngliche Zylinderkoordinatensystem betrachtet. Es liegt ortsfest im Arbeitsraum der Ringmatrizenpresse mit der Antriebswelle als z-Achse. Folgende vereinfachende Annahmen werden getroffen:

- Nach dem Materialaustritt aus der Matrizenbohrung wird eine über ihren Querschnitt konstante Blockströmung betrachtet,
- die Strömung in der Matrizenbohrung hat lediglich eine radiale Komponente v_r ,
- ein Ausschleiben der Stränge findet nur in den linearen Zonen des Verdichterflügels statt (siehe Abwicklung des Keilspalts, Zone IV, Seite 62). Damit ist geometrisch keine Abhängigkeit der Strömung von den Variablen φ , r und z begründet,
- ein Ausschleiben des Materials findet bei zwei aktiven Flanken des Verdichterflügels zu einer bestimmten Zeit t in genau zwei einander gegenüberliegenden Zonen statt.

Daraus folgt als Abschätzung nach oben für die Austrittsgeschwindigkeit

$$\hat{v}_s = \frac{dr}{dt}. \quad (5.21)$$

Für den Zusammenhang zwischen Winkeländerung und Verdichterflügeldrehzahl gilt allgemein

$$-\frac{d\varphi}{dt} = 2\pi \cdot n_{vf}. \quad (5.22)$$

Durch Vermessen des Verdichterflügels im betrachteten linearen Bereich lässt sich für die Beschreibung seiner Oberfläche im verwendeten Zylinderkoordinatensystem folgender Zusammenhang zwischen Radius und Winkel finden:

$$r = R_{M,i} + 0,645 \text{ mm} - 7,3918 \text{ mm} \cdot \varphi \quad (5.23)$$

Der Faktor $C_{vf} = 7,3918 \text{ mm}$ ist eine konstante geometrische Kennzahl des Verdichterflügels im linearen Bereich. Es folgt zusammenfassend

$$\hat{v}_s = 2\pi \cdot C_{vf} \cdot n_{vf}. \quad (5.24)$$

Gleichung (5.24) liefert eine Abschätzung der Austrittsgeschwindigkeit des Produkts aus den Bohrungen der Ringmatrize, die von den linearen Zonen des Verdichterflügels überstrichen werden.

Aus dieser maximalen Austrittsgeschwindigkeit kann nun wiederum eine mittlere Austrittsgeschwindigkeit berechnet werden, indem nicht nur die zwei gegenüberliegenden linearen Zonen betrachtet werden, sondern der gesamte Matrizenumfang. Mit φ_1 für die Summe der Kreissegmente auf dem inneren Umfang der Ringmatrize, die von den linearen Zonen des Verdichterflügels überstrichen wird, gilt:

$$\bar{v}_s = \frac{\varphi_1}{2\pi} \cdot \hat{v}_s. \quad (5.25)$$

Durch Vermessen des Verdichterflügels wird ermittelt, dass die lineare Zone einer aktiven Flanke einen Winkel von ca. 42° überdeckt (siehe Abwicklung des Keilspalts, Zone IV, Seite 62). Bei zwei aktiven Flanken gilt also:

$$\frac{\varphi_1}{2\pi} = \frac{7}{30}. \quad (5.26)$$

Bei einer Teilung von $T = 30$ mit zwei Lochreihen je Wiederholeinheit, wie sie bei den in dieser Arbeit verwendeten Ringmatrizen vorliegt, wird zu einem beliebigen Zeitpunkt t also aus 14 von 60 Lochreihen Material gefördert. Für eine mittlere Austrittsgeschwindigkeit aus allen Lochreihen folgt zusammenfassend:

$$\bar{v}_s = \frac{7}{30} \cdot \hat{v}_s. \quad (5.27)$$

Mit der zuvor hergeleiteten Gleichung für die Austrittsgeschwindigkeit im linearen Bereich sowie der aus der Beschreibung der Vorgänge in den zylindrischen Matrizenbohrungen stammenden Gleichung für die mittlere Austrittsgeschwindigkeit folgt:

$$n_{vf} = \frac{60}{7\pi^2} \cdot \frac{\dot{m}}{C_{vf} \cdot \bar{\rho}_s \cdot n_B \cdot d_B^2} \quad (5.28)$$

bzw. ausgedrückt mit der eingangs definierten freien Lochfläche

$$n_{vf} = \frac{15}{7\pi^2} \cdot \frac{\dot{m}}{\bar{\rho}_s \cdot \alpha \cdot D_{M,i}^2 \cdot b_M \cdot C_{vf}}. \quad (5.29)$$

Ein Gleichsetzen der mit den beiden vorstehend beschriebenen Ansätzen berechneten mittleren Austrittsgeschwindigkeiten liefert also einen Zusammenhang zwischen den Betriebs-

parametern Durchsatz und Verdichterflügeldrehzahl, der einen Anhalt für die je nach Durchsatz, Rezeptur und Ringmatrize einzustellende Verdichterflügeldrehzahl zur Verfügung stellt.

In der Praxis jedoch können Durchsatz und Verdichterflügeldrehzahl aufgrund der vorgegebenen Dosierung weitgehend unabhängig voneinander gewählt werden. So liefert Gleichung (5.29) eher eine Abschätzung für eine kritische Mindestdrehzahl des Verdichterflügels. Wird sie unterschritten bzw. zuviel Material aufgegeben, so verstopft die Anlage. Wird sie überschritten, so verbessert sich die Mischungswirkung im Inneren der Ringmatrize mit der Folge eines homogeneren Granulats. Auch die Strömungsgeschwindigkeit in den Matrizenbohrungen steigt an, so dass das Material intensiver geschert wird. Diese Betriebsbedingungen liegen im Regelfall vor, weil die Verdichterflügeldrehzahl insbesondere aufgrund der kurzfristigen Schwankungen der Faserdosierung mit einem gewissen Sicherheitsabstand zur kritischen Drehzahl gewählt werden sollte. Dabei wird dann nicht durch alle Matrizenbohrungen Material gefördert. In der Praxis zeigt sich, dass bevorzugt die Bohrungen nahe der Stirnseiten, also in der Nähe der Kühl- bzw. Temperierkanäle, einfrieren.

Eine Diskussion der Gleichung (5.29) zeigt die Proportionalität von Durchsatz und kritischer Verdichterflügeldrehzahl bei ansonsten unveränderten Parametern. Weiterhin wird der entscheidende Einfluss des Durchmessers der Matrizenbohrungen deutlich. Wird er vergrößert, muss die Drehzahl abgesenkt werden oder der Durchsatz gesteigert werden, damit noch sämtliche Bohrungen von Material durchströmt werden. Gleiches gilt für die freie Lochfläche, hier gezeigt für die beiden im Experiment eingesetzten Ringmatrizen.

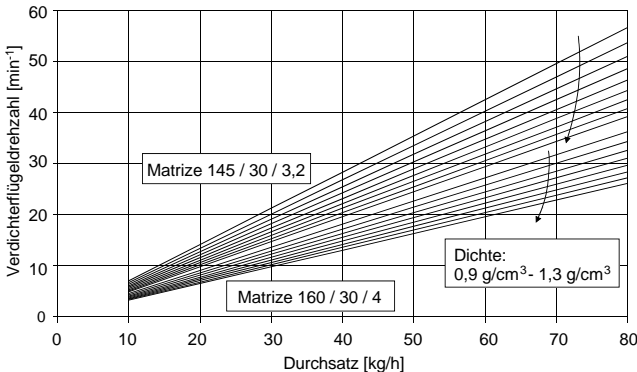


Bild 5.14: Abhängigkeit der kritischen Verdichterflügeldrehzahl vom Durchsatz

Als Konsequenz aus der Betrachtung zeigt sich, dass die kritische Verdichterflügeldrehzahl außerhalb des Einstellbereichs von $260 \text{ min}^{-1} \leq n_{VF} \leq 433 \text{ min}^{-1}$ liegt. Allgemein kommt die Matrize 145/30/3,2 bevorzugt für geringe Durchsätze in Frage, die Matrize 160/30/4 sollte dagegen für höhere Durchsätze eingesetzt werden.

Mit den vorstehend getroffenen Annahmen können die Austrittsgeschwindigkeit sowie der Zusammenhang zwischen Durchsatz und Verdichterflügeldrehzahl praxisnah beschrieben werden.

Auch für die Matrizenbohrungen kann als ein Indiz für die thermische Beanspruchung der Naturfasern aus der Kontinuitätsgleichung mit

$$\bar{t} = \frac{\bar{\rho}_S \cdot V_B}{\dot{m}} \tag{5.30}$$

und

$$V_B = n_B \cdot \frac{D_{M,a} - D_{M,i}}{2} \cdot \frac{\pi}{4} d_B^2 \tag{5.31}$$

eine mittlere Verweilzeit bestimmt werden (Bild 5.15). Dargestellt sind beide Ringmatrizen mit der mittleren Dichte der eingesetzten Rezeptur als Scharparameter.

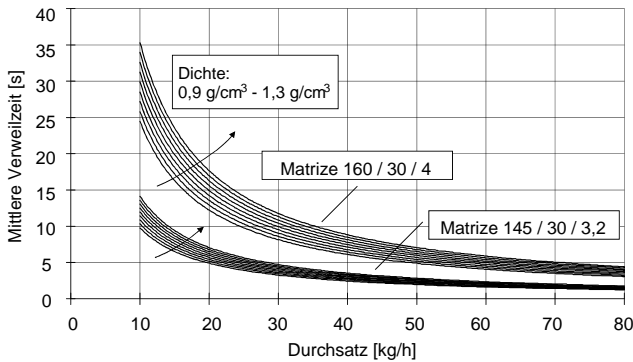


Bild 5.15: Mittlere Verweilzeit in den Bohrungen der Ringmatrize

Bei praxisrelevanten Durchsätzen von 30 kg/h bis 40 kg/h beträgt die mittlere Verweilzeit je nach der verwendeten Ringmatrize 3 s bis 12 s. Wiederum wird deutlich, dass die Naturfasern nur sehr kurz einer thermischen Belastung durch den Prozess ausgesetzt sind. Der Durchmesser und die Länge der Matrizenbohrungen sind jedoch nicht nur für die Verweilzeit maßgeblich, sondern bestimmen auch die Gesamtscherung des Materials.

Das aus der Ringmatrize austretende compoundingierte Material wird an ihrer Außenseite von zwei umlaufenden Messern abgetragen, die gegenläufig zum Verdichterflügel rotieren. Die Drehzahl der Messer ist von 45 min⁻¹ bis 450 min⁻¹ in Schritten von 45 min⁻¹ einstellbar.

Wieder über den Matrizenumfang gemittelt ergibt sich die mittlere Länge der von den umlaufenden Messern abgetragenen Zylinder aus der eingesetzten Ringmatrize (Bohrungsdurchmesser), dem Durchsatz der Anlage und damit der Austrittsgeschwindigkeit der Stränge sowie der Umlaufgeschwindigkeit der Messer, hier beispielhaft gezeigt für die Matrize 160/30/4 (Bild 5.16) mit dem Durchsatz als Scharparameter.

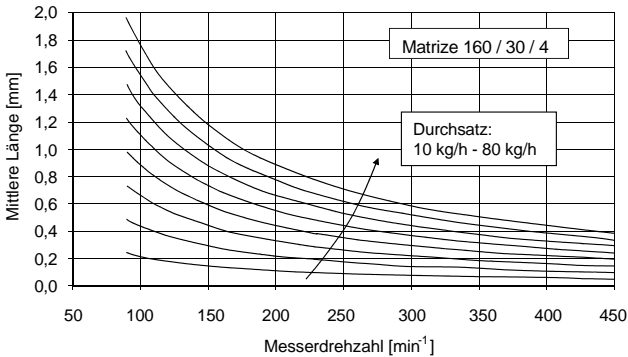


Bild 5.16: Mittlere Länge des zylindrischen Granulats in Abhängigkeit von Durchsatz und Messerdrehzahl

Auch diese Betrachtungsweise berücksichtigt nicht, dass das Granulat nicht kontinuierlich, sondern, bezogen auf eine bestimmte Matrizenbohrung, pulsierend aus der Matrize gepresst wird. Aufgrund der gegenläufigen Betriebsweise von Verdichterflügel und Messern legt das Verhältnis ihrer Drehzahlen fest, wie häufig eine Bohrung vom Verdichterflügel überstrichen wird, bevor das ausgetretene Material an der Außenseite der Matrize von den Messern abgetrennt wird. Weiterhin bestimmt die relative Position von Verdichterflügel und Messer zum Zeitpunkt des Schnitts die Länge des ausgetretenen Strangs. In der Praxis resultiert deshalb für die Länge der abgetrennten Zylinder eine Längenverteilung. Diese Länge der Granulatzylinder ist jedoch nur dann von Relevanz, wenn es gelingt, ein Verschweißen der Stränge nach dem Schnitt zu verhindern. Tatsächlich gelingt dies in aller Regel nicht. Die endgültige Geometrie des produzierten Granulats wird im folgenden Prozessschritt durch die Schneidmühle bestimmt.

5.4. Experimentelle Untersuchungen an einer Ringmatrizenpresse

In den folgenden Abschnitten werden die verschiedenen Einflüsse der Eigenschaften von Ausgangskomponenten und Betriebsparametern auf den Prozess sowie das Produkt gezeigt. Abschließend wird beschrieben, wie sich der Fasergehalt bzw. dessen Schwankungen im Verlauf des Aufbereitungsprozesses darstellen. Daran wird geklärt, inwiefern die Ringmatrizenpresse aufgrund ihrer Mischwirkung in der Lage ist, die Schwankungen der Faserdosierung zu kompensieren bzw. auszugleichen.

5.4.1. Einfluss der Eigenschaften von Ausgangskomponenten auf die Prozesskenngrößen

Im Folgenden wird der Einfluss des Matrixwerkstoffs, seiner Morphologie (Granulat, Pulver), des Fasertyps und der Fasertrocknung auf die Prozessdaten Ringmatrizentemperatur und Stromaufnahme des Verdichterflügelantriebs diskutiert.

Der Einfluss des verarbeiteten Matrixwerkstoffs lässt sich anhand der Messwerte deutlich erkennen. In Bild 5.17 sind die mit einem Pyrometer gemessene Oberflächentemperatur der Ringmatrize im Temperaturgleichgewicht bei Wasserkühlung, also ohne externe Temperierung, und die Stromaufnahme des Verdichterflügelantriebs dargestellt.

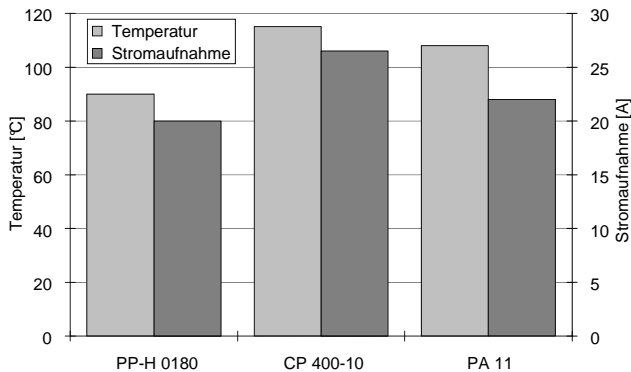


Bild 5.17: Temperatur der Ringmatrizenpresse und Stromaufnahme des Antriebsmotors in Abhängigkeit vom verarbeiteten Matrixwerkstoff (naturfaserverstärkt mit GFF $\psi = 33\%$)

Das amorphe Cellulosepropionat erfordert bei der Agglomeration den höchsten mechanischen Energieeintrag. Dabei stellen sich auch die höchsten Prozesstemperaturen ein. Eine Rolle spielen hier die zum Aufschmelzen bzw. Erweichen erforderliche Energie sowie die erhöhten Schmelzeviskositäten.

Wie eine Versuchsreihe mit granulärem und pulverförmigen Polypropylen PP-H 1100 zeigt, hat die Verwendung von Granulat oder Pulver dagegen keinen nachweisbaren Einfluss auf die Prozesskenngrößen. Temperatur der Ringmatrize und Stromaufnahme des Verdichterflügelantriebs bleiben unbeeinflusst. Auch stärkere Schwankungen der Temperatur oder der Stromaufnahme bei der Verwendung eines granulären Polymers können nicht registriert werden. Grund hierfür ist die durch ein gravimetrisches Dosiersystem sichergestellte hohe Dosiergenauigkeit und -konstanz der Matrixdosierung.

Desgleichen können auch weder für den Fasertyp (Flachs, Hanf, Jute, Sisal) noch für die Art der Faseraufbereitung (Grünflachs, Röstflachs) Einflüsse auf die Prozesskenngrößen nach-

gewiesen werden. Dagegen hat die Faserfeuchtigkeit einen merklichen Einfluss. Dabei finden sich die kurzfristigen Schwankungen der Faserdosierung in den Kennwerten des Aufbereitungsprozesses wieder. Erwartungsgemäß schwanken diese bei den ungetrockneten Fasern deutlich stärker, da hier auch größere Dosierschwankungen nachgewiesen werden.

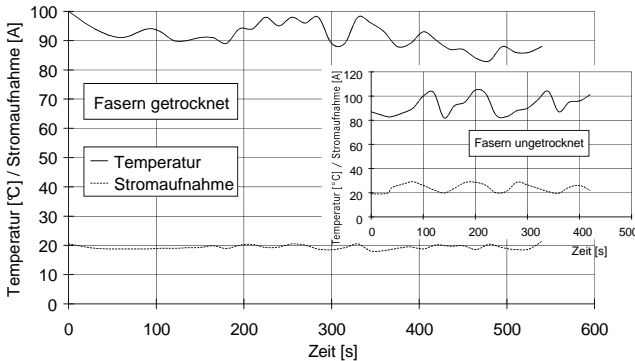


Bild 5.18: Temperatur der Ringmatrizenpresse und Stromaufnahme des Antriebsmotors bei getrockneten und ungetrockneten Fasern (PP-H 0180 / GFF $\psi = 33\%$)

Wie im Kapitel zur Faserdosierung beschrieben, neigen die ungetrockneten Fasern stärker dazu, Faseragglomerate zu bilden. Dies führt zu einer stark ausgeprägten kurzzeitigen Schwankung des Dosierstroms. Damit gehen Belastungsspitzen in der Ringmatrizenpresse einher, die sich in einer höheren Stromaufnahme des Verdichterflügelantriebs zeigen. Kurze Zeit später wird ein entsprechender Temperaturanstieg der Ringmatrize beobachtet. Die durchschnittliche Temperatur liegt bei ungetrockneten Fasern allerdings geringfügig niedriger als bei getrockneten Fasern. Dennoch kann im Hinblick auf die Prozesssicherheit auf eine Vortrocknung der Fasern nicht verzichtet werden. Die dann leicht erhöhte mittlere thermische Belastung der Fasern ist im Hinblick auf die kurzen Verweilzeiten nicht von Relevanz. Aus Gründen der Prozesssicherheit muss gleichfalls sichergestellt werden, dass der bei der Aufbereitung entstehende Wasserdampf über den Bypass der Ringmatrizenpresse abgeführt werden kann.

5.4.2. Einfluss der Betriebsparameter auf die Prozesskenngrößen

Im Folgenden wird der Einfluss der Ringmatrize, der Verdichterflügelzahl, des Durchsatzes und des Fasergehalts auf die Prozesskennwerte diskutiert. Variiert werden dazu die beiden Ringmatrizen 160/30/4 und 145/30/3,2. Es steht zu erwarten, dass der höhere Druckabfall in den kleineren Bohrungen der Matrize 145/30/3,2 zu einer größeren dissipierten Energie im Arbeitsraum der Ringmatrize führen. Diese Annahme wird im Experiment bestätigt (Bild 5.19).

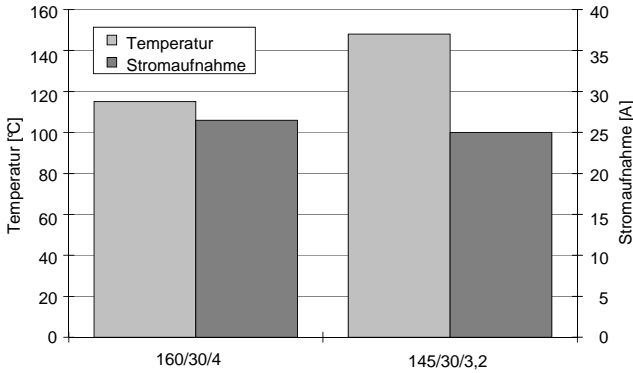


Bild 5.19: Temperatur der Ringmatrizenpresse und Stromaufnahme des Antriebsmotors in Abhängigkeit von der verwendeten Ringmatrize (CP 400-10 / GFF $\psi = 33\%$, $\dot{m} = 30\text{ kg/h}$, $n_{Vr} = 433\text{ min}^{-1}$)

Die mit dem Pyrometer gemessene Oberflächentemperatur der Ringmatrize 145/30/3,2 steigt infolge der Energiedissipation stark an, während die Stromaufnahme sinkt. Auch für andere Durchsätze und Verdichterflügeldrehzahlen wird dieses Verhalten bestätigt. Mit sinkender Drehzahl des Verdichterflügels geht eine deutliche Steigerung der Stromaufnahme einher.

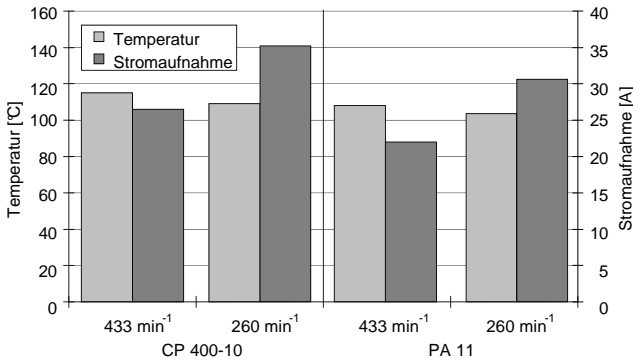


Bild 5.20: Temperatur der Ringmatrizenpresse und Stromaufnahme des Antriebsmotors in Abhängigkeit von der Verdichterflügeldrehzahl, $\dot{m} = 30\text{ kg/h}$, Ringmatrize 160/30/4 (CP 400-10 / GFF $\psi = 33\%$ und PA 11 / GFF $\psi = 33\%$)

Hier zeigt sich eine weitere Restriktion, die die Verdichterflügeldrehzahl nach unten begrenzt: Das Antriebsmoment wird bei sinkender Drehzahl abhängig von den Betriebsparametern so

groß, dass das Kippmoment des Motors überschritten wird, wodurch der Prozess zum Erliegen kommt. Mit den zur Verfügung stehenden Ringmatrizen konnte deshalb der Einstellbereich der Verdichterflügeldrehzahl von 260 min^{-1} bis 433 min^{-1} nicht für alle Rezepturen vollständig untersucht werden.

Generell ist auffällig, dass die Schwankungen der mit dem Pyrometer gemessenen Temperaturen bei niedrigeren Drehzahlen des Verdichterflügels größer werden. Der Grund dafür liegt im stärker pulsierenden Betriebsverhalten der Ringmatrizenpresse. Bei konstant gehaltenem Durchsatz wird bei einer niedrigeren Verdichterflügeldrehzahl in größeren Zeitintervallen eine größere Menge Material ausgetragen.

Bei der Versuchsreihe zur Ermittlung der Abhängigkeiten zwischen den Prozesskennwerten und dem Durchsatz werden Fasern und Matrix nicht getrennt dosiert. Vielmehr wird ein vorab produziertes Granulat aus PP-H 1100 / RFF mit $\psi = 24 \%$ erneut aufbereitet. Die Dosierung erfolgt dabei gravimetrisch. Hierdurch werden die kurz- und langfristigen Schwankungen der Faserdosierung und damit ein Einfluss eines schwankenden Fasergehalts auf die Messwerte ausgeschlossen. Die Temperaturmessung erfolgt in diesem Fall mit dem Thermoelement an der Stirnseite der Ringmatrize.

Auffällig ist neben der geringen Standardabweichung der Messwerte, die im Wesentlichen auf die exakte Dosierung zurückzuführen ist, der nur mäßige Anstieg der Stromaufnahme mit dem Durchsatz. Bestimmend für die Belastung der Anlage ist die Drehzahl, die nur mittelbar mit dem Durchsatz zusammenhängt (Seite 80). In der Praxis wird für steigende Durchsätze auch eine höhere Drehzahl gewählt, so dass indirekt die Stromaufnahme mit dem Durchsatz deutlich stärker ansteigt.

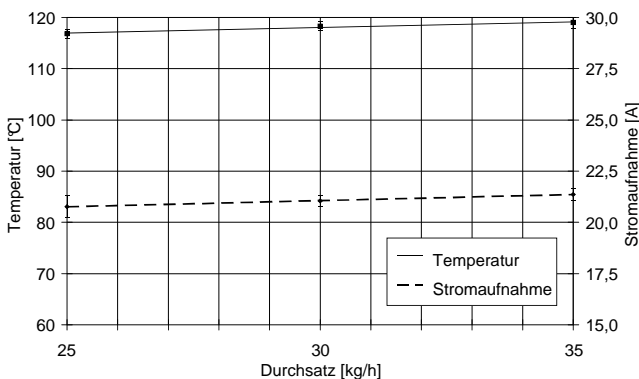


Bild 5.21: Temperatur der Ringmatrizenpresse und Stromaufnahme des Antriebsmotors in Abhängigkeit vom Durchsatz, Ringmatrize 160/30/4 (PP-H 1100 / RFF $\psi = 24 \%$, $n_{vf} = 433 \text{ min}^{-1}$)

Für die Untersuchung der Abhängigkeiten der Prozessdaten vom Faseranteil werden Polypropylen PP-H 1100 und Röstflachfasern wieder in konventioneller Weise dosiert. Dabei ist zu beachten, dass mit einer Änderung der (schwankenden) Faserdosierung nicht gleichzeitig auch eine Änderung der Matrixdosierung einhergehen kann, da eine unmittelbare Regelung der Matrixdosierung durch die Faserdosierung nicht möglich ist. Dieses wäre erforderlich, um die Untersuchungen bei konstantem Durchsatz durchzuführen. Deshalb wird das Produkt in möglichst kurzen Abständen (ca. 3 min) gewogen. Es ergeben sich einzelne Messpunkte mit genau bestimmtem Fasergehalt und Durchsatz. Der Durchsatz weicht dabei aufgrund dieser Vorgehensweise nur wenig vom betrachteten Durchsatz von 30 kg/h ab. Diese Abweichung wird korrigiert, indem die Ergebnisse für die Temperatur und die Stromaufnahme unter Zuhilfenahme der Ergebnisse der vorhergehenden Untersuchung auf einen Durchsatz von 30 kg/h normiert werden. Die Ergebnisse dieser Versuchsreihe zeigt das Bild 5.22.

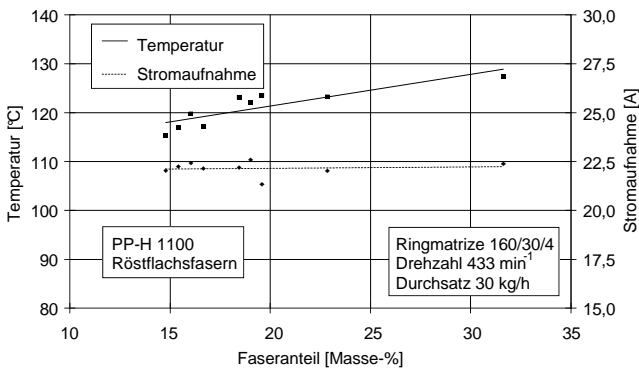


Bild 5.22: Temperatur der Ringmatrizenpresse und Stromaufnahme des Antriebsmotors in Abhängigkeit vom Faseranteil, $\dot{m} = 30 \text{ kg/h}$, $n_{\text{vf}} = 433 \text{ min}^{-1}$, Ringmatrize 160/30/4 (PP-H 1100 / RFF)

Die Stromaufnahme ist nahezu unabhängig vom Fasergehalt, während die Temperatur aufgrund zunehmender Reibung ansteigt.

5.4.3. Einfluss der Eigenschaften von Ausgangskomponenten auf die Granulatgeometrie und die Faserschädigung

Beschrieben werden im Folgenden die Einflüsse des Matrixwerkstoffs, seiner Morphologie (Granulat, Pulver), des Fasertyps und der Faser Trocknung auf die Farbe, Schüttdichte und Faserschädigung im Produkt. Die mechanischen Kennwerte der produzierten Rezepturen wurden bereits im Kapitel 4 "Werkstoffentwicklung" diskutiert.

Der Matrixwerkstoff selbst hat nur indirekt einen Einfluss auf die Farbe des resultierenden Compositegranulats. Weil unterschiedliche Polymere bei unterschiedlichen Temperaturen

verarbeitet werden, stellt sich eine mehr oder weniger starke Braunfärbung der Naturfasern ein.

Der Matrixwerkstoff hat einen Einfluss auf die Schüttdichte des Produkts, die zudem noch vom Fasergehalt abhängt (siehe Seite 90). Den Einfluss des Matrixwerkstoffs auf die Faserlängenverteilung zeigt Bild 5.23. Dargestellt ist zum einen das Histogramm der Faserlängenverteilung, zum anderen die kumulierte Häufigkeit für eine angenommene logarithmische Normalverteilung.

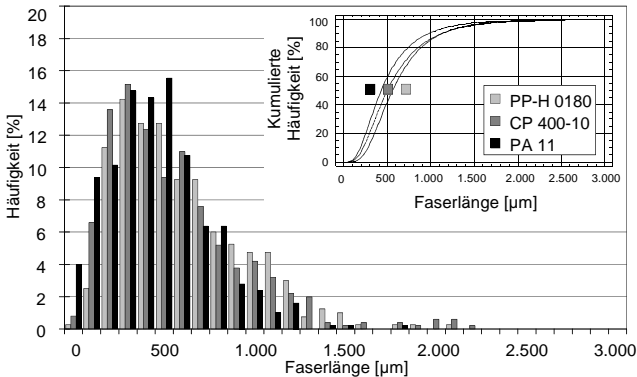


Bild 5.23: Einfluss des Matrixwerkstoffs auf die Faserlängenverteilung,
 $\dot{m} = 30 \text{ kg/h}$, $n_{VF} = 433 \text{ min}^{-1}$, Ringmatrize 160/30/4 (GFF $\psi = 30 \%$)

Wie der Verlauf der kumulierten Häufigkeit zeigt, werden die Fasern bei einer Aufbereitung mit Polypropylen PP-H 0180 am wenigsten geschädigt.

Hierzu zeigt Fisa am Beispiel der Compoundierung glasfaserverstärkter Thermoplaste durch Extrusion, dass eine Faserschädigung durch Faser-Schmelze-Wechselwirkungen eintritt. Maßgeblicher Einflussfaktor ist die Schmelzeviskosität [47]. Diese Erkenntnis wird für naturfaserverstärkte Thermoplaste und die betrachtete Prozesskette durch die Untersuchung der Faserschädigung in Abhängigkeit von der Schmelzeviskosität am Beispiel von Cellulosepropionat geprüft. Durch Variation des Weichmachergehalts kann die Schmelzeviskosität des Matrixpolymers eingestellt werden. Ein Vergleich der Faserlängenverteilung in röstflachfaserverstärktem Cellulosepropionat der Typen CP 300-10 und CP 360-16 zeigt bei gleichen Fasergehalten aber keine signifikanten Unterschiede, so dass diese Annahme für naturfaserverstärkte Thermoplaste und die gewählte Prozesskette unter den angenommenen Voraussetzungen nicht bestätigt werden kann.

Weitere Versuchsreihen zeigen, dass die Verwendung eines Matrixpolymers in Form von Granulat oder Pulver ebenfalls keinen Einfluss auf Farbe, Schüttdichte oder Faserlängenverteilung des Produkts hat.

Für die Schüttdichte und insbesondere die Faserlängenverteilung wird kein Zusammenhang mit dem verwendeten Fasertyp gefunden. Es ist also für die Aufbereitung durch Agglomeration nicht erforderlich, einen mit dem Ziel einer möglichst geringen Faserschädigung besonders optimierten Fasertyp (z. B. durch Aufbringen einer Schlichte oder andere Vorbehandlungen) einzusetzen.

Die bereits beschriebenen Schwankungen der Prozesstemperatur aufgrund unterschiedlicher Trocknungsgrade der Fasern (siehe Seite 84) finden sich auch im Aussehen des hergestellten Produkts wieder. Insbesondere die bei ungetrockneten Fasern auftretenden Temperaturspitzen führen zu einer ungleichmäßigen Braunfärbung des Granulats. Mit getrockneten Fasern hergestellte Granulate sind hingegen gleichmäßig braun gefärbt. Schüttdichte und Faserlängenverteilung sind wiederum vom Trocknungsgrad der Fasern unbeeinflusst.

5.4.4. Einfluss der Betriebsparameter auf die Granulatmorphologie, die Faserschädigung und die Produkteigenschaften

Im folgenden Abschnitt wird der Einfluss von Betriebs- und Anlagenparametern (Durchsatz, Faseranteil, Drehzahl, Ringmatrize, Anlagengröße) auf die Produktqualität (Farbe, Schüttdichte, Faserlängenverteilung, mechanische Kennwerte) diskutiert.

Der Durchsatz beeinflusst die Granulatfärbung nur indirekt über die sich einstellende Temperatur. Wie zuvor gezeigt wurde, ist dieser Einfluss aber marginal. Auch der Faseranteil beeinflusst die Farbe des Granulats primär über die Temperatur.

Die Schüttdichte weist keine Abhängigkeit vom Durchsatz auf. Sie wird im Wesentlichen durch den Matrixwerkstoff sowie durch den Granulierungsvorgang in der Schneidmühle bestimmt. Der Fasergehalt wirkt sich allerdings deutlich auf die Schüttdichte aus, wobei die Abhängigkeit für verschiedene Matrixwerkstoffe unterschiedlich stark ausgeprägt ist.

Aufgrund des differentiellen Aufschmelzverhaltens der Thermoplaste während des Aufbereitungsprozesses werden die Naturfasern unterschiedlich gut in die produzierten Granulate eingebunden. Daraus resultieren die in Bild 5.24 gezeigten Differenzen in der Schüttdichte. Dies zeigt sich insbesondere im Vergleich des hochviskosen Cellulosepropionat CP 300-10 mit dem niedrigerviskosen Polyamid PA 11. Bei Letzterem hat der Faseranteil keinen nennenswerten Einfluss auf die Schüttdichte, was dafür spricht, dass die Matrix auch bei hohen Fasergehalten den Verstärkungsstoff noch hervorragend inkorporieren kann. Diese Feststellung wird auch durch die Granulatmorphologie bestätigt.

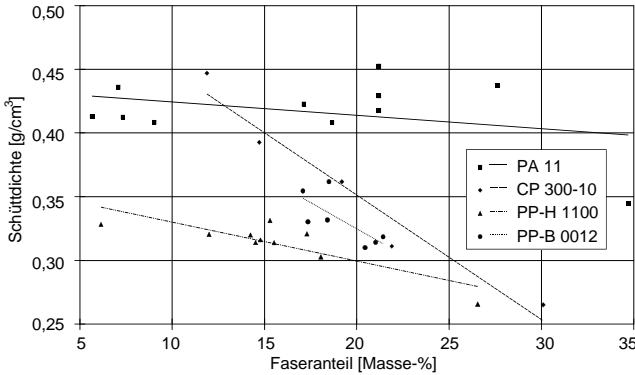


Bild 5.24: Einfluss von Faseranteil und Matrixwerkstoff auf die Schüttdichte des Produkts

Das nachstehende Bild 5.25 zeigt den Einfluss des Faseranteils auf die Faserlängenverteilung.

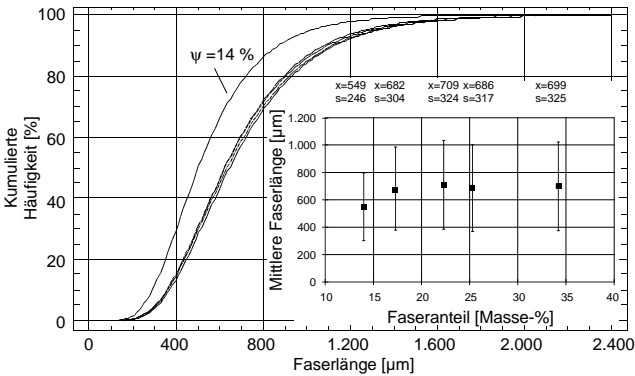


Bild 5.25: Einfluss des Faseranteils auf die Faserlängenverteilung im Produkt, CP 300-10 / RFF, $\dot{m} = 30 \text{ kg/h}$, $n_{VF} = 433 \text{ min}^{-1}$, Ringmatrize 160/30/4

Die Faserlängenverteilungen sind, mit Ausnahme der Verteilung bei $\psi = 14 \%$, so ähnlich, dass sie in der Darstellung der kumulierten Häufigkeiten nicht mehr voneinander unterschieden werden können. Bei einem paarweisen Vergleich der Verteilungen kann nicht mehr mit einer Wahrscheinlichkeit von 95 % von einer Verschiedenheit der Verteilungen ausgegangen werden. Es kann also nicht mit einer hinreichenden Sicherheit eine Abhängigkeit der Faserlänge vom Fasergehalt nachgewiesen werden. Diese Beobachtung steht im Einklang mit den Untersuchungen von Turkovich et al. [202] und Fisa [47] an glasfaserverstärkten Thermoplasten, die, aufbereitet mittels Extrusion, für die hier betrachteten Faseranteile keinen

bzw. einen nur minimalen Einfluss auf die Faserlängenverteilung zeigen. Fisa stellt darüber hinaus fest, dass die Abhängigkeit umso geringer ausfällt, je schonender der Prozess ist. Werden in Übereinstimmung mit Ramani et al. [174] Faser-Faser-Wechselwirkungen als Ursache für einen Einfluss des Fasergehalts auf die Faserlängenverteilung während des Aufbereitungsschritts angenommen, so kann anhand der vorliegenden Ergebnisse festgestellt werden, dass dieser Faserschädigungsmechanismus bei der Aufbereitung von naturfaserverstärkten Thermoplasten mittels Agglomeration keine große Relevanz besitzt. Vielmehr kann als Fazit formuliert werden, dass die Faserschädigung während der Aufbereitung im Agglomerator ganz wesentlich durch Faser-Maschine-Wechselwirkungen verursacht wird.

Zur Beurteilung des Einflusses der Verdichterflügeldrehzahl und der Ringmatrizegeometrie bei der Agglomeration werden wieder die beiden Ringmatrizen 160/30/4 und 145/30/3,2 eingesetzt. Die Drehzahl wird wie zuvor auf 433 min^{-1} und 260 min^{-1} eingestellt. Aufbereitet werden Granulate aus Cellulosepropionat CP 400-10 mit 33 Masse-% Grünflachfasern.

Die Verdichterflügeldrehzahl und die Ringmatrize beeinflussen die Granulatfarbe nur indirekt über die Massetemperatur. Die Auswirkungen dieser Betriebsparameter auf die Faserlängenverteilung zeigt Tabelle 5.2.

Tab. 5.2: Einfluss von Ringmatrize und Verdichterflügeldrehzahl auf die Faserlänge im Granulat, CP 400-10 / GFF $\psi = 33 \%$, $\dot{m} = 30 \text{ kg/h}$

Ringmatrize		160/30/4		145/30/3,2	
Drehzahl	[min^{-1}]	433	260	433	260
Anzahl der Fasern		1.503	1.512	1.545	1.500
Median der Faserlänge	[μm]	510	485	531	512
Anzahlbezogener Mittelwert	[μm]	603	533	578	564
Volumenbezogener Mittelwert	[μm]	844	667	773	722
Verhältnis der Mittelwerte		1,40	1,25	1,34	1,28

Die Faserlängenverteilungen sind so ähnlich, dass bei einem Vergleich aller vier Messreihen keine nennenswerten Unterschiede feststellbar sind. Ein paarweise durchgeführter Vergleich führt zu dem Ergebnis, dass nur für die Drehzahl mit einer hinreichend großen Wahrscheinlichkeit ein Einfluss auf die Faserlängenverteilung nachgewiesen werden kann. Mit kleiner werdender Drehzahl steigt die Faserschädigung deutlich an. Die Unterschiede in der Faserlängenverteilung sind graphisch in Bild 5.26 dargestellt.

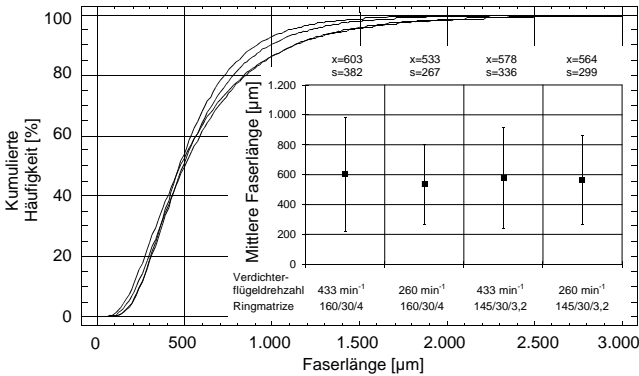


Bild 5.26: Einfluss von Ringmatrize und Verdichterflügeldrehzahl auf die Faserlängenverteilung im Granulat, CP 400-10 / GFF $\psi = 33 \%$, $\dot{m} = 30 \text{ kg/h}$

Aufschlussreich ist ein Exkurs zur Extrusion als alternativem Aufbereitungsverfahren. Turkovich et al. [202] zeigen für diesen Prozess, dass die Schneckendrehzahl nur bei kurzen Verweilzeiten einen Einfluss auf die Faserlänge besitzt. Bei langen Verweilzeiten werden die Fasern dagegen unabhängig von der Schneckendrehzahl geschädigt. Offensichtlich ist diese Feststellung auf die Fasern bei der Agglomeration übertragbar. Auch bei diesem Aufbereitungsverfahren sind die Verweilzeiten sehr kurz, und ein Einfluss der Verdichterflügeldrehzahl auf die Faserlänge ist nachweisbar.

Zur Klärung der Frage, ob sich diese Faserlängenunterschiede auch in den mechanischen Kennwerten der Werkstoffe wiederfinden, werden Prüfkörper hergestellt. Dazu werden die aufbereiteten Granulate in ein Presswerkzeug verbracht und im Umluftofen bei $220 \text{ }^\circ\text{C}$ acht Minuten lang gelagert. Anschließend werden sie mittels einer Heiz-/Kühlpresse mit einem Druck von 90 bar verpresst. Aus den so hergestellten Platten werden Norm-Kleinstäbe herausgefräst und im Schlagbiegeversuch nach Charpy getestet. Dabei ergaben sich die in Bild 5.27 graphisch aufbereiteten Ergebnisse. Dargestellt sind hier und im Folgenden immer der Mittelwert und der Mittelwert \pm der Standardabweichung.

Man erkennt, dass die mit der Ringmatrize 160/30/4 und einer Verdichterflügeldrehzahl von 433 min^{-1} generierten Granulate und die daraus gefertigten Probekörper sowohl die größten Faserlängen als auch die höchsten Schlagzähigkeitswerte aufweisen. Für diese Ringmatrize wird auch der zuvor gezeigte Zusammenhang zwischen Faserschädigung und Drehzahl bestätigt. Für die zweite Ringmatrize 145/30/3,2 kann er anhand der mechanischen Kennwerte allerdings nicht nachgewiesen werden.

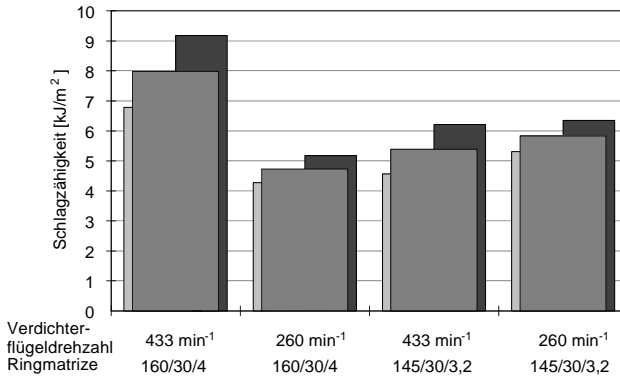


Bild 5.27: Einfluss von Ringmatrize und Verdichterflügel-drehzahl auf die mechanischen Kennwerte des Produkts, ermittelt an gepressten Platten aus CP 400-10 / GFF $\psi = 33\%$

Als Fazit kann konstatiert werden, dass die Verdichterflügel-drehzahl für die Faserschädigung während des Aufbereitungsprozesses ergebnisbestimmend ist. Dies konnte auch in weiteren Versuchsreihen mit Polypropylen und Polyamid als Matrixwerkstoff nachgewiesen werden.

Ein Ausblick auf die Verarbeitung der produzierten Granulate führt zu der Frage, ob die bei der Aufbereitung optimierten Faserlängen noch nach der Formgebung erkennbar sind. Hierzu werden Norm-Zugstäbe spritzgegossen sowie im Schlagbiege- und Zugversuch getestet.

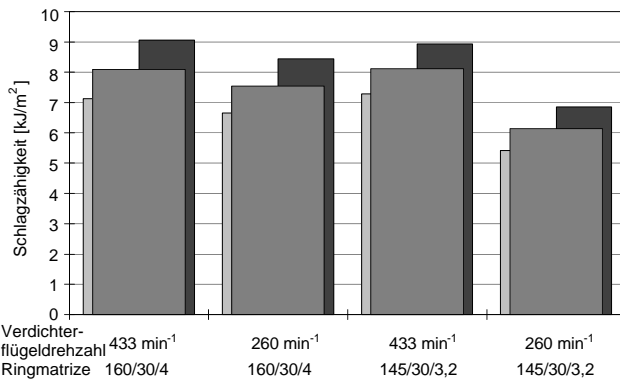


Bild 5.28: Einfluss von Ringmatrize und Verdichterflügel-drehzahl auf die mechanischen Kennwerte des Produkts, ermittelt an spritzgegossenen Proben aus CP 400-10 / GFF $\psi = 33\%$

Die Ergebnisse des Schlagbiegeversuchs zeigen in der Tendenz dieselben Abhängigkeiten zwischen Faserschädigung und Verdichterflügeldrehzahl, die bereits zuvor ermittelt und diskutiert wurden. Einschränkend muss allerdings angemerkt werden, dass die Unterschiede im Bereich der Standardabweichungen der Messreihen liegen. Auffällig ist allerdings, dass das Niveau der Schlagzähigkeitswerte deutlich höher liegt als bei den gepressten Platten. Dies ist auf die bessere Faserdispergierung sowie die Ausrichtung der Fasern beim Werkzeugfüllvorgang zurückzuführen. Ergänzend sind in Bild 5.29 die für die unterschiedlich aufbereiteten Werkstoffe ermittelten Zugfestigkeiten und E-Modulwerte dargestellt.

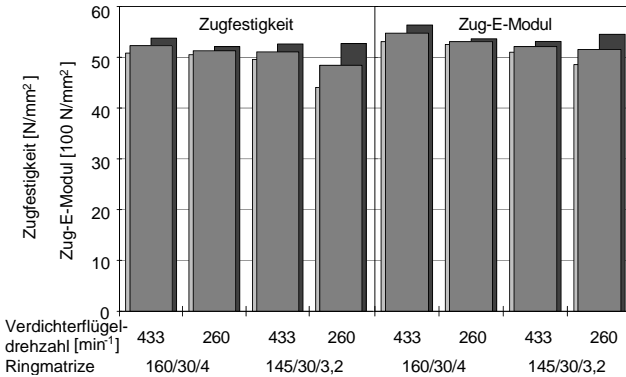


Bild 5.29: Einfluss von Ringmatrize und Verdichterflügeldrehzahl auf die mechanischen Kennwerte des Produkts, ermittelt an spritzgegossenen Proben aus CP 400-10 / GFF $\psi = 33\%$

Wie aus diesem Bild hervorgeht, liegen die Zugfestigkeitsunterschiede ebenfalls im Bereich der Standardabweichung. Auch die Zug-E-Modulwerte werden durch die Aufbereitungsparameter kaum beeinflusst.

Ergänzend zu den Untersuchungen mit Cellulosepropionat CP 400-10 werden auch Studien zum Einfluss der Verdichterflügeldrehzahl auf die Werkstoffeigenschaften von PA 11- und PP-H 0180-Grünflachsfaser-Composites durchgeführt. Die zuvor mit Cellulosepropionat gewonnenen Erkenntnisse können dabei bestätigt werden. Auch hier ist eine deutliche Abhängigkeit der Faserschädigung von der Verdichterflügeldrehzahl zu erkennen, die aber durch die Formgebung mittels Spritzgießens in Bezug auf die mechanischen Eigenschaften der Produkte weitgehend verwischt wird. Die ermittelten Werkstoffeigenschaften werden durch die Formgebung im Spritzgießverfahren stark beeinflusst. Unterschiede der Faserschädigung, die durch die Aufbereitungsparameter bedingt sind, werden dabei nivelliert.

Schließlich soll der Einfluss der Anlagengröße auf die Faserschädigung betrachtet werden. Dazu wird grünflachsfaserverstärktes Cellulosepropionat sowohl auf der bislang beschriebenen Technikumsanlage als auch auf einem Agglomerator für die Massenproduktion aufbereitet. Einen Vergleich der Anlagen-Kenngrößen liefert die nachfolgende Tabelle 5.3.

Tab. 5.3: Technische Daten der untersuchten Agglomeratoren

		Technikumsanlage	Produktionsanlage
Bezeichnung		PFV 120/35S	PFV 250/40RM
Maximaler Durchsatz	[kg/h]	80	165
Arbeitsbreite	[mm]	35	40
Innendurchmesser der Ringmatrize	[mm]	120	250
Außendurchmesser der Ringmatrize	[mm]	160	280
Anzahl der Bohrungen		300	960
Durchmesser der Bohrungen	[mm]	4	3,2
Länge der Bohrungen	[mm]	20	15
Freie Lochfläche	[%]	28,57	24,58
Drehzahl Verdichterflügel	[min ⁻¹]	433	700

Bei der auf der Produktionsanlage durchgeführten Versuchsreihe wird wiederum CP 400-10 / GFF $\psi = 33 \%$ agglomeriert, wobei ein Durchsatz von 150 kg/h eingestellt wird. Zum Vergleich wird ein CP 400-10 / GFF $\psi = 33 \%$, hergestellt auf der Technikumsanlage, herangezogen. Aus den resultierenden Granulaten werden die Fasern herausgelöst und die Faserlängenverteilungen bildanalytisch bestimmt.

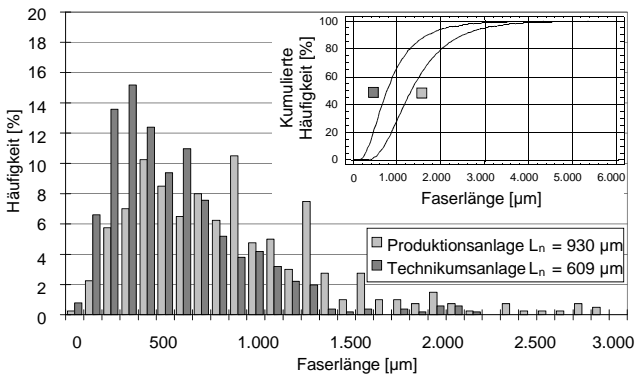


Bild 5.30: Einfluss der Anlagengröße auf die Faserlängenverteilung, CP 400-10 / GFF $\psi = 33 \%$

Die bei der Aufbereitung mit der Produktionsanlage entstandene Faserlängenverteilung zeigt mehrere Maxima, die zum Teil im Bereich der Ausgangsfaserlänge liegen. Die hierbei er-

zielten mittleren Faserlängen von 930 μm gegenüber 609 μm bei der Aufbereitung mit der Technikumsanlage belegen eindeutig, dass mit wachsender Anlagengröße Granulate aus naturfaserverstärkten Thermoplasten noch faserschonender generiert werden können.

5.4.5. Schwankungen des Faseranteils im Produkt

Von besonderem Interesse sind Aussagen über Schwankungen des Fasergehalts im Produkt. Insbesondere interessiert die Frage, ob durch die Mischvorgänge in der Zuführschnecke sowie innerhalb der Ringmatrizenpresse Dosierschwankungen ausgeglichen werden. Anzustreben ist ein weitgehend homogenes Produkt mit einheitlichem Faseranteil. Weiterhin ist zu klären, ob Unterschiede in der Ausgangsform des Polymers (Pulver, Granulat) zu verschiedenen Schwankungsbreiten des Fasergehalts im Produkt führen.

Zur Klärung dieser Fragen und Zusammenhänge wird ein röstflachfaserverstärktes Polypropylen PP-H 1100 mit einem angestrebten Fasergehalt von $\psi = 25\%$ produziert. Um einen Vergleich mit den vorstehend beschriebenen Faserdosiersversuchen zu ermöglichen, wird eine Faser-Dosiermenge von $\dot{m}_F = 8,4\text{ kg/h}$ eingestellt. Daraus ergibt sich der Durchsatz zu $\dot{m} = 33,4\text{ kg/h}$, woraus wiederum eine konstante gravimetrische Polymerdosierung von $\dot{m}_P = 25\text{ kg/h}$ folgt.

Mit dieser Einstellung wird zunächst Granulat produziert. Ohne den Prozess zu stoppen, werden dann die an der Außenseite der Ringmatrize umlaufenden Messer stillgesetzt. Dadurch können die Schmelzestränge ungeschnitten aus der Matrize austreten. Nach ca. einer Minute werden dann die weitere Dosierung von Fasern und Polymer sowie der Gesamtprozess gestoppt. Die Produktstränge liegen ungeschnitten außerhalb der Ringmatrize vor und stehen für eine weitere Untersuchung zur Verfügung.

Durch Entnahme von Strängen über die gesamte Arbeitsbreite der Ringmatrize und entlang des Matrizenumfangs kann untersucht werden, ob ortsabhängige Schwankungen des Fasergehalts auftreten. Dazu werden die Fasern mittels Soxhlet-Extraktion aus den Strängen herausgelöst. Als durchschnittlicher Fasergehalt über alle Stränge wird $\psi = 25,34\%$ ermittelt.

Der Graph in Bild 5.31 lässt eine deutliche Abhängigkeit des Faseranteils von der Austrittsstelle aus der Ringmatrize erkennen. Offensichtlich findet während der Agglomeration in der Ringmatrizenpresse keine Homogenisierung über der Arbeitsbreite der Ringmatrize statt. Ursache dafür sind unterschiedliche axiale Geschwindigkeitskomponenten von Fasern und Polymer. Dadurch werden weniger Fasern zu den in Förderrichtung hinteren Matrizenbohrungen gefördert, der Faseranteil sinkt dort ab.

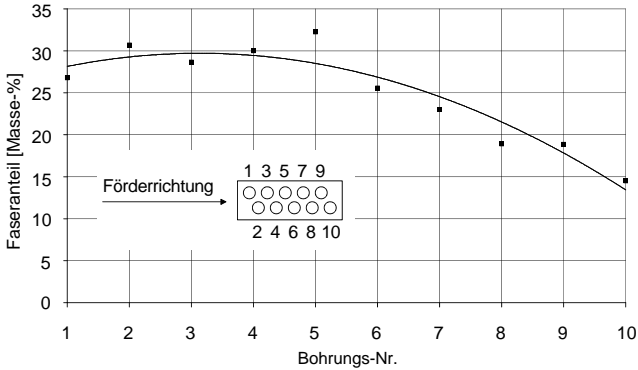


Bild 5.31: Faseranteil über der Arbeitsbreite der Ringmatrize

Zur Analyse der Schwankungen des Faseranteils über der Zeit wird dieser entlang eines Strangs in definierten Abständen von jeweils 10 mm ermittelt. Die zur Verfügung stehende Probenmenge ist dabei sehr klein. Deshalb wird der Fasergehalt mittels TGA bestimmt. Auch steht an jeder Stelle des Strangs jeweils nur eine Probe zur Verfügung, weshalb die Resultate mit einem großen Fehler behaftet sein können. Bild 5.32 zeigt, dass entlang eines ausgepressten Strangs der Faseranteil erheblich schwankt. Als Mittelwert aller gemessenen Faseranteile ergibt sich mit $\psi = 24,04\%$ eine gute Übereinstimmung mit dem angestrebten Wert, was wiederum die langfristige Genauigkeit der analysierten Aufbereitungsart bestätigt.

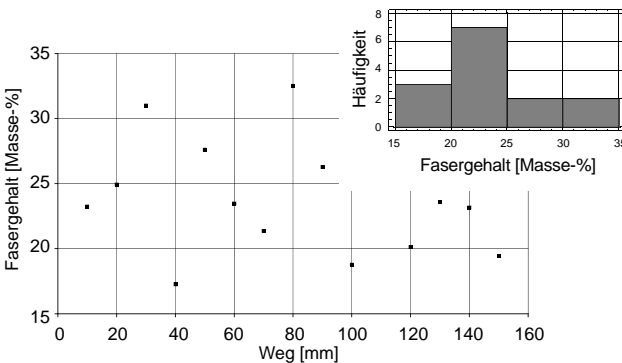


Bild 5.32: Faseranteilsunterschiede entlang eines ausgepressten Strangs aus der Ringmatrizenpresse

Diese Fasergehaltsverteilung in dem ungranulierten Strang kann des Weiteren mit der Verteilung im Granulat nach Durchlaufen der Schneidmühle verglichen werden. Dazu wird eine

Granulatprobe unmittelbar vor dem Abstellen des Agglomerators entnommen. Aus Gründen der Vergleichbarkeit wird diese ebenfalls mittels TGA untersucht, wobei gleiche Probenmengen gewählt werden. Für das Granulat wird ein mittlerer Fasergehalt von $\psi = 23,93\%$ ermittelt. Im Vergleich zum ungranulierten Strang zeigen nicht nur die Mittelwerte, sondern auch die Verteilungen eine gute Übereinstimmung. Durch das Abschlagen der Stränge mittels der umlaufenden Messer sowie durch die Granulierung in der Schneidmühle wird die Fasergehaltsverteilung also erwartungsgemäß nicht mehr wesentlich beeinflusst.

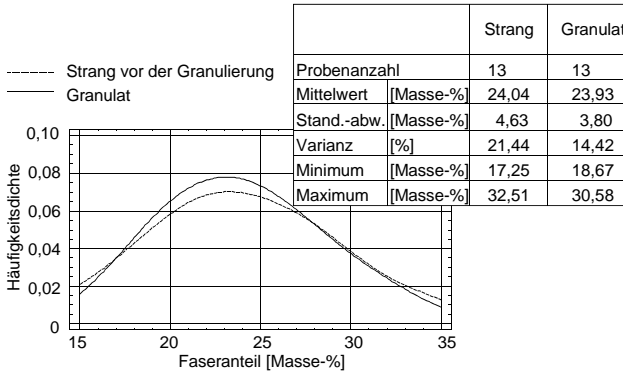


Bild 5.33: Faseranteilsschwankungen, Vergleich zwischen Strang und Granulat

Von Interesse ist weiterhin, wie stark die Mischwirkung der Ringmatrizenpresse ist, d. h. inwiefern Schwankungen bei der Faserdosierung durch die Aufbereitung im Produkt ausgeglichen werden können. Dazu werden die aus den Dosierversuchen erhaltenen Daten mit den Ergebnissen aus der Fasergehaltsbestimmung der produzierten Granulate verglichen. Dabei muss allerdings berücksichtigt werden, dass die Stichprobenbreite bei den Dosierversuchen erheblich größer ist als bei der Fasergehaltsbestimmung mittels TGA. Bei den Dosierversuchen wird alle 15 s eine Probe genommen, während die Probenmenge einer TGA-Untersuchung bei dem gewählten Durchsatz einem Zeitabschnitt von ca. 4 ms entspricht. Eine identische Wahl der Stichprobenbreite ist aber aus praktischen Gründen unmöglich. Das Messintervall der Dosierversuche kann nicht beliebig verkürzt werden, da sonst die Kurzszeit-schwankungen der Faserdosierung zu groß werden bzw. im Extremfall sogar in bestimmten Zeitintervallen gar keine Fasern gefördert werden. Die Probenmenge oder -anzahl bei der TGA ist allerdings ebenfalls nicht wie erforderlich zu steigern, da einer Probe aus den Dosierversuchen 12.500 mittels TGA untersuchte Granulatproben gegenüberstehen würden. Deshalb wird die aus der TGA einer Stichprobe gewonnene Verteilung des Faseranteils im Granulat als repräsentativ für die Verteilung der Gesamtheit angenommen. Für diese Verteilung wird dann ein Satz von Zufallszahlen ermittelt, dessen Umfang so gewählt ist, dass die Zeitskalen zwischen dem Dosierversuch der Fasern und der TGA des Granulats vergleichbar werden. Das Ergebnis dieser Detailstudie zeigt das folgende Bild 5.34.

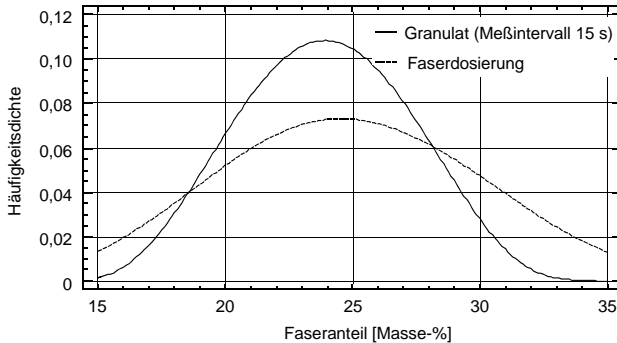


Bild 5.34: Faseranteilsschwankungen, Mischwirkung des Agglomerators

Man erkennt, dass die Breite der Verteilung des Faseranteils als Maß für die Fasergehaltsschwankung nach der Aufbereitung im Agglomerator deutlich abnimmt. Die Ringmatrizenpresse ist also in der Lage, Schwankungen bei der Faserdosierung in bestimmten Grenzen auszugleichen.

Von Interesse ist weiterhin die Frage, ob die Verwendung von pulverförmigem Polymer als Matrixwerkstoff Vorteile in Bezug auf die Produkthomogenität zeigt. Bei der physikalischen Vorvermischung in der Förderschnecke und der Ringmatrizenpresse kann mit einem pulverförmigen Matrixmaterial eine bessere Homogenität erwartet werden. Sollte dies allerdings in der Praxis widerlegt werden, so ist auch die Verwendung von granulären Matrices möglich, die am Markt leichter erhältlich und zudem preiswerter sind.

Der vorstehend beschriebene Versuch wird mit granulärem Polypropylen PP-B 0012 wiederholt, der Gehalt an Röstflachfasern wird hier ebenfalls mit $\psi = 25\%$ vorgegeben.

Der tatsächliche Fasergehalt ergibt sich im Mittel zu $\psi = 25,81\%$. Die Abweichung zum Sollwert liegt in der gleichen Größenordnung wie bei der Verwendung eines pulverförmigen Polymers. Der sich langfristig einstellende Mittelwert des Faseranteils wird also durch die Verwendung eines granulären Matrixwerkstoffs nicht negativ beeinflusst. Eine größere Streuung des Faseranteils würde sich in einer stärkeren Varianz der Daten zeigen. Tendenziell ist diese im erwarteten Sinn gegeben, denn es wird eine geringfügige Vergrößerung der Varianz gefunden (Bild 5.35).

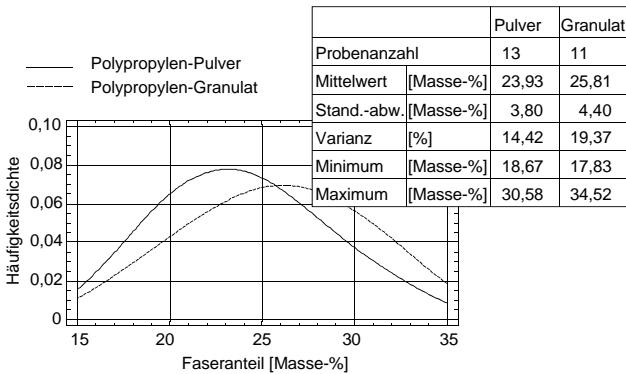


Bild 5.35: Einfluss unterschiedlicher Matrixgranulometrien auf Schwankungen im Faserteil entlang eines Stranges aus der Ringmatrizenpresse

Trotz der vergrößerten Varianz des Faserteils lassen sich mit einem granulären Polypropylen Produkte mit einer zufriedenstellenden Fasergehaltsverteilung erzeugen. In der Praxis muss zwischen dem größeren Aufwand bei der Bereitstellung eines pulverförmigen Polymers und der besseren Homogenität des Produkts abgewogen werden.

5.5. Alternative Matrizenpressverfahren

Neben der Ringmatrizenpresse (RMP) wird in dieser Arbeit als alternatives Verfahren eine Flachmatrizenpresse (FMP) untersucht. Durch diesen Vergleich kann ein weiterer Vorteil der Ringmatrizenpresse, nämlich die starke Vereinzelung der Naturfasern bei gleichzeitig geringer Faserlängeneinkürzung, in vorteilhafter Weise herausgestellt werden.

Die Flachmatrizenpresse wird in der Verfahrenstechnik zu ähnlichen Aufgaben wie die Ringmatrizenpresse herangezogen. Auch sie dient zur Pressagglomeration partikelförmiger Feststoffe. Mit diesem Verfahren werden beispielsweise Gewürze, Pigmente oder Holzmehl zu einem zylinderförmigen Granulat ausgeformt.

Bei einer Flachmatrizenpresse rotieren zylinderförmige Koller über einer flachen, kreisförmigen Lochmatrize. Die Koller sind auf Achsen drehbar gelagert, die wiederum auf einer Antriebswelle angebracht sind, die sich auf der Mittelachse der Lochmatrize mit einer Drehzahl n_A dreht. Sie sind in der Regel nicht angetrieben, so dass sie auf der Flachmatrize bzw. auf dem Aufgabegut mit einer Drehzahl n_K abrollen. Die Kollerachsen sind auf der Antriebswelle axial verstellbar. Dadurch bildet sich auf der Flachmatrize ein Materialteppich von 0,5 mm bis 1 mm Höhe aus. Mittels der Koller wird das Aufgabegut durch die Löcher der Matrize gepresst. An der Unterseite der Lochmatrize wird das austretende Produkt von rotierenden Messern granuliert (Bild 5.36).

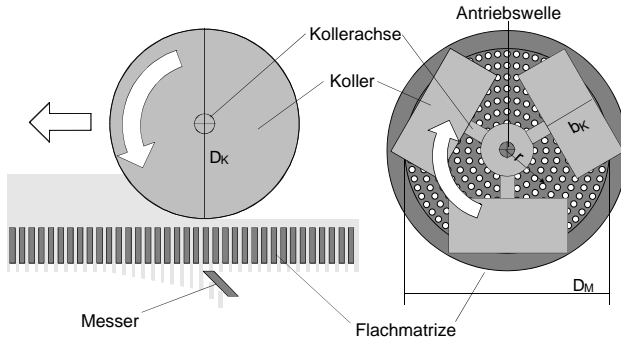


Bild 5.36: Prinzipskizze der Flachmatrizenpresse

Der grundsätzliche Unterschied zur Ringmatrizenpresse mit Verdichterflügel liegt in der auftretenden Scherbeanspruchung. Zwischen der Ringmatrize und dem Verdichterflügel entsteht, abhängig von der Flügeldrehzahl, ein hoher Geschwindigkeitsgradient, wodurch das Material intensiv geschert wird. Erst durch die dabei entstehende Reibungswärme kann das Polymer aufgeschmolzen werden. Zwischen dem nicht angetriebenen zylinderförmigen Koller einer Flachmatrizenpresse und der Matrize entsteht dagegen im Idealfall nur ein sehr geringer Schlupf. Aufgegebenes Polymer wird nicht aufgeschmolzen, sondern lediglich kompaktiert.

Für die Relativgeschwindigkeit zwischen Koller und Flachmatrize gilt, beschrieben in einem Zylinderkoordinatensystem, dessen Ursprung an der Oberseite der Flachmatrize in ihrem Zentrum liegt, die folgende Beziehung:

$$v_{rel,K,M}(r) = v_{\varphi,A}(r) - v_{\varphi,K} = 2\pi \cdot (n_A \cdot r - \frac{1}{2} n_K \cdot D_K). \quad (5.32)$$

Vorausgesetzt wird, dass ein Radius r_0 auf der Flachmatrize existiert, auf dem der Koller schlupffrei abrollt:

$$v_{rel,K,M}(r = r_0) = 0. \quad (5.33)$$

Weiterhin wird angenommen, dass sich dieser Radius auf der halben Kollerbreite befindet:

$$r_0 = \frac{1}{2}(D_M - b_K). \quad (5.34)$$

Daraus ergibt sich als Korrelation zwischen der Drehzahl der Antriebswelle und der Drehzahl des Kollers

$$n_A = \frac{D_K}{D_M - b_K} \cdot n_K. \quad (5.35)$$

Für die Relativgeschwindigkeit zwischen Koller und Flachmatrize folgt

$$v_{\text{rel,K,M}}(r) = 2\pi \cdot n_A \cdot \left[r - \frac{1}{2}(D_M - b_K) \right]. \quad (5.36)$$

Am Rand der Flachmatrize mit

$$r = \frac{1}{2}D_M \quad (5.37)$$

folgt für die maximale Relativgeschwindigkeit zwischen Koller und Matrize

$$\hat{v}_{\text{rel,K,M}} = \pi \cdot n_A \cdot b_K, \quad (5.38)$$

und für die mittlere Relativgeschwindigkeit erhält man

$$\bar{v}_{\text{rel,K,M}} = \frac{1}{2}\pi \cdot n_A \cdot b_K. \quad (5.39)$$

Das Verhältnis zwischen der mittleren Relativgeschwindigkeit einer Flach- und einer Ringmatrizenpresse beträgt somit

$$i = \frac{\bar{v}_{\text{rel,R,M}}}{\bar{v}_{\text{rel,K,M}}} = \frac{\pi \cdot n_R \cdot D_{M,i}}{\frac{1}{2}\pi \cdot n_A \cdot b_K} = 2 \cdot \frac{n_R \cdot D_{M,i}}{n_A \cdot b_K} \quad (5.40)$$

bzw. bei gleichen Antriebsdrehzahlen

$$i = 2 \cdot \frac{D_{M,i}}{b_K}. \quad (5.41)$$

Bei praxisüblichen Abmessungen ist die Relativgeschwindigkeit bei einer Ringmatrizenpresse um ungefähr eine Größenordnung höher als bei einer Flachmatrizenpresse. Darüber hinaus ist auch der Spalt zwischen Koller bzw. Verdichterflügel und der jeweiligen Matrize bei der Flachmatrizenpresse durch den sich ausbildenden Materialteppich erheblich größer.

Die Relativgeschwindigkeit und der Spalt bestimmen aber die Deformationsgeschwindigkeit im aufzubereitenden Material. Insgesamt wird das Material bei der Flachmatrizenpresse also nicht so intensiv geschert. Aufgrund der damit einhergehenden verringerten Reibung schmilzt ein als Matrix verwendetes Polymer nicht auf. Als Halbzeug entstehen lediglich durch eine Pressagglomeration der Polymerpartikel und der Naturfasern kalttablettierte Granulate. Demzufolge kann für die Aufbereitung eines solchen Granulats aus naturfaserverstärkten Thermoplasten in der Flachmatrizenpresse ausschließlich ein pulverförmiger Kunststoff eingesetzt werden. Bei Verwendung eines Polymergranulats entsteht ein nur unvollkommen komprimiertes, inhomogenes Schüttgut. Je nach Prozessparametern reicht die Haftung zwischen Naturfasern und Polymer oft nicht aus, ein formstabiles Produkt herzustellen.

Aus prozesstechnischer Sicht hat die Flachmatrizenpresse allerdings den Vorteil, dass keine aufwändige Kühlung erforderlich ist, um die entstehende Reibungswärme abzuführen. Auch die Stromaufnahme ist deutlich geringer, da kein mechanischer Energieeintrag zum Aufschmelzen des Polymers notwendig ist.

Die unterschiedliche Scherbeanspruchung bei den beiden analysierten Matrizenpressverfahren lässt signifikante Auswirkungen auf die Faservereinzelung und -schädigung erwarten. Zur Quantifizierung dieser Effekte werden beide Verfahren unter Realisierung möglichst ähnlicher Betriebsbedingungen zur Aufbereitung eines Granulats aus grünflachfaserverstärktem Cellulosepropionat herangezogen. Insbesondere die Geometrie der Matrizenbohrungen bleibt hier bei beiden Aufbereitungsverfahren unverändert. Die technischen Kenngrößen und Versuchparameter der untersuchten Anlagen sind in der nachfolgenden Tabelle 5.4 einander gegenübergestellt.

Auffällig ist die deutlich unterschiedliche Stromaufnahme bei beiden Aggregaten. Bei der Flachmatrizenpresse wird die schonende Aufbereitung bereits am geringen Unterschied zwischen der Leerlaufstromaufnahme ohne Materialbeaufschlagung und der Stromaufnahme bei Materialzugabe deutlich. Das Niveau der Stromaufnahme liegt bei der Ringmatrizenpresse schon ohne Materialaufgabe deutlich höher, um dann unter Arbeitsbedingungen nochmals beträchtlich anzusteigen. Die unterschiedliche Morphologie des Granulats zeigt sich in der Schüttdichte der Produkte. Die Granulate aus der Flachmatrizenpresse sind zylinderförmig mit unregelmäßig geformten Stirnseiten, die Produkte der Ringmatrizenpresse als Resultat der Nachgranulierung in der Schneidmühle gänzlich unregelmäßig geformt.

Tab. 5.4: Anlagen- und Versuchsparameter der eingesetzten Flach- (FMP) und Ringmatrizenpresse (RMP)

		FMP	RMP
Kolleranzahl / Anzahl der aktiven Flanken des Verdichterflügels		2	2
Drehzahl der Koller / des Verdichterflügels	[min ⁻¹]	100	260
Umfangsgeschwindigkeit des Kollers / Verdichterflügels	[m/s]	1,30	1,63
Arbeitsbreite	[mm]	29	35
Anzahl der Matrizenbohrungen		240	300
Lochdurchmesser	[mm]	4	4
Lochlänge	[mm]	20	20
Freie Lochfläche	[%]	21,64	18,29
Durchsatz	[kg/h]	27	30
Stromaufnahme des Antriebs (im Leerlauf)	[A]	3,5	9
Stromaufnahme des Antriebs (im Betrieb)	[A]	5,5	16
Produkttemperatur (*nach der Schneidmühle)	[°C]	82	80*
Schüttdichte	[g/cm ³]	0,44	0,27

Aus den mit beiden Verfahren aufbereiteten Granulaten werden im Fließpressverfahren Prüfplatten gepresst. Dazu wird das jeweilige Granulat in das Presswerkzeug verbracht und bei geschlossenem Werkzeug im Umluftofen erhitzt. Anschließend wird es zwischen den gekühlten Aufnahmen einer hydraulischen Presse zu Platten ausgeformt. Durch diese Vorgehensweise wird sichergestellt, dass die Beeinflussung der Prüfkörpereigenschaften durch den Formgebungsschritt minimiert wird.

Die in Bild 5.37 zusammengestellten, rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen zeigen Bruchflächen von derart erzeugten Proben, mit denen Biegeversuche durchgeführt wurden. Deutlich ist zu erkennen, dass im Fall der Materialaufbereitung mit einer Flachmatrizenpresse unter Realisierung kleiner Deformationsgeschwindigkeiten die Fasern noch in Form von Faserbündeln vorliegen. Bei der Aufbereitung in einer Ringmatrizenpresse unter intensiver Scherbeanspruchung sind die Fasern dagegen weitgehend vereinzelt bzw. filamentisiert.

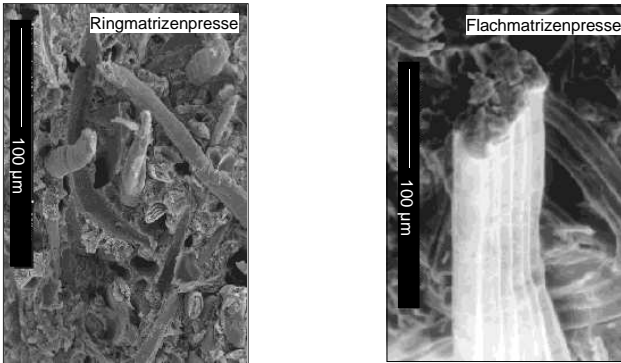


Bild 5.37: Einfluss des Aufbereitungsverfahrens auf die Faservereinzelung, CP 400-10 / GFF $\psi = 33 \%$

Die These, dass die hohen Deformationsgeschwindigkeiten in der Ringmatrizenpresse zu einer verstärkten Fasereinkürzung führen, wird durch Bild 5.38 widerlegt.

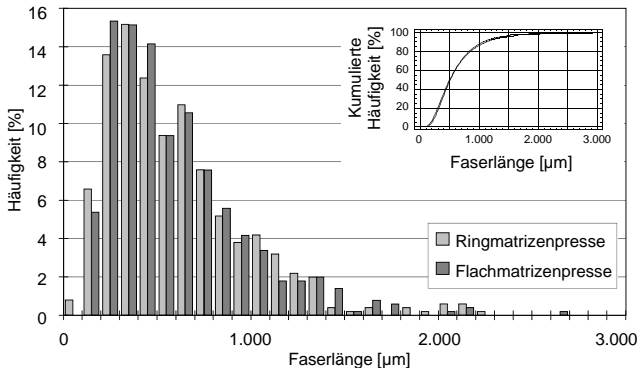


Bild 5.38: Einfluss des Aufbereitungsverfahrens auf die Faserlängenverteilung in Granulaten aus CP 400-10 / GFF $\psi = 33 \%$

Bei der bildanalytischen Vermessung von jeweils ca. 1.500 Fasern, die zuvor mittels Soxhlet-Extraktion aus den Granulaten herausgelöst wurden, können keine signifikanten Unterschiede in der Faserlängenverteilung gefunden werden. Die Übereinstimmung ist so groß, dass die Verteilungsfunktionen, die zur Beschreibung der Faserlängenverteilung herangezogen werden, praktisch übereinstimmen und in der Darstellung nicht mehr aufgelöst werden können. Dennoch kann die Hypothese, dass beide Proben aus einer einzigen Quelle stammen,

d. h. mit dem gleichen Verfahren aufbereitet werden, in einem Vertrauensbereich $> 95\%$ zurückgewiesen werden.

Die unterschiedlichen Auswirkungen der Aufbereitungsverfahren auf die Naturfaserfilamentisierung finden sich auch in Prüfkörpern wieder, die mittels Spritzgießens aus den verschiedenen Granulaten hergestellt werden (Bild 5.39). Dargestellt sind wieder der Mittelwert und der Mittelwert \pm der Standardabweichung.

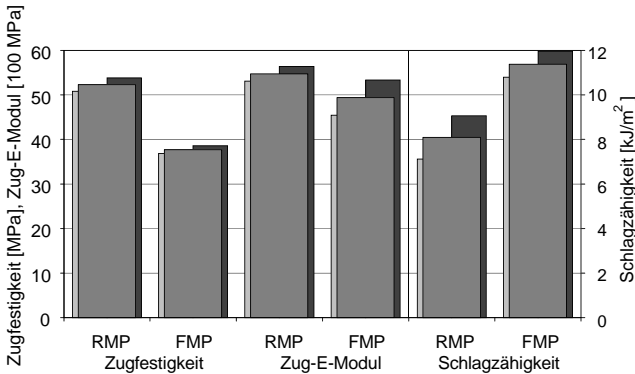


Bild 5.39: Einfluss des Aufbereitungsverfahrens auf die mechanischen Kennwerte von CP 400-10 / GFF $\psi = 33\%$

Die im Zugversuch für die mit der Ringmatrizenpresse hergestellten Proben ermittelten höheren Zugfestigkeitswerte lassen deutlich die Auswirkung der Faservereinzelung in der Ringmatrizenpresse erkennen.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass eine weitgehende Faservereinzelung gute mechanische Eigenschaften mit sich bringt. Hierbei spielt bereits das Aufbereitungsverfahren, mit dem das Granulat hergestellt wird, eine große Rolle. Diese These wird durch die Untersuchungen von Raphel et al. [177] bestätigt, der ähnliche Erkenntnisse gewinnt, indem er die Granulatherstellung mittels eines Extruders und mittels einer Matrizenpresse mit drehbar gelagerten Kollern vergleicht.

6. Formgebung

Ausgehend von dem im Agglomerator aufbereiteten, als Granulat vorliegenden Zwischenprodukt sind nun verschiedene Formgebungsverfahren praktikierbar, um technische Formteile herzustellen. Weitverbreitet und insbesondere für kleinere Bauteile von hoher geometrischer Komplexität geeignet ist das Spritzgießverfahren. Großflächige, dünnwandige Bauteile geringerer Komplexität können im Strangablegeverfahren hergestellt werden, bei dem das Granulat zunächst in einem Schneckenaggregat plastifiziert und das aufgeschmolzene Composite dann über eine Breitschlitzdüse ausgetragen, abgelängt und in ein offenes Presswerkzeug verbracht wird. Die eigentliche Formgebung erfolgt durch den anschließenden Fließpressvorgang. Beide Verfahren sind in der Automobilindustrie heute weit verbreitet. Das Spritzgießverfahren wird beispielsweise zur Herstellung von kleineren Bauteilen im Cockpit, das Strangablegeverfahren zur Herstellung großflächiger Verkleidungsteile im Tür- oder Kofferraumbereich eingesetzt.

6.1. Spritzgießverfahren

Beim Spritzgießverfahren wird ein granulatförmiges Halbzeug, wie es in dem vorstehend beschriebenen Aufbereitungsschritt gewonnen wurde, zu Bauteilen ausgeformt. Dazu wird ein Schneckenkolbenaggregat eingesetzt, in das ein solches Granulat eindosiert wird. Durch die Rotation der Schnecke bei gleichzeitigem Eintrag thermischer Energie werden die thermoplastischen Anteile des Granulats plastifiziert. Da dies in der Regel bei geschlossener Düse geschieht, bildet sich vor der Schnecke ein Massepolster, durch den entstehenden Druck wird die Schnecke rückwärts bewegt. Die Schmelze wird dann nach Öffnung der Düse durch einen Kolbenhub der Schnecke in ein geschlossenes Werkzeug injiziert. Durch die Kühlung des Werkzeugs wird eine Geometriefixierung des Bauteils initiiert.

Betriebs- und Anlagenparameter einer Spritzgießmaschine müssen auf die Eigenschaften des zu verarbeitenden Polymerwerkstoffs abgestimmt werden. Zu diesen Parametern zählen unter anderem

- die Schneckenumfangsgeschwindigkeit,
- der Staudruck bei der Plastifizierung,
- das Temperaturprofil des Schneckenzyinders,
- der Einspritzvolumenstrom,
- die Nachdruckhöhe und -zeit sowie
- die Werkzeugtemperierung.

Im Folgenden wird der Einfluss des Formgebungsprozesses auf die Eigenschaften naturfaserverstärkter Thermoplaste beschrieben, die zuvor durch Agglomeration granuliert wurden. Hierbei wird zunächst die prozessbedingte weitere Faserlängenreduktion beleuchtet. Im Rahmen einer Parameterstudie wird detailliert der Einfluss der eingestellten Betriebsparameter auf die Faserlängenverteilung und die mechanischen Eigenschaften bestimmt. Die technischen Daten des hierbei eingesetzten Spritzgießaggregats sind im Anhang zusammen-

gestellt. Charakteristische lokale Inhomogenitäten, die faserverstärkte, spritzgegossene Formteile aufgrund der Fließvorgänge beim Werkzeugfüllvorgang zeigen, werden anhand der Fasergehalts- und -längenverteilung in einem Musterbauteil untersucht. Weitere Musterbauteile veranschaulichen dann das Einsatzspektrum spritzgegossener naturfaserverstärkter Kunststoffe im Automobilbau.

Maßgeblich für die Eigenschaften eines Bauteils aus naturfaserverstärktem Kunststoff sind die Faserlänge sowie die Faserverteilung im Bauteil. Daher soll zunächst gezeigt werden, durch welchen Abschnitt der gesamten Prozesskette die Faserschädigung primär initiiert wird. Eine sinnvolle Optimierung erfährt dann jener Prozessschritt, der die Faserlänge letztlich festlegt.

6.1.1. Faserschädigung entlang der Prozesskette

Die Faserlängenreduktion, die sich entlang der gesamten Prozesskette von der Kurzfaserverherstellung in der Schneidmühle über die Aufbereitung im Agglomerator bis zur Formgebung mittels Spritzgießens einstellt, kann exemplarisch anhand eines Cellulosepropionat-Grünflachsfaser-Composites mit einem Faseranteil von $\psi = 33\%$ aufgezeigt werden.

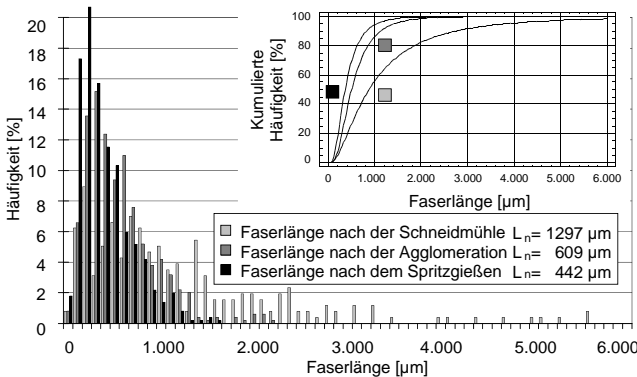


Bild 6.1: Faserlängenreduktion entlang der Prozesskette,
CP 400-10 / GFF $\psi = 33\%$

Aus Bild 6.1 erkennt man, dass sich bei den eingesetzten Aufbereitungs- und Verarbeitungsaggregaten erst nach dem Spritzgießen die endgültige, im Formteil vorliegende Faserlängenverteilung einstellt. Beim Spritzgießen findet also eine zusätzliche Faserlängenreduktion statt. Deshalb soll im Folgenden durch eine Analyse der Betriebsparameter ein für die Verarbeitung von naturfaserverstärkten Thermoplasten optimierter Parametersatz gefunden werden.

6.1.2. Einfluss der Prozessparameter auf die Faserschädigung und die Faserlängenreduktion sowie die Produkteigenschaften

Bei der Betriebsparameterstudie wird zunächst das Temperaturprofil entlang des Schneckenzyllinders variiert. Damit soll studiert werden, wie sich eine mögliche thermische Schädigung der Naturfasern auf das Eigenschaftsprofil der Fertigprodukte auswirkt.

Gewählt werden unterschiedliche Zylindertemperaturprofile, wobei die Temperatur zur Schneckenspitze hin ansteigt. Maßgeblich für die thermische Belastung der Naturfasern ist neben der Zykluszeit die Schmelzetemperatur. Diese bleibt konstant, wenn nach einigen Zyklen der thermische Anfahrvorgang abgeschlossen ist. Alle weiteren Betriebsparameter werden entsprechend einem Standard-Parametersatz (siehe Anhang) konstant gehalten.

Der Einfluss der Schmelzetemperatur wird anhand der für das jeweilige Produkt ermittelten mechanischen Kennwerte charakterisiert. Dazu werden spritzgegossene Norm-Zugstäbe im Zugversuch geprüft. Die Resultate sind in Bild 6.2 exemplarisch für ein röstflachsfaserverstärktes Polypropylen-Block-Copolymer dargestellt.

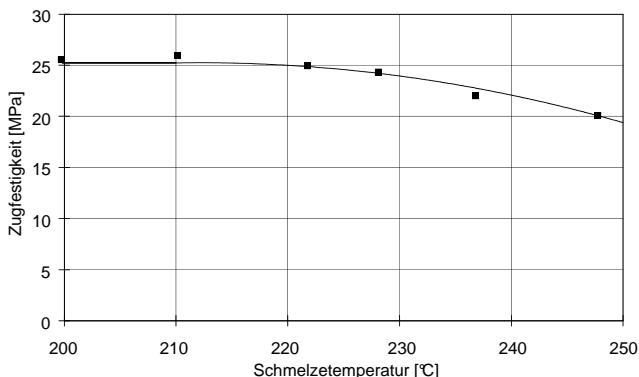


Bild 6.2: Einfluss der Schmelzetemperatur auf die Zugfestigkeit, PP-B 0012 / RFF $\psi = 24\%$ / HC5 $\psi_{H,F} = 4,3\%$

Man erkennt, dass erst oberhalb einer Schmelzetemperatur von 220 °C ein Abfall der mechanischen Kennwerte einsetzt. Damit ist bei den in praxi üblichen und im Folgenden gewählten Verarbeitungstemperaturen nicht mit einer Beeinträchtigung der mechanischen Eigenschaften durch eine thermische Schädigung der Naturfasern zu rechnen. Dies gilt sowohl für die Zugfestigkeit als auch für den Zug-Elastizitätsmodul sowie für die Dehnung bei Maximalkraft und Bruch. Auffallend ist die gute Korrelation dieser Ergebnisse mit den Resultaten zur thermischen Beständigkeit der Fasern (vgl. Seite 35). Die Ergebnisse stimmen weiterhin gut mit denen von Bauer [20] überein, der in einem Schmelzetemperaturbereich von 190 °C bis 220 °C und ähnlichen Faseranteilen ebenfalls keine Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften finden konnte.

Der Einfluss der Spritzgießparameter Schneckenumfangsgeschwindigkeit, Staudruck und Einspritzvolumenstrom auf die Faserlängenreduktion wird mit einem Versuchsplan nach dem Zentralpunktverfahren untersucht. Dabei werden die genannten Parameter so variiert, dass ein Parameter größer oder kleiner als ein Zentralpunkt (ZP) eingestellt wird, während die restlichen Parameter im Zentralpunkt unverändert bleiben. Die gewählten Betriebsparameter und der Zentralpunkt als Referenz sind in Tabelle 6.1 zusammengestellt. Auf diese Weise kann mit wenigen Versuchen der Einfluss unterschiedlicher Parameter ermittelt werden. Untersucht werden PP-H 1100 / RFF $\psi = 34 \%$ / HC5 $\psi_{H,F} = 4 \%$, CP 300-10 / RFF $\psi = 33 \%$ und PA 11 / GFF $\psi = 34 \%$. Die mechanischen Eigenschaften dieser Materialien, nämlich Zugfestigkeit, Dehnung bei Maximalkraft, Zug-Elastizitätsmodul und Schlagzähigkeit, werden an Norm-Prüfkörpern ermittelt.

Tab. 6.1: Einstellwerte für Betriebsparameter im Versuchsplan

		ZP	B	C	D	E	F	G
Schneckenumfangsgeschwindigkeit	[m/min]	36	36	36	50	15	36	36
Staudruck	[bar]	75	75	75	75	75	300	10
Einspritzvolumenstrom	[cm ³ /s]	130	200	20	130	130	130	130

Ein typisches Ergebnis aus dieser Versuchsreihe zeigt das Bild 6.3. Aufgetragen sind die Zugfestigkeitswerte von röstflachsfaserverstärktem Polypropylen für unterschiedliche Parameter-einstellungen, auch hier wieder als Mittelwert und Mittelwert \pm der Standardabweichung.

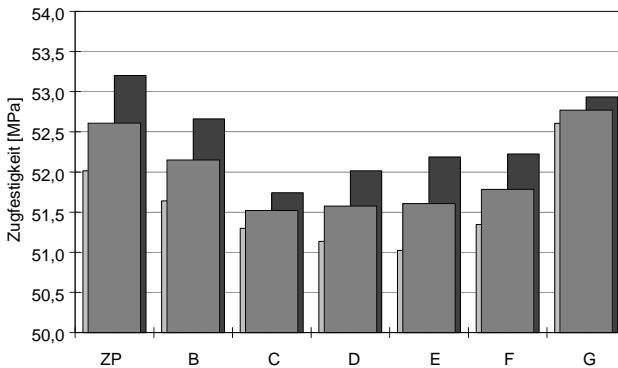


Bild 6.3: Mittels Zentralpunktverfahren ermittelte exemplarische Ergebnisse, PP-H 1100 / RFF $\psi = 34 \%$ / HC5 $\psi_{H,F} = 4 \%$

Deutlich wird bei der Optimierung der Zugfestigkeit, dass im Zentralpunkt bereits eine zufriedenstellende Einstellung der Betriebsparameter vorliegt, dass allerdings eine Verringerung des Staudrucks noch weiteres Optimierungspotential birgt. Im Folgenden sollen nun die drei Parameter Schneckenumfangsgeschwindigkeit, Staudruck und Einspritzvolumenstrom im Einzelnen betrachtet werden.

Bezüglich der Schneckenumfangsgeschwindigkeit zeigen die mechanischen Eigenschaften von naturfaserverstärktem Polypropylen ein indifferentes Bild. Die Unterschiede sind hier bei den unterschiedlichen Drehzahleinstellungen sehr klein und lassen kein Potenzial für weitere Verbesserungen erwarten. Dieses Verhalten ist ein Beleg für die gute Faserdispargierung, die bereits während der Aufbereitung in der Ringmatrizenpresse erreicht wird. Die geringe Beeinflussung der mechanischen Kennwerte von flachsfaserverstärktem Polypropylen durch die Schneckenumfangsgeschwindigkeit korrespondiert mit den Erkenntnissen von Bölinger [28] aus früheren Arbeiten. Für langglasfaserverstärkte Kunststoffe stellt dagegen Schmid [190] fest, dass niedrige Schneckenumfangsgeschwindigkeiten zu bevorzugen sind. In der vorliegenden Studie kann ein positiver Effekt einer niedrigen Schneckenumfangsgeschwindigkeit auf die mechanischen Kennwerte von naturfaserverstärktem Polyamid 11 bestätigt werden.

Naturfaserverstärktes Cellulosepropionat zeigt dagegen eine gegenteilige Tendenz. Alle mechanischen Kennwerte können durch die Wahl einer hohen Schneckenumfangsgeschwindigkeit gesteigert werden, wie dies am Beispiel der Zugfestigkeit in Bild 6.4 exemplarisch gezeigt ist.

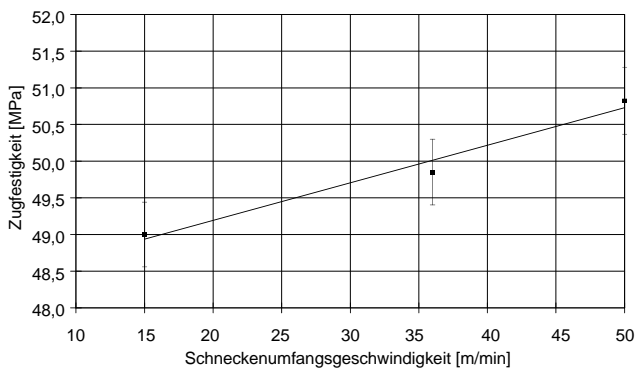


Bild 6.4: Einfluss der Schneckenumfangsgeschwindigkeit auf die Zugfestigkeit, CP 300-10 / RFF $\psi = 33\%$

Der Einfluss des Staudrucks auf die mechanischen Kennwerte ist bei naturfaserverstärktem Polypropylen uneinheitlich und das Maß der Beeinflussung durch diesen Verarbeitungsparameter gering. Während die Zugfestigkeit durch einen niedrigen Staudruck positiv beeinflusst wird, zeigen Reißdehnung und Schlagzähigkeit keine klare Abhängigkeit.

Auch die Eigenschaften von flachfaserverstärktem Cellulosepropionat und Polyamid 11 werden durch den Staudruck nur geringfügig beeinflusst. Für die Zugfestigkeit sind wie bei naturfaserverstärktem Polypropylen niedrige Staudruckeinstellungen zu bevorzugen. Alle anderen mechanischen Eigenschaften werden insbesondere bei flachfaserverstärktem Polyamid 11 durch einen höheren Staudruck angehoben.

Der Einspritzvolumenstrom hat bei keinem der untersuchten Werkstoffe einen nachweisbaren Einfluss auf die mechanischen Kennwerte. Dies steht für naturfaserverstärktes Polypropylen in Übereinstimmung mit den Arbeiten von Bauer [20], der ebenfalls keine Abhängigkeit findet.

Zur Untersuchung der Frage, ob bei unterschiedlichen Matrixwerkstoffen für die gleichen Spritzgießparameter die gleichen Abhängigkeiten gelten, werden die gemessenen mechanischen Eigenschaften auf den Zentralpunkt als Referenz normiert, um eine Vergleichbarkeit der Werkstoffe zu ermöglichen. Beim Vergleich von flachfaserverstärktem Polypropylen, Cellulosepropionat und Polyamid 11 hinsichtlich des Einflusses von Schneckenumfangsgeschwindigkeit, Staudruck und Einspritzvolumenstrom ist eine eindeutige und gleiche Abhängigkeit nur für den Staudruck festzustellen, dessen Erhöhung bei allen Werkstoffen gleichermaßen zu einer Verschlechterung der Zugfestigkeit führt (Bild 6.5).

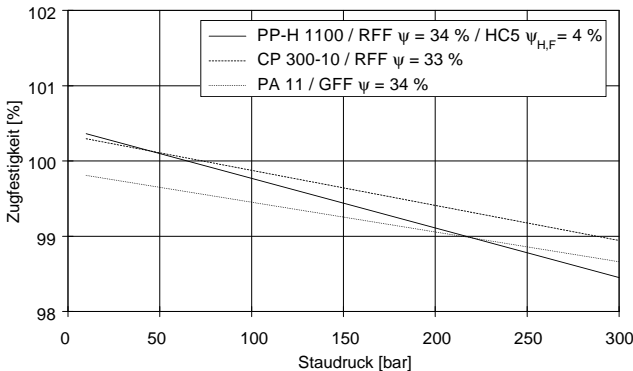


Bild 6.5: Einfluss des Staudrucks auf die Zugfestigkeit bei verschiedenen flachfaserverstärkten Kunststoffen

Der Einfluss der Schneckenumfangsgeschwindigkeit und des Einspritzvolumenstroms zeigt sich bei den verschiedenen Werkstoffen uneinheitlich.

Eine Schlussfolgerung aus diesen Untersuchungen ist, dass bekannte Abhängigkeiten nicht von einem Werkstoff auf einen anderen übertragen werden können, sondern jeweils neu ermittelt werden müssen. Grundsätzlich scheint das Potenzial einer Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften naturfaserverstärkter Thermoplaste durch eine Variation der Ver-

arbeitungsparameter zumindest bei der beschriebenen Prozesskette mit den zur Verfügung stehenden Aggregaten nur gering zu sein.

Bestätigt wird diese Annahme durch eine Auswertung der Faserlängenverteilungen. Die Unterschiede in der Faserschädigung sind so gering, dass die ermittelten Verteilungen bei paarweisem Vergleich nicht mehr mit hinreichender Sicherheit verschiedenen Parametersätzen zugeordnet werden können. Dies trifft auf alle untersuchten Matrixwerkstoffe zu. Im Gegensatz zu den Ergebnissen von Shortall [193] sowie Bailey und Kraft [16] an langglasfaserverstärktem Polypropylen und Polyamid kann keine unterschiedliche Fasereinkürzung bei der Verarbeitung von naturfaserverstärktem Polypropylen, Cellulosepropionat und Polyamid 11 gefunden werden.

Dies legt die These nahe, dass Faktoren, die bei der Parametervariation konstant geblieben sind, eigenschaftsbestimmend sind. Hier ist beispielsweise an die Rückströmsperre, die Düse und den Anguss zu denken, die, wie aus Untersuchungen an glasfaserverstärkten Thermoplasten bekannt ist ([192], [16], [190], [30]), in erheblichem Maße zur Faserlängenreduktion beitragen können.

Naturfaserverstärkte Thermoplaste sind also für die beschriebene Formgebung mittels Spritzgießens nicht sehr sensitiv hinsichtlich der Betriebsparameter Einspritzvolumenstrom, Schneckenumfangsgeschwindigkeit und Staudruck. Bei der Verarbeitung kann deshalb ein im Hinblick auf eine stabile und wirtschaftliche Prozessführung optimierter Parametersatz eingestellt werden.

6.1.3. Faserschädigung und Faserverteilung entlang des Fließwegs

Bei der Gestaltung realer Bauteile können an Prüfkörpern ermittelte Kennwerte nur einen Anhaltspunkt für die zu erwartenden mechanischen Eigenschaften im Bauteil liefern. Bei der Auslegung ist insbesondere zu berücksichtigen, dass lokale Schwankungen des Faseranteils, der Faserorientierung und auch der Faserlänge die lokalen mechanischen Eigenschaften bestimmen. Derartige lokale Unterschiede können zu deutlichen Eigenschaftsschwankungen im Bauteil führen. Versuche mit Proben aus grünflachfaserverstärktem Cellulosepropionat, die auf einem Plattenwerkzeug 300 mm x 300 mm x 2,5 mm mit einem zentralen Punktanguss hergestellt werden, zeigen einen deutlichen Anstieg des Fasergehalts über dem Fließweg (Bild 6.6).

Der im Bauteil gefundene über die Fließweglänge gemittelte Fasergehalt entspricht mit $\psi = 23,8 \%$ nahezu dem im Zwischenprodukt gemessenen Fasergehalt von $\psi = 23,2 \%$.

Die ermittelten Faserlängenverteilungen der extrahierten Proben zeigen dagegen keine Abhängigkeit vom Fließweg. Die gefundenen Verteilungen liegen so eng beieinander, dass nicht mit einer ausreichenden Wahrscheinlichkeit von einer Verschiedenheit der Proben ausgegangen werden kann. Eine Abhängigkeit des Faserlängenspektrums vom Fließweg lässt sich also nicht nachweisen.

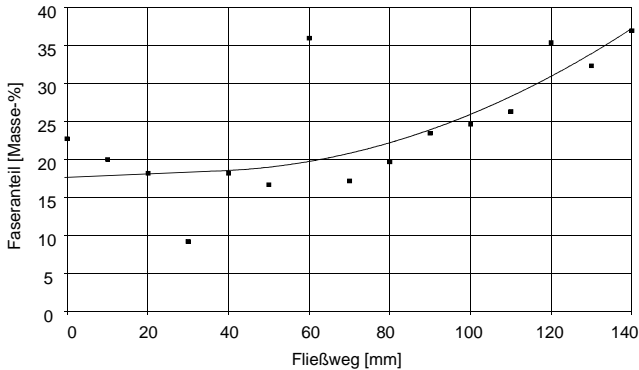


Bild 6.6: Faseranteil über dem Fließweg eines Plattenwerkzeugs, Spritzgießen von CP 400-10 / GFF

6.1.4. Bauteilversuche

Die angesprochenen lokalen Eigenschaftsschwankungen aufgrund von Fasergehalts-, Faserlängen- und Faserorientierungsverteilungen finden sich auch in Bauteilen aus naturfaserverstärkten Kunststoffen wieder. Dies wird im Folgenden an einem Verkleidungsteil aus dem Cockpitbereich demonstriert. Das Bauteil wird in der Serie aus PC/PBT hergestellt und mit einem textilen Dekorstoff kaschiert. Für die Versuche werden grünflachfaserverstärktes Polypropylen PP-H 0180 und PP-B 0012 sowie Cellulosepropionat CP 400-10 verwendet.

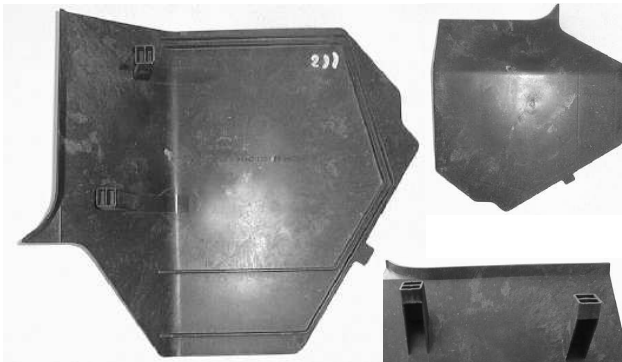


Bild 6.7: Verkleidungsteil aus dem Cockpitbereich MB A 126 688 08 06, CP 400-10 / GFF $\psi = 23\%$

Auch wenn das Bauteil keine komplexe Geometrie aufweist, ist es doch anspruchsvoll im Hinblick auf die Füllung der Befestigungsstellen. Diese sind bei allen untersuchten Werkstoffen gut angebunden und ausgefüllt.

Die beim Spritzgießen entstehende Faserorientierung spiegelt sich in den mechanischen Kennwerten des Bauteils wider. Um sie zu erfassen, werden aus dem Bauteil Probekörper so entnommen, dass ihre Längsausrichtung am Entnahmeort A parallel zur Schmelzefront und am Entnahmeort B in Fließrichtung orientiert ist. Die gemessenen Zugfestigkeiten von grünflachfaserverstärktem Cellulosepropionat sind in Bild 6.8 exemplarisch dargestellt.

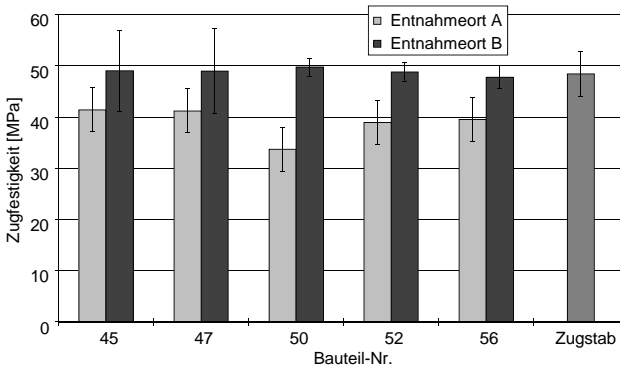


Bild 6.8: Zugfestigkeit im Bauteil, CP 400-10 / GFF $\psi = 23\%$

Das vorgestellte Bauteil wird in einem zweiten Verfahrensschritt textilkaschiert. Neuere Entwicklungen integrieren den Kaschierschritt in den Formgebungsprozess. Bei der Textilhinterspritztechnik wird das Dekormaterial in das Spritzgießwerkzeug eingelegt und verbindet sich mit dem Trägermaterial. Am Beispiel einer B-Säulenverkleidung konnte die Eignung naturfaserverstärkter Thermoplaste für dieses Verfahren ebenfalls gezeigt werden.

Bei einem zweiten Bauteil, einer A-Säulenverkleidung, handelt es sich um ein langes, schlankes Bauteil (Bild 6.9). Die hieraus resultierenden langen Fließwege bedingen häufig den Einsatz einer Verfahrensvariante des Spritzgießens, des sogenannten Kaskadenspritzgießens. Dabei wird über mehrere Angüsse sequentiell hinter der vorausschreitenden Schmelzefront eingespritzt. Die Eignung naturfaserverstärkter Thermoplaste für dieses Verfahren wird mit grünflachfaserverstärktem Polypropylen am Beispiel einer Säulenverkleidung der Mercedes-Benz A-Klasse gezeigt. In der Serie besteht dieses Bauteil aus ABS. Bei entsprechender Prozessführung sind auch solche schwierigen Bauteilgeometrien mit langen Fließwegen problemlos zu füllen.

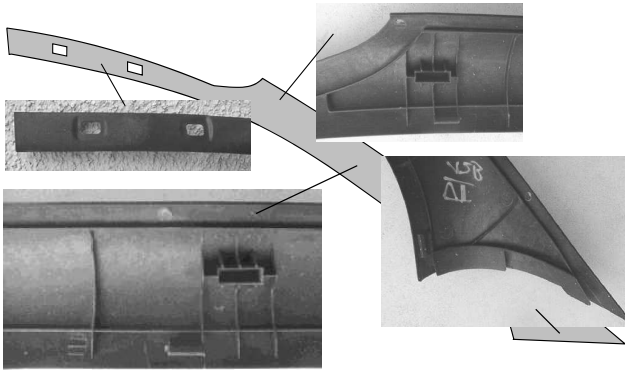


Bild 6.9: Verkleidungsteil im A-Säulen- und Dachbereich MB A 168 692 03 01,
PP-H 0180 / GFF $\psi = 37\%$ / HC5 $\psi_{H,F} = 2\%$

Bei den gezeigten Bauteilbeispielen aus dem Fahrzeuginnenraum kommt dem Thema Emissionen und Geruch eine besondere Bedeutung zu. Aus dem Bauteil dürfen keine gesundheits-schädlichen Substanzen freigesetzt werden. Für flüchtige und kondensierbare Substanzen existieren Grenzwerte, die nicht überschritten werden dürfen. Der Geruch darf nicht als störend empfunden werden.

Am Beispiel der Säulenverkleidung aus naturfaserverstärktem Polypropylen kann diesbezüglich gezeigt werden, dass die Emissionen flüchtiger und kondensierbarer Substanzen, untersucht mittels Thermodesorption nach VDA 278, sowohl in Qualität als auch Quantität den Anforderungen genügen. Der Geruch nach VDA 270 ist mit der Note 4 noch kritisch, kann aber durch Variation von Faserart, Additivierung und Verarbeitungsparametern beherrscht werden.

Eine weitere Lösung für dieses Problem bietet das Sandwichspritzgießen. Dabei wird mit Hilfe zweier getrennter Schneckenaggregate zunächst Material für eine hochwertige Oberfläche in das Werkzeug injiziert, anschließend Material für den Kern. Sofern lediglich das Kernmaterial aus naturfaserverstärkten Kunststoffen besteht, sind eine Verbesserung des Geruchsverhaltens und die Abbildung einer hervorragenden Oberfläche möglich. Die mechanischen Eigenschaften des Bauteils werden dabei durch den Faserverbundkunststoff bestimmt. Die Eignung naturfaserverstärkter Thermoplaste für das Sandwichspritzgießen kann am Beispiel einer Schubladenblende mit im Agglomerator hergestelltem röstflachsfaser-verstärktem Polypropylen gezeigt werden. Ihre Oberfläche wird aus unverstärktem Polypropylen gebildet. Die in einem separaten Montageprozess aufgesteckte Griffleiste besteht aus TPE.

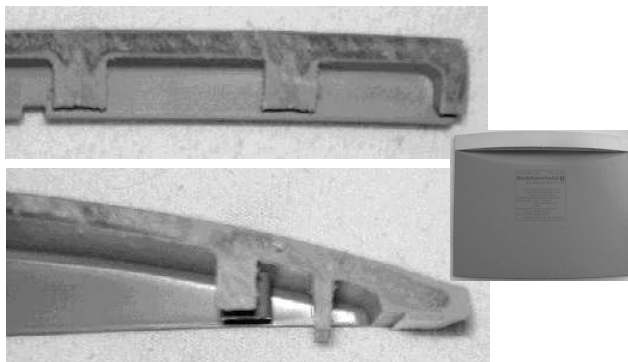


Bild 6.10: Schubfachblende als Demonstrator Sandwichspritzgießen [Fakuma '99], Röstflachfaserverstärktes Polypropylen, Polypropylen, TPE

Der Bauteilschnitt zeigt eine gute Anbindung der Rippen durch das verstärkte Kernmaterial, aber auch anhand der Poren, dass bei der Formgebung naturfaserverstärkter Thermoplaste der Trocknung vor bzw. der Entgasung bei der Verarbeitung besondere Aufmerksamkeit beigemessen werden muss.

6.2. Strangablegeverfahren

Gleich [67] stellt das Strangablegeverfahren aufgrund der schonenden Plastifizierung und geringen thermischen Belastung als besonders geeignet für die Formgebung von naturfaserverstärkten Thermoplaste dar. Bei diesem Prozess handelt es sich um ein zweistufiges Verfahren. Das Granulat aus naturfaserverstärkten Thermoplasten wird zunächst einem Extruder zugeführt, in dem der Thermoplast aufgeschmolzen wird. Das mittels einer Breitschlitzdüse ausgeformte Bandextrudat wird dann in ein geöffnetes, gekühltes Presswerkzeug eingelegt. Dort erfolgt die Formgebung mittels Fließpressens. Bei einer Verfahrensvariante kann in das Presswerkzeug ein vorgeformtes Dekortextil eingelegt und hinterpresst werden.

6.2.1. Faserschädigung, Faserverteilung und Faserorientierung entlang des Fließwegs

Auch beim Strangablegeverfahren sind bei der Verarbeitung faserverstärkter Thermoplaste Faserschädigungen, lokal unterschiedliche Fasergehalte und Faserorientierungen zu erwarten. Um dies zu untersuchen, wird naturfaserverstärktes Polypropylen in einem Plattenwerkzeug in Form gebracht.

Wie beim Spritzgießverfahren kann auch beim Strangablegeverfahren keine Abhängigkeit der Faserschädigung vom Fließweg festgestellt werden. Die entlang des Fließwegs gefundenen

Faserlängenverteilungen lassen sich statistisch nicht mit hinreichender Sicherheit voneinander unterscheiden.

Dagegen werden lokal deutlich unterschiedliche Faseranteile gefunden. Aufgetragen über dem Fließweg ergibt sich der in Bild 6.11 gezeigte Zusammenhang.

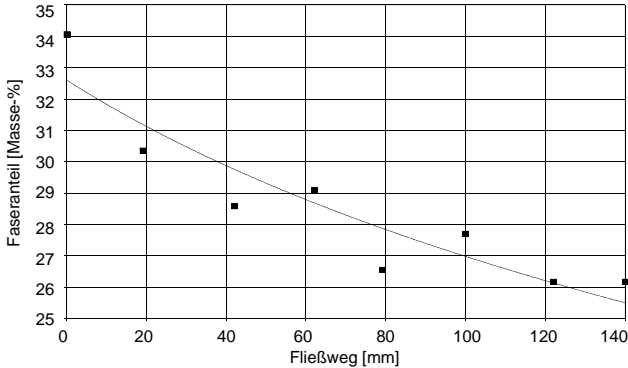


Bild 6.11: Faseranteil über dem Fließweg beim Strangablegeverfahren, PP-H 1100 / RFF / HC5

Das Transportverhalten der Fasern ist beim Strangablegeverfahren völlig verschieden vom Verhalten beim Spritzgießen. Steigt bei Letzterem die Faserkonzentration entlang des Fließwegs an, so sinkt sie beim Fließpressen ab. In beiden Fällen muss dieser Abhängigkeit bei der Bauteilgestaltung und der Werkzeugkonstruktion Rechnung getragen werden.

Die Faserorientierungsverteilung beim Strangablegeverfahren wird im Biegeversuch untersucht. Hierzu wird eine Platte gepresst, die Ellipse in Bild 6.12 zeigt schematisch die Position des abgelegten Extrudats. An den in Bild 6.12 markierten Stellen A bis E in der Mitte und an den Ecken der Platte werden kreisrunde Proben mit einem Durchmesser von $d = 80$ mm herausgearbeitet. An den Proben wird der Biege-E-Modul als Kenngröße des Faserorientierungsspektrums über der Plattendicke bestimmt, wobei die Proben nach jeweils fünf Messungen um 30° gedreht werden. Diese Vorgehensweise wird fortgeführt, bis ein Vollkreis von 360° abgedeckt ist.

Die Ergebnisse dieser Messungen sind in Bild 6.12 in Form von Kreisdiagrammen dargestellt. Aufgetragen sind nicht absolute Messwerte, die Angaben sind vielmehr auf den Mittelwert der Biege-E-Modulwerte von Kreisscheibe A normiert. Die Kreisdiagramme sind in der Darstellung so angeordnet, wie die Proben ausgeschnitten werden. Wird auf einem bestimmten Kreisdurchmesser der relative Biege-E-Modul abgelesen, so entspricht die Richtung des zugehörigen Durchmessers der Orientierung, für die der Messwert ermittelt wird. Zusätzlich gezeigt ist für die Kreisscheibe B eine Darstellung, bei der die Mittelwerte der sich um 180°

gegenüberliegenden, also gleiche Faserorientierungen aufweisenden relativen Biege-E-Modulwerte auf den Mittelwert von Platte A bezogen sind.

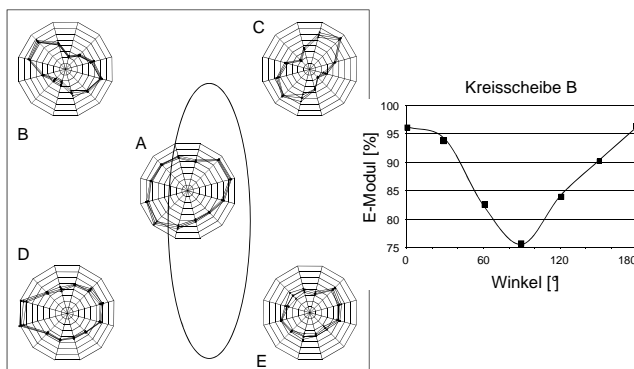


Bild 6.12: Faserorientierungsverteilung beim Strangablegeverfahren,
PP-B 0012 / RFF $\psi = 29\%$ / HC5 $\psi_{H,F} = 5\%$

Deutlich wird, dass eine eindeutige Abhängigkeit der Messwerte von der Messrichtung besteht. Ist die Messung an den in den Ecken platzierten Kreisscheiben in Fließrichtung orientiert, so sind die Messwerte deutlich höher als quer zur Fließrichtung. Angenommen wird, dass die Biege-E-Modulwerte längs der Faserorientierungsrichtung größer sind als quer zur Faserorientierung. Dies zeigt, dass die Fasern in Fließrichtung orientiert sind.

6.2.2. Bauteilversuche

Die Praxistauglichkeit des Strangablegeverfahrens zur Verarbeitung naturfaserverstärkter Thermoplaste wird am Beispiel einer Laderaumverkleidung eines Kombis der Mercedes-Benz E-Klasse demonstriert. Dieses Bauteil wird in der Serie mit dem gleichen Verfahren aus PP-T20 hergestellt. Im Beispiel wird ein Dekorstoff aus Tuftvelours mit röstflachsfaserverstärktem Polypropylen-Block-Copolymer hinterpresst. Dabei werden Fasergehalte von $\psi = 22\%$ und $\psi = 15\%$ gewählt. Weiter wird bei den Pressversuchen die Wanddicke variiert. In der Serienanwendung wird mit PP-T20 eine Wanddicke von 2,5 mm eingestellt. Aufgrund der guten mechanischen Eigenschaften kann mit flachsfaserverstärktem Polypropylen eine Wanddicke von 2,0 mm realisiert werden. Das Bild 6.13 belegt eindrucksvoll, dass auch dann noch eine problemlose Füllung des Werkzeugs möglich ist.

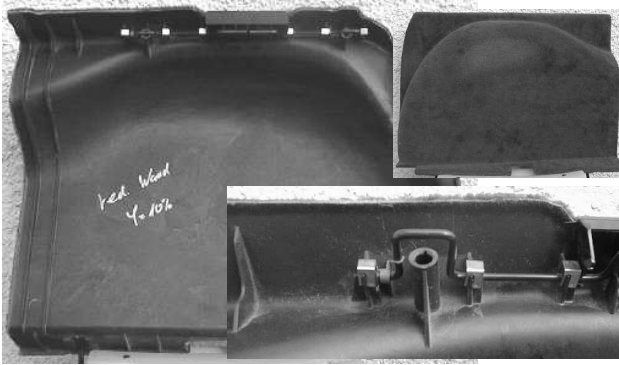


Bild 6.13: Verkleidungsteil im Laderaum MB A 210 690 29 25, Tuftvelours hinterpresst im Strangablegeverfahren, reduzierte Wandstärke, PP-B 0012 / RFF $\psi = 15\%$ ($\varphi = 10\%$) / HC5 $\psi_{H,F} = 5\%$

Die gemessenen mechanischen Eigenschaften der Bauteile sind in Bild 6.14 aufgetragen. Zum Vergleich sind die entsprechenden Kennwerte spritzgegossener Proben mit angegeben.

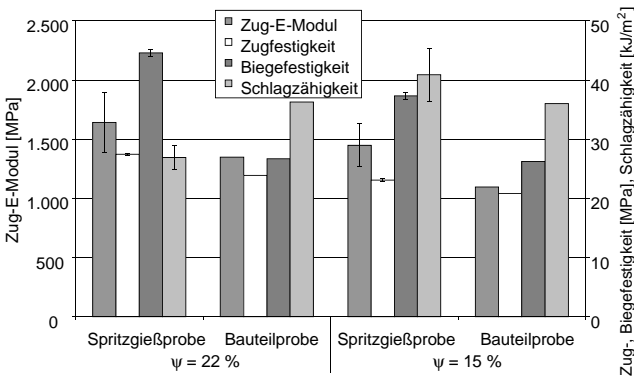


Bild 6.14: Mechanische Eigenschaften im Bauteil, PP-B 0012 / RFF $\psi = 22/15\%$ / HC5 $\psi_{H,F} = 5\%$

Die Ergebnisse aus Zug- und Biegeversuchen zeigen für die spritzgegossenen Proben höhere Kennwerte als für die gepressten Bauteile. Dies wird durch die unterschiedliche Faserorientierung begründet. Bemerkenswert ist die deutlich höhere Schlagzähigkeit der gepressten Bauteile. Dabei muss berücksichtigt werden, dass alle Proben einschließlich des Dekorstoffs untersucht werden, der sich nicht mehr zerstörungsfrei vom Bauteil lösen lässt. Die Trennkraft vom Trägermaterial wird mit 160 N ermittelt und liegt weit über den Anforderungen. Es

zeigt sich, dass bei einer entsprechenden Bauteilgestaltung auch ein Werkstoff minderer Schlagzähigkeit für anspruchsvolle Bauteile eingesetzt werden kann.

Weiterhin werden die Bauteile thermischen Beanspruchungen während einer Wärmeaustauschlagerung, Wärmedauerlagerung und Klimadauerlagerung unterzogen. Erfüllungskriterien sind die geometrische Maßhaltigkeit und ein unverändertes Haften des Dekorstoffs. Unabhängig vom Faseranteil erfüllen die Bauteile die Vorgaben. Zuletzt wird das Foggingverhalten anhand der Menge kondensierbarer Substanz nach DIN 75201-B überprüft. Sie liegt weit unterhalb der Anforderungen. Der bei Wärmeeinfluss entstehende Geruch ist allerdings noch zu minimieren. Unter dieser Voraussetzung steht einem Serieneinsatz technisch nichts im Wege.

6.3. Extrusion als Verfahren zum werkstofflichen Recycling

Motivation zur Verwendung von Naturfasern ist ganz wesentlich der ökologische Aspekt. Daraus leitet sich die Forderung nach einer guten Eignung des Polymerwerkstoffs zum werkstofflichen Recycling ab. Dazu erwähnen beispielsweise Grütznert et al. [68] die Aufbereitung von Stanzabfällen aus flachfaserverstärktem Polypropylen zu spritzgießfähigen Rezyklaten mittels Extrusion. Deshalb wird im Rahmen dieser Arbeit die Extrusion als werkstoffliches Recyclingverfahren für Produkte aus naturfaserverstärkten Thermoplasten untersucht.

Die Schnecken des verwendeten gleichsinnig drehenden Doppelschneckenextruders (Technische Daten im Anhang) lassen sich modular aufbauen. Für die Recyclingversuche wird zur Minimierung der Faserschädigung ein Schneckenbau ohne Scher- und Mischteile gewählt, der ausschließlich aus förderwirksamen Elementen unterschiedlicher Steigungen besteht. Davon ausgehend, dass bereits durch die Aufbereitung in der Ringmatrizenpresse und die Weiterverarbeitung des Granulats eine gute Faserdispersion vorgegeben ist, wird auf den Einsatz von Knetblöcken oder Rückförderelementen verzichtet.

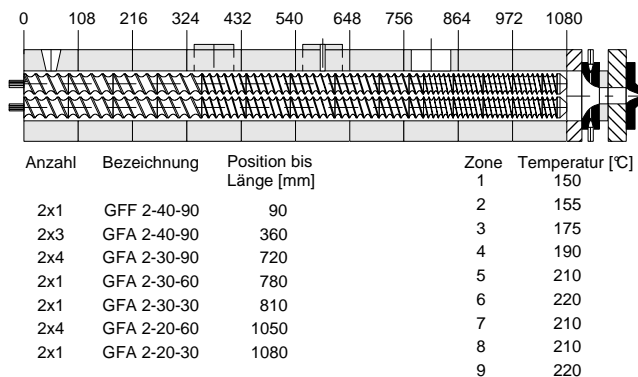


Bild 6.15: Schneckenkonfiguration des Zweischnellenextruders

Extrudiert wird durch ein Werkzeug mit zwei Rundbohrungen. Die entstehenden Stränge werden im Wasserbad gekühlt und anschließend granuliert.

6.3.1. Mehrfache Extrusion von Granulat

Naturfasern werden hinsichtlich der Fasereinkürzung bei der Mehrfachverarbeitung im Vergleich zu Glasfasern weniger geschädigt. Daraus ergeben sich bessere Recyclingeigenschaften [12]. Diese These soll im Folgenden mit einer Versuchsreihe bestätigt werden, bei der mehrere Extrusionsdurchläufe aufeinander folgen.

Dazu wird mittels Agglomeration ein naturfaserverstärktes Granulat PP-B 0012 / RFF $\psi = 22,1\%$ / HC5 $\psi_{H,F} = 5\%$ aufbereitet. Die eingestellten Agglomerationsparameter entsprechen den im Anhang genannten Standardparametern.

Dieses Granulat wird bei einem Durchsatz von 6 kg/h insgesamt fünfmal extrudiert und jeweils nach der Abkühlung im Wasserbad granuliert, wobei während der Extrusion jeweils die Prozessparameter Schmelztemperatur, Schmelzedruck und Stromaufnahme des Schneckenantriebs registriert werden. Die Messwerte sind für alle fünf Extrusionszyklen in Bild 6.16 aufgetragen.

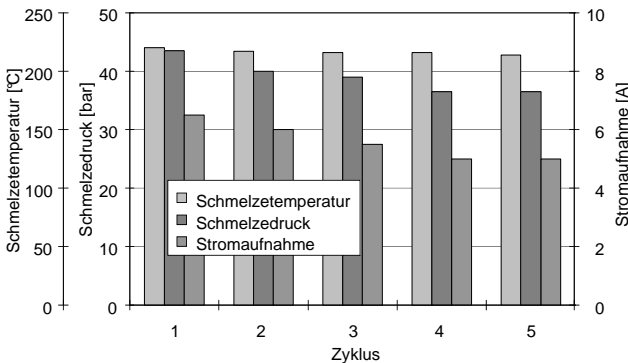


Bild 6.16: Prozessdaten bei der Extrusion,
PP-B 0012 / RFF $\psi = 22,1\%$ / HC5 $\psi_{H,F} = 5\%$

Wie erwartet sinkt bei jedem Extrusionszyklus die erforderliche Antriebsleistung des Extruders weiter ab, was in einer zunehmenden Faserlängenreduktion und in einem Absinken der Viskosität des Matrixwerkstoffs aufgrund mechanisch/thermischen Abbaus begründet liegt.

Nach jedem Extrusionsdurchlauf wird ein Teil des Granulats zurückgestellt und mittels Spritzgießens zu Norm-Zugstäben ausgeformt. Dabei werden die in der Parameterstudie als

optimal erkannten Spritzgießparameter für naturfaserverstärktes Polypropylen eingestellt (siehe Anhang).

Sowohl aus dem extrudierten Granulat als auch aus den Zugstäben werden Fasern mittels Soxhlet-Extraktion herausgelöst und deren Faserlänge anschließend bildanalytisch bestimmt. Weiterhin werden die mechanischen Eigenschaften der Norm-Prüfkörper im Zug- und Schlagbiegeversuch ermittelt.

Einen Eindruck von der fasereinkürzenden Wirkung des werkstofflichen Recyclings durch Extrusionsprozesse vermittelt das Bild 6.17. Die anzahlbezogene mittlere Faserlänge sinkt von 632 μm , welche im Granulat aus dem Agglomerator gemessen wird, auf 325 μm im Granulat nach dem fünften Extrusionsdurchlauf. Die Faserlängenverteilung ändert sich entsprechend. Dies bedeutet, dass der Anteil der Fasern, der bei einer als konstant angenommenen kritischen Faserlänge zur Werkstoffverstärkung beiträgt, mit jedem Recyclingschritt sinkt. Beispielsweise haben im Granulat aus dem Agglomerator nur 45 % der Fasern eine Länge von weniger als 400 μm , während es nach dem fünften Extrusionsschritt schon 75 % aller Fasern sind.

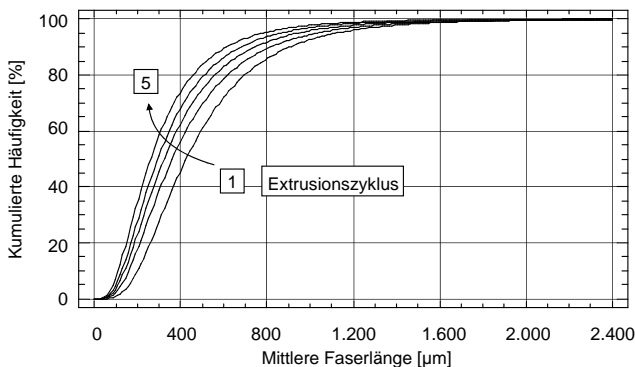


Bild 6.17: Faserlängenreduktion im Granulat nach mehrfacher Extrusion,
PP-B 0012 / RFF $\psi = 22,1$ % / HC5 $\psi_{H,F} = 5$ %

Ein Grenzwert für den Abbau der Faserlänge kann nach fünf Extrusionsdurchläufen noch nicht ermittelt werden. Sofern jedoch mit Turkovich et al. [202] angenommen wird, dass die Ausgangsfaserlänge keinen Einfluss auf die Faserlänge nach der Aufbereitung bzw. Weiterverarbeitung hat, muss zunächst erwartet werden, dass es bei mehrfachen Recyclingzyklen durch Extrusion zu keiner weiteren Faserlängeneinkürzung kommt bzw. die mittlere Faserlänge sich einem asymptotischen Wert nähert. Dies wurde beispielsweise von Wolf [205] für langglasfaserverstärkte Thermoplaste verifiziert. Die Tatsache, dass nach fünf Extrusionsdurchläufen noch keine Asymptote erkennbar wird, deutet darauf hin, dass bei diesen ersten Recyclingzyklen noch eine ausgeprägte Faserschädigung in der An- und Aufschmelzzone des Extruders stattfindet.

Neben der experimentellen Untersuchung der Eigenschaften rezyklierter naturfaserverstärkter Thermoplaste soll auch versucht werden, diese analytisch zu beschreiben. Hierzu wird ein Algorithmus vorgeschlagen, wie er von Thorne [198] diskutiert wird. Er geht von einem Eigenschaftsabfall bei einem Recyclingschritt (single pass property loss, SPPL) aus, der direkt proportional zu den Eigenschaften des Ausgangsmaterials ist. Ein derartiger linearer Algorithmus wird darin als adäquat für die Beschreibung der Zug- und Biegefestigkeitsabnahme, der zugehörigen Elastizitätsmoduländerungen sowie der Faserlängenreduktion von faserverstärkten Thermoplasten betrachtet. In [11] wird er auch für die Beschreibung der abnehmenden Schlagzähigkeit mehrfach rezyklierten glasfaserverstärkten Polyamids angewandt. Bild 6.18 zeigt das Ablaufdiagramm der Versuche sowie den Beschreibungsalgorithmus in schematischer Darstellung.

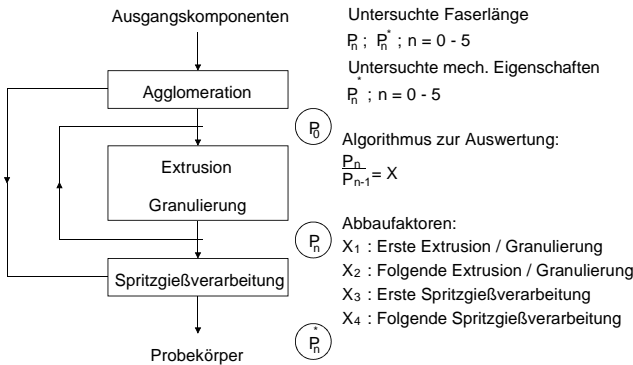


Bild 6.18: Ablaufdiagramm der Versuche zur mehrfachen Extrusion und Auswertungsschema

Diese Beschreibung gilt natürlich nur für einen bestimmten Arbeitspunkt der Extrusion und des Spritzgießens (siehe Anhang), der bei den Versuchen konstant gehalten wird.

Für den Abbaufaktor X einer Werkstoffeigenschaft P durch einen Aufbereitungs-, Verarbeitungs- oder Recyclingschritt gilt allgemein bei einem einzelnen Durchlauf

$$\frac{P_n}{P_{n-1}} = X \quad (6.1)$$

bzw. bei mehreren Durchläufen

$$\frac{P_n}{P_0} = X^n \quad (\text{Modell 1}). \quad (6.2)$$

Der so definierte Abbaufaktor ist natürlich für jede betrachtete Werkstoffeigenschaft unterschiedlich.

Ein solcher allgemeiner Ansatz mit einem konstanten Abbaufaktor ist für die betrachtete Prozesskette nicht geeignet. Im ersten Extrusionsdurchlauf wird Granulat, das im Agglomerator aufbereitet wurde, verarbeitet. In allen folgenden Zyklen wird dagegen Granulat verarbeitet, das bereits aus einem Extrusionsschritt stammt. Die Eigenschaftsverluste nach dem ersten und nach den folgenden Extrusionsschritten sind nicht zwingend gleich groß. Damit sind die Abbaufaktoren unterschiedlich. Deshalb wird der allgemeine Ansatz (6.2) modifiziert, indem für den ersten Extrusionsdurchlauf ein eigener Abbaufaktor

$$\frac{P_1}{P_0} = X_1 \quad (6.3)$$

definiert wird. Für den folgenden Durchlauf gilt mit einem Abbaufaktor für die Extrusion von bereits zuvor extrudiertem Material

$$\frac{P_2}{P_1} = X_2. \quad (6.4)$$

Zusammengefasst folgt

$$\frac{P_2}{P_0} = X_1 \cdot X_2 \quad (6.5)$$

und für jeden weiteren Recyclingschritt

$$\frac{P_n}{P_0} = X_1 \cdot X_2^{n-1} \quad (\text{Modell 2a}). \quad (6.6)$$

Dabei wird zunächst die Eigenschaftsänderung im Granulat nach der Extrusion betrachtet. Granulat aus der Agglomeration und den jeweiligen Extrusionsdurchläufen wird im Spritzgießverfahren zu Norm-Schulterstäben verarbeitet. Dabei werden die Werkstoffeigenschaften weiter abgebaut, so dass für die Verarbeitung von Granulat aus der Agglomeration mit einem spezifischen Abbaufaktor

$$\frac{P_0^*}{P_0} = X_3 \quad (6.7)$$

gilt. Für das Granulat aus dem Extruder gilt nach dem ersten Recyclingzyklus

$$\frac{P_1^*}{P_0} = X_4 \cdot \frac{P_1}{P_0} = X_1 \cdot X_4, \quad (6.8)$$

für den zweiten Recyclingzyklus

$$\frac{P_2^*}{P_0} = X_4 \cdot \frac{P_2}{P_0} = X_1 \cdot X_2 \cdot X_4 \quad (6.9)$$

und für eine beliebige Anzahl von Durchläufen

$$\frac{P_n^*}{P_0} = X_4 \cdot \frac{P_n}{P_0} = X_1 \cdot X_2^{n-1} \cdot X_4. \quad (6.10)$$

Ein Vergleich des ersten und zweiten Recyclingdurchlaufs zeigt, dass

$$\frac{P_2^*}{P_1^*} = \frac{P_2}{P_1} = X_2 \quad (6.11)$$

gilt. Der Abbaufaktor X_2 kann also entweder an Fasern im Granulat aus der Extrusion oder in Zugstäben nach der Spritzgießverarbeitung bestimmt werden.

Abbaufaktoren für mechanische Eigenschaften können nicht direkt aus dem Granulat ermittelt werden. Deshalb wird das Granulat aus dem Agglomerator zu Norm-Prüfkörpern ausgeformt. Die daran ermittelten Messwerte werden als Bezug herangezogen. Aus den zuvor hergeleiteten Beziehungen folgt

$$\frac{P_1^*}{P_0^*} = \frac{X_1 \cdot X_4}{X_3} = X_5 \quad (6.12)$$

bzw.

$$\frac{P_n^*}{P_0^*} = \frac{X_1 \cdot X_2^{n-1} \cdot X_4}{X_3} = X_5 \cdot X_2^{n-1} \quad (\text{Modell 2b}). \quad (6.13)$$

Für alle hergeleiteten Beziehungen gilt

$$\lim_{n \rightarrow \infty} P_n^* = \lim_{n \rightarrow \infty} P_n^* = 0. \quad (6.14)$$

Für die Werkstoffeigenschaften gibt es jedoch aus anderen Recyclingversuchen eindeutige Hinweise darauf, dass sie sich asymptotisch einem Grenzwert nähern ([198]). Deshalb werden als Randbedingungen

$$\lim_{n \rightarrow \infty} P_n = P_a \quad (6.15)$$

und

$$\lim_{n \rightarrow \infty} P_n^* = P_a^* \quad (6.16)$$

formuliert. Zur Ermittlung der Asymptoten für die mechanischen Eigenschaften wird ein mit Haftvermittler HC5 modifiziertes Polypropylen PP-B 0012 ohne Naturfaserverstärkung untersucht. Die Menge des Haftvermittlers entspricht dabei der Menge im untersuchten naturfaserverstärkten Polypropylen. Die Kennwerte dieses Materials werden parallel zu den Recyclingversuchen an mit gleichen Aufbereitungs- und Verarbeitungsbedingungen hergestellten und bei gleichen Prüfbedingungen getesteten Norm-Prüfkörpern ermittelt.

Für die Faserlänge ist diese Vorgehensweise nicht möglich. Wie gezeigt kann nach fünf Prozessdurchläufen noch keine Asymptote gefunden werden. Daher werden P_a und P_a^* bei der Berechnung dieses Kennwerts mit dem Ziel einer bestmöglichen Übereinstimmung gemessener und berechneter Werte iterativ variiert.

Während so für den ersten Zyklus wieder

$$\frac{P_1}{P_0} = X_1 \quad (6.17)$$

bzw.

$$\frac{P_1^*}{P_0^*} = X_5 \quad (6.18)$$

angesetzt werden kann, so gilt für die Eigenschaften nach dem nächsten Extrusionszyklus

$$P_2 = X_2 \cdot P_1 + C \quad (6.19)$$

sowie für jeden weiteren Zyklus

$$P_n = X_2^{n-1} \cdot P_1 + \frac{X_2^{n-1} - 1}{X_2 - 1} \cdot C. \quad (6.20)$$

Aus

$$\lim_{n \rightarrow \infty} P_n = \frac{1}{1 - X_2} \cdot C = P_a \quad (6.21)$$

folgt

$$C = (1 - X_2) \cdot P_a, \quad (6.22)$$

und wieder eingesetzt

$$P_n = X_2^{n-1} \cdot P_1 + (1 - X_2^{n-1}) \cdot P_a \quad (6.23)$$

bzw.

$$\frac{P_n - P_a}{P_1 - P_a} = X_2^{n-1} \quad (\text{Modell 3a}). \quad (6.24)$$

In gleicher Weise kann für die Eigenschaften nach dem Spritzgießen

$$\frac{P_n^* - P_a^*}{P_1^* - P_a^*} = X_2^{n-1} \quad (\text{Modell 3b}) \quad (6.25)$$

abgeleitet werden.

Insgesamt stehen also für eine Berechnung die folgenden drei Algorithmen zur Verfügung:

- Modell 1: linearer Abbau, gleicher Abbaufaktor für jeden Prozessdurchlauf, keine Asymptote,
- Modell 2a/b: linearer Abbau, erster Prozessdurchlauf mit eigenem Abbaufaktor, keine Asymptote und
- Modell 3a/b: linearer Abbau, erster Prozessdurchlauf mit eigenem Abbaufaktor, Asymptote.

Eine Gegenüberstellung von berechneten und gemessenen Werten zeigt das Bild 6.19 anhand der mittleren Faserlänge. Für die Berechnung wird jeweils auf das Modell 3 zurückgegriffen. Eine optimierte Übereinstimmung ergibt sich, wenn als Asymptote nach der Extrusion eine mittlere Faserlänge von 180 μm und nach dem Spritzgießen eine mittlere Faserlänge von 0 μm angenommen wird.

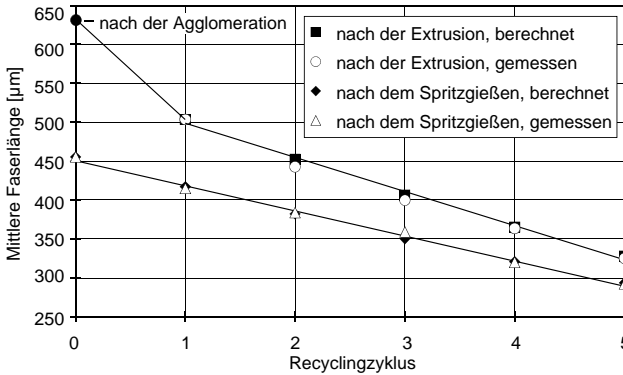


Bild 6.19: Mittlere anzahlbezogene Faserlänge nach der Extrusion und der Spritzgießverarbeitung, berechnete und gemessene Werte, PP-B 0012 / RFF $\psi = 22,1\%$ / HC5 $\psi_{H,F} = 5\%$

Mit den vorgestellten Algorithmen kann also eine gute Übereinstimmung zwischen der berechneten und der gemessenen mittleren Faserlänge erreicht werden. Auch eine vergleichende Bewertung von Extrusion und Spritzgießverarbeitung ist mit Hilfe von Bild 6.19 möglich: Ein Vergleich der Faserlänge aus dem spritzgegossenen agglomerierten Granulat mit der Faserlänge aus dem Granulat nach dem ersten Extrusionsschritt zeigt, dass bei der hier gewählten Anlagenkonfiguration die Extrusion faserschonender ist als die Spritzgießverarbeitung. Dies erklärt sich ganz wesentlich aus dem gewählten einfachen Schnecken Aufbau.

Schließlich sei am Beispiel der Zugfestigkeit noch eine Gegenüberstellung der berechneten und gemessenen mechanischen Kennwerte gezeigt (Tabelle 6.2). Alle drei Modelle liefern eine gute Übereinstimmung mit den gemessenen Werten. Die beste Annäherung an die experimentell ermittelten Werte liefert das Modell 3, das eine asymptotische Annäherung an einen Grenzwert beinhaltet. Dieser Grenzwert stimmt hier mit der gemessenen Zugfestigkeit des unverstärkten Polypropylens überein.

Tab. 6.2: Zugfestigkeit von PP-B 0012 / RFF $\psi = 22,1\%$ / HC5 $\psi_{H,F} = 5\%$, mehrfach extrudiert, berechnet und gemessen

Recycling- zyklus	Modell 1; $X = 0,982$	Modell 2; $X_5 = 0,974$ $X_2 = 0,985$	Modell 3; $X_5 = 0,974$ $X_2 = 0,918$; $M_a = 21,07$ MPa	gemessen
	[MPa]	[MPa]	[MPa]	[MPa]
0	27,40	27,40	27,40	27,40
1	26,91	26,69	26,69	26,69
2	26,43	26,28	26,23	25,93
3	25,95	25,87	25,80	25,66
4	25,49	25,47	25,41	25,18
5	25,03	25,07	25,06	25,05
∞	0	0	21,07	21,07

In gleicher Art und Weise können mit hinreichender Genauigkeit auch der Zug-Elastizitätsmodul und die Schlagzähigkeit vorausgesagt werden.

Zusammenfassend belegt die beschriebene Versuchsreihe, dass die für glasfaserverstärkte Kunststoffe hergeleiteten Berechnungsmodelle ohne Weiteres auch auf naturfaserverstärkte Kunststoffe übertragbar sind. Die berechneten Abbauraten dokumentieren dabei die geringe Schädigung bei mehrfacher Verarbeitung und eine somit hervorragende Eignung naturfaserverstärkter Kunststoffe für ein werkstoffliches Recycling.

7. Zusammenfassung und Ausblick

Alle Aspekte eines Faserverbundkunststoffs auf Basis nachwachsender Rohstoffe - die Werkstoffentwicklung, die komplette Prozesskette hin zum fertigen Bauteil sowie das Recycling am Ende des Produktlebenszyklus - werden in der vorliegenden Arbeit erörtert.

Im Kapitel zur Werkstoffentwicklung wird die Rezeptierung verschiedener naturfaserverstärkter Thermoplaste beschrieben. Auf Basis einer mikromechanischen Analyse und einer Beschreibung des Werkstoffs durch multiple Regression kann eine auf ein bestimmtes Eigenschaftsprofil maßgeschneiderte Rezeptur generiert werden. Dazu werden der Polypropylentyp und der Gehalt an maleinsäureanhydridfunktionalisiertem Polypropylen als Haftvermittler variiert. Naturfaserverstärktes Polypropylen zeigt kurzfristig das größte Potenzial für einen Serieneinsatz in Bauteilen der Automobilindustrie.

Weiterhin werden mit Cellulosepropionat und Polyamid 11 zwei Kunststoffe mit hohen Anteilen nachwachsender Rohstoffe vorgestellt, die als Matrixmaterialien für naturfaserverstärkte Verbundkunststoffe bislang nur geringe Beachtung gefunden haben. Die auf dieser Basis generierten Rezepturen zeigen ein ausgewogenes Eigenschaftsprofil. Die Compositekennwerte sind auch ohne den Einsatz eines Haftvermittlers mit naturfaserverstärktem Polypropylen vergleichbar. Die Erfüllung des eingangs formulierten Anforderungskatalogs kann für viele Rezepturen nachgewiesen werden. Mit der Generierung von naturfaserverstärktem Polyamid 11 wird das Ziel erreicht, ein Composite nahezu vollständig auf Basis nachwachsender Rohstoffe darzustellen.

Heute sprechen noch einige technische Gründe für die Nutzung einer aufwändig aufbereiteten Röstflachsfaser zur Matrixverstärkung. Hier werden mit Grünflachs- und -hanffasern geeignete Alternativen hinsichtlich ihrer Verstärkungswirkung diskutiert. Im Ergebnis zeigt sich, dass sie zukünftig als kostengünstige Optionen zur Verfügung stehen.

Kernstück der Abhandlung ist die Präsentation der Ringmatrizenpresse als Aufbereitungsaggregat für ein Granulat aus naturfaserverstärkten Kunststoffen. In der Diskussion der relevanten Prozessparameter hinsichtlich ihrer Auswirkungen auf das Produkt wird das Verfahren umfassend beschrieben. Als Vorteile werden - auch im Vergleich mit alternativen Aufbereitungsverfahren - die gute Faservereinzelung und -dispergierung bei gleichzeitig thermisch schonender Behandlung und geringer Faserlängeneinkürzung nachgewiesen. Die Untersuchung einer Produktionsanlage zeigt die vorteilhafte Anwendbarkeit des Verfahrens im großtechnischen Maßstab.

Anschließend werden mit dem Spritzgieß- und dem Strangablegeverfahren einschließlich relevanter Verfahrensvarianten die nachfolgenden Prozessschritte betrachtet. Die Weiterverarbeitung des aufbereiteten Granulats mit diesen Verfahren zeigt, dass in der untersuchten Anlagenkonfiguration und Prozesskette der für die Faserschädigung bestimmende Schritt die Verarbeitung ist. Durch Variation der Prozessparameter kann ein diesbezüglich optimierter Parametersatz für die verschiedenen Verbundkunststoffrezepturen bereitgestellt werden.

Die oben beschriebenen Kunststoffverarbeitungsverfahren kommen auch für die Herstellung von Musterbauteilen aus dem Automobilbereich zum Einsatz. Sie zeigen die prinzipielle technische Eignung naturfaserverstärkter Thermoplaste sowie der betrachteten Prozesskette für derartige Anwendungsfälle. Ihre technischen Kennwerte qualifizieren die Musterbauteile für einen Einsatz in der Großserie.

Abschließend wird ein vollständiges werkstoffliches Recycling durch Extrusion und anschließende Wiederverarbeitung beschrieben. Die guten Recyclingeigenschaften können erneut bestätigt werden, das resultierende Rezyklat ist mit einem hohen Eigenschaftsprofil wiederverwendbar. In diesem Zusammenhang wird ein Algorithmus vorgestellt, der eine Vorhersage der Werkstoffeigenschaften nach der Wiederaufbereitung erlaubt und mit positivem Ergebnis auf seine Anwendbarkeit für naturfaserverstärkte Kunststoffe geprüft wird.

Als Fazit lässt sich formulieren, dass die in der Aufgabenstellung gesetzten Ziele der Arbeit im Wesentlichen erreicht werden. Der hauptsächliche offene Punkt ist die Wirtschaftlichkeit der Matrixpolymere auf Basis nachwachsender Rohstoffe. Ohne eine deutlich preiswertere Verfügbarkeit werden ihre Einsatzchancen auch künftig begrenzt bleiben.

8. Literatur

- [1] N. N. Natur - der vorbildliche Lieferant
Firmenschrift der Möller Group, Bielefeld
- [2] N. N. Leinfasern geben Werkstoffen Halt
VDI-Nachrichten 17.03.2000
- [3] N. N. Mercedes-Benz: Erfolgreiches Engagement für
umweltgerechte Mobilität mit dem Auto
Pressemitteilung der DaimlerChrysler AG, 08.08.2003
- [4] N. N. Autoteile auf den Kompost
<http://www.handelsblatt.com>, 30.06.2003
- [5] N. N. Untersuchung des Ermüdungsverhaltens von Flachsfaser-
verbundwerkstoffen
Abschlussbericht zur Projekt-Nr. 26/94 des TITK, Rudolstadt
Thüringisches Institut für Textil- und
Kunststoffforschung e. V., Rudolstadt (Hrsg.)
Rudolstadt 1995
- [6] N. N. Von Natur aus High-Tech
Greenpeace - Magazin für Umwelt und Politik, 1997
S. 40 - 41
- [7] N. N. Naturfaserverstärkte Compounds auf Polypropylenbasis
Materialdatenblatt zur FAKUMA 1997
Thüringisches Institut für Textil- und
Kunststoffforschung e. V., Rudolstadt (Hrsg.)
Rudolstadt 1997
- [8] N. N. Qualitätsniveau kommerzieller Fasern
<http://www.ikts.fhg.de/publications/kleber/2.tab1.gif>,
06.10.1997,
zitiert nach GOODFELLOW-Katalog 1994/95
- [9] N. N. Automobil-Industrie setzt sukzessive auf verstärkende
Biofaser-Materialien
VDI-Nachrichten 10.09.1999
- [10] N. N. Der neue Helm ist ökologisch leicht
VDI-Nachrichten 26.11.1999
- [11] Abbas, K. B.
Knutsson, A. B.
Berglund, S. H. New Thermoplastics from Old
Chemtech. 8, 1978
S. 502

-
- [12] Aurich, T. Spritzgießen von naturfaserverstärktem Polypropylen
Mennig, G. Kunststoffe 89, 1999
S. 30 - 32
- [13] Avella, M. A New Class of Biodegradable Materials:
Martuscelli, E. Poly-3-Hydroxy-Butyrate/Steam Exploded Straw Fiber
Pascucci, B. Composites 1: Thermal and Impact Behaviour
Raimo, M. J. Appl. Polym. Sci. 49, 1993
Focher, B. S. 2091 - 2103
- [14] Avella, M. Steam-Exploded Wheat Straw Fibers as Reinforcing
Bozzi, C. Material for Polypropylene-Based Composites
Dell'Erba, R. Angew. Makromol. Chem. 233, 1995
Focher, B. S. 149 - 166
Marzetti, A.
- [15] Avella, M. Broom Fibers as Reinforcing Materials for Polypropylene
Casale, L. Based Composites
Dell'Erba, R. J. Appl. Polym. Sci. 68, 1998
Focher, B. S. 1077 - 1089
Martuscelli, E.
- [16] Bailey, R. A Study of Fiber Attrition in the Processing of Long Fiber
Kraft, H. Reinforced Thermoplastics
Int. Polym. Process. 2, 1987
S. 94 - 101
- [17] Bailey, R. Fibre Orientation Mechanisms for Injection Molding of
Rzepka, B. Long Fibre Composites
Intern. Poly. Proc 1, 1991
S. 35 - 41
- [18] Bataille, P. Effects of Cellulose Fibres in Polypropylene Composites
Ricard, L. Polymer Composites 10, 1989
Sapieha, S. S. 103 - 108
- [19] Bataille, P. Interfacial Phenomena in Cellulose/Polyethylene Composites
Allard, P. Polymer Composites 11, 1990
Cousin, P. S. 301 - 304
Sapieha, S.
- [20] Bauer, T. Spritzgießen von flachfaserverstärktem Polypropylen
Unveröffentlichte Diplomarbeit am
Institut für Kunststoffverarbeitung an der RWTH Aachen,
Betreuer: Höck, P.
1993
- [21] Becker, G. W. Kunststoff-Handbuch Band 3/1:
Braun, D. Polycarbonate, Polyacetale, Polyester, Celluloseester
Carl Hanser Verlag, München 1992

-
- [22] Beiermeister, B.
Schmid, B.
Truckenmüller, F. Faserlängenbestimmung an langfaserverstärkten Thermoplasten
Tagungsband zum 12. Stuttgarter Kunststoff-Kolloquium 1990
- [23] Beshay, A. D.
Kokta, B. V.
Daneault, C. Use of Wood Fibers in Thermoplastic Composites 2: Polyethylene
Polymer Composites 6, 1985
S. 261 - 271
- [24] Biswas, A.
Hammond, A. J.
Hancox, N. L.
Rana, A. The Development of Polyethylene-Impregnated Jute Cloth Boards
Compos. Mfg. 4, 1993
S. 53 - 56
- [25] Bledzki, A. J.
Gassan, J. Effect of Fibre Structure Modification on Properties of Natural Fibre Composites
Proceedings of the 9th International Conference on Mechanics of Composite Materials,
Riga, Lettland, 17-20 October 1995
S. 15
- [26] Bledzki, A. J.
Gassan, J. Einfluss von Haftvermittlern auf das Feuchteverhalten naturfaserverstärkter Kunststoffe
Die Angewandte Makromolekulare Chemie 236, 1996
S. 129 - 138
- [27] Bledzki, A. J.
Gassan, J. Natural Fiber Reinforced Plastics
Handbook of Engineering Polymeric Materials
Cheremisinoff, N. P. (Hrsg.)
Marcel Dekker Inc., New York, USA
S. 787 - 810
- [28] Bölinger, S. Untersuchungen zum Einfluss der Verarbeitungsparameter auf die mechanischen Eigenschaften von spritzgegossenem flachfaserverstärktem Polypropylen
Unveröffentlichte Studienarbeit am
Institut für Kunststoffverarbeitung an der RWTH Aachen,
Betreuer: Kocker, K.
1995
- [29] Boldizar, A.
Klason, C.
Kubat, J.
Näslund, P.
Saha, P. Prehydrolyzed Cellulose as Reinforcing Filler for Thermoplastics
Int. J. Polym. Mater. 11, 1987
S. 229
- [30] Bowen, S. T.
Johnson, P. H. Langfaserverstärkte Kunststoffe für das Spritzgießverfahren
Jahrestagung Arbeitsgemeinschaft verstärkte Kunststoffe AVK (Hrsg.), 1990

- [31] Bowyer, W. H. On the Reinforcement of Thermoplastics by Imperfectly
Bader, M. G. Aligned Discontinuous Fibres
 J. Mat. Sci. 7, 1972
 S. 1315 - 1321
- [32] Brooks, R. Materials Property Modelling and Design of Short Fibre
 Composites
 In: Flow-Induced Alignment in Composite Materials
 Papathanasiou, T. D., Guell, D. C. (Hrsg.)
 Woodhead Publishing Ltd., Cambridge 1997
 S. 293 - 323
- [33] Burns, R. Study of Glass Fibre Degradation and Its Control During
Pennington, D. the Mixing of Dough Moulding Compounds
 SPE ANTEC Technical Papers 25, 1979
- [34] Canche-Escamilla, G. Preparation and Characterization of Henequen Cellulose
Rodriguez-Trojillo, G. Grafted with Methyl Methacrylate and its Application
Herrera-Franco, P. J. in Composites
Mendizabal, E. Journal of Applied Polymer Science 66, 1997
Puig, J. E. S. 339 - 346
- [35] Canche-Escamilla, G. Mechanical Properties of Acrylate-Grafted Henequen
Cauich-Capul, J. I. Cellulose Fibers and their Application in Composites
Mendizabal, E. Composites Part A 30, 1999
Puig, J. E. S. 349 - 359
Vazquez-Torres, H.
- [36] De Claville Christians. Length Measurements of Glass Fibres
Madsen, O. <http://www.iprod.auc.dk/forsk/poly/articles/ref99-9.htm>,
Jensen, E. A. 28.05.1999
Waschitschek, K.
Kech, A.
- [37] Clemons, C. Microstructure and Dynamic Fracture of Polypropylene
Giacomin, A. J. Reinforced with Cellulose Fiber
Caulfield, D. F. Conference Proceedings of the 98 ANTEC
 SPE (Society of plastics Engineers) (Hrsg.) 1998
 S. 1432 - 1436
- [38] Colberg, M. Spritzgießen naturfaserverstärkter Kunststoffe
Sauerbier, M. Kunststoffe 87, 1997
 S. 1780 - 1782
- [39] Cole, N. V. Wood-Filled Polypropylene
Muzy, J. D. SPE ANTEC Technical Papers 28, 1982
 S. 661 - 663

- [40] Dalvåg, H.
Klason, C.
Strömvall, H.-E. The Efficiency of Cellulosic Fillers in Common Thermoplastics: Part 2 - Filling with Processing Aids and Coupling Agents
Intern. J. Polymeric Mater. 11, 1985
S. 9 - 38
- [41] Felix, J. M.
Gatenholm, P. The Nature of Adhesion in Composites of modified Cellulose Fibres and Polypropylene
Journal of applied Polymer Science 42, 1991
S. 609 - 620
- [42] Felix, J. M.
Gatenholm, P. The Effect of Compatibilizing Agents on the Interfacial Strength in Cellulose-Polypropylene-Composites
Proceed. Amer. Chem. Soc. Div. Polym. Mater. Sci. Engin. 64, 1991
S. 123
- [43] Felix, J. M.
Gatenholm, P.
Schreiber, H. P. Controlled Interactions in Cellulose-Polymer-Composites 1: Effect on Mechanical Properties
Polym. Compos. 14, 1993
S. 449
- [44] Felix, J. M.
Carlss., C. M. G.
Gatenholm, P. Adhesion characteristics of oxygen plasma-treated rayon fibres
J. Adhesion Sci. Technol. 8, 1994
S. 163 - 180
- [45] Felix, J. M.
Gatenholm, P.
Schreiber, H. P. Plasma modification of cellulose fibres: Effects on some polymer composites properties
Journal of applied Polymer Science 51, 1994
S. 285 - 295
- [46] Felix, J. M.
Gatenholm, P. Effects of transcrystalline morphology on interfacial adhesion in cellulose / polypropylene composites
Journal of Materials Science 29, 1994
S. 3043 - 3049
- [47] Fisa, B. Mechanical Degradation of Glass Fibers during Compounding with Polypropylene
Polym. Composites 6, 1985
S. 232 - 241
- [48] Fölster, T.
Michaeli, W. Flachs - eine nachwachsende Verstärkungsfaser für Kunststoffe?
Kunststoffe 83, 1993
S. 687 - 691

- [49] Fölster, T.
Schlößer, T.
Gayer, U. Naturfaserverstärkte Kunststoffe für automobiltechnische Anforderungen
Abschlussbericht,
BML Teilprojekt Nr. L 0310545
Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe, 1995
- [50] Fölster, T. Nachwachsende Rohstoffe in technischen Anwendungen am Beispiel Fasern/Vliese
Textilveredelung 30, 1995
S. 2 - 8
- [51] Fritz, H.-G.
Cai, Q.
Bözl, U. Polypropylen-Modifikation durch reaktive Kunststoff-aufbereitung
13. Stuttgarter Kunststoff-Kolloquium, 17.03. - 18.03. 1993
Stuttgart 1993
- [52] Fritz, H.-G.
Seidenstücker, T. Study on production of thermoplastics and fibres based mainly on biological materials
EU-Studie Contract-Nr. AGRE-0200-DE (MNRE), 1994
- [53] Gassan, J.
Bledzki, A. J. Einfluss der Faserbehandlung auf die Eigenschaften naturfaserverstärkter Duroplaste
Proceedings of the 6. International Textextil Symposium, Frankfurt, 15.-17.07.1994
Frankfurt 1994
- [54] Gassan, J.
Bledzki, A. J. Effect of Fibre Structure Modifications on Properties of Natural Fibre Composites
Proceedings of the 9th International Conference on Mechanics of Composite Materials,
Riga, 17.-20.10.1995
Riga, Lettland, 1995
S. 15
- [55] Gassan, J.
Bledzki, A. J. Influence of Surface Treatment on the Dynamic-Mechanical Properties of Natural Fiber Reinforced Plastics
Proceedings of the ICCM-11,
Gold Coast, Australia, 14.-18.07.1997
S. 762 - 770
- [56] Gassan, J.
Bledzki, A. J. The Influence of Fiber-Surface Treatment on the Mechanical Properties of Jute-Polypropylene Composites
Composites Part A 28, 1997
S. 1001 - 1005
- [57] Gassan, J.
Bledzki, A. K. Zum Impactverhalten von jutefaserverstärktem PP
GAK 50, 1997
S. 360 - 364

- [58] Gassan, J. Naturfaserverstärkte Kunststoffe - Korrelation zwischen Struktur und Eigenschaften der Fasern und deren Composites
Dissertation an der Universität Kassel
Shaker-Verlag
Aachen 1997
- [59] Gassan, J.
Mildner, I.
Bledzki, A. K. Alkalisierung von Naturfasern zur Optimierung der Eigenschaften von naturfaserverstärkten Kunststoffen
Technische Textilien 41, 1998
S. 74 - 76
- [60] Gassan, J.
Bledzki, A. J. Effect of Cyclic Moisture Absorption Desorption on the Mechanical Properties of Silanized Jute-Epoxy Composites
Polymer Composites 20, 1999
S. 604 - 611
- [61] Gassan, J. Zum Einfluss von Silanhaftvermittlern auf die mechanischen Eigenschaften von Flachs-EP-Verbunden
- [62] Gatenholm, P.
Kubat, J.
Mathiasson, A. Biodegradable Natural Composites 1: Processing and Properties
J. Appl. Polym. Sci. 45, 1992
S. 1667 - 1677
- [63] Gatenholm, P.
Mathiasson, A. Environmentally Degradable Composites
Polymeric Materials Science and Engineering 67, 1992
S. 361 - 364
- [64] Gatenholm, P.
Felix, J.
Klason, C.
Kubat, J. Cellulose-Polymer Composites with Improved Properties
Contemporary Topics in Polymer Science, Vol. 7
Salamone, J. C.; Riffle, J. (Hrsg.)
Plenum Press, New York 1992
S. 75 - 82
- [65] Gatenholm, P.
Bertilsson, H.
Mathiasson, A. The Effect of Chemical Composition of Interphase on Dispersion of Cellulose Fibers in Polymers 1:
PVC-Coated Cellulose in Polystyrene
J. Appl. Polym. Sci. 49, 1993
S. 197 - 208
- [66] Gergen, W. P.
Lutz, R. G.
Davison, S. Hydrogenated Block Copolymers in Thermoplastic Elastomer IPNs
In: Thermoplastic Elastomers
Legge, N. R., Holden, G., Schröder, H. E. (Hrsg.)
Carl Hanser Verlag, München 1987
S. 507 - 540
- [67] Gleich, K. Faserschonende Plastifizierung von Kunststoffen
GAK 51, 1998
S. 734 - 739

- [68] Grützner, R.-E. Recycling von PP-Flachsverbunden
 Reußmann, Th. Tagungsband des 6. Kunststoff-Recycling Kolloquiums,
 Bayer, R. Krefeld, 11.-12.09.1997
- [69] Gupta, V. B. Some Studies on Glass-Fibre-Reinforced Polypropylene
 Mittal, R. K. Polymer Composites 10, 1989
 Sharma, P. K. S. 8 - 15
 Menning, G.
 Wolters, J.
- [70] Hahnekamp, R. Polypropylen und Naturfasereinbindungen kombiniert mit
 Spritzgußmaterial -
 Neue wirtschaftliche Verarbeitungstechnologien
- [71] Halpin, J. C. The Halpin-Tsai Equations: A Review
 Kardos, J. L. Polym. Eng. Sci. 16, 1976
 S. 344 - 352
- [72] Hanselka, H. Biodegradable Structural Composites based on Renewable
 Herrmann, A. S. Raw Materials
 Beitrag zur Recycle '95, Environmental Technologies,
 Davos 15.05.-19.05.1995
 Davos, Schweiz 1995
- [73] Hanselka, H. Automobil-Leichtbau durch den Einsatz von
 Herrmann, A. S. (biologisch abbaubaren) Naturfaser-Verbundwerkstoffen
 Prömper, E. VDI-Berichte Nr. 1235
 VDI-Verlag, Düsseldorf 1995
 S. 159 - 185
- [74] Hanselka, H. Faserverbundwerkstoffe aus nachwachsenden Rohstoffen für
 den ökologischen Leichtbau
 Mat.-wiss. und Werkstofftechnik 29, 1998
 S. 300 - 311
- [75] Han, G. S. Composites of Wood and Polypropylenes 3
 Ichinose, H. Mokuzaï Gakkaishi 35, 1989
 Takase, S. S. 1100 - 1104
 Shiraishi, N.
- [76] Han, G. S. Composites of Wood and Polypropylenes 4
 Shiraishi, N. Mokuzaï Gakkaishi 36, 1990
 S. 976 - 982
- [77] Han, G. S. Composites of Wood and Polypropylenes 5
 Saka, S. Mokuzaï Gakkaishi 37, 1991
 Shiraishi, N. S. 241 - 246

- [78] Hargitai, H.
Racz, I. Interaction between Water and Cellulosic Fiber-PPGMA-PP Primer System
Proceedings of the 4th International Symposium for Textile Composites, 12-14 October 1998, Kyoto, Japan
Kyoto, Japan 1998
- [79] Hargitai, H.
Racz, I. Influence of Water on Properties of Cellulosic Reinforced Polypropylene Composites
Proceedings of the 32nd International Symposium on Novelties in Textiles, Ljubljana 15-16 October 1998,
Ljubljana, Slovenia 1998
- [80] Hashin, Z. On Elastic Behaviour of Fibre Reinforced Materials of Arbitrary Transverse Phase Geometry
J. Mech. Phys. Solids 13, 1965
S. 119 - 134
- [81] Hedenberg, P.
Gatenholm, P. Conversion of Plastic/Cellulose Waste into Composites
Journal of Applied Polymer Science 56, 1995
S. 641 - 651
- [82] Hedenberg, P.
Gatenholm, P. Conversion of Plastic/Cellulose Waste into Composites
Journal of Applied Polymer Science 60, 1996
S. 2377 - 2385
- [83] Henshaw, J. M.
Wilkins, D. J. Comparison of Long and Short Fibre Injection Moulded Electrical Connector Housings
Composites Manufacturing 1, 1990
S. 26 - 31
- [84] Herrera-Franco, P. J.
Aguilar-Vega, M. Effect of Fibre Treatment on the Mechanical Properties of LDPE/Henequen Cellulosic Fibre Composites
Journal of Applied Polymer Science 65, 1997
S. 197 - 207
- [85] Herrmann, A. S.
Hanselka, H. Automobil-Leichtbau mit Faserverbundwerkstoffen auf der Basis nachwachsender Rohstoffe
in: Werkstoffe im Automobilbau
Friedrich Vieweg & Sohn Verlag
Wiesbaden 1996
S. 74 - 77
- [86] Herrmann, A. S.
Hanselka, H.
Nickel, J.
Riedel, U. Biodegradable Fibre Reinforced Plastics. A New Structural Material Based on Renewable Resources

- [87] Hill, R. Theory of Mechanical Properties of Fibre-Strengthened Materials: 1. Elastic Behaviour
J. Mech. Phys. Solids 12, 1964
S 199 - 212
- [88] Hinrichsen, G.
Karmaker, A. C.
Wuttke, B. Herstellung und Charakterisierung von Naturfaser-
Thermoplast-Verbundwerkstoffen am Beispiel von Jutfaser-
Polyolefin-Compositen
BMFT - Statusseminar Flachs, Bonn-Bad Godesberg 1991
S. 285 - 295
- [89] Hinrichsen, G.
Wuttke, B. Zur Haftung von Flachsfasern in thermoplastischen
Verbundwerkstoffen
Tagungsdruck Statusseminar Flachs Leipzig
15.11.-16.11.1993
Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und
Forsten (Hrsg.) 1993
S. 304 - 315
- [90] Hinrichsen, G.
Wuttke, B.
Kersch, I.
Jagodzinski, S.
Leuthold, G. Einfluss der Mikrostruktur und des Wassergehalts auf die
Eigenschaften von flachsfaserverstärktem Polypropylen
Tagungsband des Fachgesprächs "Naturfaserverstärkte
Kunststoffe", 22./23.2.1995, Gülzow
S. 37 - 42
- [91] Höck, P. Verstärkung von Polypropylen durch Flachsfasern auf
Gleichdralldoppelschneckenextrudern
Aachener Beiträge zur Kunststoffverarbeitung
Aachen 1994
- [92] Hoogen, N. Bauteile aus flachsfaserverstärktem PP in der Großserie
Kunststoffe 89, 1999
S. 103 - 104
- [93] Hua, L.
Flodin, P.
Rönnhult, T. Cellulose Fiber-Polyester Composites with reduced Water
Sensitivity (2) - Surface Analysis
Polym. Comp. 8, 1987
S. 203
- [94] Ivens, J.
Bos, H.
Verpoest, I. The Applicability of Natural Fibres as Reinforcement for
Polymer Composites
Proceedings of the Waageningen Symposium on Renewable
Bioproducts,
Waageningen, Niederlande, Juni 1997
S. 58 - 66
- [95] Jakopin, S. Compounding of Fillers
Advances in Chemistry Series 134, 1974
S. 114 - 127

- [96] Jones, R. M. Mechanics of Composite Materials
McGraw-Hill 1975
- [97] Karlsson, J. O.
Blachot, J. F.
Peguy, A.
Gatenholm, P. Improvement of Adhesion Between Polyethylene and Regenerated Cellulose Fibers by Surface Fibrillation
Polymer Composites 17, 1996
S. 300
- [98] Karmaker, A. C.
Hinrichsen, G. Processing and Characterization of Jute Fibre Reinforced Thermoplastic Polymers
Polym.-Plast. Technol. Eng. 30, 1991
S. 609
- [99] Karmaker, A. C.
Hoffmann, A.
Hinrichsen, G. Influence of water uptake on the mechanical properties of jute fibre reinforced polypropylene
J. Appl. Polym. Sci. 54, 1994
S. 1803 - 1807
- [100] Karmaker, A. C.
Youngquist, J. A. Injection Molding of Polypropylene Reinforced with short Jute Fibres
Journal of Applied Polymer Science 62, 1996
S. 1147 - 1151
- [101] Karnani, R.
Krishnan, M.
Narayan, R. Biofibre-Reinforced Polypropylene Composites
Polymer Engineering and Science 37, 1997
S. 476 - 483
- [102] Kaup, M.
Karus, M.
Ortmann, S. Naturfasereinsatz in Verbundwerkstoffen in der deutschen und österreichischen Automobilindustrie
Nova Institut für Ökologie und Innovation, Hürth 2003
- [103] Kelly, A.
Tyson, W. R. Tensile Properties of Fibre-Reinforced Metals: Copper/Tungsten and Copper/Molybdenum
J. Mech. Phys. Solids 13, 1965
S. 329
- [104] Kishi, H.
Yoshioka, M.
Yamanoi, A.
Shiraishi, N. Composites of Wood and Polypropylenes 1
Mokuzai Gakkaishi 34, 1988
S. 133 - 139
- [105] Klason, C.
Kubat, J.
Strömvall, H.-E. The Efficiency of Cellulosic Fillers in Common Thermoplastics Part 1: Filling without Processing Aids or Coupling Agents
Intern. J. Polym. Mat. 10, 1984
S. 159 - 187

-
- [106] Knothe, J. Schäfer, D. Entwicklung und Optimierung von Verarbeitungsverfahren zur Herstellung faserverstärkter Kunststoffbauteile Abschlussbericht zum Teilprojekt 4, Förderkennzeichen 96NR063-F Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe 2000
- [107] Knothe, J. Mündliche Mitteilung DaimlerChrysler AG, Ulm 2001
- [108] Köhler, E. Nendel, W. Verbundwerkstoffe mit Naturfaserverstärkung S. 663 - 668
- [109] Kohler, R. Wedler, M. Sauerbier, M. Naturfaserverbundwerkstoffe Beitrag zum 3. Forschungstag der Fachhochschulen des Landes Baden-Württemberg, FH Karlsruhe, 24.06. - 25.06.1997
- [110] Kokta, B. V. Chen, R. Daneault, C. Valade, J. L. Use of Wood Fibres in Thermoplastic Composites Polym. Compos. 4, 1983 S. 229 - 232
- [111] Kokta, B. V. Raj, R. G. Daneault, C. Use of Wood Flour as Filler in Polypropylene: Studies on Mechanical Properties Polymer Plastics Tech. Eng. 28, 1989 S. 247 - 259
- [112] Kokta, B. V. 2: Maldas, D. Daneault, C. Beland, P. Composites of Poly(Vinyl Chloride) and Wood Fibres. Part Effect of Chemical Treatment Polym. Compos. 11, 1990 S. 84 - 89
- [113] Kokta, B. V. Maldas, D. Statistical Analysis on the Properties of Biomass-Filled Thermoplastic Composites Proceedings of the International Wood and Natural Fibre Composites Symposium, Kassel, 29.06.-30.06.1998 Universität -GH- Kassel, Institut für Werkstofftechnik, Kunststoff- und Recyclingtechnik 1998
- [114] Krishnan, M. Narayan, R. Compatibilization of Biomass Fibres with Hydrophobic Materials Materials Research Society Symposium Proceedings 1992 S. 93 - 104
- [115] Langer, E. Naturfasern zur Verstärkung von Kunststoffen und biologisch abbaubaren Werkstoffen Fachtagung Biologisch abbaubare Werkstoffe Süddeutsches Kunststoff-Zentrum, Würzburg 1997

- [116] Löhr, K. Aufbereitungstechnik
Melchiorre, M. Carl Hanser Verlag, München, Wien 1995
Kettemann, B.-U.
- [117] Luo, S. Mechanical and Thermal Properties of Environment-friendly
Netravali, A. N. Green Composites Made from Pineapple Leaf Fibers and
Poly(hydroxybutyrate-co-valerate) Resin
Polymer Composites 20, 1999
S. 367 - 378
- [118] Maiti, S. N. Mechanical Properties of Isotactic Polypropylene/Wood
Flour
Subbarao, R. Composites
Int. J. Polym. Mater. 15, 1991
S. 1 - 16
- [119] Maldas, D. Improvement of the Mechanical Properties of Sawdust Wood
Kokta, B. V. Fibre-Polystyrene Composites by Chemical Treatment
Raj, R. G. Polymer 29, 1988
Daneault, C. S. 1255 - 1265
- [120] Maldas, D. Use of Wood Fibers as Reinforcing Fillers for Polystyrene
Kokta, B. V. Materials Science and Engineering 104, 1988
Raj, R. G. S. 235 - 244
Sean, S. T.
- [121] Maldas, D. The Mechanical Properties of Wood Fibre-Reinforced
Kokta, B. V. Polymethylmethacrylate
Daneault, C. Intern. J. Polymeric Mater. 12, 1989
S. 297 - 323
- [122] Maldas, D. Influence of Coupling Agents and Treatments on the
Kokta, B. V. Mechanical Properties of Cellulose Fibre-Polystyrene
Daneault, C. Composites
J. Appl. Polym. Sci. 37, 1989
S. 751 - 773
- [123] Maldas, D. Effects of Coating Treatment on the Mechanical Behavior of
Kokta, B. V. Wood Fibre-Filled Polystyrene Composites. 2: Use of
Inorganic Salt/Polyvinyl Chloride and
J. Reinforced Plast. Composites 8, 1990
S. 2 - 12
- [124] Maldas, D. Effect of Fibre Treatment on the Mechanical Properties of
Kokta, B. V. Hybrid Fiber Reinforced Polystyrene Composites. 2: Use of
Glass Fiber and Wood Pulp as
J. Adhes. Sci. Technol. 4, 1990
S. 89 - 97

- [125] Maldas, D.
Kokta, B. V. Influence of Polar Monomers on the Performance of Wood Fiber Reinforced Polystyrene Composites 1: Evaluation of Critical Conditions
Int. J. Polym. Mater. 14, 1990
S. 165 - 189
- [126] Marek, A.
Widdecke, H. Naturfaserverstärkte Thermoplaste spritzgießen
Kunststoffe 91, 2001
S. 60 - 62
- [127] Mattus, V.
Selzer, R.
Neitzel, M. Optimierte Verarbeitung von Holzfasern mit Polypropylen
Kunststoffberater 1997
S. 30 - 32
- [128] Matuana, L. M.
Park, C. B.
Balatinez, J. J. Cell Morphology and Property Relationship of Microcellular Foamed PVC/Wood-Fiber Composites
Polym. Eng. Sci. 38, 1998
S. 1862 - 1872
- [129] Matuana, L. M.
Park, C. B.
Balatinez, J. J. Characterization of Microcellular Foamed Plastic/Cellulosic Fiber Composites
Proceedings of the 1998 ANTEC Symposium
S. 1968 - 1974
- [130] Meister, F.
Michels, Ch.
Kramer, H.
Taeger, E. Biologisch abbaubare Verbunde aus cellulosischer Faser und derivatisierter cellulosischer Matrix
Techtextil -Symposium, Frankfurt, 12.05.-14.05.97
- [131] Meister, F.
Michels, Ch.
Kramer, H.
Taeger, E. Biodegradable Composite Materials from Cellulosic Fibres and Derivatives
Asian Textile Journal 1998
S. 86 - 91
- [132] Meyer, A.
Almin, K. E.
Steenberg, E. Length Reduction of Fibers Subject to Breakage
Brit. J. Appl. Phys. 17, 1966
S. 409
- [133] Michaeli, W.
Dahlke, M.
Baur, E. Entwicklung einer umfassenden Kennwertdatenbank zur Auslegung und Berechnung von Bauteilen aus naturfaser-verstärkten Kunststoffen
- [134] Mieck, K. P.
Nechwatal, A.
Knobelsdorf, C. Die Anwendungsmöglichkeiten von Naturfaserstoffen bei Verbundmaterial
Techtextil Symposium 1993
- [135] Mieck, K. P.
Nechwatal, A.
Knobelsdorf, C. Stand der Entwicklung zur Faser-Matrix-Haftung von Flachs in Verbundwerkstoffen aus thermoplastischer Matrix
5. Reutlinger Flachsseminar 1994

- [136] Mieck, K. P.
Reußmann, T. Flachs versus Glas
Kunststoffe 85, 1995
S. 366 - 370
- [137] Mieck, K. P. Faser-Matrix-Haftung und Nadelvliesherstellung von Flachs
für thermoplastische Matrices
Tagungsband des Fachgesprächs
"Naturfaserverstärkte Kunststoffe", 22./23.2.1995, Gülzow
S. 43 - 52
- [138] Mieck, K. P.
Nechwatal, A.
Knobelsdorf, C. Faser-Matrix-Haftung in Kunststoffverbunden aus thermo-
plastischer Matrix und Flachs 1: Die Ausrüstung mit Silanen
Die angewandte makromolekulare Chemie 1995
S. 73 - 88
- [139] Mieck, K. P.
Nechwatal, A.
Knobelsdorf, C. Faser-Matrix-Haftung in Kunststoffverbunden aus thermo-
plastischer Matrix und Flachs 2: Die Anwendung von
funktionalisiertem Polypropylen
Die angewandte makromolekulare Chemie 1995
S. 37 - 49
- [140] Mieck, K.-P.
Reußmann, T.
Knobelsdorf, C. Vernadelte Hybridvliese - textile Zwischenprodukte für
biologisch abbaubare Verbunde
Tagungsband zum 11. Hofer Vliesstoffseminar,
Hof, 05.-06.11.1996
Berufliche Fortbildungszentren der Bayerischen Arbeitgeber-
verbände e. V. (Hrsg.)
Hof 1996
- [141] Mieck, K. P.
Lützkendorf, R.
Reußmann, T. Hybridwerkstoffe aus Naturfasern und Thermoplasten -
neue Entwicklungen für die Faserverbundherstellung
Techtextil-Symposium, Frankfurt, 12.05.-14.05.1997
- [142] Mieck, K. P.
Reußmann, T.
Knobelsdorf, C. Textile Zwischenprodukte für biologisch abbaubare
Faserverbunde
Kunststoffberater 1997
S. 29 - 35
- [143] Mieck, K. P.
Reußmann, T.
Hauspurg, Ch. Einfluss von Faserstruktur und Verbundaufbau auf die
Dämpfungseigenschaften von naturfaserverstärkten
Kunststoffen
GAK 51, 1998
S. 740 - 743
- [144] Mi, Y.
Chen, X.
Guo, Q. Bamboo Fibre Reinforced Polypropylene Composites:
Crystallisation and Interfacial Morphology
J. Appl. Polym. Sci. 64, 1997
S. 1267 - 1273

- [145] Mori, T.
Tanaka, K. Average Stress in Matrix and Average Elastic Energy of Materials with Misfitting Inclusions
Acta Metall. 21, 1973
S. 571 - 574
- [146] Müller, H.
Fries, K.-W. Pure Natur im Automobil
Kunststoffe 88, 1998
S. 544 - 546
- [147] Münker, M.
Holtmann, R.
Michaeli, W. Improvement of the Fiber-Matrix Adhesion of Natural Fiber Reinforced Polymers
Proceedings of the 43rd International SAMPE Symposium, May 31 - June 4 1998
S. 2123 - 2133
- [148] Müssig, J.
Cescutti, G.
Dahlke, M.
Otremba, F.
Karus, M. Kennwertdatenbank zur Auslegung und Berechnung von Bauteilen aus naturfaserverstärkten Kunststoffen
- [149] Myers, G. E.
Kolosick, P. C.
Chahyadi, I. S.
Coberly, C. A.
Koutsky, J. A. Extruded Wood-Flour Polypropylene Composites: Effect of a Maleated Polypropylene Coupling Agent on Filler-Matrix Bonding and Properties
Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 1990
S. 67 - 76
- [150] Myers, G. E.
Clemons, C.
Balatinecz, J. J.
Woodhams, R. T. Effects of Composition and Polypropylene Melt Flow on Polypropylene-Waste Newspaper Composites
Proceedings of the ANTEC, Society of Plastics Industry 1992
S. 602 - 604
- [151] Nielsen, L. E. Generalized Equation for the Elastic Moduli of Composite Materials
J. Appl. Phys. 41, 1970
S. 4626 - 4627
- [152] Oksman, K.
Lindberg, H. Interaction between Wood and Synthetic Polymers
Holzforschung 49, 1995
S. 249 - 254
- [153] Oksman, K. Improved Interaction between Wood and Synthetic Polymers in Wood/Polymer Composites
Wood Sci. Technol. 30, 1996
S. 197 - 205
- [154] Oksman, K.
Lindberg, H. Influence of Thermoplastic Elastomers on Adhesion in Polyethylene-Wood Flour Composites
Journal of Applied Polymer Science 68, 1998
S. 1845 - 1855

- [155] Oksman, K. The Nature and Location of SEBS-MA Compatibilizer in
Lindberg, H. Polyethylene-Wood Flour Composites
Holmgren, A. Journal of Applied Polymer Science 69, 1998
S. 201 - 209
- [156] Oksman, K. Mechanical Properties and Morphology of Impact Modified
Clemons, C. Polypropylene-Wood Flour Composites
Journal of Applied Polymer Science 67, 1998
S. 1503 - 1513
- [157] Olsen, D. J. Effectiveness of Maleated Polypropylenes as Coupling
Agents for Wood Flour/Polypropylene Composites
Proceedings of the 91' ANTEC Symposium
S. 1886 - 1891
- [158] Owolabi, O. Composite Materials of Radiation-Treated Coconut Fiber and
Czvikovszky, T. Thermoplastics
J. Appl. Polym. Sci. 35, 1988
S. 573 - 582
- [159] Park, B. D. A Comparison of Compounding Processes for Wood-
Balatinecz, J. J. Fiber/Thermoplastic Composites
Polymer Composites 18, 1997
S. 425 - 431
- [160] Park, B. D. Mechanical Properties of Wood-Fiber/Toughened Isotactic
Balatinecz, J. J. Polypropylene Composites
Polymer Composites 18, 1997
S. 79 - 89
- [161] Paukszta, D. Polypropylene-Flax or -Hemp Composites
Garbarczyk, J. 1995
Kozłowski, R.
- [162] Pott, G. T. Veredelte Flachsfasern zur Verstärkung von
Huetting, D. J. Kunststoffkompositen
Maassen, W. A. H. Symposium Werkstoffe aus Nachwachsenden Rohstoffen
van Deursen, J. H. Rudolstadt, 1997
- [163] Quillin, D. T. Crystallinity in the Polypropylene/Cellulose System 1:
Caulfield, D. F. Nucleation and Crystalline Morphology
Koutsky, J. A. J. Appl. Polym. Sci. 50, 1993
S. 1187 - 1194
- [164] Racz, I. Influence of Water on Properties of Cellulosic Fibre
Hargitai, H. Reinforced Polypropylene Composites
Proceedings of the 4th International Symposium for Textile
Composites, 12-14 October 1998, Kyoto, Japan

- [165] Racz, I.
Hargitai, H. Influence of Humidity in Reinforcing Natural Fibers on Polymer Composite Properties
Advanced Polymers - Proceedings of the 11th Hungarian-Korean Joint Seminar, 19-20 April 1999, Budapest, Ungarn
- [166] Raj, R. G.
Kokta, B. V. Use of Sawdust as Reinforcing Fillers for Polyethylene
Polym. Mater. Sci. a. Eng. Proc. 56, 1987
S. 63 - 67
- [167] Raj, R. G.
Kokta, B. V.
Maldas, D.
Daneault, C. Use of Wood Fibres in Thermoplastic Composites 6: Isocyanate as a Bonding Agent for Polyethylene-Wood Fibre Composites
Polym. Compos. 9, 1988
S. 404 - 411
- [168] Raj, R. G.
Kokta, B. V.
Daneault, C. Polypropylene-Wood Fibre Composites: Effect of Fibre Treatment on mechanical Properties
Intern. J. Polymeric Mater. 12, 1989
S. 239 - 250
- [169] Raj, R. G.
Kokta, B. V.
Maldas, D.
Daneault, C. Use of Wood Fibres in Thermoplastics: 7. The Effect of Coupling Agents in Polyethylene-Wood Fibre Composites
J. Appl. Polym. Sci. 37, 1989
S. 1089 - 1103
- [170] Raj, R. G.
Kokta, B. V.
Daneault, C. Effect of Chemical Treatment of Fibres on the Mechanical Properties of Polyethylene/Wood Fibre Composites
J. Adhes. Sci. Technol. 3, 1989
S. 55 - 64
- [171] Raj, R. G.
Kokta, B. V.
Dembele, F.
Sanschagrain, B. Compounding of Cellulose Fibres with Polypropylene: Effect of Fiber Treatment on Dispersion in the Polymer Matrix
J. Appl. Polym. Sci. 38, 1989
S. 1987 - 1996
- [172] Raj, R. G.
Kokta, B. V.
Daneault, C. Wood Flour as a low-cost Reinforcing Filler for Polyethylene: Studies on Mechanical Properties
Journal of Materials Science 25, 1990
S. 1851 - 1855
- [173] Raj, R. G.
Kokta, B. V. Reinforcing High-Density Polyethylene with Cellulosic Fibres 1: The Effects of Additives on Fibre Dispersion and Mechanical Properties
Polym. Eng. Sci. 31, 1991
S. 1358 - 1362
- [174] Ramani, K.
Bank, D.
Kraemer, N. Effect of Screw Design on Fiber Damage in Extrusion Compounding and Composite Properties
Polym. Compos. 16, 1995
S. 258 - 266

- [175] Rana, A. K.
Mandal, A.
Mitra, B. C.
Jacobsen, R.
Rowell, R. Short Jute Fiber-Reinforced Polypropylene Composites: Effect of Compatibilizer
Journal of Applied Polymer Science 69, 1998
S. 329 - 338
- [176] Rana, A. K.
Mitra, B. C.
Banerjee, A. N. Short Jute Fiber-Reinforced Polypropylene Composites: Dynamic Mechanical Studies
Journal of Applied Polymer Science 71, 1999
S. 531 - 539
- [177] Rapphel, I.
Kakuschke, R.
Stove, H. Sconacell AH - ein thermoplastischer Spritzgußwerkstoff auf Basis nachwachsender Rohstoffe
Tagungsband der 5. Internationalen Tagung Stoffliche Nutzung nachwachsender Rohstoffe, Chemnitz, 28.10. - 29.10.1998
S. 107 - 111
- [178] Renz, R. Abbau der Fasereigenschaften bei Verarbeitung und Recycling von faserverstärkten Kunststoffen
1998
- [179] Rietveld, X. J.
Al-Ramahi, S. D. Effects of material variation and processing conditions on the extrusion behaviour of cellulose fibre filled polypropylene
Conference Proceedings ANTEC '92
Society of Plastics Engineers (Hrsg.)
Greenwich, Conn. 1992
S. 2160 - 2164
- [180] Rizvi, G.
Matuana, L. M.
Park, C. B. Foaming of PS/Wood Fiber Composites Using Moisture as a Blowing Agent
Polymer Engineering and Science 40, 2000
S. 2124 - 2132
- [181] Ruch, J.
Fritz, H.-G. Aufbereitung und Charakterisierung von langfaserverstärkten Verbundwerkstoffen auf Basis von Flachs und Polypropylen
2000
- [182] Ruch, J. Versuchsergebnisse zur Herstellung von PP/Flachs-Composites
Unveröffentlichte Arbeit am Institut für Kunststofftechnologie, Universität Stuttgart
2001
- [183] Ruch, J.
Fritz, H.-G. Entwicklung, Aufbereitung und Verarbeitung von abbaureisistenten Polymerblends und -composites, welche hohe Anteile pflanzlicher Inhaltsstoffe enthalten
Zwischenbericht,
Förderkennzeichen 97NR159
Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe 2001

- [184] Sanadi, A. R. Reinforcing Polypropylene with Natural Fibers
Caulfield, D. F. Plastics Engineering, 1994
Rowell, R. M. S. 27 - 28
- [185] Sanadi, A. R. Renewable Agricultural Fibers as Reinforcing Fillers
Caulfield, D. F. in Plastics: Mechanical Properties of Kenaf Fiber-
Jacobson, R. E. Polypropylene Composites
Rowell, R. M. Ind. Eng. Chem. Res. 34, 1995
 S. 1889 - 1896
- [186] Sapieha, S. Thermal Degradation of Cellulose-Containing Composites
Pupo, J. F. during Processing
Schreiber, H. P. J. Appl. Polym. Sci. 37, 1989
 S. 233 - 240
- [187] Sapieha, S. Dicumyl-Peroxid-Modified Cellulose/LLDPE Composites
Allard, P. J. Appl. Polym. Sci. 41, 1990
Zang, Y. H. S. 2039 - 2048
- [188] Schlößer, T. Fahrzeugbau und Ökologie
Fölster, T. Kunststoffe 85, 1995
 S. 319 - 321
- [189] Schlößer, T. unbekannt
Fölster, T. Unveröffentlichter Bericht der Daimler-Benz AG
- [190] Schmid, B. Spritzgießen von langfaserverstärkten Thermoplasten
 Kunststoffe 79, 1989
 S. 624 - 630
- [191] Schut, J. H. Wood is good
 Plastics Technology, 1999
 S. 46 - 52
- [192] Schweizer, R. A. Glass Fibre Length Degradation in Thermoplastics
Processing
 Polym. Plast. Technol. Eng. 18, 1, 1982
 S. 81 - 91
- [193] Shortall, J. B. The Characterisation of Fibre Length Distribution in
Injection Moulded Plastics
Dennington, D. Plast. Rubber Proc. Appl. 2, 1982
 S. 33 - 40
- [194] Simonsen, J. Morphology and Properties Of Wood-Fiber Reinforced
Rials, T. G. Blends of Recycled Polystyrene and Polyethylene
 J. Thermoplast. Compos. Mater. 9, 1996
 S. 292 - 302

- [195] Sinz, I. Herstellung und Verarbeitung eines biologisch nicht abbaubaren Verbundwerkstoffs aus nachwachsenden Rohstoffen
Unveröffentlichte Diplomarbeit am
Institut für Angewandte Forschung an der FH Reutlingen,
Betreuer: Schäfer, D., Daimler-Benz AG
1996
- [196] Takase, S. Studies on Composites from Wood and Polypropylenes
Shiraishi, N. J. Applied Polymer Science 37, 1989
S. 645 - 659
- [197] Thieltges, H.-P. Faserschädigung beim Spritzgießen verstärkter Kunststoffe
Dissertation an der RWTH Aachen
1991
- [198] Thorne, J. L. Effect of Recycle on Properties and Profits: Algorithms
Adv. Polym. Techn. 7, 1987
S. 347
- [199] Traebert, A. Optimierung eines Verfahrens zur Herstellung verschiedener naturfaserverstärkter Kunststoffe auf der Basis nachwachsender Rohstoffe
Unveröffentlichte Diplomarbeit am
Institut für Verfahrenstechnik der RWTH Aachen,
Betreuer: Schäfer, D., Daimler-Benz AG
1997
- [200] Trejo-O'Reilly, J. Interfacial Properties of Regenerated Cellulose Fiber/
Cavaille, J. Y. Polystyrene Composite Materials. Effect of the Coupling
Paillet, M. Agent's Structure on the Micromechanical
Gandini, A. Polymer Composites 21, 2000
Herrera-Franco, P. S. 65 - 71
- [201] Truckenmüller, F. Direktverarbeitung von Endlosfasern auf Spritzgießmaschinen - Möglichkeiten und Grenzen
VDI-Verlag, Düsseldorf 1996
- [202] Turkovich, R. V. Fibre Fracture in Reinforced Thermoplastic Processing
Erwin, L. Polym. Eng. and Sci. 23, 1983
S. 743 - 749
- [203] Van de Velde, K. Research on the Use of Flax as Reinforcement for Thermoplastic Pultruded Composites
Van Langenh., L. Kiekens, P. S. 227 - 234
- [204] Wittig, W. unbekannt
Kunststoffe im Automobilbau
VDI-Verlag, Düsseldorf 1994

-
- [205] Wolf, H. J. Faserverkürzung beim Verarbeiten langfasergefüllter Thermoplaste
Kunststoffe 83, 1993
S. 69 - 72
- [206] Woodhams, R. T. Woodfibres as Reinforcing Fillers for Polyolefins
Thomas, G. Polym. Eng. Sci. 24, 1984
Rodger, D. K. S. 1166 - 1171
- [207] Woodhams, R. T. Properties and Possible Applications of Wood Fibre-
Law, S. Polypropylene Composites
Balatinecz, J. J. Proceedings of the Wood Adhesives Symposium,
Madison, Wisconsin, 16.05.-18.05.1990
S. 177 - 182
- [208] Xanthos, M. Processing Conditions and Coupling Agent Effects in
Polypropylene/Wood Flour Composites
Plast. Rubber Proc. Appl. 3, 1983
S. 223 - 228
- [209] Yam, K. L. Composites from Compounding Wood Fibres with Recycled
Gogoi, B. K. High Density Polyethylene
Lai, C. C. Polym. Eng. Sci. 30, 1990
Selke, S. E. S. 693 - 699
- [210] Youngquist, J. Lignocellulosic-Plastic Composites from Recycled Materials
Myers, G. EPA Report November 1992
Harten, T. M. 1992

9. Anhang

9.1. Materialkennwerte der verwendeten Ausgangskomponenten

Tab. 9.1: Eigenschaften der verwendeten Polypropylen-Typen

Lieferant	BASF	Hoechst	Hoechst	Hoechst
Handelsname	Novolen PP 1100 UC	Hostalen PP 0012	Hostalen PP 0180	Hostacen XAW 10 SAB
Typ	Homopolymer	Block- Copolymer	Homopolymer, nicht additiviert	Metallocen- katalysiertes Homopolymer
Lieferform	granulär und pulverförmig	granulär	pulverförmig	pulverförmig
Kurzbezeichnung	PP-H 1100	PP-B 0012	PP-H 0180	PP-M XAW
Strecksp.	[MPa]	34	21	35
Zug-E-M.	[MPa]	1.550	1.050	1.500
				1.450

Tab. 9.2: Eigenschaften der verwendeten Cellulosepropionat-Typen

Lieferant	Albis	Albis	Eastman
Handelsname	Cellidor CP 300-10	Cellidor CP 400-10	Tenite Propionate 360-16
Weichmacher	7,5 % Diisobutyladipat 2,5 % Di-(2-Ethyl- hexyladipat)	10 % Di-(2-Ethyl- hexyladipat)	16 % Di-(2-Ethyl- hexyladipat)
Lieferform	granulär	granulär	granulär
Kurzbezeichnung	CP 300-10	CP 400-10	CP 360-16
Streckspannung	[MPa]	40	36
Zug-E-Modul	[MPa]	1.750	1.600
MFI (210/2,16)	[g/10 min]	4,5	4,8
			18,0

Tab. 9.3: Eigenschaften des verwendeten Polyamid 11

Lieferant	Elf Atochem	
Handelsname	Rilsan BMFO	
Lieferform	gemahlen, pulverförmig	
Kurzbezeichnung	PA 11	
Streckspannung	[MPa]	38
Zug-E-Modul	[MPa]	1.400

Tab. 9.4: Eigenschaften der verwendeten Flachs-, Hanf- und Jutefasern

Lieferant	Van de Bilt, Institut für Landtechnik Bonn	IAF Reutlingen	LAP Hohenheim, BAFA	MöllerPlast
Faserart	Grünflachs, Faserlein	Röstflachs, Faserlein	Grünhanf	Jute
Vorbehandlung	Anröste ca. 3 Tage, Feld-/Grob- entholzung, grob, Schnittfasern	Tauröste ca. 30 Tage, geschnittene Kardenbänder	Feld-/Grob- entholzung, Schnittfasern	Schnittfasern
Kurzbezeichnung	GFF	RFF	GHF	JF

9.2. Methoden zur Bestimmung mechanischer Kennwerte

Im Zugversuch nach DIN 53455 bzw. ISO 527 werden Zugfestigkeit, Bruchdehnung und Zug-E-Modul an Probekörpern nach ISO 3167 Typ A bestimmt, im Biegeversuch nach DIN 53452 entsprechend Biegefestigkeit, Randfaserdehnung bei Bruch und Biege-E-Modul an Probekörpern 80 x 10 x 4 mm. Beide Versuche werden auf einem Zwick-Universalprüfgerät unter Normalklima durchgeführt. Kräfte werden mit einer 50 kN - Kraftmessdose ermittelt, Dehnungen beim Zugversuch mittels eines induktiven Feindehnungsaufnehmers, beim Biegeversuch über die Traversenbewegung. Die Traversengeschwindigkeit zur Ermittlung von Zugfestigkeit und Bruchdehnung beträgt 50 mm/min, zur Bestimmung der Biegefestigkeit und Randfaserdehnung bei Bruch 5 mm/min und zur Bestimmung von Zug- und Biege-E-Modul bei Dehnungen zwischen 0,05 % und 0,25 % 2 mm/min.

Die Schlagzähigkeit nach Charpy wird an ungekerbten Proben 80 x 10 x 4 mm nach ISO 179 auf einem Instron-Pendelschlagwerk ebenfalls unter Normalbedingungen ermittelt.

Um die Ergebnisse statistisch abzusichern, werden bei den Versuchen zur Bestimmung der mechanischen Eigenschaften jeweils mindestens 10 Proben untersucht.

9.3. Technische Daten der Aufbereitungs- und Verarbeitungsaggregate

Tab. 9.5: Technische Daten der Schneidmühle zur Faservorbereitung

Bezeichnung		Alpine PS 4-5 F S3GS3
Anzahl der Statormesser		3
Rotordrehzahl	[min ⁻¹]	645
Lochdurchmesser des Siebeinsatzes	[mm]	8
Motorleistung	[kW]	30

Tab. 9.6: Technische Daten der Differentialdosierwaagen für Polymer- und Additivdosierung

		Polymerdosierung	Additivdosierung
Bezeichnung Förderung Wägeeinheit Regler		K-Tron T-20 LWF-D5S-21 K 10 S	K-Tron T-20 LWF-SFS-24 K 10 SU
Maximale Motordrehzahl	[min ⁻¹]	2.000	2.000
Übersetzung Getriebe		2,68 : 1	12,95 : 1
Volumenstrom Granulat	[l/h]	0,8 - 170	0,2 - 13
Volumenstrom Pulver	[l/h]	2 - 200	0,1 - 20

Tab. 9.7: Technische Daten des Agglomerators (Gesamtanlage)

Bezeichnung		Pallmann PFV 120/35S
Maximaler Durchsatz	[kg/h]	80
Kühlwasserbedarf (Volumenstrom Temperiermedium)	[l/h]	400 - 800 (200 - 400)
Volumenstrom des Förderventilators (Abluft)	[m ³ /min]	22
Elektrische Anschlußleistung	[kW]	40
Grundfläche	[m]	1,8 x 2,8
Gesamtgewicht	[kg]	3.000

Tab. 9.8: Technische Daten der Ringmatrizenpresse des Agglomerators
(hier mit der Ringmatrize 160/30/4)

Maximaler Durchsatz	[kg/h]	80
Arbeitsbreite	[mm]	35
Innendurchmesser der Ringmatrize	[mm]	120
Außendurchmesser der Ringmatrize	[mm]	160
Anzahl der Bohrungen		300
Durchmesser der Bohrungen	[mm]	4
Länge der Bohrungen	[mm]	20
Freie Lochfläche	[%]	28,57
Drehzahl Verdichterflügel	[min ⁻¹]	260 - 433

Tab. 9.9: Technische Daten der Schneidmühle des Agglomerators

Bezeichnung		Pallmann PS-HG 300x300
Messerkreisdurchmesser	[mm]	300
Schnittbreite	[mm]	300
Anzahl der Statormesser		2
Anzahl der Rotormesser		3
Rotordrehzahl	[min ⁻¹]	952
Umfangsgeschwindigkeit des Rotors	[m/s]	5,25
Lochdurchmesser des Siebeinsatzes	[mm]	8
Motorleistung	[kW]	7,5
Gewicht	[kg]	350

Tab. 9.10: Technische Daten der Spritzgießmaschine

Bezeichnung	Krauss-Maffei KM 150-460 B2
Schneckendurchmesser	45 mm
Schneckendrehzahl	356 - 446 min ⁻¹
Temperierzonen	5
Hubvolumen	275 cm ³
Max. Spritzdruck	1669 bar
Schließkraft	1500 kN
Heizleistung	12,7 kW
Schneckenantriebsleistung	25,1 kW
Nennleistung Pumpenmotor	22 kW

Tab. 9.11: Technische Daten des Extruders für die Recyclingversuche

Bezeichnung	Leistritz Micro 27 Gleichlauf / Gegenlauf
Schneckendurchmesser	27 mm
Achsabstand	23 mm
Schneckenfunktionslänge	40 D = 1.080 mm
Schneckendrehmoment	2 x 100 Nm
Schneckendrehzahl	8 - 400 min ⁻¹
Temperierzonen	9
Heizleistung	8,75 kW
Antriebsleistung	8,40 kW

9.4. Standardeinstellungen der Aufbereitungs- und Verarbeitungsaggregate

Agglomerationsparameter sind für alle Werkstoffe, sofern nicht anders angegeben:

- Verdichterflügel Drehzahl $n_{vf} = 433 \text{ min}^{-1}$
- Matrize 160/30/4
- Durchsatz $\dot{m} = 30 \text{ kg/h}$
- Wasserkühlung

Tab. 9.12: Spritzgießparameter auf der Krauss-Maffei KM 150-460 B2

Matrixwerkstoff		Polypropylen	Cellulose- propionat	Polyamid 11
Temperatur Zone 1	[°C]	170	180	170
Temperatur Zone 2	[°C]	175	190	175
Temperatur Zone 3	[°C]	180	200	185
Temperatur Zone 4	[°C]	185	210	195
Temperatur Düse	[°C]	185	210	195
Werkzeugtemperatur	[°C]	80	80	80
Schneckenumfangs- geschwindigkeit	[m/min]	36	50	15
Staudruck	[bar]	20	20	20
Einspritz- volumenstrom	[cm ³ /s]	60	60	60
Nachdruck	[bar]	600	600	600
Nachdruckzeit	[s]	8	8	8

Lebenslauf

Name: Dirk Franz Johann Schäfer

Geburtsdatum: 26. November 1966
Geburtsort: Zülpich

1973 - 1977 Katholische Grundschule Zülpich

1977 - 1986 Städtisches Gymnasium Zülpich
Abschluß: Abitur

1986 - 1988 Frontnachrichtenlehrkompanie 300, Diez/Lahn

1988 - 1991 Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen
Studium des Maschinenwesens

1991 - 1992 Tschechische Technische Hochschule Prag
Studium der Werkstoffkunde

1992 - 1996 Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen
Studium des Maschinenwesens

Studienrichtung: Kunststofftechnik
Schwerpunkte: Faserverbundkunststoffe
Industrielle Logistik

Abschluß: Diplom-Ingenieur

1996 - 1999 Doktorand bei der Daimler-Benz AG, Ulm

1999 - 2006 Entwicklungsingenieur bei der Smart GmbH, Böblingen

seit 2006 Entwicklungsingenieur bei der Daimler AG, Sindelfingen

Stuttgart, im August 2009

