

Recyclingfähigkeit von PBS-Naturfaserverbundkunststoffen

**Einfluss wiederholter Verarbeitung auf
Materialeigenschaften**

Masterarbeit von Aaron Burggraf

Matrikelnummer: 491707

Angefertigt am

Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik

der Technischen Universität Clausthal

im SoSe 2026

Abgabedatum: 17.06.2026

Betreuer: Philipp von Güldenstubbe (M.Sc.), Marta Kussowska (M.Sc.)

Gutachter: Dr. sc. nat. Leif Steuernagel
Prof. Dr.-Ing. Peter Wierach

Eidesstattliche Erklärung

Hiermit versichere ich, dass ich die Arbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe und dass alle Stellen dieser Arbeit, die wörtlich oder sinngemäß aus anderen Quellen übernommen wurden, als solche kenntlich gemacht wurden und dass die Arbeit in gleicher oder ähnlicher Form noch keiner anderen Prüfungsstelle vorgelegt wurde.

Des Weiteren erkläre ich, dass ich mit der öffentlichen Bereitstellung meiner Abschlussarbeit in der Instituts- und/oder Universitätsbibliothek einverstanden bin.

Ich stimme hiermit außerdem einer softwaregestützten Plagiatsprüfung zu.

Clausthal-Zellerfeld, den 17.06.2026



Aaron Burggraf

Danksagung

Diese Masterarbeit wurde in einem freundlichen Umfeld am Institut für Polymerwerkstoffe und Kunststofftechnik der Technischen Universität Clausthal angefertigt. Ich möchte allen wissenschaftlichen und technischen Mitarbeitern des Instituts danken, an die ich mich stets mit meinen Fragen wenden konnte und die mir bei der Durchführung meiner Arbeit mit Rat und Tat unterstützten. Mein Dank gilt insbesondere meinen Betreuern Herrn Philipp von Güldenstübbe sowie Frau Marta Kussowska, die von Beginn meiner Arbeit an ein offenes Ohr für mich hatten und mir bei der Ausrichtung meiner Arbeit mit ihrer fachlichen Expertise zur Seite standen.

Bei meinen Gutachtern Herrn Dr. Leif Steuernagel sowie Herrn Prof. Dr. Peter Wierach möchte ich mich zudem für die Jahre an interessanten und lehrreichen Veranstaltungen bedanken, die mein Studium bereicherten und mir Inspiration für diese Arbeit lieferten.

Für die Unterstützung bei der Vorbereitung und Durchführung der Gelpermeationschromatographie möchte ich mich bei Herrn Henrik Hercht vom Institut für Organische Chemie sowie bei Frau Martina Heinz vom Institut für Technische Chemie bedanken.

Schließlich möchte ich meiner Familie und meinen Freunden danken, die mich während meines Studiums stets begleiteten und denen ich über die Jahre viel Persönlichkeitswachstum zu verdanken habe.

Inhalt

Eidesstattliche Erklärung.....	II
Danksagung	III
Abkürzungsverzeichnis	V
Abbildungsverzeichnis	VI
Tabellenverzeichnis.....	IX
Zusammenfassung und Abstract	X
1. Einleitung	1
2. Stand der Wissenschaft und Technik	3
2.1. Materialien	3
2.2. Kreislaufwirtschaft mit Biokunststoffen	10
2.3. Verfahren.....	15
3. Verwendete Verfahren	19
3.1. Erläuterung der Fertigungsverfahren	19
3.2. Extrusionsprozesse	21
3.3. Quasistatische Zugversuche	31
3.4. Quasistatische Dreipunkt-Biegeversuche.....	41
3.5. Dynamisch-mechanische Analyse.....	47
3.6. Dynamische Differenzkalorimetrie	56
3.7. Kapillarrheometrie	62
3.8. Gelpermeationschromatographie	69
3.9. Bewertung der Ergebnisse.....	75
4. Fazit.....	79
Quellenverzeichnis	81
Anhang	85

Abkürzungsverzeichnis

CO ₂	Kohlenstoffdioxid
DMA	Dynamisch-mechanische Analyse
DSC	Dynamische Differenzkalorimetrie, Differential Scanning Calorimetry
GPC	Gelpermeationschromatographie
HKR	Hochdruck-Kapillarrheometer
LLDPE	Lineares Polyethylen niedriger Dichte, linear low-density Polyethylene
MA	Maleinsäureanhydrid
NFK	Naturfaserverstärkter Kunststoff
PA	Polyamid
PBAT	Polybutylenadipat-Terephthalat
PBS	Polybutylensuccinat
PCL	Polycaprolacton
PE	Polyethylen
PEF	Polyethylenfuranoat
PET	Polyethylenterephthalat
PHA	Polyhydroxyalkanoat
PLA	Polymilchsäure, Polylactic Acid
PMMA	Polymethylmethacrylat
PP	Polypropylen
PTT	Polytrimethylenterephthalat
SiO ₂	Siliciumdioxid
SME	Spezifischer mechanischer Energieeintrag
TGA	Thermogravimetrische Analyse
UV	Ultraviolett
WPC	Holz-Polymer-Werkstoffe, Wood Plastic Composites

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Schema der Struktur der verschiedenen Polymerklassen [10]	4
Abbildung 2: Zusammenhang einiger Eigenschaften von Polyethylen mit der Molmasse bei 23°C [3]	5
Abbildung 3: Beispiel zweier Molmassenverteilungen sowie der Lage der mittleren Molmassewerte [3]	6
Abbildung 4: Allgemeiner Aufbau einer Pflanzenfaser [14]	7
Abbildung 5: Spannungs- und Festigkeitswerte einer unidirektionalen Glasfaserverbundeinzelschicht in Abhängigkeit vom Belastungswinkel [13]	10
Abbildung 6: Einteilung in biobasierte und biologisch abbaubare Kunststoffe [18]	12
Abbildung 7: Schema des mechanischen Recyclingprozess von sauberen, sortierten Kunststoffabfällen [12]	14
Abbildung 8: Schematischer Aufbau eines Schneckenextruders [11]	16
Abbildung 9: Synthese von PBS aus biobasierten und fossilen Rohstoffen [22]	19
Abbildung 10: Verwendeter COLLIN-Extruder im Betrieb (links), Angepasster Einzugzylinder der Seitendosierung mit eingebautem Rührmechanismus (rechts)	22
Abbildung 11: Wasserbad und Stranggranulator des Extrusionsprozesses.....	22
Abbildung 12: Raues PBS-NFK-Filament vor der Granulierung	25
Abbildung 13: Extrudiertes PBS-Filament bei Düsentemperatur von 155°C (oben, mit inkonsistentem Durchmesser) und 165°C (unten, mit konsistentem Durchmesser).....	26
Abbildung 14: Gemessener Düsendruck im Extruder während der verschiedenen Verarbeitungszyklen.....	30
Abbildung 15: Spezifischer mechanischer Energieeintrag (Mittelwert und Standardabweichung) der verschiedenen Verarbeitungszyklen.....	31
Abbildung 16: Schematischer Aufbau und Funktionsweise einer Spritzgussmaschine [11] ...	33
Abbildung 17: Mittels Spritzguss angefertigtes Formteil, welches zwei Schulterprobekörper beinhaltet	34
Abbildung 18: Gemessene Einspritzdrücke der Fertigungsvarianten im Spritzgussprozess ...	35
Abbildung 19: ZwickRoell-Universalprüfmaschine	36
Abbildung 20: Prüfkörper und Extensometer vor Beginn des Zugversuches	37
Abbildung 21: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-0-Proben im Zugversuch	38
Abbildung 22: Bruchverhalten der Zyklus-0-Proben nach Zugbelastung	39
Abbildung 23: Mittelwerte und Standardabweichungen der in den Zugversuchen ermittelten Kennwerte	40
Abbildung 24: Schema des Dreipunkt-Biegeversuchs (links) und Biegespannungsverlauf innerhalb des Prüfkörpers (rechts) [9]	42
Abbildung 25: Auf Auflagern platzierter Prüfkörper vor Beginn des Biegeversuches	42
Abbildung 26: Bruchverhalten der Zyklus-0-Proben nach Biegebelastung.....	44

Abbildung 27: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-0-Proben im Biegeversuch	44
Abbildung 28: Mittelwerte und Standardabweichungen der in den Biegeversuchen ermittelten Kennwerte	46
Abbildung 29: Bruchverhalten der Zyklus-2-Proben nach Biegebelastung.....	47
Abbildung 30: Spannungs- und Dehnungsverlauf eines Thermoplasts bei einer DMA [31] ..	48
Abbildung 31: Temperaturabhängigkeit des Verlustfaktors bei Glasübergangstemperatur (T_g) und Schmelztemperatur (T_m) (a: amorph, k: kristallin, tk: teilkristallin) [3]	49
Abbildung 32: Verwendete DMA Q800-Prüfmaschine (links) und Dual-Cantilever-Vorrichtung (rechts)	50
Abbildung 33: Temperaturverlauf des Speichermoduls (grün), Verlustmoduls (blau) und Verlustfaktors (rot) der DMA-Proben von Zyklus 0.....	51
Abbildung 34: DMA-Messungen zweier Zyklus-1-Proben mit unterschiedlichen Verlustmodul- und Verlustfaktorverläufen (blau beziehungsweise rot)	52
Abbildung 35: Speichermodul und Verlustfaktor bei 35°C sowie Schmelztemperatur der Fertigungsverfahren (Mittelwerte und Standardabweichungen)	54
Abbildung 36: Schematisches Messprinzip der Wärmestrom-DSC mit Probe- und Referenztiegel [5].....	56
Abbildung 37: DSC-Aufheizkurve einer PET-Probe mit Glasübergang, Nachkristallisation und Schmelzbereich [34].....	57
Abbildung 38: Verwendete DSC Q2000-Prüfmaschine	58
Abbildung 39: DSC einer Zyklus-0-Probe mittels „Heat-Cool-Heat“ (exo up): 1. Aufheizvorgang (grün), 1. Abkühlvorgang (blau), 2. Aufheizvorgang (rot)	59
Abbildung 40: DSC-Kurven der drei Proben der Fertigungsverfahren Zyklus 0.....	60
Abbildung 41: Kapillarströmungsprofil einer newtonschen (schwarz) und scherviskosen Flüssigkeit (rot) [37].....	63
Abbildung 42: HKR „Rheograph 75“ der Firma GÖTTFERT [39]	64
Abbildung 43: Druckverlauf von HKR-Prozessen bei konstanten Scherraten	66
Abbildung 44: Druckverlauf der HKR-Messung zur Ermittlung der Fließkurve einer Zyklus-0-Probe.....	67
Abbildung 45: Mittlere Scherspannungskurven der verschiedenen Fertigungsverfahren.....	68
Abbildung 46: Mittlere Viskositätskurven der verschiedenen Fertigungsverfahren	68
Abbildung 47: Lösung in Dichlormethan (links) und zur Faserseparation verwendete Zentrifuge (rechts).....	70
Abbildung 48: Nach Filtration gewonnene PBS-Folien	71
Abbildung 49: Funktionsprinzip der GPC anhand des hydrodynamischen Volumens der Probemoleküle [42]	72
Abbildung 50: Molmassenverteilung der mittels GPC untersuchten PBS-Proben	73
Abbildung 51: Datenblatt NaturePlast PBI 003 (PBS)	85
Abbildung 52: Datenblatt ARBOCELL FD 40 (Cellulosefasern)	86
Abbildung 53: Datenblatt SCONA TPPL 5112 PA (MA-PLA-Haftvermittler), Seite 1	87

Abbildung 54: Datenblatt SCONA TPPL 5112 PA (MA-PLA-Haftvermittler), Seite 2.....	88
Abbildung 55: Datenblatt ARBOCELL C 100 (Cellulosefasern).....	89
Abbildung 56: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-1-Proben im Zugversuch.....	90
Abbildung 57: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-2-Proben im Zugversuch.....	90
Abbildung 58: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-4-Proben im Zugversuch.....	91
Abbildung 59: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-6-Proben im Zugversuch.....	91
Abbildung 60: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-8-Proben im Zugversuch.....	92
Abbildung 61: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-1-Proben im Biegeversuch.....	92
Abbildung 62: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-2-Proben im Biegeversuch.....	93
Abbildung 63: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-4-Proben im Biegeversuch.....	93
Abbildung 64: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-6-Proben im Biegeversuch.....	94
Abbildung 65: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-8-Proben im Biegeversuch.....	94
Abbildung 66: Temperaturverlauf des Speichermoduls (grün), Verlustmoduls (blau) und Verlustfaktors (rot) der DMA-Proben von Zyklus 1.....	95
Abbildung 67: Temperaturverlauf des Speichermoduls (grün), Verlustmoduls (blau) und Verlustfaktors (rot) der DMA-Proben von Zyklus 2.....	95
Abbildung 68: Temperaturverlauf des Speichermoduls (grün), Verlustmoduls (blau) und Verlustfaktors (rot) der DMA-Proben von Zyklus 4.....	96
Abbildung 69: Temperaturverlauf des Speichermoduls (grün), Verlustmoduls (blau) und Verlustfaktors (rot) der DMA-Proben von Zyklus 6.....	96
Abbildung 70: Temperaturverlauf des Speichermoduls (grün), Verlustmoduls (blau) und Verlustfaktors (rot) der DMA-Proben von Zyklus 8.....	97
Abbildung 71: DSC-Kurven der drei Proben der Fertigungsvariante Zyklus 1.....	97
Abbildung 72: DSC-Kurven der drei Proben der Fertigungsvariante Zyklus 2.....	98
Abbildung 73: DSC-Kurven der drei Proben der Fertigungsvariante Zyklus 4.....	98
Abbildung 74: DSC-Kurven der drei Proben der Fertigungsvariante Zyklus 6.....	99
Abbildung 75: DSC-Kurven der drei Proben der Fertigungsvariante Zyklus 8.....	99
Abbildung 76: Mittlere HKR-Scherspannungskurven der verschiedenen Fertigungsvarianten im Vergleich zum Vorversuch mit reinem PBS.....	100
Abbildung 77: Mittlere HKR-Viskositätskurven der verschiedenen Fertigungsvarianten im Vergleich zum Vorversuch mit reinem PBS.....	100

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Mechanische Eigenschaften einiger Pflanzenfasern im Vergleich zur Glasfaser [9]	8
Tabelle 2: Materialeigenschaften von PBS, linearem Polyethylen niedriger Dichte (LLDPE) und Polypropylen (PP) [23]	20
Tabelle 3: Massenbestimmung der bei 60°C oder 80°C getrockneten PBS-NFK-Granulatproben	23
Tabelle 4: Temperaturzonen des COLLIN-Extruders (von der Förderzone bis zur Extruderdüse)	25
Tabelle 5: Mittelwert und Standardabweichung der ermittelten spezifischen mechanischen Energieeinträge während Zyklus 0	29
Tabelle 6: Spezifischer mechanischer Energieeintrag (Mittelwert und Standardabweichung) sowie gemessener Düsendruck der verschiedenen Verarbeitungszyklen	30
Tabelle 7: Temperaturprofil der Einspritzeinheit der Spritzgussmaschine	35
Tabelle 8: Mittelwerte und Standardabweichungen der in den Zugversuchen ermittelten Kennwerte	39
Tabelle 9: Mittelwerte und Standardabweichungen der in den Biegeversuchen ermittelten Kennwerte	45
Tabelle 10: Mittelwerte und Standardabweichungen der in der DMA ermittelten Kennwerte	55
Tabelle 11: Mittelwerte und Standardabweichungen der in der DSC ermittelten Kennwerte	61
Tabelle 12: Zahlen- und Massenmittel der Molmasse sowie Dispersität der GPC-Proben	74
Tabelle 13: Übersicht aller SME-Messungen der Extrusionsprozesse, inklusive Mittelwert und Standardabweichung	101
Tabelle 14: Übersicht der gemessenen Elastizitätsmoduln, Zugfestigkeiten und Bruchdehnungen aller Zugversuche	102
Tabelle 15: Übersicht der gemessenen Elastizitätsmoduln, Zugfestigkeiten und Bruchdehnungen aller Biegeversuche	103
Tabelle 16: Übersicht der gemessenen Speichermoduln, Verlustmoduln und Verlustfaktoren bei 35°C sowie der Schmelztemperaturen aller DMA-Proben	104
Tabelle 17: Übersicht der gemessenen Schmelz- und Kristallisationstemperaturen aller DSC-Proben	105
Tabelle 18: Übersicht der per HKR ermittelten Kennwerte der Fertigungsvarianten Zyklus 0, 1 und 2 (Mittelwerte und Standardabweichungen)	106
Tabelle 19: Übersicht der per HKR ermittelten Kennwerte der Fertigungsvarianten Zyklus 4, 6 und 8 (Mittelwerte und Standardabweichungen)	107

Zusammenfassung und Abstract

Zusammenfassung: Um die Nachhaltigkeit von Kunststoffprodukten zu verbessern, spielt die stoffliche Wiederverarbeitung des Materials eine zentrale Rolle. Dabei ist generell mit einer Beeinträchtigung der Materialqualität zu rechnen, welche die Anwendungsmöglichkeiten des rezyklierten Kunststoffs einschränkt. In dieser Arbeit wird untersucht, inwieweit sich der Recyclingprozess auf die Eigenschaften eines kurzfaserverstärkten Kunststoffs auswirkt. Das Recycling des Materials wird anhand eines wiederholt durchgeführten Extrusionsprozesses simuliert, um Fertigungsvarianten zu erhalten, die sich einzig in der Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen unterscheiden. Beim untersuchten Material handelt es sich mit cellulosefaser-verstärktem Polybutylensuccinat um einen umweltfreundlichen Bioverbundwerkstoff. Anhand von Beobachtungen während der Verarbeitungsprozesse sowie der Ergebnisse von mechanischen, thermischen und rheologischen Prüfverfahren werden Zusammenhänge der Recyclingprozesse mit den resultierenden Eigenschaften der Fasern und Matrix hergeleitet.

Stichworte: Faserverbundkunststoff, NFK, Biokunststoff, Thermoplast, Naturfasern, Recycling, Extrusion, Materialanalyse

Abstract: Material recycling plays a central role in improving the sustainability of plastic products. The potential applications of recycled plastic are limited, however, as a decline in material quality is generally to be expected. This thesis investigates the effect of material recycling on the properties of a short-fiber-reinforced plastic. The recycling process is simulated through repeated extrusion of the material in order to obtain production variants which only differ in the number of processing cycles. The investigated material, cellulose-fiber-reinforced polybutylene succinate, is an environmentally friendly biocomposite. Based on observations during processing as well as results of mechanical, thermal and rheological test procedures, correlations between the recycling processes and the resulting properties of the fibers and matrix are derived.

Keywords: fiber-reinforced plastic, NFRP, bioplastics, thermoplastic, natural fibers, recycling, extrusion, material analysis

1. Einleitung

Produkte aus Kunststoffen sind für den Lebensstil im 21. Jahrhundert nahezu unverzichtbar. Von alltäglichen Einsätzen als Verpackungsmaterial bis zu spezialisierten Anwendungen für die Automobilindustrie oder Landwirtschaft besitzen Kunststoffe ein umfangreiches Anwendungsgebiet, welches aus der großen Vielfalt an Polymertypen und ihren Materialeigenschaften resultiert. Dies spiegelt sich in den 431 Millionen Tonnen an Gesamtproduktion im Jahr 2023 wider. [1] Kunststoffe stechen im Vergleich zu anderen Materialien vor allem durch ihre niedrige Dichte, energieeffiziente Verarbeitung und infolgedessen ihren geringen Kostenaufwand heraus [2]. Als Verbundwerkstoff mit Verstärkungsfasern können Kunststoffe zudem zur Anfertigung von Bauteilen mit hervorragenden spezifischen mechanischen Eigenschaften eingesetzt werden. Dies verleiht Kunststoffen insbesondere für Leichtbauanwendungen eine zentrale Wichtigkeit. [3]

Zu den aktuell wichtigsten gesellschaftlichen Themen zählen Klimawandel und Umweltschutz. Mit ihrer geringen Verarbeitungstemperatur und der Eignung für den Leichtbau kann durch Verwendung von Kunststoffen die Umweltbelastung während der Anfertigung oder des Einsatzes eines Produktes reduziert werden [3]. Dennoch besitzen Kunststoffe häufig ein Image als umweltschädliches Material. Konventionelle Kunststoffe sind nicht biologisch abbaubar, weshalb Kunststoffabfälle in der Natur langfristig verbleiben und Flora und Fauna gefährden [4]. Hinzu kommt, dass Kunststoffe typischerweise aus Petrochemikalien synthetisiert werden, für welche aufgrund ihres begrenzten Vorkommens früher oder später eine Alternative gefunden werden muss [3].

Die umweltgerechte Verwertung von Materialabfällen wird durch rechtliche Vorschriften an die Industrie übertragen. Dort gilt daher stets als grundsätzliches Ziel, die Verarbeitung von Materialien zu Produkten in ein System der Kreislaufwirtschaft zu überführen. Anstatt Kunststoffabfälle langfristig zu deponieren, sollen sie beispielsweise als aufbereitetes Material oder in Form von Energie wiederverwertet werden. Dies ist in der Praxis jedoch ein aufwändiger Prozess, welcher die Sammlung der Abfälle und deren Sortierung in die verschiedenen Materialtypen erfordert. Selbst mit sortenreinen Abfällen ist beim stofflichen Recycling von Kunststoffen mit Beeinträchtigungen der Materialeigenschaften zu rechnen. Wiederverarbeitete Kunststoffe können also nicht unbedingt in den gleichen Anwendungen eingesetzt werden wie das Rohmaterial. [5]

Ideal wäre es zudem, Haushaltsabfälle oder andere Kunststoffprodukte am Ende ihres Lebenszyklus durch Kompostierung umweltfreundlich abzubauen, statt diese zu deponieren oder unter Emission von Treibhausgasen zu verbrennen. Biologisch abbaubare Kunststoffe werden bereits

produziert, jedoch in vergleichsweise verschwindend geringen Mengen. Gleiches gilt für Kunststoffe, die aus nachwachsenden Rohstoffen synthetisiert und somit unabhängig von Erdöl oder Erdgas hergestellt werden können. [6] Aufgrund ihrer Nachhaltigkeit ist aber davon auszugehen, dass solche Biokunststoffe in der Zukunft immer relevanter werden und fossilbasierte, nicht abbaubare Kunststoffe in vielerlei Einsatzgebieten ablösen müssen. Dafür ist es notwendig, diese Materialien bezüglich ihrer Verarbeitbarkeit und der Eignung für technische Anwendungen zu analysieren. Dabei ist insbesondere die Anfertigung von Verbundwerkstoffen hervorzuheben, bei denen Biokunststoffe mit ebenso umweltverträglichen Naturfasern kombiniert werden [7].

In dieser Arbeit wird ein Faserverbundkunststoff aus einem Biokunststoff und Naturfasern angefertigt. An diesem Bioverbundkunststoff wird mithilfe wiederholter Extrusionsverfahren ein stofflicher Wiederverarbeitungsprozess simuliert, um den Einfluss des Recyclings auf die Eigenschaften des Materials zu untersuchen. Dazu werden Fertigungsvarianten des Materials, welche sich in der Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen unterscheiden, durch mechanische, thermische und rheologische Prüfverfahren charakterisiert. Das Ziel ist die Erläuterung der Prüfergebnisse anhand der Materialstruktur, die Herstellung eines Zusammenhangs mit der Anzahl an Recyclingprozessen und schließlich die Bewertung des Bioverbundkunststoffes hinsichtlich dessen Wiederverarbeitbarkeit.

2. Stand der Wissenschaft und Technik

2.1. Materialien

Faserverbundmaterialien sind schon seit Jahrtausenden als verlässliche Konstruktionswerkstoffe bekannt. So wurden etwa bereits vor 3000 Jahren in Ägypten Lehmziegel mithilfe von Pflanzenfasern verstärkt [8]. Auch natürlich vorkommende Polymere befinden sich bereits seit tausenden Jahren in Verwendung, beispielsweise in Form von Naturkautschuk, welcher von indigenen Völkern Mittelamerikas genutzt wurde [4]. Moderne faserverstärkte Kunststoffe hingegen haben sich Anfang des 20. Jahrhunderts im Rahmen des Flugzeugbaus entwickelt. Die Luftfahrt ist auch heute ein wichtiger Einsatzbereich für diese Werkstoffe, während von Verkleidungsteilen im Fahrzeugbau bis hin zu Sportgeräten viele weitere Anwendungsgebiete hinzugekommen sind. [8] [9]

Faserverbundkunststoffe sind insbesondere in Leichtbauanwendungen für ihre allgemein hervorragenden spezifischen mechanischen Eigenschaften bekannt. Darüber hinaus zeichnen sich diese Werkstoffe durch eine große Flexibilität in ihrem Eigenschaftsprofil aus, sodass Charakteristiken wie chemische Beständigkeit, elektrische Leitfähigkeit und nicht zuletzt auch Kosteneffizienz an den gewünschten Einsatz angepasst werden können. Dies lässt sich auf die Kombination der Materialien zurückführen, aus denen der Faserverbundkunststoff angefertigt wird. Demnach wird zwischen zwei grundlegenden Komponenten unterschieden: Fasern und Matrix. Die Fasern verleihen dem Verbundwerkstoff dabei die hohen mechanischen Kennwerte, sofern hauptsächlich faserparallele Zugbelastungen vorliegen, da diese durch die intramolekularen Kräfte innerhalb der Faser getragen werden. Damit die vorliegenden Kräfte bestmöglich zu den Fasern geleitet werden können, werden die Fasern in einer Kunststoffmatrix eingebettet. Diese schützt die Fasern außerdem vor äußeren Einflüssen und bestimmt das Materialverhalten bei Druckbelastung. [8]

Kunststoffe werden in Thermoplaste, Duroplaste und Elastomere unterteilt, wobei der jeweilige strukturelle Aufbau dieser Polymere (vgl. Abbildung 1) die Materialeigenschaften, Verarbeitungsmethoden und infolgedessen ihre Eignung als Matrix für Faserverbundwerkstoffe beeinflusst [10]. *Thermoplaste* sind kettenförmige Moleküle, die linear oder verzweigt vorliegen können, wobei deren Eigenschaften vor allem durch intermolekulare Kräfte zwischen verschiedenen Ketten definiert werden. Im Allgemeinen besitzen Thermoplaste eine amorphe Struktur, die aus Verknäulungen der Molekülketten entsteht. Diese Struktur verhält sich glasartig, die Molekülketten sind oberhalb einer Glasübergangstemperatur also in der Lage, sich frei zu

bewegen und aneinander vorbeizugleiten. Eher lineare Moleküle können sich jedoch auch in einer regelmäßigen Struktur anordnen und so Kristallite bilden, die durch amorphe Bereiche begrenzt werden. Diese teilkristallinen Thermoplaste besitzen im Gegensatz zu rein amorphen Thermoplasten einen Schmelzbereich, wobei kleinere Kristallite eine niedrigere Schmelztemperatur besitzen. Aus diesem Grund werden teilkristalline Thermoplaste normalerweise etwas oberhalb der Glasübergangstemperatur eingesetzt, da sich der Kunststoff dann weniger spröde verhält. In jedem Fall können Thermoplaste namensgebend durch Temperaturerhöhung verformt beziehungsweise geschmolzen werden, was für die Verarbeitung, darunter auch für das stoffliche Recycling, ein wichtiges Alleinstellungsmerkmal gegenüber den anderen Polymerklassen darstellt. [8] [11]

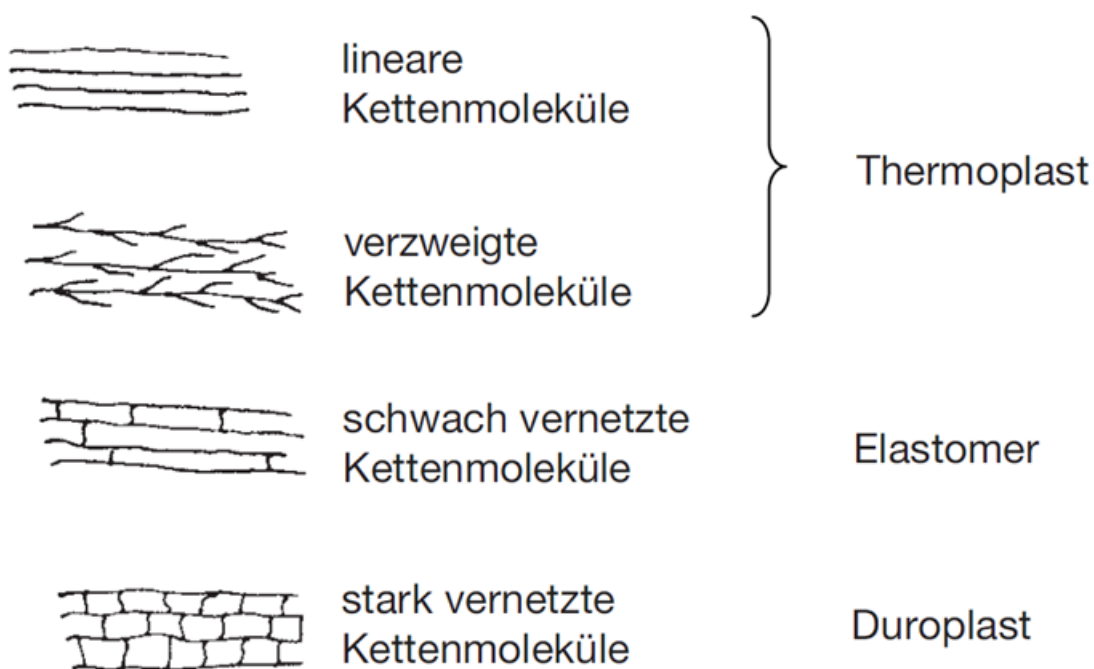


Abbildung 1: Schema der Struktur der verschiedenen Polymerklassen [10]

Duroplaste hingegen sind engmaschig vernetzte Makromoleküle, deren Eigenschaften sich vor allem aus den intramolekularen Kräften ergeben, die das Netzwerk ausmachen. Diese resultieren in vergleichsweise hohen Steifigkeiten und Festigkeiten, sorgen aber auch dafür, dass diese Kunststoffe unschmelzbar, unlöslich und nicht quellbar sind. Eine Verarbeitung von Duroplasten ist daher nur als Urformung möglich, indem bei einem Reaktionsharz unter Verwendung eines Härters eine räumliche Vernetzung ausgelöst wird. Als stoffliches Recycling kommt folglich für Duroplaste nur eine Zerkleinerung zu Füllstoff infrage. Duroplaste sind stets amorph. [8] [12]

Elastomere sind weitmaschig vernetzte Makromoleküle, deren Glasübergangstemperatur typischerweise unterhalb der Raumtemperatur liegt und diesen Kunststoffen ihre charakteristische elastische Verformbarkeit bei geringer Steifigkeit und Festigkeit verleiht. Sie sind amorph, unschmelzbar und unlöslich, jedoch quellbar. Wie bei Duroplasten beschränkt sich die stoffliche Wiederverwertung daher hauptsächlich auf die Verwendung als Füllstoff. Als Matrixmaterial für Faserverbundkunststoffe sind Elastomere zudem aufgrund der niedrigen Steifigkeit eher wenig geeignet. [8] [12]

Bei allen Polymerklassen ergeben sich die physikalischen und chemischen Eigenschaften aus der Zusammensetzung und Struktur der Makromoleküle. Für die thermoplastische Matrix eines Faserverbundkunststoffs übt beispielsweise die Molmasse der Polymerketten einen großen Einfluss auf die Materialeigenschaften aus. Längere Molekülketten ergeben einen größeren Anteil an intramolekularen Kräften in der Thermoplaststruktur. Zudem kommt es eher zu Verschlaufungen der Ketten, die das Abgleiten voneinander behindern können. Dies hat zur Folge, dass Festigkeit, Steifigkeit und Dichte mit zunehmender Kettenlänge tendenziell ansteigen. Gleichmaßen sind höhere Temperaturen notwendig, damit sich die Polymerketten zu bewegen beginnen und eine Schmelze entsteht. Bei der Kunststoffschmelze ist wiederum von einer größeren Viskosität auszugehen, was die Verarbeitbarkeit von Thermoplasten mit größerer Molmasse beeinträchtigen kann. Bei teilkristallinen Thermoplasten ist allerdings zu bedenken, dass sich lange Polymerketten weniger wahrscheinlich in kristallinen Strukturen anordnen, weshalb besonders hohe Molmassen den Kristallisationsgrad und infolgedessen die mechanischen Kennwerte sowie die Dichte wieder verringern können (vgl. Abbildung 2).

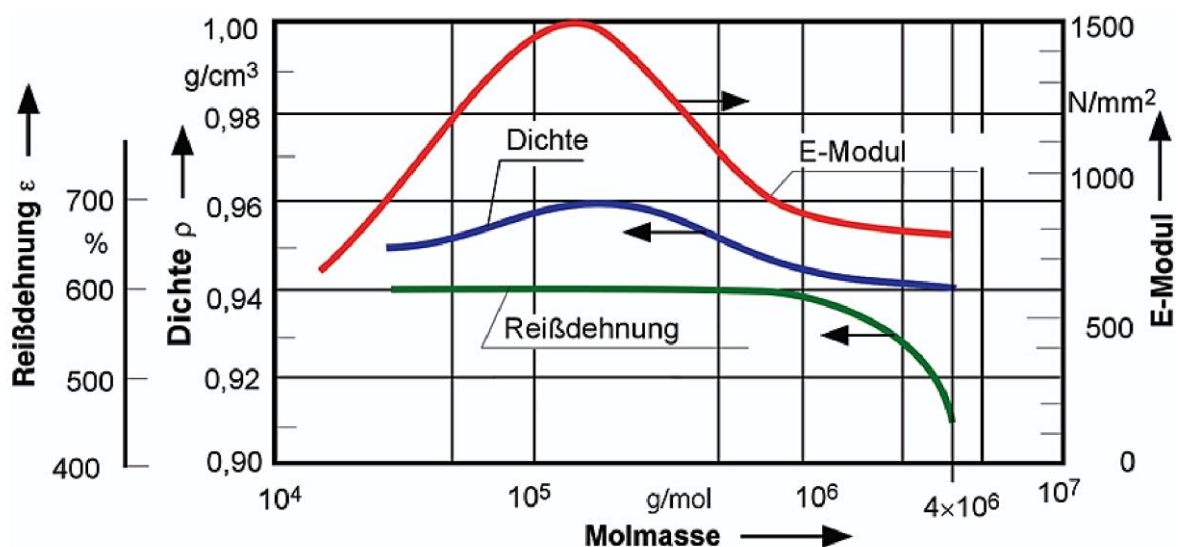


Abbildung 2: Zusammenhang einiger Eigenschaften von Polyethylen mit der Molmasse bei 23°C [3]

Auch ist zu erwähnen, dass Molmasse und Kettenlänge nicht immer korrelieren und ein großer Anteil an unregelmäßig angeordneten Verzweigungen der Molekülkette die Bildung von Verschlaufungen oder kristallinen Bereichen ebenfalls behindert. [3]

In der Realität sind die Molmassen aller Moleküle eines Kunststoffes jedoch selten identisch. Stattdessen liegt eine Molmassenverteilung vor, die vom jeweiligen Polymer sowie der Synthesemethode abhängt. Demzufolge haben sowohl die mittlere Molmasse auch diese Dispersität einen Einfluss auf die resultierenden Materialeigenschaften. Je nach Analyseverfahren kann das Zahlenmittel M_n , das Massemittel M_w oder das Viskositätsmittel M_η der Molmasse ermittelt werden. Zwischen ihnen gilt folgendes Verhältnis: $M_n \leq M_\eta \leq M_w$ (vgl. Abbildung 3). [3]

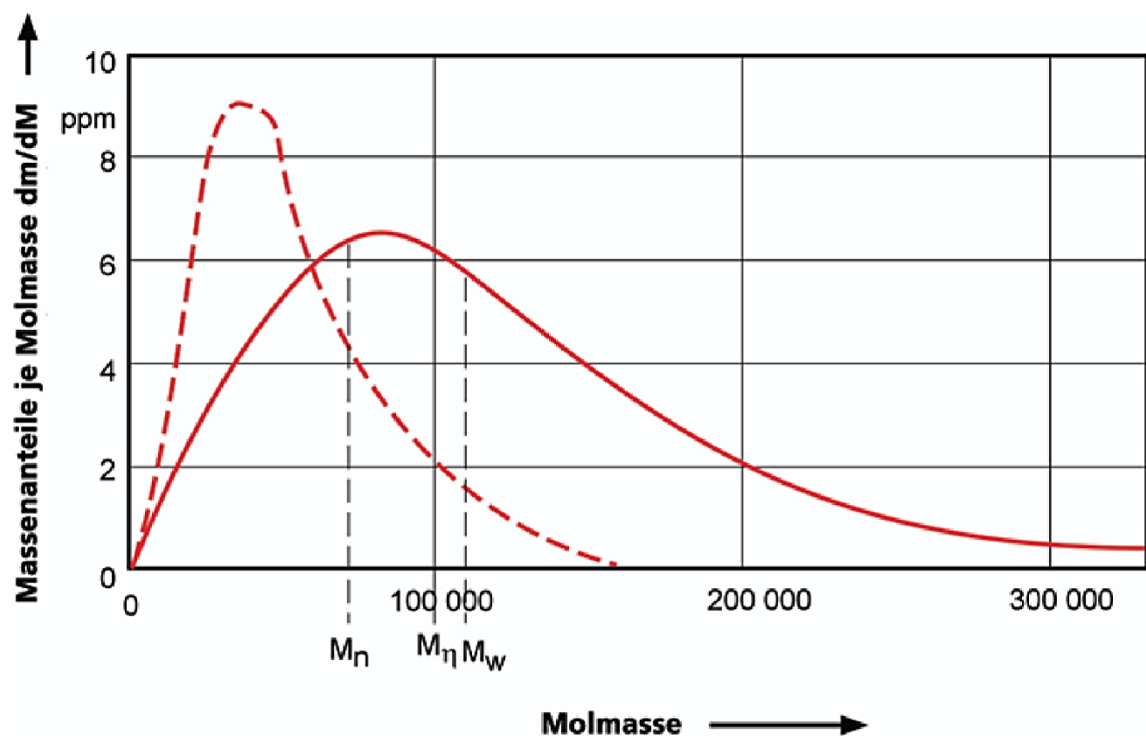


Abbildung 3: Beispiel zweier Molmassenverteilungen sowie der Lage der mittleren Molmassewerte [3]

Wie die Matrixsysteme lassen sich auch Verstärkungsfasern in verschiedene Materialklassen unterteilen, die jeweils unterschiedliche Eigenschaften und infolgedessen unterschiedliche Einsatzgebiete besitzen. Für faserverstärkte Kunststoffe werden vor allem Glasfasern, Kohlenstofffasern, Aramidfasern und Naturfasern verwendet.

Glasfasern sind amorphe Strukturen aus SiO_2 mit isotropen Eigenschaften und nahezu elastischem Dehnverhalten. Generell sind diese Fasern elektrisch und thermisch isolierend, chemikalien- und temperaturbeständig sowie nicht brennbar. Verglichen mit anderen Faserarten ist die Steifigkeit eher gering und die Bruchdehnung sowie die Dichte relativ hoch. [8] [9]

Kohlenstofffasern besitzen eine aus Graphitschichten bestehende Grundstruktur, deren intramolekulare Kräfte besonders hohe Festigkeiten und Steifigkeiten bewirken können. Die Fasereigenschaften sind allerdings anisotrop, da sich senkrecht zu den Graphitschichten nur Van-der-Waals-Kräfte ausbilden. Kohlenstofffasern zeichnen sich durch eine hohe elektrische und thermische Leitfähigkeit aus. Trotz der exzellenten spezifischen mechanischen Eigenschaften ist der Anwendungsbereich aufgrund der hohen Faserkosten eingeschränkt. [8] [9]

Aramidfasern sind Polymere, deren linearen Kettenmoleküle aus alternierenden Aromatenringen und Amid-Gruppen aufgebaut sind. Die Ketten selbst sind daher steifer als bei vielen Thermoplasten, während sich anhand von Wasserstoffbrückenbindungen kristalline Bereiche ausbilden können. Die Fasereigenschaften sind anisotrop, die mechanischen Kennwerte also parallel zu der Kettenorientierung am höchsten. Aramidfasern besitzen selbst im Vergleich zu anderen Verstärkungsfasern eine geringe Dichte, jedoch sind sie anfällig für Feuchtigkeitsaufnahme. [8] [9]

Naturfasern werden in pflanzliche, tierische und mineralische Fasern unterteilt, wobei als Verstärkungsmaterial für Faserverbundkunststoffe vor allem pflanzliche Fasern von Relevanz

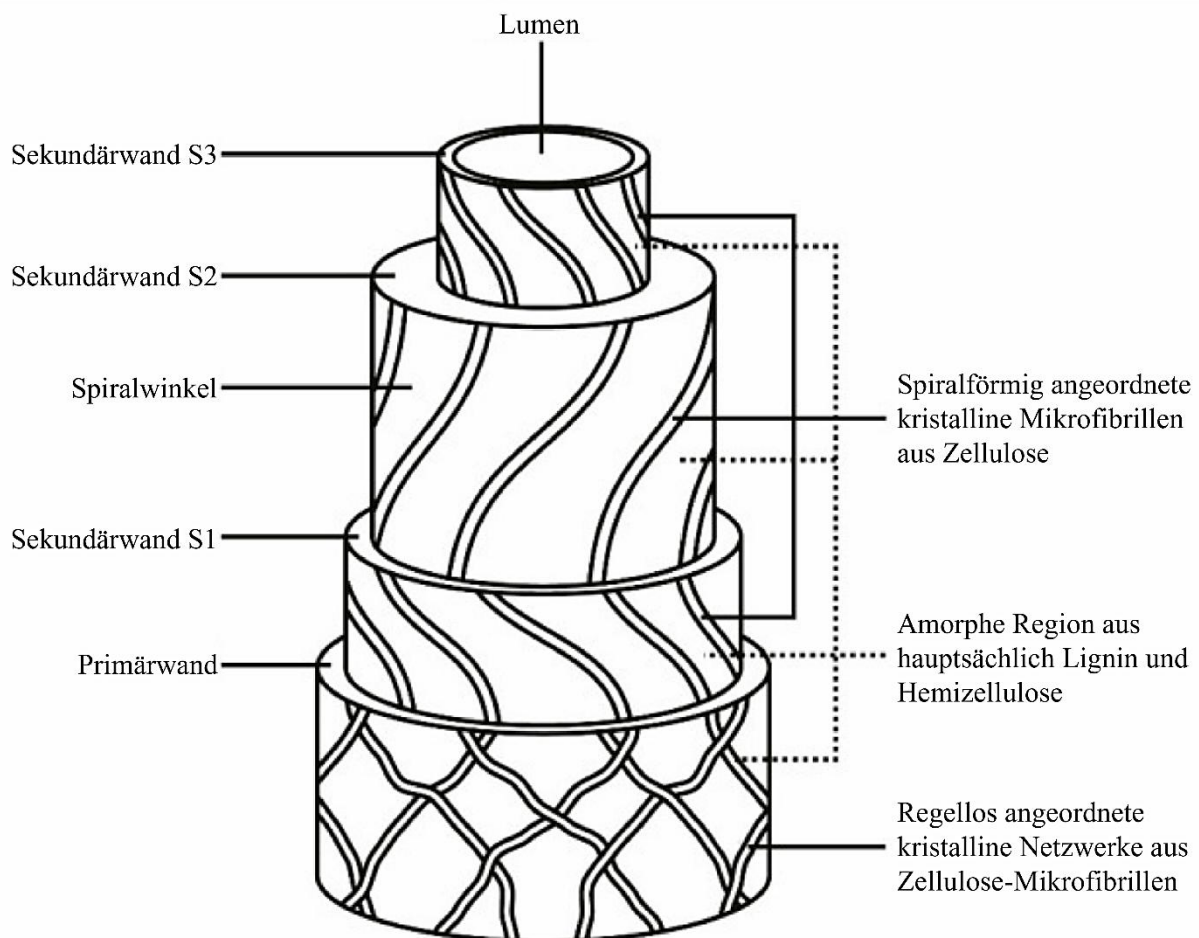


Abbildung 4: Allgemeiner Aufbau einer Pflanzenfaser [14]

sind. Diese cellulosebasierten Fasern bestehen aus mehreren Zellwänden, die ein hohles Lumen umgeben (vgl. Abbildung 4), welches wiederum die Wasseraufnahme der Pflanze steuert. Die Zellwände selbst entsprechen dabei einem Faserverbund und bestehen aus einer teilkristallinen Struktur von Cellulose-Mikrofibrillen (Durchmesser etwa 10 nm bis 30 nm), die in einer Matrix aus Hemicellulose und Lignin eingebettet ist. Die Mikrofibrillen sind spiralförmig ausgerichtet, wobei der Spiralwinkel von der Pflanzenart abhängt. Da diese Fasern nicht synthetisiert, sondern aus natürlichen Rohstoffen gewonnen werden, ist die Faserlänge begrenzt. [13] [14]

Da die genaue Struktur der Naturfasern von der jeweiligen Pflanze abhängen, von der sie gewonnen werden, weisen auch die Materialeigenschaften verschiedener Pflanzenfasern große Unterschiede auf. Ein genereller Überblick über die mechanischen Eigenschaften und die Dichte einiger Pflanzenfasern ist Tabelle 1 zu entnehmen, wobei diese bei Naturfasern relativ inkonsistent sein können. Allgemein sorgt die niedrige Dichte der Pflanzenfasern für gute spezifische mechanische Kennwerte, doch die absoluten Steifigkeiten und Festigkeiten sind eher gering, weshalb sie für stark belastete Strukturelemente gemieden werden. [8] Eine Möglichkeit, die mechanischen Eigenschaften von naturfaserverstärkten Kunststoffen (NFK) zu verbessern, kann die Fibrillierung der Pflanzenfasern vor oder während der Verarbeitung darstellen. Darunter wird das Aufspießen der Pflanzenfasern verstanden, um stattdessen die strukturgebenden Mikrofibrillen als eigentliche Verstärkungsfasern für den Faserverbund-kunststoff zu gewinnen. [15]

Tabelle 1: Mechanische Eigenschaften einiger Pflanzenfasern im Vergleich zur Glasfaser [9]

Faserart	Glas	Hanf	Flachs	Jute	Sisal
E-Modul in $\text{N}\cdot\text{mm}^{-2}$	75000	70000	30000	55000	20000
Zugfestigkeit in $\text{N}\cdot\text{mm}^{-2}$	3500	600	750	550	600
Bruchdehnung in %	4	1,6	2,0	2,0	2,0
Dichte in $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	2,54	1,45	1,48	$\approx 1,4$	$\approx 1,45$

Zu Nachteilen der Pflanzenfasern, insbesondere auch für die Verarbeitung, zählen die eher niedrige Zersetzungstemperatur sowie die hohe Feuchtigkeitsempfindlichkeit. Als hygroskopisches Material ist es notwendig, Pflanzenfasern vor dem Einsatz in Verarbeitungsprozessen zu trocknen. Darüber hinaus sind sie anfällig für mikrobiologische Einflüsse. Dabei

ist jedoch zu betonen, dass die biologische Abbaubarkeit von Pflanzenfasern umweltfreundlichere Entsorgungsmethoden im Vergleich zu anderen Fasertypen ermöglicht. Die Fasern weisen schließlich eine hohe thermische und akustische Isolation auf. [8] [9]

Während Fasern und Matrix die zentralen Eigenschaften bestimmen, bestehen Faserverbundkunststoffe meistens noch aus weiteren Komponenten, um bestmögliche Werkstoffeigenschaften zu erreichen. Neben diversen Additiven, die den Verarbeitungsprozess oder die praktische Anwendung des Faserverbundkunststoffs optimieren, sind insbesondere die Haftvermittler hervorzuheben. Damit eine ideale Krafteinleitung in die Fasern erfolgen kann, muss eine ebenso ideale Haftung zwischen Fasern und Matrix realisiert werden. Die jeweiligen Molekülstrukturen sind dafür jedoch nur selten ähnlich genug. Zu diesem Zweck wird mit einem Haftvermittler eine Substanz beigefügt, die sowohl mit der Matrix als auch mit den Fasern chemisch kompatibel ist und für diese Haftung sorgen kann. Diese Haftvermittler werden häufig als Schlichte auf die Verstärkungsfasern aufgetragen, bevor diese verarbeitet werden, jedoch können sie auch bei einer Compoundierung im Extruder beigemischt werden. Für naturfaserverstärkte Kunststoffe ist es üblich, das gleiche Polymer wie in der Matrix zu verwenden und mithilfe von Maleinsäureanhydrid zu modifizieren. Die aufgepfropften Maleinsäureanhydridgruppen sind in der Lage, mit Hydroxygruppen der Cellulose zu reagieren und so eine Grenzfläche auf den Fasern zu erzeugen, die dem Matrixpolymer ähnelt. [9]

Nicht nur die Materialien selbst, aus denen ein Faserverbundkunststoff angefertigt wird, beeinflussen die resultierenden Eigenschaften. Ein weiterer zentraler Aspekt ist die Länge der verwendeten Verstärkungsfasern, sodass generell zwischen Kurzfasern (Länge < 1 mm), Langfasern (Länge 1 mm bis 50 mm) und Endlosfasern (Länge > 50 mm) unterschieden wird. Längere Fasern bewirken dabei eine effektivere Verstärkung, also höhere Steifigkeiten, Festigkeiten und Schlagzähigkeiten. Kürzere Fasern sind hingegen leichter zu verarbeiten, da sie sich bei Fließvorgängen nicht so einfach von der Matrix entmischen. Bei Fasern gleicher Länge sorgt wiederum ein geringerer Durchmesser für bessere mechanische Eigenschaften, da so weniger Strukturdefekte auftreten, die zum mechanischen Versagen der Faser führen könnten. Dies spiegelt sich beispielsweise in der Fibrillierung von Naturfasern wider, bei der Mikro-fibrillen mit deutlich größerem Aspektverhältnis als die ursprüngliche Pflanzenfaser gewonnen werden. [8]

Um bestmögliche mechanische Kennwerte zu erzielen, muss zudem die Orientierung der Verstärkungsfasern im Verhältnis zur erwarteten Belastungsrichtung bedacht werden. Die Steifigkeit und Festigkeit der Fasern ist bei einer Zugbelastung parallel zur Faserorientierung

mit Abstand am höchsten (vgl. Abbildung 5), während andere Belastungsrichtungen oder Belastungsarten wie Druck- oder Biegebelastungen deutlich schlechter von den Fasern aufgenommen und somit eher von der Matrix kompensiert werden müssen. Endlosfasern werden daher häufig in Form von unidirektionalen Schichten verarbeitet, wobei es auch üblich ist, für den finalen Faserverbundkunststoff Schichten mit unterschiedlichen Orientierungen zu kombinieren, um gegen mehrere Belastungsrichtungen gewappnet zu sein. Kurz-

fasern hingegen sind in der Lage, während der Verarbeitung vom flüssigen Kunststoff mitgeschwemmt und auf diese Weise ausgerichtet zu werden. Von dieser Eigenschaft wird beispielsweise beim Spritzguss von kurzfaserverstärkten Kunststoffen Gebrauch gemacht. [8] [9]

Der Faservolumengehalt ist ebenfalls ein wichtiges Merkmal, das die Charakteristik des Verbundwerkstoffes beschreibt, schließlich ergeben sich alle Eigenschaften aus der Kombination von Fasern und Matrix. Ein hoher Faseranteil bewirkt grundsätzlich höhere mechanische Kennwerte, solange eine gute Faser-Matrix-Haftung besteht. Dies gilt allerdings nur, solange der Matrixanteil auch ausreicht, um alle Fasern zu benetzen. Je nach Fertigungsverfahren und Materialkombination kann zudem nur ein begrenzt hoher Faservolumengehalt realisiert werden. [8]

2.2. Kreislaufwirtschaft mit Biokunststoffen

Ein wichtiges Thema für die industrielle Fertigung mit Kunststoffen stellt die Abfallbeseitigung der hergestellten Produkte am Ende ihrer Nutzung dar. Dies gilt neben anderen kurzlebigen Anwendungsfällen insbesondere für Verpackungsmaterial, da ein signifikanter Teil des weltweit produziertem Kunststoff als solches verwendet wird [1]. Die Europäische Union hat eine

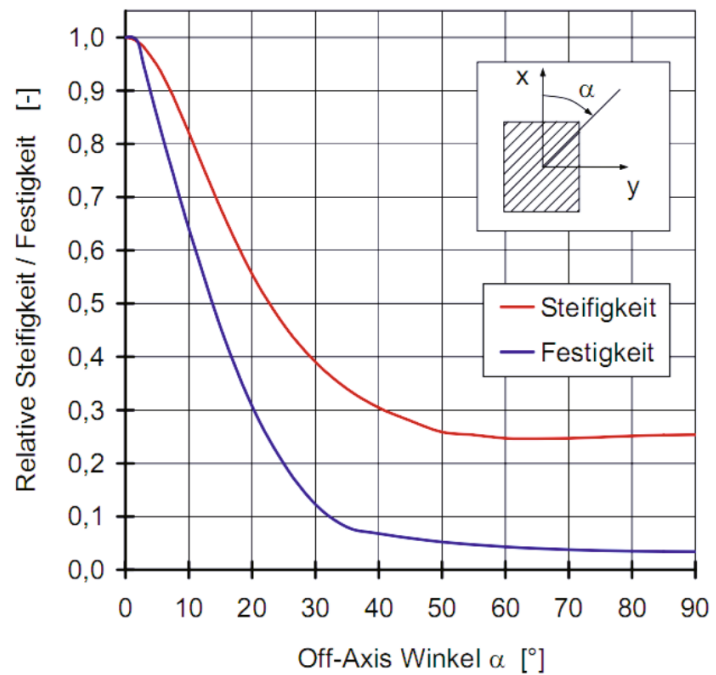


Abbildung 5: Spannungs- und Festigkeitswerte einer unidirektionalen Glasfaserverbundeinzelschicht in Abhängigkeit vom Belastungswinkel [13]

Abfallhierarchie definiert, die für den Umgang mit Abfall in absteigender Priorität die Prävention, Wiederverwendung, stoffliche Wiederverwertung, sonstige Verwertung (z.B. energetisches Recycling) und schließlich Beseitigung vorsieht [6] [16]. In der Realität werden aber insbesondere für Abfälle aus Privathaushalten hauptsächlich die beiden letzteren Vorgänge angewandt. Auch wenn die in großer Menge eingesetzten Standardthermoplaste Polyethylen und Polypropylen einen eher hohen Heizwert im Vergleich zu Papier oder sogar Steinkohle besitzen, ist die Verbrennung von Kunststoffen aufgrund der dabei freigesetzten Treibhausgase nicht ideal. Ein Teil der Kunststoffabfälle wird wiederum langfristig in Mülldeponien gelagert oder verbreitet sich in der Umwelt. [3] [4] [5] [17]

Die Nachhaltigkeit des Großteils an produziertem Kunststoff ist zudem dadurch beeinträchtigt, dass die Synthese anhand von Petrochemikalien erfolgt. Zwar stellt die Kunststoffproduktion in Europa nur einen Bruchteil des Gesamtverbrauchs von Erdöl und Erdgas dar, doch die Abhängigkeit von fossilen Rohstoffen kann aufgrund des endlichen Vorkommens nicht permanent aufrecht erhalten werden. [3] Darüber hinaus stellt die Emission von umweltschädlichen Treibhausgasen ein zentrales Problem der Synthese von fossilbasierten Kunststoffen dar [4]. Perspektivisch müssen also Materialien untersucht werden, die petrochemische Kunststoffe in Zukunft ersetzen können.

Eine vielversprechende, nachhaltige Alternative zu den konventionellen Kunststoffen stellen die sogenannten *Biokunststoffe* dar. Während makromolekulare Strukturen auch in der Natur beispielsweise in Form von Cellulose, Kautschuk oder Eiweiß vorkommen, werden industriell synthetisierte Polymere als biobasiert bezeichnet, wenn sie allgemein aus nachwachsenden Rohstoffen angefertigt wurden. Typischerweise dient hierzu Biomasse, die aus Produkten der Agrarwirtschaft gewonnen wird. Biokunststoffe können zudem biologisch abbaubar sein, wobei zwischen aeroben Verfahren (Kompostierung) und anaeroben Verfahren (Vergärung) unterschieden wird. Wichtig anzumerken ist darüber hinaus, dass nur ein Teil der Biokunststoffe sowohl biobasiert als auch biologisch abbaubar ist. Als Biokunststoffe werden auch solche Polymere bezeichnet, auf die nur eine dieser Eigenschaften zutrifft (vgl. Abbildung 6). [3] [4] [5] [18]

Sowohl die Synthese aus nachwachsenden Rohstoffen als auch die potenzielle biologische Abbaubarkeit verleiht den Biokunststoffen einige grundlegende Vorteile gegenüber konventionellen Kunststoffen. Biobasierte Kunststoffe sind so nicht nur unabhängig von endlichen Rohstoffen, deren Produktion geht auch häufig mit geringerem Energieverbrauch einher. Auch die Emission von Kohlenstoffdioxid (CO₂) ist bei der Fertigung von Biokunststoffen geringer,

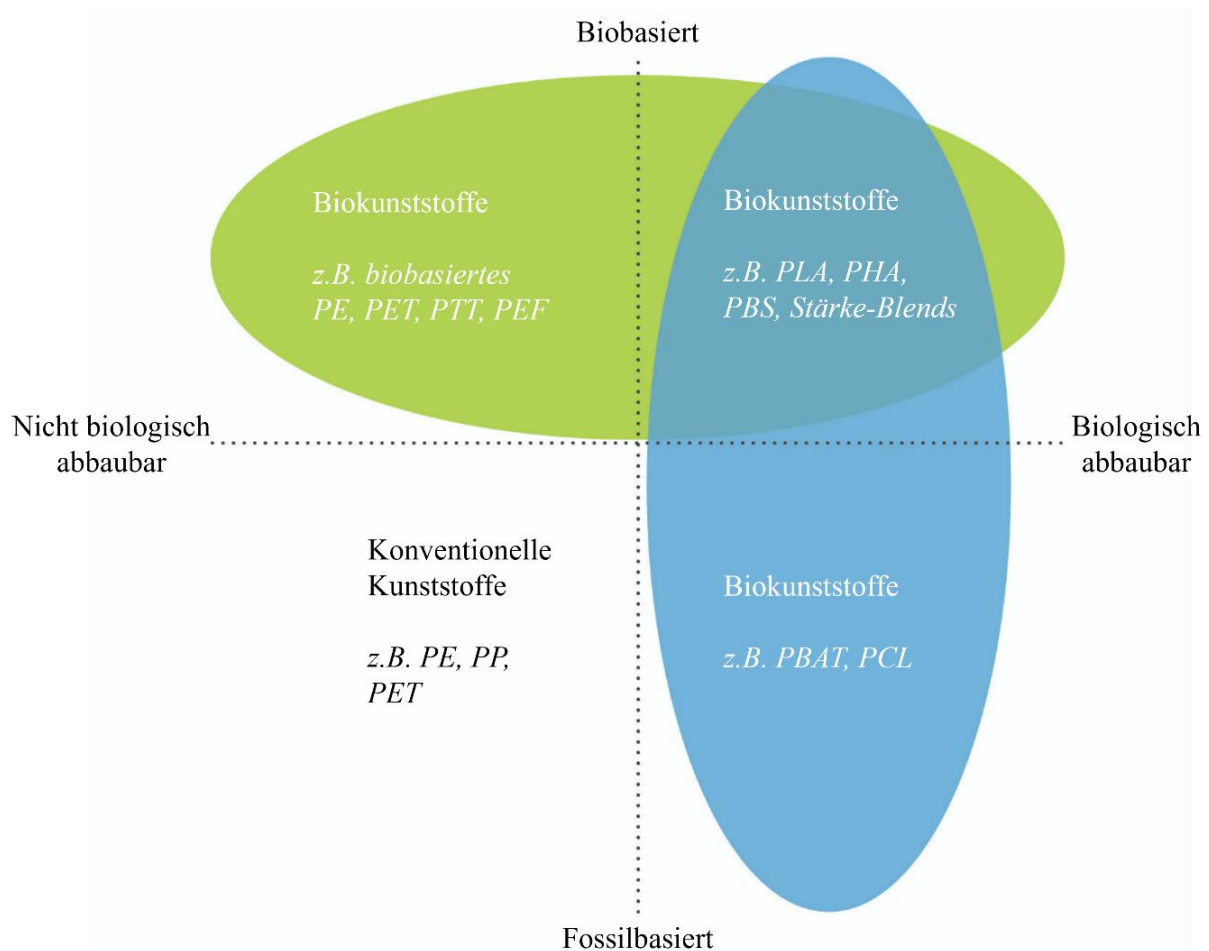


Abbildung 6: Einteilung in biobasierte und biologisch abbaubare Kunststoffe [18]

wobei die Ökobilanz noch besser ausfällt, wenn pflanzliches Rohmaterial verwendet wird und so vor der eigentlichen Produktion CO₂ mithilfe von Photosynthese umgewandelt werden kann. [4]

Die weltweite Produktionskapazität von Biokunststoff betrug im Jahr 2025 etwa 2,31 Millionen Tonnen, wovon etwa 72 % tatsächlich produziert wurde. Verglichen mit der Gesamtproduktion von Kunststoff ist der Anteil an Biokunststoff derzeit weniger als ein Prozent. Zu den Biokunststoffen mit der größten Produktionskapazität zählen Polymilchsäure (PLA) mit 26,4 %, biobasiertes Polyamid (PA) mit 18,9 %, biobasiertes Polytrimethylenterephthalat (PTT) mit 15,6 % und biobasiertes Polyethylen (PE) mit 12,7 % der globalen Kapazität. Mit etwa 41 % des produzierten Materials ist der Verpackungssektor der verbreitetste Einsatz von Biokunststoffen, wobei das Gleiche auch auf konventionelle Kunststoffe zutrifft. In diesem Anwendungsgebiet gibt es also viel Potential, fossilbasierte und nicht abbaubare Kunststoffe durch Biokunststoffe zu ersetzen. Der Einsatz für Fasern (21 %), Verbrauchsgüter (14 %) und in der Automobilindustrie (10 %) ist ebenfalls von Relevanz. [1] [19]

Ein Merkmal, weshalb Biokunststoffe in der Industrie bislang unpopulär sind, stellt die vergleichsweise kostenintensive Produktion dar. Konventionelle Kunststoffe sind derzeit wirtschaftlich attraktiver. Mit effizienteren Fertigungsverfahren sowie stetig steigenden Erdöl- und Erdgaskosten wird sich dieser Nachteil aber in Zukunft relativieren. In der Zwischenzeit liegt es an der Politik, den Markt im Sinne der Kreislaufwirtschaft in Richtung Biokunststoffe zu lenken und die Bevölkerung auf die ökologischen Vorteile von Biokunststoffen hinzuweisen. [4] [6]

Für die Produktion von Biokunststoffen werden weltweit auf einer Gesamtfläche von etwa 0,8 Millionen Hektar pflanzliche Rohstoffe angebaut (Stand 2022). Dies ist ein verschwindend geringer Bruchteil von den insgesamt etwa 5 Milliarden Hektar an landwirtschaftlich genutzter Fläche. Es ist dennoch eher schwierig, den Anteil der für Biokunststoffe genutzten Fläche zu erhöhen, da der Großteil der Gesamtfläche als Weideland oder für den Nahrungsmittelanbau dient. Daher sollen Verfahren zur Synthese von Biokunststoffen entwickelt werden, die unter Verwendung von Nebenprodukten anderer Agrarbereiche durchgeführt werden können. [4] [17]

Die Möglichkeit, biologisch abbaubare Polymere zu produzieren, verleiht diesen Materialien ein wichtiges Alleinstellungsmerkmal, um die Umweltverschmutzung durch Kunststoffabfälle zu verhindern. Zur Kompostierung sind meistens materialspezifische Umgebungsbedingungen wie Temperatur und Feuchtigkeit erforderlich, die sich auf den Ablauf und die Dauer des Abbauprozesses auswirken. Daher ist eine Lagerung von Biokunststoffen im Heimkompost häufig ungeeignet oder inkonsistent. In industriellen Prozessen können jedoch wertvolle Ressourcen wie Humus oder Biogas zurückgewonnen werden. Sofern keine toxischen Additive beigefügt wurden, entstehen bei der Kompostierung auch keine umweltschädlichen Nebenprodukte. Zur Kategorisierung der biologischen Abbaubarkeit können Biokunststoffe mit Kennzeichen versehen werden, die von Organisationen wie DIN CERTCO und TÜV AUSTRIA ausgestellt werden. Damit biologisch abbaubare Kunststoffabfälle auch an industrielle Anlagen zur Kompostierung geliefert werden können, wäre jedoch idealerweise ein von konventionellen Kunststoffen separates Entsorgungssystem notwendig. [4] [6]

Wie bei konventionellen Kunststoffen ist es aber auch bei Produkten aus Biokunststoffen ideal, das Material nach dem Ende der Nutzung zu recyklieren. Auf Basis der Abfallhierarchie ist dabei speziell die stoffliche Wiederverwertung von Interesse. Der mechanische Recyclingprozess ist für alle Thermoplaste prinzipiell gleich, unterscheidet sich aber in der praktischen Durchführung je nach Material und Produkt (vgl. Abbildung 7). So sind für das Recycling von Verbrauchsgütern ein Zerkleinerungsprozess sowie ausführliche Wasch- und Sortierverfahren

notwendig, um Verunreinigungen der Kunststoffe und resultierende Beeinträchtigungen der Materialeigenschaften zu vermeiden. Letztere Schritte werden bei der Wiederverarbeitung von sortenreinen Abfällen aus industriellen Prozessen vermieden. Das Rezyklat liegt anschließend typischerweise in Form von Granulat vor, welches anhand einer Compoundierung in einem Schneckenextruder mit Additiven und auch neuem Granulat vermischt werden kann. [12]

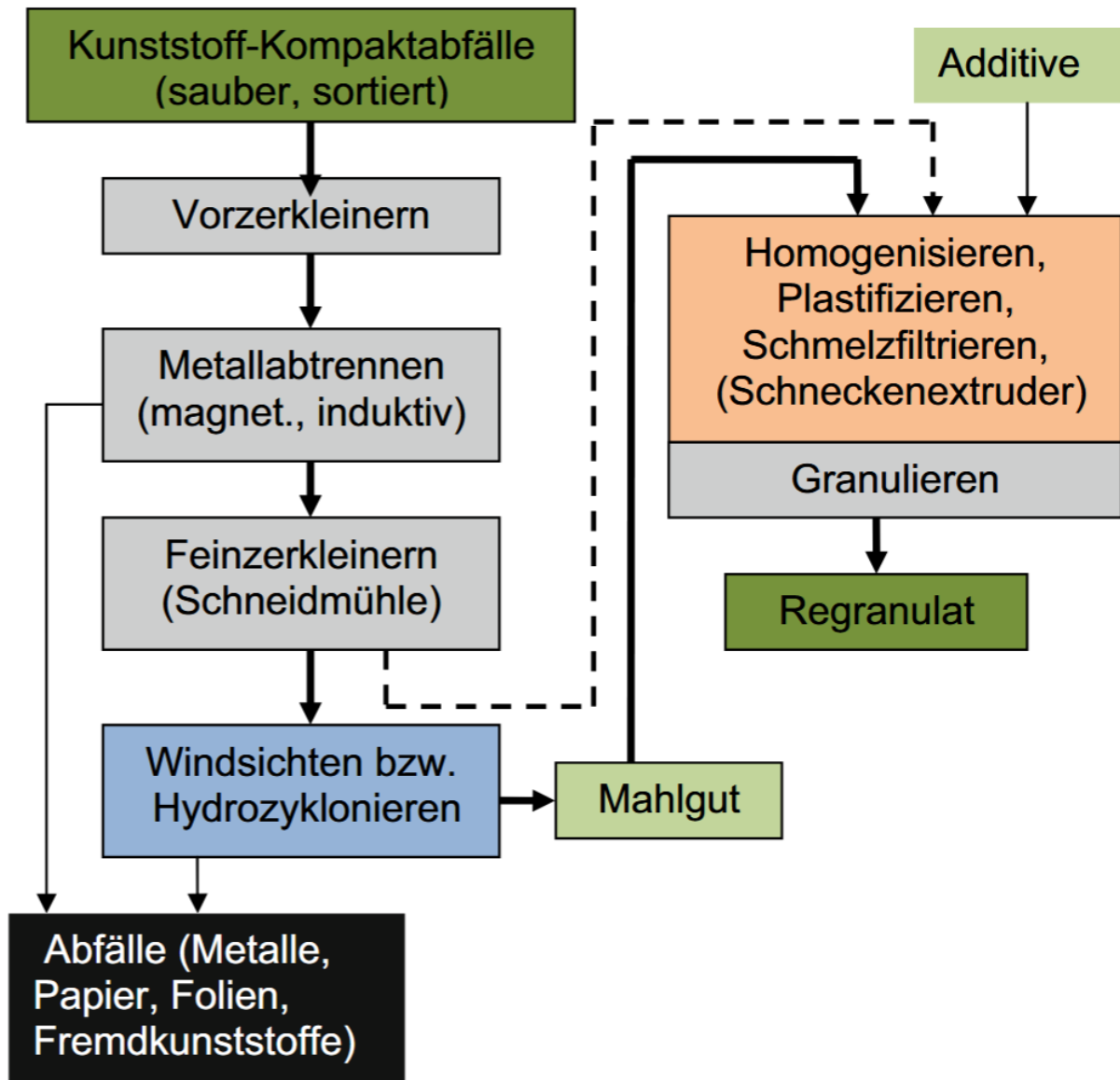


Abbildung 7: Schema des mechanischen Recyclingprozess von sauberen, sortierten Kunststoffabfällen [12]

Für den Einsatz von rezyklierten Thermoplasten muss bedacht werden, dass sich auch der Verarbeitungsprozess selbst auf die Charakteristik des Polymers auswirkt. Die mechanische und thermische Belastung im Extrusionsprozess kann zur Degradation der Molekülketten führen, was bei Thermoplasten einen großen Einfluss auf die Materialeigenschaften hat. Dies hat zur Folge, dass selbst sortenreine Rezyklate in ihrer Qualität gegenüber neuwertigem

Material beeinträchtigt sind. Hinzu kommt in der Praxis, dass bei Kunststoffprodukten alterungsbedingte Degradation stattfindet, etwa durch UV-Strahlung oder dynamische Belastungen. Für einen nachhaltigeren Werkstoff mit bestmöglichen mechanischen Eigenschaften kann Rezyklat mit neuwertigem Kunststoff (z.B. mit Gewichtsanteil von 30 % Rezyklat) compoundiert werden. [5]

Um die mechanischen Eigenschaften des Biokunststoffs zu verbessern und die eher geringe Dichte im Vergleich zu Metallen beizubehalten, bietet sich ebenfalls die Anfertigung von Faserverbundwerkstoffen an. Um die charakteristischen Vorteile von Biokunststoffen ausnutzen zu können, liegt die Kombination mit Naturfasern wie Cellulose oder Holzmehl nahe. So ist es möglich, biobasierte und biologisch abbaubare Materialien zu konzipieren, deren Eigenschaftsprofil auch für mechanisch anspruchsvollere Anwendungen wie die Automobilindustrie geeignet sind. Dort sind Leichtbaumaterialien zur Konstruktion von Fahrzeugen mit möglichst geringem CO₂-Ausstoß von hoher Priorität, weshalb sich Biokunststoffe aufgrund der umweltfreundlicheren Synthese gegenüber fossilbasierten Kunststoffen noch umso mehr anbieten. Für Verkleidungen in der Automobilindustrie, aber auch für Bauelemente wie Zäune oder Lärmschutzwände haben sich daher Holz-Polymer-Werkstoffe (Wood Plastic Composites, WPC) etabliert. [7] [20]

2.3. Verfahren

Zur ursprünglichen Anfertigung von Kunststoffgranulat sowie zur späteren stofflichen Wiederverwertung wird häufig ein Compoundierungsverfahren mittels Extruder eingesetzt. Dabei handelt es sich um einen kontinuierlichen Prozess, bei dem typischerweise reines Kunststoffgranulat unter Beimischung von Additiven plastifiziert, homogenisiert und schließlich als Materialstrang aus einer Düse gefördert wird. Dieses Filament kann in einem Wasserbad abgekühlt und mithilfe eines Granulators zerkleinert werden. Alternativ werden mit Extrudern auch spezielle Profile oder Folien hergestellt, wobei unter Verwendung von mehreren Extrudern auch verschiedene Kunststoffe zu einer geschichteten Struktur kombiniert werden können. [11]

Grundlegend bestehen Extruder aus einem Massezylinder, in dem eine rotierende Förderschnecke Kunststoffe schmelzt und in Richtung der Extrusionsdüse transportiert (vgl. Abbildung 8). Das zu verarbeitende Material wird mithilfe eines Trichters zugeführt. Außerhalb des Massezylinders befinden sich Heizbänder zur Temperaturkontrolle des Extruders. Die

Plastifizierung des Kunststoffes erfolgt dabei neben der Aufheizung auch durch die bei der Förderung entstehende Reibung. [11]

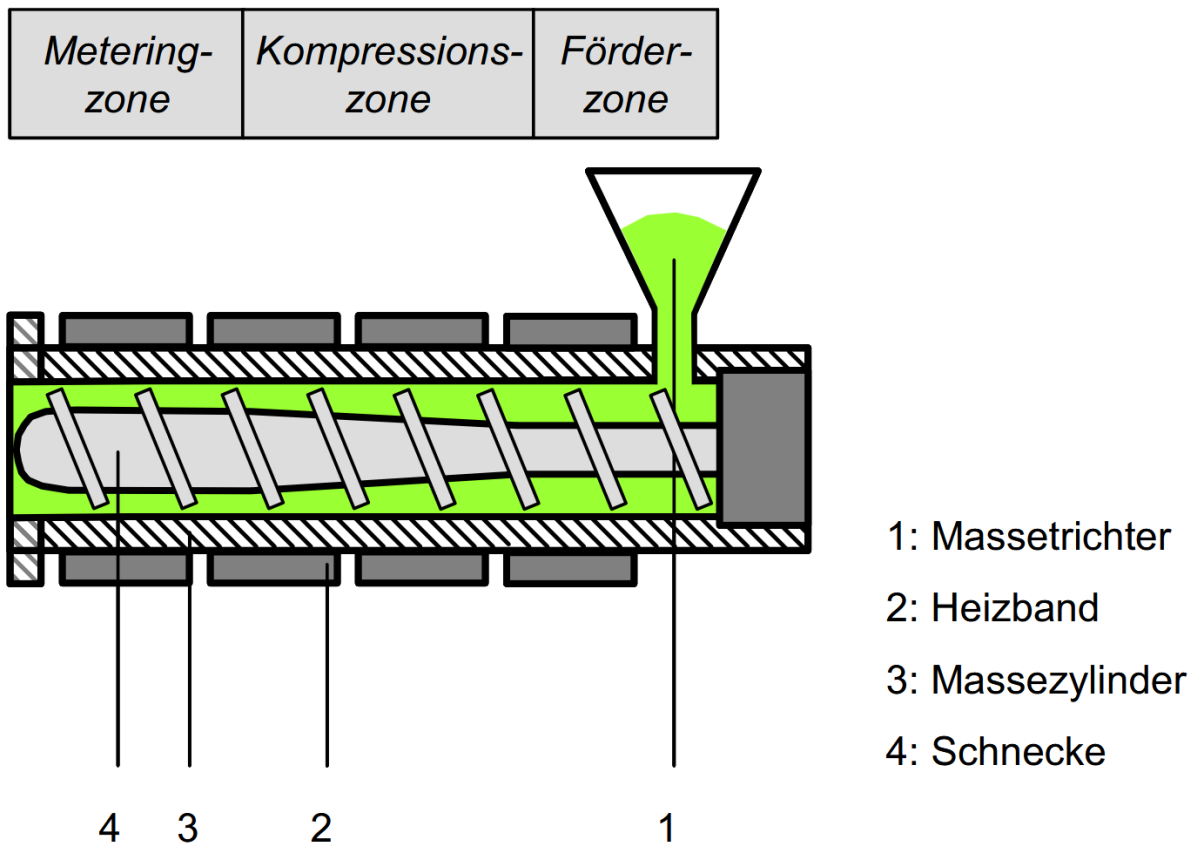


Abbildung 8: Schematischer Aufbau eines Schneckenextruders [11]

Die Extruderschnecke selbst hat einen großen Einfluss auf den Ablauf des Extrusionsprozesses. Allgemein wird sie in drei Zonen unterteilt, bei denen es sich um die Förderzone, Kompressionszone und Meteringzone handelt. In der Förderzone muss das zu verarbeitende Material kontinuierlich eingezogen und zur Erweichungstemperatur aufgeheizt werden. Anschließend wird der Thermoplast in der Kompressionszone aufgeschmolzen, wobei eine stetige Aufweitung des Gewindengangs den Druck im Extruder erhöht und wiederum den Kontakt des Materials mit der beheizten Zylinderwand vergrößert. In der Meteringzone bleibt das Gewindengangsvolumen wieder gleich, hier soll das plastifizierte Material ideal vermischt und homogenisiert sowie der finale Druck für die Förderung aus der Düse aufgebaut werden. In manchen Extrudern liegt zudem noch eine Dekompressionszone vor, in der insbesondere hygroskopische Polymere entgast werden sollen. Extruderschnecken werden häufig modular aus Förder-, Misch- und Knetelementen aufgebaut, um den Extrusionsprozess bestmöglich an das zu verarbeitende Material anzupassen. [11]

Zur effektiveren Verarbeitung von Kunststoffen werden auch Extruder mit zwei Förderschnecken verwendet. Diese Doppelschneckenextruder können höhere Scherkräfte aufbringen

und die Kunststoffschmelze besser homogenisieren. Dabei sind sowohl gleichlaufende als auch gegeneinanderlaufende Schneckenrotationsrichtungen üblich. Ermöglichen es die Schneckengeometrien zudem, dass Gewindeflanken und Gewindetäler bei der Förderung ineinandergreifen können, ist von kämmenden Extruderschnecken die Rede, wobei sie bei nahezu verschwindendem Spiel auch als dichtkämmend bezeichnet werden. In der Praxis werden für Extrusionsprozesse dichtkämmende Systeme eingesetzt, deren Schneckenprofile eine selbstreinigende Wirkung erzeugen können. [11] [21]

Aufgrund der mechanischen und thermischen Belastung muss davon ausgegangen werden, dass es beim Extrusionsprozess von Thermoplasten zur Degradation der Molekülketten kommt. Dies ist einer der Gründe, weshalb Kunststoffzyklate normalerweise schlechtere mechanische Eigenschaften aufweisen als neues Material. Analog liegt nahe, dass während der Extrusion beigemischte Verstärkungsfasern zerkleinert oder, im Falle der temperaturempfindlichen Naturfaser, gegebenenfalls zersetzt werden können. Geringere Faserlängen wirken sich ebenfalls negativ auf die mechanischen Eigenschaften eines Faserverbundkunststoffes aus, wobei bei Pflanzenfasern auch eine Fibrillierung und infolgedessen ein gegensätzlicher Effekt auftreten kann. Inwieweit die Materialeigenschaften von Faserverbundkunststoff durch die Verarbeitung im Extruder beeinflusst werden, ist anhand einer Vielzahl von Prüfverfahren untersuchbar.

Zur Charakterisierung der Steifigkeit und Festigkeit sowie des Verformungsverhaltens von Kunststoffen bieten sich mechanische Prüfungen von Probekörpern unter statischer Krafteinwirkung an. Für Faserverbundkunststoffe liegen Zug-, Druck-, Biege- und Schubversuche nahe, wobei je nach Belastungsrichtung und Faserorientierung sowohl die Fasern selbst als auch die Faser-Matrix-Haftung die resultierenden Kennwerte beeinflussen. Mit dynamischen Belastungen werden wiederum Ermüdungseigenschaften des Materials untersucht, wobei bei Thermoplasten auch die dynamisch-mechanische Analyse (DMA) eine wichtige Rolle spielt. Da die Verformung von Thermoplasten aufgrund ihrer Molekülstruktur sowohl elastisches als auch viskoses Verhalten aufweist, können mit einer dynamischen Krafteinwirkung bei kontinuierlich zunehmender Temperatur sowohl mechanische als auch thermische Eigenschaften ermittelt werden. Zu weiteren thermischen Analyseverfahren zählen die dynamische Differenzkalorimetrie (Differential Scanning Calorimetry, DSC), mit der Phasenübergänge und dabei auftretende Enthalpieänderungen ermittelt werden können, sowie die thermogravimetrische Analyse (TGA), die anhand von temperaturabhängigen Masseänderungen die Zersetzungs-

temperatur von Polymeren und etwaigen Additiven detektieren kann. Die Verarbeitungseigenschaften von Thermoplasten lassen sich außerdem anhand von Viskositätsmessungen, beispielsweise mithilfe eines Kapillarrheometers, beschreiben. Für Faserverbundkunststoffe sind darüber hinaus präzise Ermittlungen des Fasergehalts von Interesse. [5] [9]

Anhand einer Reihe dieser Prüfverfahren wird der Einfluss der Wiederverarbeitung mittels Extrusion auf die Materialeigenschaften eines naturfaserverstärkten Biokunststoffs analysiert. Mithilfe dieser Untersuchungen soll bewertet werden, inwieweit stoffliches Recycling dieses Faserverbundkunststoffs ohne eine merkliche Beeinträchtigung der Materialqualität realisiert werden kann.

3. Verwendete Verfahren

3.1. Erläuterung der Fertigungsverfahren

Ziel dieser Arbeit ist es, den Einfluss von Recyclingzyklen auf die Qualität eines Bioverbundkunststoffes zu ermitteln. Dabei wird untersucht, ob die Materialeigenschaften mit der Anzahl an Wiederverarbeitungsprozessen korreliert. Zu diesem Zweck wird cellulosefaserverstärktes Polybutylensuccinat (PBS) compounding und anschließend granuliert.

PBS ist ein thermoplastischer teilkristalliner Polyester, welcher mithilfe einer Polykondensation aus Bernsteinsäure und 1,4-Butandiol synthetisiert wird (vgl. Abbildung 9). Während eine Herstellung auf Basis von fossilen Rohstoffen üblich ist, können beide Monomere aus nachwachsenden Quellen erhalten werden. Dies erfolgt anhand bakterieller Fermentation von Glucose oder anderen pflanzenbasierten Rohstoffen in einem Bioreaktor, wodurch sowohl Bernsteinsäure als auch Butandiol gewonnen werden können. [22] Mit etwa 1,4 % der gesamten Produktion von biobasierten Kunststoffen ist der Markt für biobasiertes PBS jedoch derzeit klein [19]. PBS ist zudem industriell kompostierbar, was nachhaltige Entsorgungsmöglichkeiten eröffnet. Die Abbaubarkeit in Meerwasser, Salzwasser und im Boden ist allerdings eher begrenzt. Generell ist das Polymer einfacher abbaubar, je geringer der Kristallisationsgrad ist. [22]

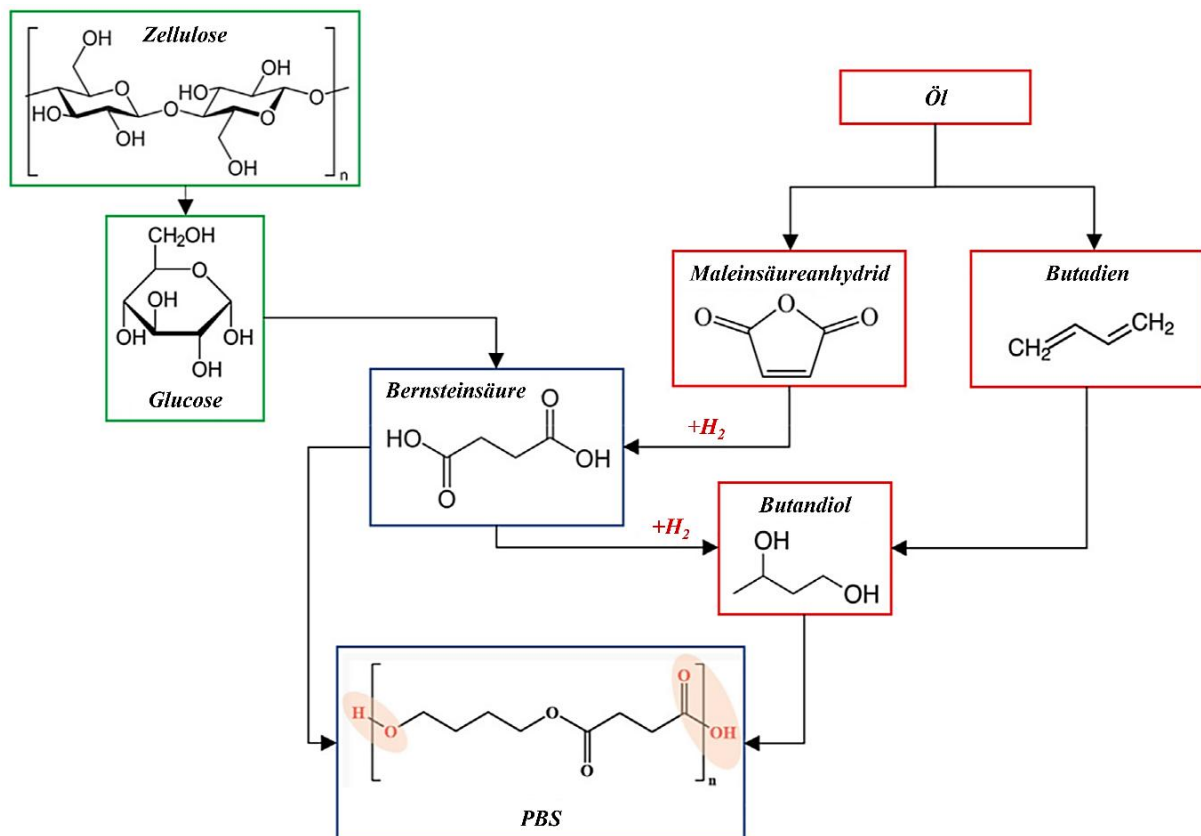


Abbildung 9: Synthese von PBS aus biobasierten und fossilen Rohstoffen [22]

Die mechanischen Eigenschaften von PBS ähneln denen von häufig produzierten Standardthermoplasten wie Polyethylen und Polypropylen (vgl. Tabelle 2). Die Zugfestigkeit beträgt etwa 36 MPa, die Bruchdehnung im Zugversuch etwa 210 % und der Biegemodul etwa 650 MPa. PBS hat dabei eine etwas höhere Dichte als die konventionellen Thermoplaste. Die Glasübergangstemperatur liegt mit etwa -22°C unterhalb der Raumtemperatur, was für teilkristalline Thermoplaste von Vorteil ist. Auch die Schmelztemperatur ist mit etwa 115°C relativ niedrig, was eine vergleichsweise einfache und kostengünstige Verarbeitung ermöglicht, aber auch die Anwendungsbereiche des Polymers einschränkt. PBS wird vor allem als Verpackungsmaterial verwendet, aber auch beispielsweise in der Landwirtschaft in Form von Mulchfolien eingesetzt. [23]

Tabelle 2: Materialeigenschaften von PBS, linearem Polyethylen niedriger Dichte (LLDPE) und Polypropylen (PP) [23]

Polymer	PBS	LLDPE	PP
Dichte in $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	1,26	0,92	0,90
Glasübergangstemperatur in °C	-22	< -70	-10
Schmelzpunkt in °C	115	108	165
Zugfestigkeit in MPa	36	18	30
Bruchdehnung (Zugversuch) in %	210	700	700
Biegemodul in MPa	650	150	1300

Für den in dieser Arbeit angefertigten Faserverbundkunststoff wird PBS des Unternehmens NATUREPLAST SAS mit dem Namen *NaturePlast PBI 003* verwendet (vgl. Abbildung 51 im Anhang). Dabei handelt es sich um einen zu 50 % biobasierten Kunststoff, welcher für die Verarbeitung mittels Spritzguss ausgelegt ist [24].

Als Verstärkungsfasern werden technische Cellulosekurzfasern *ARBOCEL FD 40* von der J. RETTENMAIER & SÖHNE GMBH + Co KG verwendet (vgl. Abbildung 52 im Anhang). Diese besitzen eine durchschnittliche Länge von etwa 250 μm , einen durchschnittlichen Durchmesser von etwa 35 μm und eine Schüttdichte zwischen 120 $\text{g}\cdot\text{dm}^{-3}$ und 170 $\text{g}\cdot\text{dm}^{-3}$. Zudem wird *SCONA TPPL 5112 PA* der BYK-CHEMIE GMBH als Haftvermittler verwendet (vgl. Abbildung 53 und Abbildung 54 im Anhang). Dabei handelt es sich um mit Maleinsäureanhydrid modifizierte Polymilchsäure (MA-PLA), welche ebenfalls biobasiert sowie biologisch

abbaubar sein kann [25] [26]. Die Eignung von biobasierten Maleinsäureanhydrid-Haftvermittlern für PBS-NFK wurde von LIMINANA et al. nachgewiesen [26], während SEO et al. mithilfe von Maleinsäureanhydrid die Kompatibilität einer Matrix aus PBS und Polymilchsäure mit Holzfasern erreicht haben [25].

Ziel des Extrusionsprozess ist zunächst die Compoundierung des PBS-Granulats mit den Cellulosefasern und dem MA-PLA-Haftvermittler, um das ursprüngliche Faserverbundkunststoffgranulat herzustellen. Anschließend wird ein Teil dieses Granulat für die späteren Prüfverfahren gelagert. Das restliche Material wird erneut im Extruder verarbeitet sowie regranuliert, wodurch der stoffliche Recyclingprozess von sortenreinem Material simuliert werden soll. Diese Wiederverarbeitungszyklen werden mehrfach durchgeführt, wobei jeweils ein Teil des Granulats aufbewahrt wird. Auf diese Weise sollen Fertigungsvarianten gewonnen werden, die sich einzig in der jeweiligen Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen unterscheiden. Diese Fertigungsvarianten werden daher im Folgenden mit „Zyklus x“ bezeichnet, wobei „x“ die Anzahl an Recyclingprozessen wiedergibt (das ursprüngliche Compoundierungsverfahren wird demnach als „Zyklus 0“ bezeichnet). Im Rahmen dieser Arbeit wird PBS-NFK der Zyklen 0, 1, 2, 4, 6 und 8 untersucht, neben der ursprünglichen Compoundierung werden also acht Wiederverarbeitungszyklen durchgeführt. Es werden Korrelationen der Materialkennwerte mit der Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen aufgezeigt, die wiederum auf die strukturellen Eigenschaften der Fasern und Matrix schließen lassen.

3.2. Extrusionsprozesse

Die Compounding- und Wiederverarbeitungsprozesse werden mit einem *Lab Line Compounder ZK 25 Ex 36 D* der Firma COLLIN LAB & PILOT SOLUTIONS GMBH durchgeführt (vgl. Abbildung 10). Dabei handelt es sich um einen gleichlaufenden, dichtkämmenden Doppelschneckenextruder. Das zu verarbeitende Material wird in einen Einzugszylinder gefüllt und von dort über ein gravimetrisches 2-Schnecken-Dosiersystem („Feeder 1“) in den eigentlichen Extruderzylinder befördert. Zur Beimischung von Additiven steht zudem ein Seitenfütterungssystem zur Verfügung, welches über ein volumetrisches 2-Schnecken-Dosiersystem („Feeder 2“) Material auf etwa halber Länge des Extruderzylinders einspeist. Der Einfüllzylinder für die Seitendosierung wurde dabei inklusive eines Rührmechanismus konstruiert (vgl. Abbildung 10), um eine möglichst gleichmäßige Materialförderung zu erreichen. Der Extruder besitzt eine Schmelzpumpe, diese wird in dieser Arbeit allerdings nicht verwendet.

Das extrudierte Filament wird durch ein Wasserbad geführt und in einen Stranggranulator *SPI* geleitet, um kontinuierlich Granulat herzustellen (vgl. Abbildung 11).



Abbildung 10: Verwendeter COLLIN-Extruder im Betrieb (links), Angepasster Einzugszylinder der Seitendosierung mit eingebautem Rührmechanismus (rechts)



Abbildung 11: Wasserbad und Stranggranulator des Extrusionsprozesses

Die Prozessparameter werden anhand eines eingebauten Computerdisplays kontrolliert. Diese beinhalten beispielsweise die verschiedenen Temperaturbereiche, die mittels Heizbändern und Temperatursensoren umgesetzt werden. Von der Förderzone bis zur Extruderdüse gibt es zehn individuell einstellbare Temperaturzonen. Zu weiteren einstellbaren Prozessparametern zählen die Materialdosierungsrate, die gegebenenfalls für Feeder 1 und Feeder 2 separat angepasst

wird, sowie die Drehzahl der Extruderschnecken. Die Kombination dieser Parameter ergibt die Materialmenge, die aus der Extruderdüse gefördert wird, sowie die Prozessgeschwindigkeit. Dabei ändert sich auch die auf die Kunststoffschmelze einwirkende mechanische Belastung, was anhand des Schneckendrehmoments und des Düsendrucks im Extruderzylinder veranschaulicht wird. Des Weiteren lässt sich am Stranggranulator die Rotationsgeschwindigkeit des Fräasers mithilfe eines Potentiometers anpassen, was sich wiederum auf die Einzugschwindigkeit des geförderten Filaments auswirkt. Auf diese Weise soll das Filament eine möglichst gerade, gleichmäßige Form annehmen. Darüber hinaus beeinflusst die Fräserdrehzahl die Größe der produzierten Granulatpartikel.

Tabelle 3: Massenbestimmung der bei 60°C oder 80°C getrockneten PBS-NFK-Granulatproben

Zeitpunkt Masse- bestimmung	Trocknungs- zeit	Masse 60°C (1) in g	Masse 60°C (2) in g	Masse 60°C (3) in g	Masse 80°C (1) in g	Masse 80°C (2) in g	Masse 80°C (3) in g
06.08.2025 10:43 Uhr	0 Stunden	446,1	358,5	423,9	419,0	448,5	372,1
06.08.2025 12:47 Uhr	ca. 2 Stunden	434,6	346,7	412,0	393,7	423	347,5
07.08.2025 10:41 Uhr	ca. 24 Stunden	403,4	324,5	380,7	372,8	394,4	330,7
08.08.2025 10:39 Uhr	ca. 48 Stunden	403,1	324,3	380,5	372,8	394,3	330,8
Probe		60°C (1)	60°C (2)	60°C (3)	80°C (1)	80°C (2)	80°C (3)
absolute Massedifferenz nach 24 Stunden in g		-42,7	-34,0	-43,2	-46,2	-54,1	-41,4
relative Massedifferenz nach 24 Stunden in %		-9,6	-9,5	-10,2	-11,0	-12,1	-11,1

Vor dem ursprünglichen Compoundierungsprozess werden das PBS-Granulat und die Cellulosefasern bei 60°C für mindestens 24 Stunden in einem Trockenschrank gelagert. Die besonders feuchtigkeitsempfindlichen Cellulosefasern werden dabei vor dem Extrusionsprozess

in einen Vakuumschrank umgelagert, wo sie für mindestens eine Stunde bei 60°C und 60 mbar aufbewahrt werden. So wird die aus der Luft aufgenommene Feuchtigkeit entfernt, die die Verarbeitung beeinträchtigt. Für die Wiederverarbeitungsprozesse wird das faserverstärkte Kunststoffgranulat bei 80°C für mindestens 24 Stunden gelagert, da es nach der Extrusion als Filament durch Eintauchen im Wasserbad Feuchtigkeit aufnimmt. Die Trocknung bei erhöhter Temperatur führt hier zu einem größeren Feuchtigkeitsverlust. Diese Erkenntnis ergibt sich aus Massebestimmungen von jeweils drei PBS-NFK-Granulatproben nach Lagerungen bei 60°C und 80°C (vgl. Tabelle 3).

Im Vorfeld der eigentlichen Compoundierungsprozesse werden Vorversuche unternommen, um eine problemlos verarbeitbare Materialzusammensetzung und dafür bestmögliche Prozessparameter zu ermitteln. So wird zunächst ein Eindruck der Verarbeitung von PBS-Granulat ohne jegliche Additive erhalten. Anschließend wird faserverstärkter Kunststoff unter Beimischung von Cellulosefasern mithilfe der Seitendosierung hergestellt. Schließlich wird MA-PLA als Haftvermittler hinzugefügt, wobei dieses pulverförmige Material aufgrund der ähnlichen Partikelgröße mit den Cellulosefasern vermenzt und gemeinsam über die Seitendosierung hinzugefördert wird.

Im Rahmen der Vorversuche wird neben *NaturePlast PBI 003* auch *NaturePlast PBE 003* [24] hinsichtlich der Verarbeitbarkeit untersucht. Bei letzterem handelt es sich ebenfalls um PBS-Granulat, welches jedoch für die Verarbeitung mittels Profilextrusion ausgelegt ist. Im Vergleich zur Spritzgussvariante (*PBI 003*) weist dieses Material eine höhere Schmelzviskosität auf. Es wird mit beiden Kunststoffvarianten ein stabiler Extrusionsprozess erreicht. Hinsichtlich der geplanten Prüfverfahren wird entschieden, dass die Variante *PBI 003* aufgrund der geringeren Viskosität für diese Arbeit geeigneter ist.

Ebenfalls werden zwei verschiedene Celluloseverstärkungsfasern getestet. Neben den bereits beschriebenen *ARBOCEL FD 40*-Fasern wird auch die Variante *ARBOCEL C 100* (vgl. Abbildung 55 im Anhang) betrachtet. Bei letzterer handelt es sich um Holzpulver, welches als Verstärkungsfasern für PBS im Vergleich zu den *FD 40*-Fasern eine etwas rauere Filamentoberfläche bewirkt und daher in dieser Arbeit nicht weiter verwendet wird.

Während der Verarbeitung unter Beimischung von MA-PLA werden wiederum keine Unterschiede im Prozess gegenüber der Dosierung von reinen Cellulosefasern festgestellt. Auf Basis des Datenblatts (vgl. Abbildung 54 im Anhang) wird entschieden, den Masseanteil des beigemischten Haftvermittlers auf ein Zehntel des Fasermassenanteils festzulegen (z.B. 3 % Haftvermittler bei 30 % Fasern und 67 % Matrix).

Um die Verarbeitbarkeit der Materialkombination zu untersuchen, wird der höchste Faser-massenanteil ermittelt, bei dem zuverlässig ein stabiler Extrusionsprozess erreicht werden kann. Bei Faseranteilen oberhalb von 25 Massenprozent ist das geförderte Filament relativ rau (vgl. Abbildung 12) und spröde, weshalb es im Wasserbad häufig nach einigen Minuten des kontinuierlichen Prozesses abrupt zerbricht. Diese Beobachtung wird bei beiden getesteten Verstärkungsfaservarianten aufgestellt. In dieser Arbeit wird daher Granulat mit einem Massenanteil von 25 % Cellulosefasern, 2,5 % MA-PLA-Haftvermittler und infolgedessen 72,5 % PBS-Matrix angefertigt.

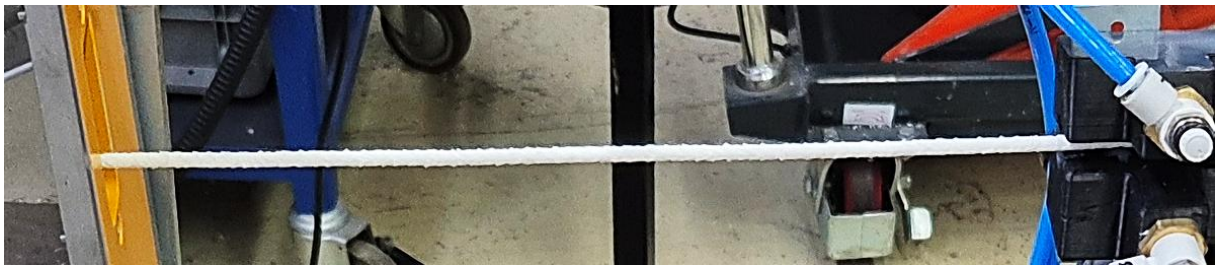


Abbildung 12: Rausches PBS-NFK-Filament vor der Granulierung

Ebenfalls werden möglichst niedrige Verarbeitungstemperaturen gesucht, mit welchen ein stabiler Extrusionsprozess erreicht werden kann. So soll die thermische Belastung auf Fasern und Matrix während der Verarbeitungsprozesse gering gehalten werden. Das Temperaturprofil wird von der Förderzone bis zur Extruderdüse zunehmend eingestellt, wobei der Temperaturanstieg in der Förderzone (etwa Zone 1 bis Zone 4) deutlich steiler ist als beim Rest des Extruders. Es wird beobachtet, dass die Kunststoffschmelze bei Düsentemperaturen unterhalb von 160°C ungleichmäßig gefördert wird und der Durchmesser des Filaments deshalb inkonsistent ist (vgl. Abbildung 13). Dies ist durch die höhere Viskosität der Schmelze zu begründen und kann insbesondere mit beigemischten Verstärkungsfasern zu spröden Brüchen des Filaments im Wasserbad führen. Eine Düsentemperatur von 160°C wird daher für diese Materialkombination als ideal angesehen, das komplette Temperaturprofil ist Tabelle 4 zu entnehmen.

Tabelle 4: Temperaturzonen des COLLIN-Extruders (von der Förderzone bis zur Extruderdüse)

Zone	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Temperatur in °C	40	80	100	120	135	145	150	155	160	160

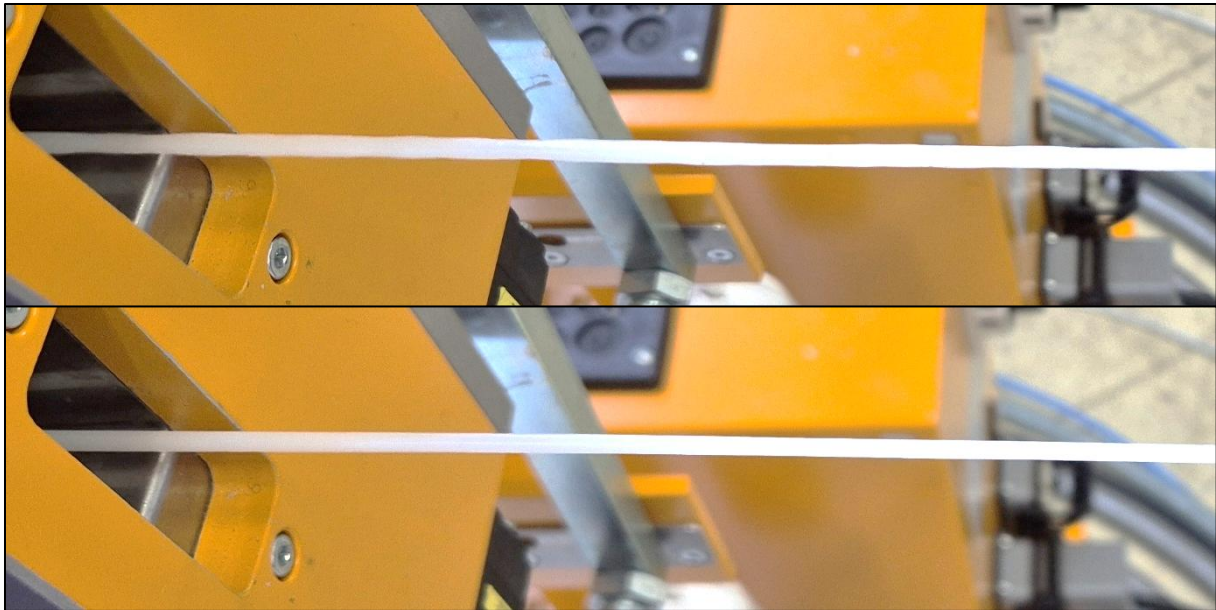


Abbildung 13: Extrudiertes PBS-Filament bei Düsentemperatur von 155°C (oben, mit inkonsistentem Durchmesser) und 165°C (unten, mit konsistentem Durchmesser)

Die Dosierate, Schneckendrehzahl und Granulatorgeschwindigkeit werden im Rahmen der Vorversuche ebenfalls angepasst, um eine ideale Kombination zu ermitteln. Während eine schnellere Materialförderung prinzipiell eine effizientere Extrusion ermöglicht, verringert sich auch die Stabilität des Prozesses. Da das extrudierte Filament mit einer größeren Geschwindigkeit eingezogen werden muss, ist es auch anfälliger für spröde Brüche, wenn es zu Unregelmäßigkeiten bei der Materialförderung kommt. Dabei ist ebenfalls zu erwähnen, dass das Filament zur Initiierung des Prozesses manuell in den Granulator geleitet werden muss, was nicht ohne einen gewissen Materialverlust möglich ist. Bei hoher Dosierate bedeutet dieser Materialverlust, dass eine insgesamt größere Menge an PBS-NFK compoundingiert werden muss, damit es für die Durchführung von acht Wiederverarbeitungszyklen ausreicht. Die Schneckendrehzahl muss zudem an die Dosierungsrate angepasst werden, sodass das Schneckendrehmoment nicht zu groß wird und ein Risiko für technische Defekte des Extruders darstellt. Für die Compounding stellen sich eine Dosierungsrate von $3 \text{ kg} \cdot \text{h}^{-1}$ (gemäß Massenanteil auf Feeder 1 und Feeder 2 aufgeteilt), eine Schneckendrehzahl von 50 min^{-1} und eine Granulator-drehzahl von etwa „1,7“ am Potentiometer als verlässlich heraus. Dies resultiert in einem relativen Schneckendrehmoment von etwa 73 % (vom maximalen Drehmoment 90 Nm) sowie einem Druck von etwa 38 bar.

Im Rahmen der Compounding und Wiederverarbeitung des PBS-NFK-Granulats wird an jedem Arbeitstag, nachdem ein stabiler Extrusionsprozess erarbeitet wurde, der spezifische mechanische Energieeintrag (SME) des Systems ermittelt. Dabei handelt es sich um die Arbeit,

die der Schneckenantrieb während der Extrusion auf eine bestimmte Masse extrudierten Materials ausübt. Der SME ist ein prozesscharakteristischer Wert, welcher von den technischen Daten des Extruders sowie den Eigenschaften des verarbeiteten Materials abhängt [27]. In dieser Arbeit wird der SME verwendet, um den Prozess innerhalb eines Verarbeitungszyklus auf statistische Inkonsistenzen zu kontrollieren. Dies ist notwendig, da an jedem Tag die Dosiersysteme hinsichtlich der Masse an gefördertem Material kalibriert werden müssen und deutlich unterschiedliche SME-Werte auf abweichende Fasermassenanteile hinweisen können. Darüber hinaus soll geprüft werden, ob bei zunehmender Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen der SME abnimmt und dies auf Verringerungen der Polymerkettenlängen und Faservolumina zurückgeführt werden kann. Der SME wird anhand folgender Formel berechnet [27]:

$$SME = \frac{T \cdot N \cdot P}{T_{\max} \cdot N_{\max} \cdot Q} \quad (1)$$

T: Antriebsdrehmoment in Nm

$T_{\max}$: maximales Antriebsdrehmoment in Nm

N: Schneckendrehzahl in min^{-1}

$N_{\max}$: maximale Schneckendrehzahl in min^{-1}

P: maximale Antriebsleistung in W

Q: gemessener Materialdurchsatz in $\text{kg} \cdot \text{h}^{-1}$

Die Messung des SME erfolgt, indem bei den gewünschten Prozessparametern innerhalb eines gewissen Zeitraums die Masse des extrudierten Materials ermittelt wird. Die Kontrolle der Zeit und die Abtrennung des Materialstrangs erfolgen manuell, weshalb von einer gewissen statistischen Ungenauigkeit ausgegangen werden muss. Während dieser Zeiträume ist außerdem das relative Schneckenantriebsdrehmoment $\frac{T}{T_{\max}}$ zu notieren. In dieser Arbeit wird ein Zeitraum von jeweils einer Minute betrachtet, wobei die Messung zum Erreichen einer besseren statistischen Genauigkeit dreimal hintereinander durchgeführt wird. Der COLLIN-Extruder besitzt eine maximale Schneckendrehzahl von 460 min^{-1} und eine maximale Antriebsleistung von 9 kW. Eine Übersicht aller ermittelten SME-Werte ist Tabelle 13 im Anhang zu entnehmen.

Auf Basis der Vorversuche und der dabei ermittelten idealen Prozessparametern wird anschließend die Compoundierung des PBS-NFK-Granulats durchgeführt („Zyklus 0“ der Verarbeitung). Der Prozess wird über einen Zeitraum von sieben Arbeitstagen durchgeführt, wobei der Druck im Extruder zwischen 38 bar und 40 bar variiert. Insgesamt werden etwa 44 kg

Granulat angefertigt, wovon ein Drei-Liter-Eimer mit etwa 1,7 kg Granulat für die Materialprüfung aufbewahrt wird. Zu diesem Zeitpunkt ist unklar, wie viel Material bei acht Wiederverarbeitungszyklen durch Kalibrierungsprozesse und etwaige Prozessschwierigkeiten verloren gehen wird. Daher wird in diesem Schritt eine scheinbar große Menge an Granulat produziert, obwohl insgesamt nur etwa 10 kg Material für die Analyseverfahren eingeplant wird.

Der Compoundierungsprozess verläuft nicht immer einwandfrei. Mehrfach wird festgestellt, dass der Druck im Extruder spontan abfällt (mitunter auf nur 27 bar), wobei die Oberfläche des geförderten Filaments merklich glatter ist. Es ist anzunehmen, dass in diesen Fällen nicht genügend Cellulosefasern über den Seitendosierer beigemischt werden. Wahrscheinlich haften die Fasern im Einfüllzylinder teilweise aneinander und behindern so die gleichmäßige Dosierung, obwohl genau dies durch den Rührmechanismus verhindert werden soll. In einer Situation muss die Kalibrierung des Massedurchsatzes von Feeder 2 erneut durchgeführt werden, da es den Anschein hat, dass diese zuvor durch ungleichmäßige Materialförderung verfälscht wurde. Während das unter diesen deutlichen Prozessfehlern produzierte Granulat entsorgt wird, kann dennoch nicht ausgeschlossen werden, dass es aufgrund kleinerer Inkonsistenzen zu Schwankungen im Fasermassenanteil des hergestellten Granulats kommt.

Eine Übersicht der spezifischen mechanischen Energieeinträge, die im Laufe der Compoundierungsprozesse ermittelt werden, ist in Tabelle 5 angegeben. Auffällig ist, dass sowohl die Mittelwerte als auch die Standardabweichungen an den verschiedenen Arbeitstagen variieren. Insbesondere der erste Arbeitstag weist eine sehr hohe Standardabweichung auf, was womöglich auf fehlende Routine und die statistische Ungenauigkeit des Messverfahrens zurückzuführen ist. Ebenfalls fällt der sechste Arbeitstag auf, bei dem der SME deutlich über dem Gesamtmittelwert liegt und die Standardabweichung innerhalb dieses Tages jedoch sehr gering ist. Es werden ansonsten keine Unterschiede im Prozessablauf festgestellt, allerdings wird an diesem Tag auch nur etwa 1 kg Granulat hergestellt. Nichtsdestotrotz vermitteln auch die SME-Messungen den Eindruck, dass der Extrusionsprozess selbst eine gewisse statistische Inkonsistenz beinhaltet, die womöglich auf die bereits erwähnte Faserdosierung zurückgeführt werden kann. Darüber hinaus ist zu erwähnen, dass zur Lagerung des produzierten Materials ein Großraumsack verwendet wird. So wird das über mehrere Tage angefertigte Granulat in einem großen Behälter durchmischt, um die Gesamtmenge an Granulat wieder möglichst zu homogenisieren. Auf diese Weise soll ermöglicht werden, dass das für die Prüfverfahren entnommene Granulat repräsentativ für den gesamten Compoundierungsprozess ist und das restliche Material gleichmäßig wiederverarbeitet werden kann.

Tabelle 5: Mittelwert und Standardabweichung der ermittelten spezifischen mechanischen Energieeinträge während Zyklus 0

Arbeitstag	1	2	3	4	5	6	7	gesamt
SME _m in Wh·kg ⁻¹	255,6	235,1	236,2	226,7	228,6	250,6	220,5	236,2
SME _s in Wh·kg ⁻¹	30,8	4,6	4,6	5,3	13,5	0,9	8,6	16,6

Für die Wiederverarbeitungsverfahren werden zunächst die gleichen Prozessparameter verwendet wie beim Compoundierungsprozess. Allerdings wird nun das faserverstärkte Kunststoffgranulat mittels Feeder 1 dosiert, während die zuvor für Fasern und Haftvermittler genutzte Seitendosierung nicht weiterverwendet wird.

Beim ersten Wiederverarbeitungszyklus fällt schnell auf, dass die Granulatordrehzahl leicht erhöht werden muss (von etwa „1,7“ auf etwa „1,9“), um einen gleichmäßigen Einzug des geförderten Filaments zu bewirken. Die erhöhte Einzuggeschwindigkeit verhindert, dass sich das Filament im Wasserbad staucht. Es ist anzunehmen, dass das geförderte Filament etwas dünner als bei Zyklus 0 ist, was wiederum auf eine niedrigere Viskosität der Schmelze nach dem Austritt aus der Extruderdüse hinweist. Ebenfalls fällt auf, dass der Düsendruck im Extruder nur noch etwa 32 bar beträgt und im Vergleich zu Zyklus 0 um etwa 7 bar gesunken ist. Dies lässt ebenfalls auf eine leichtere Fließfähigkeit der Kunststoffschmelze schließen. Zudem ist möglich, dass die Cellulosefasern im Gegensatz zu Zyklus 0 schon über den gesamten Extrusionsprozess gleichmäßig in der Schmelze dispergiert sind oder während des Compoundierungsprozesses bereits zerkleinert wurden. Dadurch ließen sich die Fasern leichter mitschwemmen. Eine Veränderung des Schneckendrehmoments kann nicht wahrgenommen werden.

Der Ablauf der folgenden Wiederverarbeitungszyklen entspricht dem von Zyklus 1, wobei ähnliche Effekte wahrgenommen werden: Der Druck im Extruder sinkt tendenziell mit zunehmender Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen ab (vgl. Tabelle 6 und Abbildung 14), während die Granulatordrehzahl leicht erhöht werden muss. Die wiederholte Verarbeitung im Extruder scheint also eine Verringerung der Viskosität der faserverstärkten Kunststoffschmelze zu bewirken. Dabei ist auffällig, dass es auch bei späteren Zyklen zu kurzfristigen Variationen des Düsendrucks kommt. Dies ermittelt den Anschein, dass trotz der Lagerungsmethode zwischen den Extrusionsprozessen teilweise noch Unterschiede in der Materialzusammensetzung des verarbeiteten Granulats wahrgenommen werden können. Ebenso wahrscheinlich ist jedoch, dass auch Feeder 1 keine perfekt gleichmäßige Dosierung garantieren kann und dass der Extrusionsprozess selbst eine gewisse statistische Varianz vorweist.

Tabelle 6: Spezifischer mechanischer Energieeintrag (Mittelwert und Standardabweichung) sowie gemessener Düsendruck der verschiedenen Verarbeitungszyklen

Zyklus	0	1	2	3	4	5	6	7	8
SME_m in $Wh \cdot kg^{-1}$	236,2	240,2	240,6	237,4	237,8	236,2	237,1	233,0	229,4
SME_s in $Wh \cdot kg^{-1}$	16,6	7,4	12,7	6,8	7,9	7,6	10,1	4,9	10,8
Düsendruck in bar	39	32	30	30	28	26	23	22	23

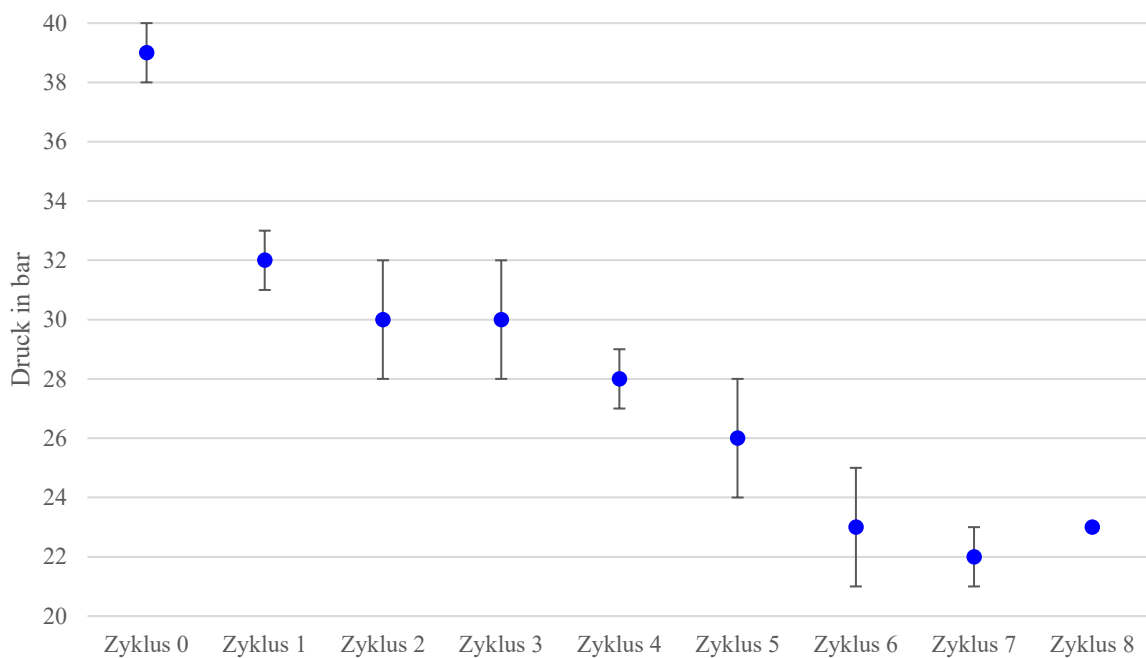


Abbildung 14: Gemessener Düsendruck im Extruder während der verschiedenen Verarbeitungszyklen

Die Messung des SME offenbart keine klare Änderung der Verarbeitungseigenschaften des Materials bei zunehmender Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen. Die jeweiligen Standardabweichungen sind zu groß, um einen eindeutigen Zusammenhang herzustellen, auch wenn sie niemals größer als die von Zyklus 0 werden (vgl. Tabelle 6 und Abbildung 15). Einzig bei den letzten beiden Zyklen scheint eine leichte Abnahme des spezifischen mechanischen Energieeintrags gegenüber den vorherigen Prozessen erkennbar zu sein, was auf eine leichtere Verarbeitbarkeit des Materials hinweisen kann. Werden nur die Mittelwerte betrachtet, weisen

Zyklus 1 und 2 die höchsten SME-Werte auf. Auch wenn die SME-Werte selbst keinen deutlichen Vergleich ermöglichen, scheint eine tendenzielle Korrelation mit der Entwicklung des Extruderdüsendrucks und der Fließfähigkeit der extrudierten Kunststoffschmelze feststellbar.

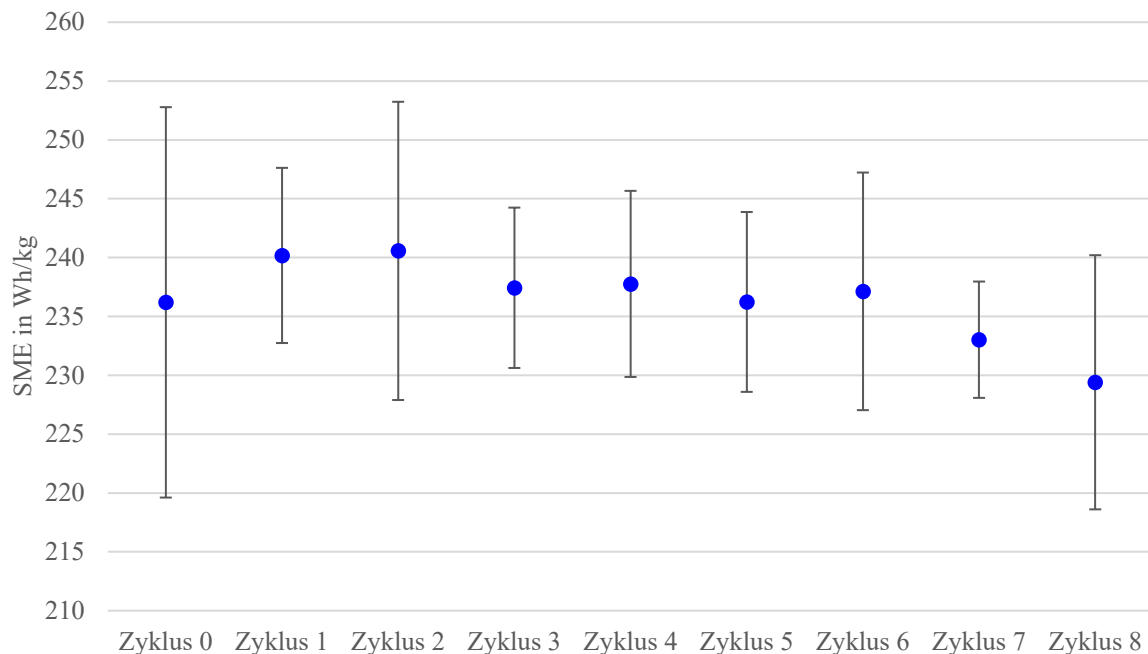


Abbildung 15: Spezifischen mechanischen Energieeintrag (Mittelwert und Standardabweichung) der verschiedenen Verarbeitungszyklen

Nach Zyklus 1 wird festgestellt, dass die Menge an Materialverlust deutlich geringer ist als ursprünglich kalkuliert. Aus diesem Grund werden von Zyklus 1, 2, 4, 6 und 8 jeweils zwei 3-Liter-Eimer (etwa 3,4 kg Granulat) zur Analyse behalten. Am Ende von Zyklus 8 sind schließlich noch etwa 10 kg überschüssiges Granulat übrig, welches für Vorversuche der später durchgeführten Verarbeitungs- und Analyseprozesse verwendet wird.

3.3. Quasistatische Zugversuche

Die mechanischen Eigenschaften zählen zu den wichtigsten Qualitätsmerkmalen eines Werkstoffs in technischen Anwendungen. Diese spielen dementsprechend auch eine zentrale Rolle bei der Recyclingfähigkeit von Materialien. Faserverstärkte Kunststoffe zeichnen sich durch ihre vergleichsweise hohen Festigkeiten und Steifigkeiten bei Zugbelastungen in Faserrichtung aus, da diese bestmöglich durch die Fasern getragen werden können. Zur Evaluation der

Qualität des wiederverarbeiteten PBS-NFK werden daher quasistatische Zugversuche durchgeführt.

Für die mechanischen Prüfverfahren werden aus dem aufbewahrten Granulat der verschiedenen Fertigungsverfahren (Zyklus 0, 1, 2, 4, 6 und 8) „knochenförmige“ Schulterprobekörper hergestellt [28]. Die Probekörper haben folgende Abmessungen:

- Gesamtlänge: ca. 170 mm
- Länge des engen parallelen Teils: $80 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$
- Breite an den Enden: $20 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$
- Breite des engen Teils: $10 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$ und
- Dicke: $4 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$.

Die Prüfstäbe werden anhand eines Spritzgussverfahrens hergestellt. Das Spritzgießen zählt zu den am häufigsten verwendeten Verarbeitungsmethoden von Kunststoffen und wird typischerweise zur automatischen Fertigung von thermoplastischen Bauteilen eingesetzt. Dabei wird flüssiger Kunststoff aus einer Einspritzeinheit in den Hohlraum eines Gusswerkzeugs befördert. [11] Beigemischte Kurzfasern richten sich entlang der Strömungsrichtung der Kunststoffschmelze aus [8].

Der grundsätzliche Aufbau der Einspritzeinheit einer Spritzgussmaschine ähnelt dem eines Extruders. In beiden Fällen wird Material über einen Massebehälter in einen beheizten Zylinder gefüllt, wo es anhand einer Förderschnecke plastifiziert und in Richtung einer Düse gefördert wird. Die Förderschnecke kann gleichermaßen in eine Förderzone, Kompressionszone und Meteringzone eingeteilt werden. Bei einer Spritzgussmaschine lässt sich die Schnecke jedoch entlang des Förderzylinders verfahren. Im Gegensatz zum kontinuierlichen Förderprozess der Extrusion wird die Kunststoffschmelze aufgrund des aus der Schneckenverschiebung resultierenden Drucks aus der Düse gefördert. Beim Spritzgießprozess fährt die Einspritzeinheit dementsprechend an die Angussbuchse des Werkzeugs, ehe die Kunststoffschmelze durch die Düse in den Hohlraum gespritzt wird. Meistens wird nach dem ursprünglichen Einspritzvorgang mithilfe von Nachdruck weiteres Material in das Werkzeug befördert, um die Volumenschwindung von Thermoplasten während der Abkühlung zu kompensieren. Anschließend öffnet sich das Werkzeug zur Entnahme des Bauteils, während die Einspritzeinheit zurückfährt und weiteres Material zur Düse fördert (vgl. Abbildung 16). Dieser Ablauf kann automatisiert und so zur Massenproduktion von Kunststoffteilen angewendet werden. [11]

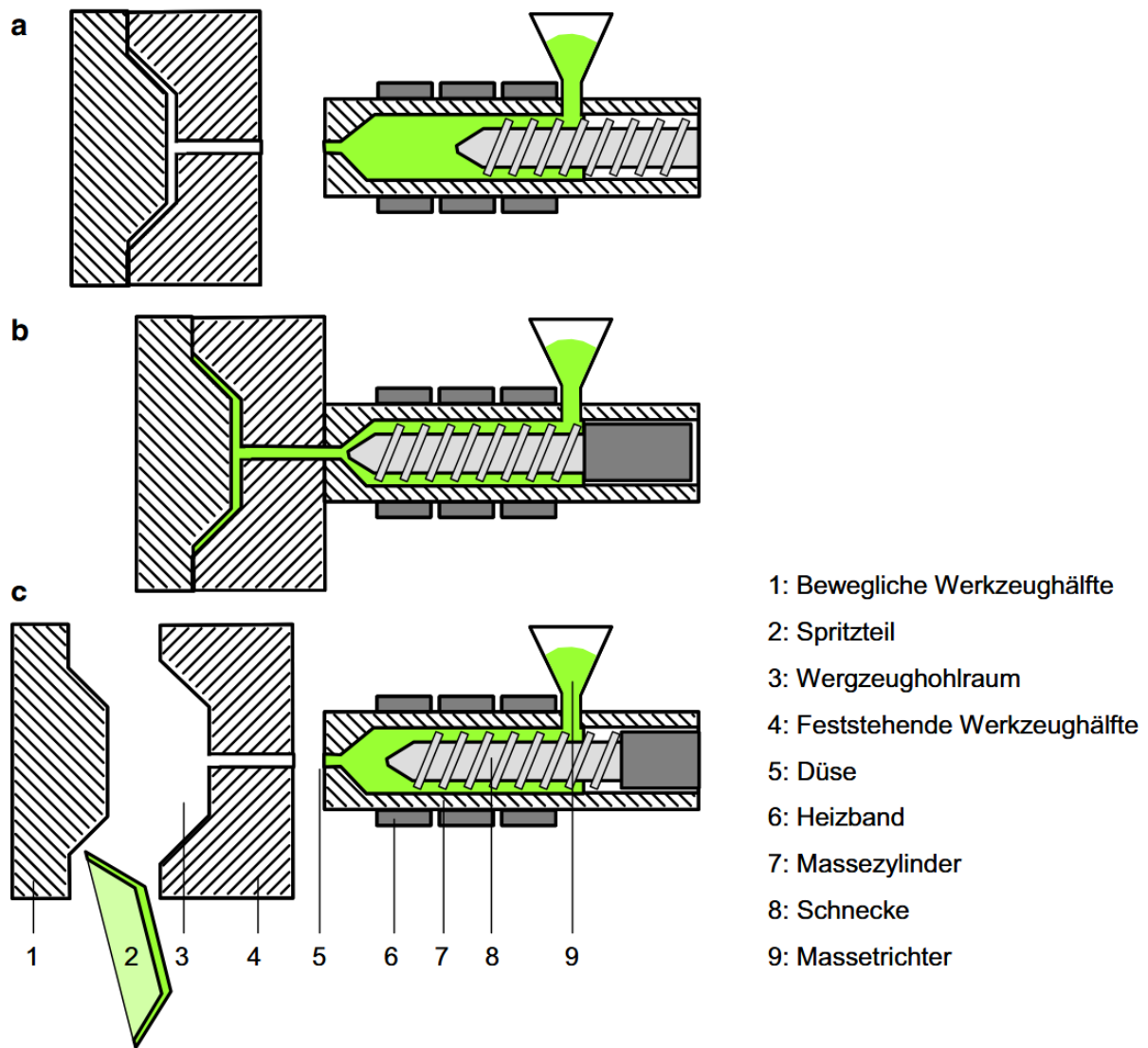


Abbildung 16: Schematischer Aufbau und Funktionsweise einer Spritzgussmaschine [11]

Für die Anfertigung der Probestäbe wird die von der ARBURG GMBH + CO KG entwickelte Spritzgussmaschine 370 A eingesetzt. Ähnlich wie beim Extrusionsprozess werden an der Spritzgussmaschine Vorversuche unternommen, um Prozessparameter für eine Anfertigung von idealen Probekörpern zu identifizieren. Zu den wichtigsten Parametern zählt dabei das Temperaturprofil der Einspritzeinheit, welches vom Einfüllbereich bis zur Düse in sechs Zonen unterteilt ist und die Viskosität der Kunststoffschmelze beeinflusst. Ähnlich wie beim Extrusionsprozess soll die Temperatur und dadurch die thermische Belastung des Materials möglichst gering gehalten werden, allerdings nicht so niedrig, dass ein besonders hoher Druck für den Einspritzvorgang erforderlich ist. Ebenfalls ist das Einspritzvolumen zu ermitteln, sodass die Formteile weder Einbuchtungen in der Oberfläche durch Unterfüllung noch Gratbildung

durch Überfüllung aufweisen. Der Materialvolumenstrom lässt sich auch anpassen, es soll anhand dieser Einstellung eine Einspritzzeit von etwa 0,4 s erreicht werden. Dieser Wert hat sich bei der Spritzgussmaschine fürs Erreichen einer bestmöglichen Formteilqualität etabliert. Bei Verwendung eines Nachdrucks sind wiederum dessen Dauer und Volumenstrom separat anzupassen, wobei letzterer bei etwa 80 % des Werts vom Einspritzvorgang liegen soll. Auch die Dauer der Restkühlzeit vor der Öffnung des Werkzeugs lässt sich einstellen.

Zur Ermittlung der idealen Prozessparameter wird ein Teil des überschüssigen Granulats von Zyklus 8 verwendet. Es werden einige Formteile unter Variation der genannten Prozessparameter angefertigt, von denen jeweils zwei Schulterprobekörper abgetrennt werden können (vgl. Abbildung 17). Die Formteile werden hinsichtlich Oberflächenbeschaffenheit und Gratbildung untersucht. Zum Vergleich der Probekörper werden die Abmessungen mithilfe eines Messschiebers kontrolliert sowie Massebestimmungen durchgeführt.



Abbildung 17: Mittels Spritzguss angefertigtes Formteil, welches zwei Schulterprobekörper beinhaltet

Es werden letztlich Parameter identifiziert, mit denen das Werkzeug bestmöglich ausgefüllt wird und Druck und Einspritzzeit während des Prozesses zufriedenstellend sind. Die einzelnen Probekörper besitzen eine Masse von etwa 12,1 g, das gesamte Formteil eine Masse von etwa 40,3 g. Das Temperaturprofil ist in Tabelle 7 angegeben, die restlichen Parameter lauten wie folgt:

- Dosiervolumen: 33,25 cm³
- Volumenstrom (Einspritzen): 105 cm³·s⁻¹
- Dauer des Nachdrucks: 4 s und
- Restkühlzeit: 20 s.

Tabelle 7: Temperaturprofil der Einspritzeinheit der Spritzgussmaschine

Zone 1 (Einzug)	Zone 2	Zone 3	Zone 4	Zone 5	Zone 6 (Düse)
35°C	150°C	155°C	160°C	165°C	170°C

Die Anfertigung der Probekörper auf Basis dieser Parameter verläuft ohne Probleme. Auffällig ist eine Veränderung des resultierenden Einspritzdrucks abhängig von der Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen des verarbeiteten Materials. Folgende Drücke werden während der Spritzgussprozesse für die verschiedenen Fertigungsvarianten gemessen (vgl. Abbildung 18):

- Zyklus 0: 1140 bar
- Zyklus 1: 1100 bar
- Zyklus 2: 910 bar
- Zyklus 4: 990 bar
- Zyklus 6: 910 bar und
- Zyklus 8: 910 bar.

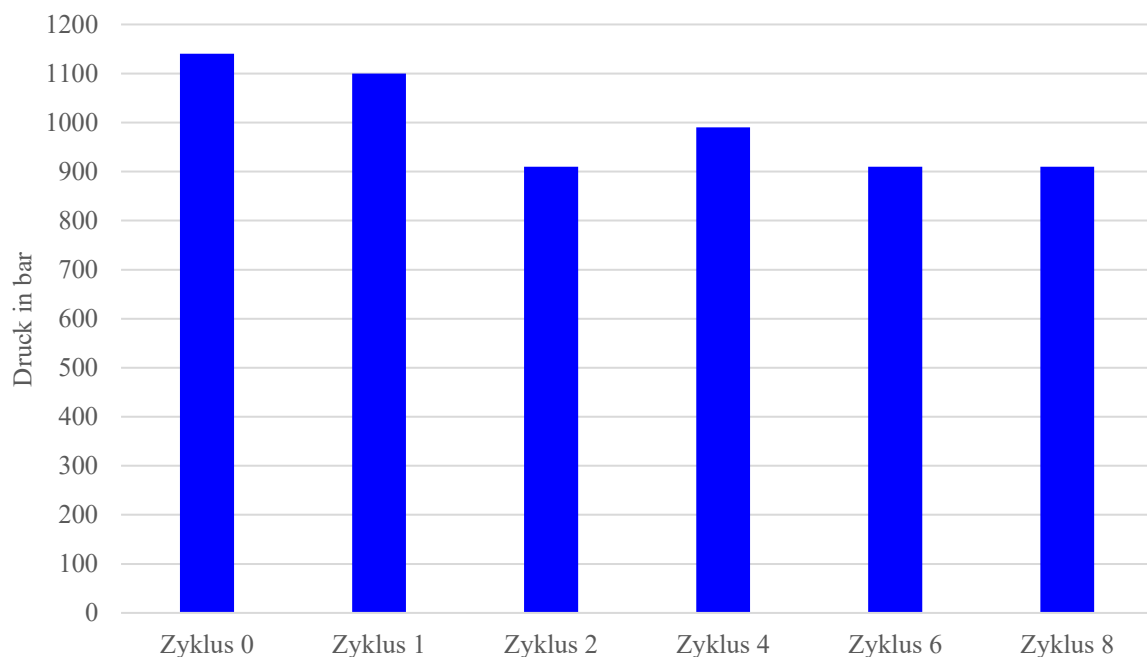


Abbildung 18: Gemessene Einspritzdrücke der Fertigungsvarianten im Spritzgussprozess

Der Einspritzdruck ist tendenziell niedriger, je häufiger der PBS-NFK wiederverarbeitet wird. Einzig die Druckzunahme von Zyklus 2 zu Zyklus 4 sticht als Ausreißer hervor.

Die Zugversuche werden auf Basis der DIN EN ISO 527 mit einer Universalprüfmaschine *BZ2-MM100TL.ZW01* der ZWICKROELL GMBH & Co.KG, ULM (vgl. Abbildung 19) durchgeführt. Die Probekörper werden vor der Prüfung dementsprechend bei etwa 23°C und 50 % Luftfeuchtigkeit konditioniert. Der Versuch erfolgt, indem der Probekörper an den Schultern durch zwei Klemmbacken befestigt wird. Eine dieser Klemmbacken befindet sich an einer Traverse, welche zur Erzeugung einer stetigen Belastung mit konstanter Geschwindigkeit verfahren wird. Zur Messung der Verformung des Probekörpers wird ein Fühler-Extensometer verwendet (vgl. Abbildung 20) [29]. Die Aufzeichnung und Auswertung der Versuche erfolgt mithilfe der von ZWICKROELL entwickelten Analysesoftware *testXpert II*. Insgesamt werden pro Fertigungsvariante fünf Probekörper geprüft.



Abbildung 19: ZwickRoell-Universalprüfmaschine

Zu den wichtigsten Kennwerten, die im Zugversuch ermittelt werden, zählen die Zugfestigkeit, die Bruchdehnung und der Elastizitätsmodul. Als Zugfestigkeit σ_m ist das erste (und meist einzige)

Maximum des Spannungsverlaufs definiert. Die auf den Probekörper wirkende Spannung ergibt sich wie folgt aus der anliegenden Kraft und der Querschnittsfläche des Körpers, wobei letztere für jede Probe individuell ermittelt wird [30]:

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (2)$$

σ : Spannung in MPa

F: Kraft in N

A: Querschnittsfläche in mm²



Abbildung 20: Prüfkörper und Extensometer vor Beginn des Zugversuches

Die Bruchdehnung ε_b entspricht dem letzten gemessenen Dehnungswert, ehe die Messung aufgrund des mechanischen Versagens des Probekörpers beendet wird. Aufgrund des eher spröden Bruchverhaltens ist dies hier definiert, sobald die anliegende Spannung auf weniger als 80 % der Zugspannung fällt. Die Dehnung lässt sich bei Verwendung eines Extensometers wie folgt berechnen [5] [30]:

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} \quad (3)$$

ε : Dehnung (dimensionslos)

ΔL : Änderung der Messlänge in mm

L_0 : Ursprüngliche Messlänge in mm

Der Elastizitätsmodul E ist ein Kennwert für die Steifigkeit des Materials und wird als Steigung der Spannungs-Dehnungs-Kurve zwischen den Dehnungswerten $\varepsilon_1 = 0,0005$ und $\varepsilon_2 = 0,0025$ berechnet [5] [30]:

$$E = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \quad (4)$$

E: Elastizitätsmodul in MPa

σ_1 : Spannungswert bei Dehnung ε_1 in MPa

σ_2 : Spannungswert bei Dehnung ε_2 in MPa

Die Prüfgeschwindigkeit beträgt während der Ermittlung des Elastizitätsmoduls $1 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ und während der restlichen Messung $10 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$. Jeder Versuch dauert etwa 63 Sekunden. Die Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zugproben von Zyklus 0 sind in Abbildung 21 dargestellt, die Diagramme der anderen Fertigungsvarianten sind in Abbildung 56 bis Abbildung 60 im Anhang gegeben. Das Bruchverhalten der Zyklus-0-Proben ist Abbildung 22 zu entnehmen. Die ermittelten Elastizitätsmoduln, Zugfestigkeiten und Bruchdehnungen aller Proben sind in Tabelle 14 im Anhang aufgelistet, die Mittelwerte und Standardabweichungen der jeweiligen Fertigungsvarianten können Tabelle 8 sowie Abbildung 23 entnommen werden.

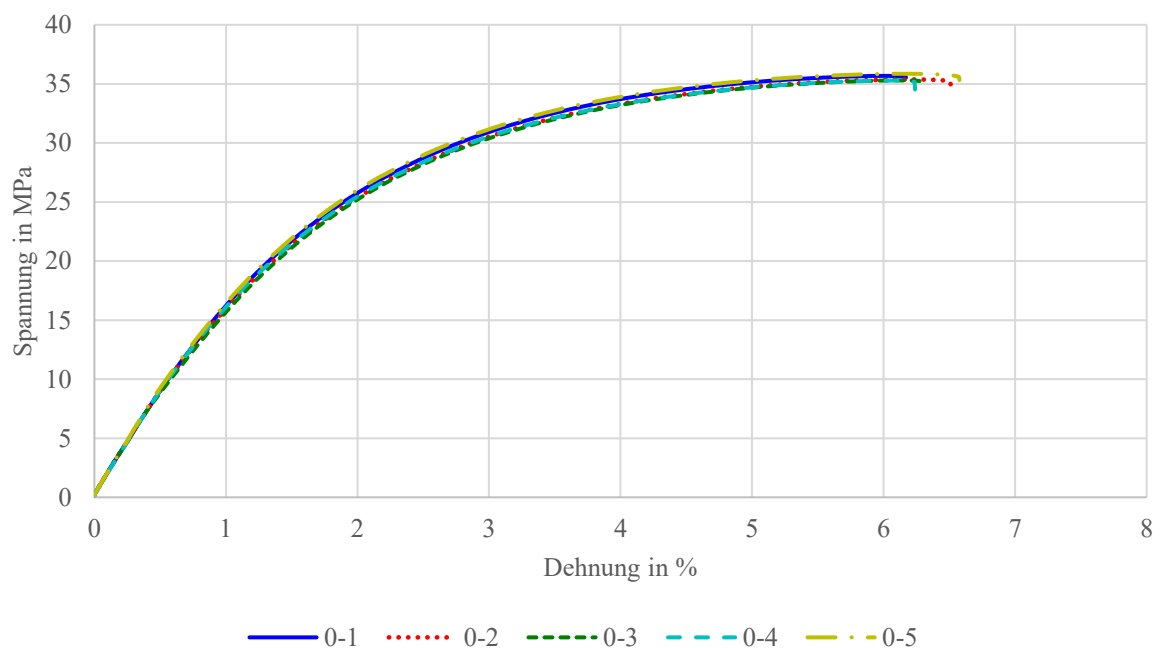


Abbildung 21: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-0-Proben im Zugversuch

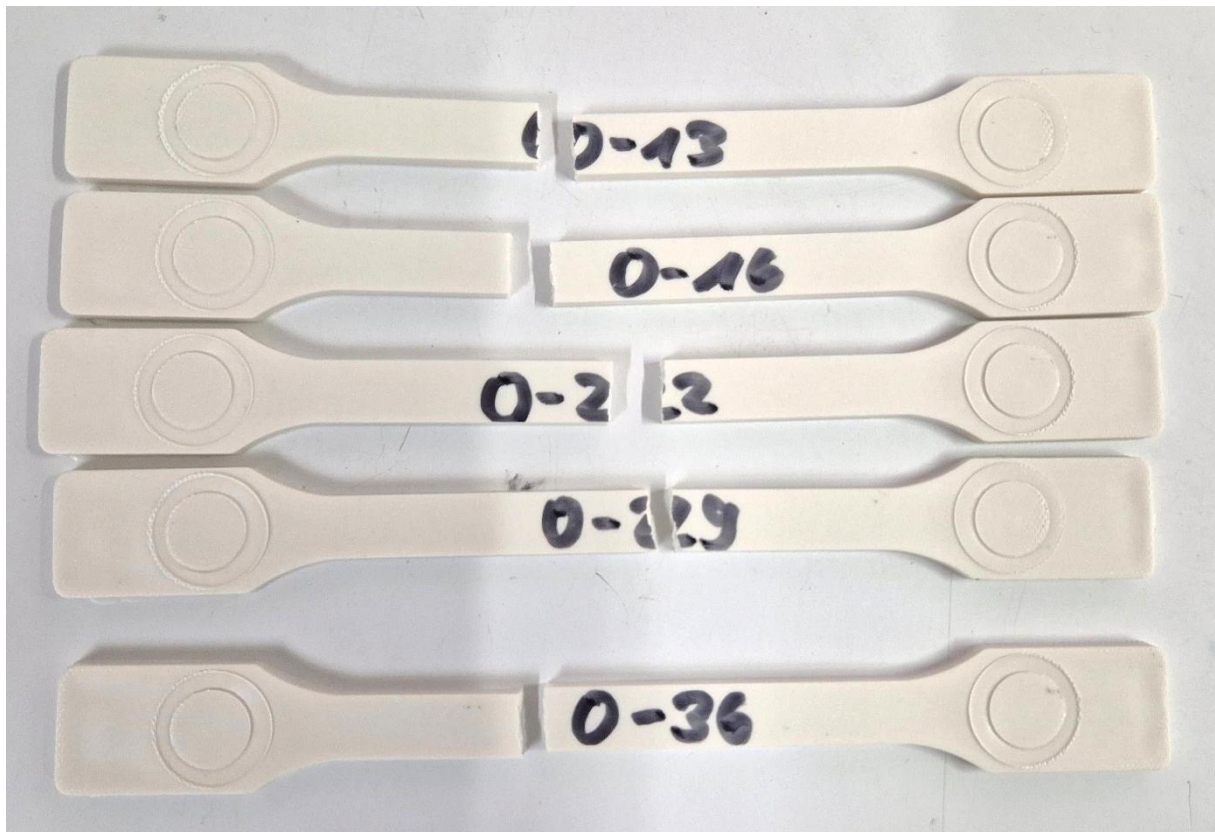


Abbildung 22: Bruchverhalten der Zyklus-0-Proben nach Zugbelastung

Tabelle 8: Mittelwerte und Standardabweichungen der in den Zugversuchen ermittelten Kennwerte

Fertigungsvariante	E in MPa	σ_m in MPa	ε_b in %
Zyklus 0	1777 ± 15	$35,50 \pm 0,10$	$6,36 \pm 0,18$
Zyklus 1	1790 ± 41	$34,03 \pm 0,13$	$6,56 \pm 0,22$
Zyklus 2	1754 ± 37	$30,79 \pm 0,06$	$6,71 \pm 0,12$
Zyklus 4	1635 ± 22	$31,84 \pm 0,28$	$6,70 \pm 0,33$
Zyklus 6	1643 ± 21	$31,60 \pm 0,27$	$6,70 \pm 0,38$
Zyklus 8	1649 ± 12	$32,14 \pm 0,15$	$6,94 \pm 0,22$

Die Elastizitätsmoduln und Zugfestigkeiten der Proben von Zyklus 0 und Zyklus 1 sind am höchsten, während die Proben mit mindestens vier Wiederverarbeitungszyklen jeweils deutlich niedrigere Werte aufweisen. Der mittlere Elastizitätsmodul der Proben von Zyklus 4 ist etwa 8 % geringer als der von Zyklus 0, während die mittlere Zugfestigkeit etwa 10 % niedriger ist.

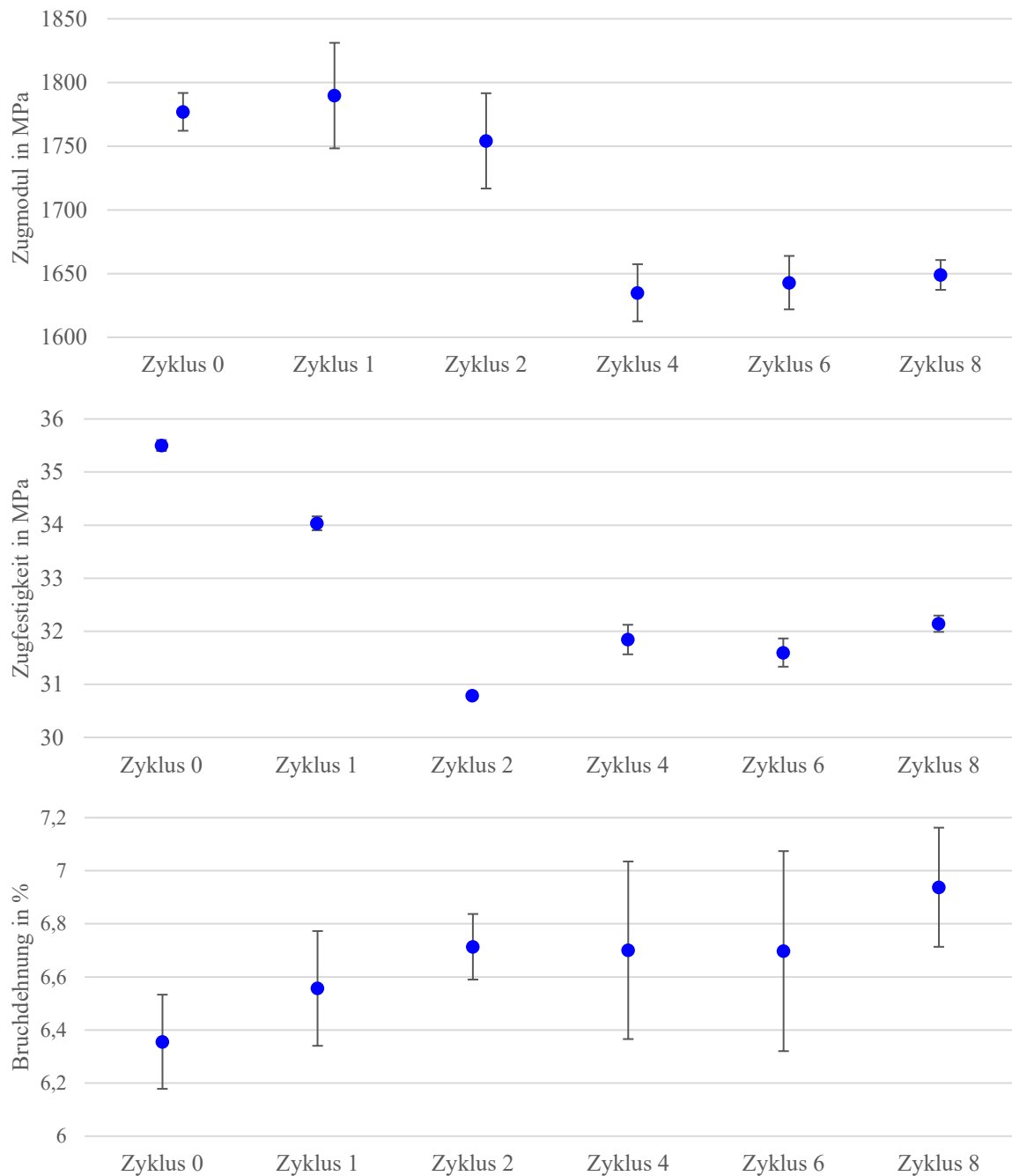


Abbildung 23: Mittelwerte und Standardabweichungen der in den Zugversuchen ermittelten Kennwerte

Die Steifigkeiten und Festigkeiten von Zyklus 6 und Zyklus 8 scheinen sich dabei nicht bemerkenswert von Zyklus 4 zu unterscheiden. Auffällig ist jedoch, dass die Proben von Zyklus 2 einen eher hohen Elastizitätsmodul besitzen, die mittlere Zugfestigkeit jedoch von allen Ferti- gungsvarianten am niedrigsten ist. Dies scheint also der erste Wiederverarbeitungszyklus zu sein, welcher die Eigenschaften des Materials bei Zugbelastung merklich beeinträchtigt. Es liegt nahe, dass die verringerte Zugfestigkeit angesichts des eher spröden Bruchverhaltens auf ein Versagen der Fasern oder der Faser-Matrix-Haftung zurückzuführen ist. Letzteres scheint

aufgrund der ermittelten Kennwerte wahrscheinlicher. Eine geschwächte Krafteinleitung in die Fasern kann mit einer Degradation des MA-PLA-Haftvermittlers oder der PBS-Matrix zusammenhängen. Die Cellulosefasern selbst scheinen nach zwei Wiederverarbeitungszyklen jedoch noch nicht bemerkenswert durch den Extrusionsprozess belastet worden zu sein, was die relativ hohe Steifigkeit erklären kann. Den Elastizitätsmoduln zufolge kommt es erst nach drei oder mehr Wiederverarbeitungszyklen zu Verschlechterungen der Faserstruktur. Darüber hinaus ist festzuhalten, dass die ermittelten Elastizitätsmoduln deutlich höher sind als der im Datenblatt des reinen Kunststoffes gegebene Modul (vgl. Abbildung 51 im Anhang). Die Beimischung von Cellulosefasern und MA-PLA-Haftvermittler weist also wie geplant eine Verstärkungswirkung auf.

Die Bruchdehnung der Zugproben scheint hingegen mit höherer Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen tendenziell zuzunehmen. Aufgrund der eher hohen Standardabweichungen kann kein spezifischer Zyklus identifiziert werden, welcher eine deutliche Änderung der Bruchdehnung bewirkt. Die mittlere Bruchdehnung der Zyklus-8-Proben ist aber etwa 9 % höher als die der Zyklus-0-Proben, was auf die Änderung der Materialeigenschaften hinweist. Dies lässt sich ebenfalls auf die Degradation von Polymerketten während des Extrusionsprozesses zurückführen, da kürzere Moleküle weniger intermolekulare Kräfte oder Verschlaufungen bilden und bei mechanischer Belastung einfacher voneinander abgleiten können [3]. Bei einem faserverstärkten Kunststoff hängt dieser Effekt mit der Faser-Matrix-Haftung zusammen, wie bei der Steifigkeit zu beobachten ist.

3.4. Quasistatische Dreipunkt-Biegeversuche

Um die verschiedenen PBS-NFK-Fertigungsvarianten hinsichtlich eines weiteren, in der Praxis häufig auftretenden mechanischen Belastungsfall zu untersuchen, werden quasistatische Dreipunkt-Biegeversuche durchgeführt [31]. Die Versuche erfolgen auf Basis der DIN EN ISO 178. Hierfür werden die Schultern einiger der in Kapitel 3.3 angefertigten Prüfkörper mit einer Bandsäge abgeschnitten, um rechteckige Prüfkörper mit einer Länge von 80 ± 2 mm zu erhalten [32].

Beim Dreipunkt-Biegeversuch wird der Prüfkörper auf zwei Auflagern platziert. Die Belastung erfolgt, indem eine verfahrbare Biegefinne von oben mit einer konstanten Traversengeschwindigkeit mittig auf den Prüfkörper herabdrückt (vgl. Abbildung 24 und Abbildung 25). Da der Prüfkörper folglich nach unten verbogen wird, tritt an der Prüfkörperunterseite eine Zugspannung, an der Oberseite jedoch eine Druckspannung auf. Innerhalb des Prüfkörpers bildet

sich dementsprechend ein betragsmäßig symmetrischer Spannungsgradient, sofern die Materialeigenschaften homogen sind (vgl. Abbildung 24). [31]

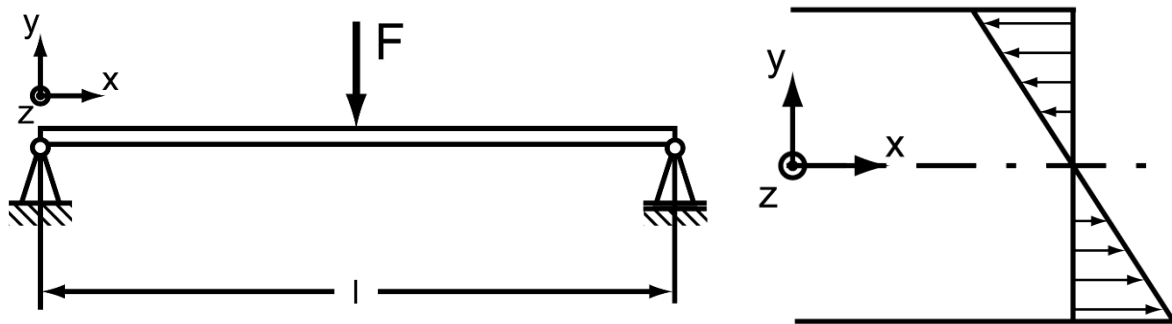


Abbildung 24: Schema des Dreipunkt-Biegeversuchs (links) und Biegespannungsverlauf innerhalb des Prüfkörpers (rechts) [9]

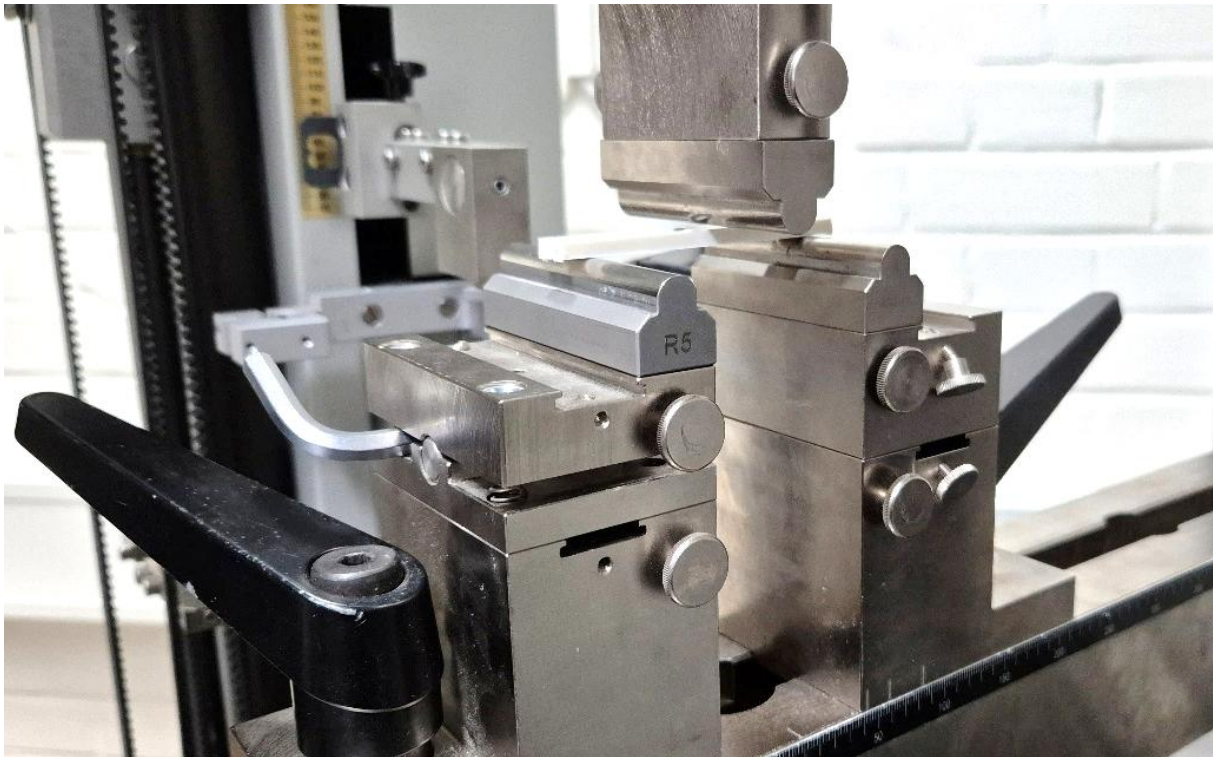


Abbildung 25: Auf Auflagern platzierter Prüfkörper vor Beginn des Biegeversuches

Analog zum Zugversuch werden Elastizitätsmoduln, Biegefestigkeiten und Bruchdehnungen zur Charakterisierung der Prüfkörper ermittelt. Dementsprechend ist die Biegefestigkeit als das gemessene Spannungsmaximum und die Bruchdehnung als der letzte vorm Bruch gemessene Dehnungswert definiert. Auch der Messbereich des Elastizitätsmoduls ist beim Biegeversuch der gleiche wie beim Zugversuch. [32] Die Spannung und Dehnung im Biegeversuch werden

jedoch anders als beim Zugversuch berechnet. Die Biegespannung ergibt sich aus folgender Formel [32]:

$$\sigma_f = \frac{3 \cdot F \cdot L}{2 \cdot b \cdot h^2} \quad (5)$$

σ_f : Biegespannung in MPa

F: Kraft in N

L: Auflagerabstand in mm

b: Breite des Probekörpers in mm

h: Dicke des Probekörpers in mm

Zur Berechnung der Biegedehnung dient folgende Formel [32]:

$$\varepsilon_f = \frac{6 \cdot s \cdot h}{L^2} \quad (6)$$

ε_f : Biegedehnung (dimensionslos)

s: Gemessene Durchbiegung in mm

h: Dicke des Probekörpers in mm

L: Auflagerabstand in mm

Die Berechnung des Elastizitätsmoduls erfolgt beim Biegeversuch und Zugversuch analog [32]:

$$E_f = \frac{\sigma_{f2} - \sigma_{f1}}{\varepsilon_{f2} - \varepsilon_{f1}} \quad (7)$$

E_f : Elastizitätsmodul in MPa

σ_{f1} : Spannungswert bei Dehnung ε_{f1} in MPa ($\varepsilon_{f1} = 0,0005$)

σ_{f2} : Spannungswert bei Dehnung ε_{f2} in MPa ($\varepsilon_{f2} = 0,0025$)

Für die Biegeversuche wird dieselbe ZWICKROELL-Universalprüfmaschine und Analysesoftware wie bei den Zugversuchen in Kapitel 3.3 verwendet. Ebenfalls wird die Durchbiegung des Prüfkörpers mithilfe eines Fühler-Extensometers ermittelt, welches der Norm entsprechend unterhalb der Probe platziert wurde. Auch erfolgt eine Konditionierung der Prüfkörper bei 23°C und 50 % Luftfeuchtigkeit. Der Auflagerabstand wird auf 64 mm eingestellt. Die Prüfgeschwindigkeit beträgt während der Messung des Elastizitätsmoduls 2 mm·min⁻¹ und für den Rest der Messung 10 mm·min⁻¹. Die Versuche dauern jeweils etwa 83 Sekunden. Von jeder Fertigungsvariante werden fünf Prüfkörper getestet.

Die Spannungs-Dehnungs-Kurven der von den Zyklus-0-Proben durchgeführten Biegeversuche sind in Abbildung 27 dargestellt, die Diagramme der anderen Fertigungsvarianten befinden sich in Abbildung 61 bis Abbildung 65 im Anhang. Abbildung 26 zeigt außerdem das Bruchverhalten der Zyklus-0-Proben nach den Biegeversuchen. Die Mittelwerte und Standardabweichungen der für die Fertigungsvarianten ermittelten Kennwerte sind Tabelle 9 und Abbildung 28 zu entnehmen, die Kennwerte der einzelnen Prüfkörper sind in Tabelle 15 im Anhang angegeben.



Abbildung 26: Bruchverhalten der Zyklus-0-Proben nach Biegebelastung

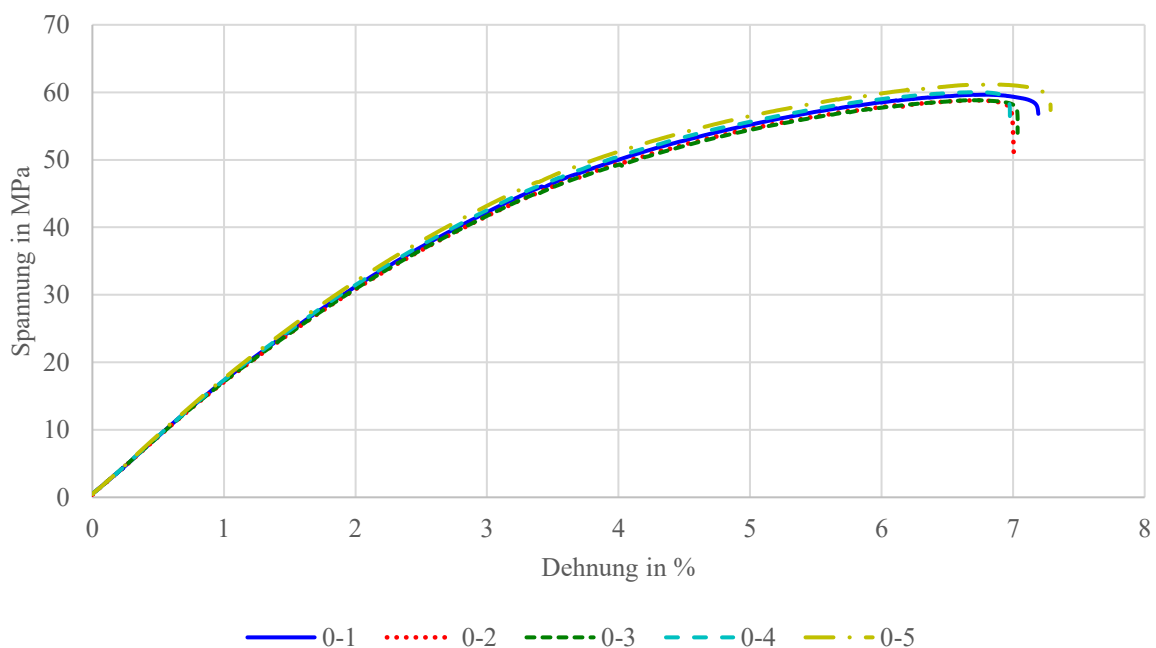


Abbildung 27: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-0-Proben im Biegeversuch

Tabelle 9: Mittelwerte und Standardabweichungen der in den Biegeversuchen ermittelten Kennwerte

Fertigungsvariante	E_f in MPa	σ_{fM} in MPa	ε_{fB} in %
Zyklus 0	1689 ± 26	$59,69 \pm 0,97$	$7,10 \pm 0,13$
Zyklus 1	1665 ± 9	$58,41 \pm 0,79$	$7,10 \pm 0,28$
Zyklus 2	1688 ± 29	$56,91 \pm 0,26$	$6,78 \pm 0,18$
Zyklus 4	1659 ± 20	$57,22 \pm 0,56$	$6,90 \pm 0,14$
Zyklus 6	1642 ± 17	$57,26 \pm 0,24$	$6,95 \pm 0,21$
Zyklus 8	1634 ± 14	$58,23 \pm 0,54$	$7,02 \pm 0,14$

Der Vergleich der ermittelten Biegefestigkeiten und Elastizitätsmoduln liefert auf den ersten Blick ähnliche Ergebnisse wie bei den Zugversuchen. Der mittlere Elastizitätsmodul ist bei Zyklus 0, 1 und 2 größer als bei den restlichen Proben, die bei den Zugversuchen ermittelte deutliche Abnahme nach dem zweiten Zyklus ist hier jedoch nicht zu erkennen. Stattdessen ist der Unterschied der mittleren Kennwerte von Zyklus 1 und Zyklus 4 hinsichtlich der jeweiligen Standardabweichungen vernachlässigbar gering. Dennoch weist Zyklus 0 den höchsten Mittelwert und Zyklus 8 den niedrigsten Mittelwert auf, der Elastizitätsmodul sinkt dabei um etwa 4 %.

Die Zyklus-0-Proben besitzen ebenfalls die höchste mittlere Biegefestigkeit, bei den restlichen Fertigungsvarianten fällt eine eindeutige Änderungstendenz jedoch ebenfalls schwer. Hier besitzen Zyklus 1 und Zyklus 8 ähnliche Mittelwerte, die innerhalb der jeweiligen Standardabweichungen liegen. Zyklus 2, 4 und 6 weisen die niedrigsten Biegefestigkeiten auf, der Mittelwert von Zyklus 2 ist etwa 5 % niedriger als bei Zyklus 0.

Auffällig ist, dass die relativen Unterschiede der Festigkeiten und Elastizitätsmoduln der verschiedenen Fertigungsvarianten im Biegeversuch geringer sind als im Zugversuch. Dass die Entwicklung der mechanischen Eigenschaften infolgedessen weniger eindeutig ausfällt, kann auf die Belastungsart zurückgeführt werden. Im Biegeversuch treten sowohl Zug- als auch Druckspannungen im Prüfkörper auf. Die Matrixstruktur und Faser-Matrix-Haftung spielen dabei eine noch größere Rolle, da die mechanischen Eigenschaften von Verstärkungsfasern bei Druckbelastung deutlich schlechter sind als bei Zugbelastung. Dass Zyklus 8 eine deutlich größere Biegefestigkeit aufweist als die Zyklen 2, 4 und 6, entspricht jedoch nicht den Erwartungen. Möglicherweise liegt in der PBS-Matrix hier ein relativ großer Kristallinitätsgrad vor,

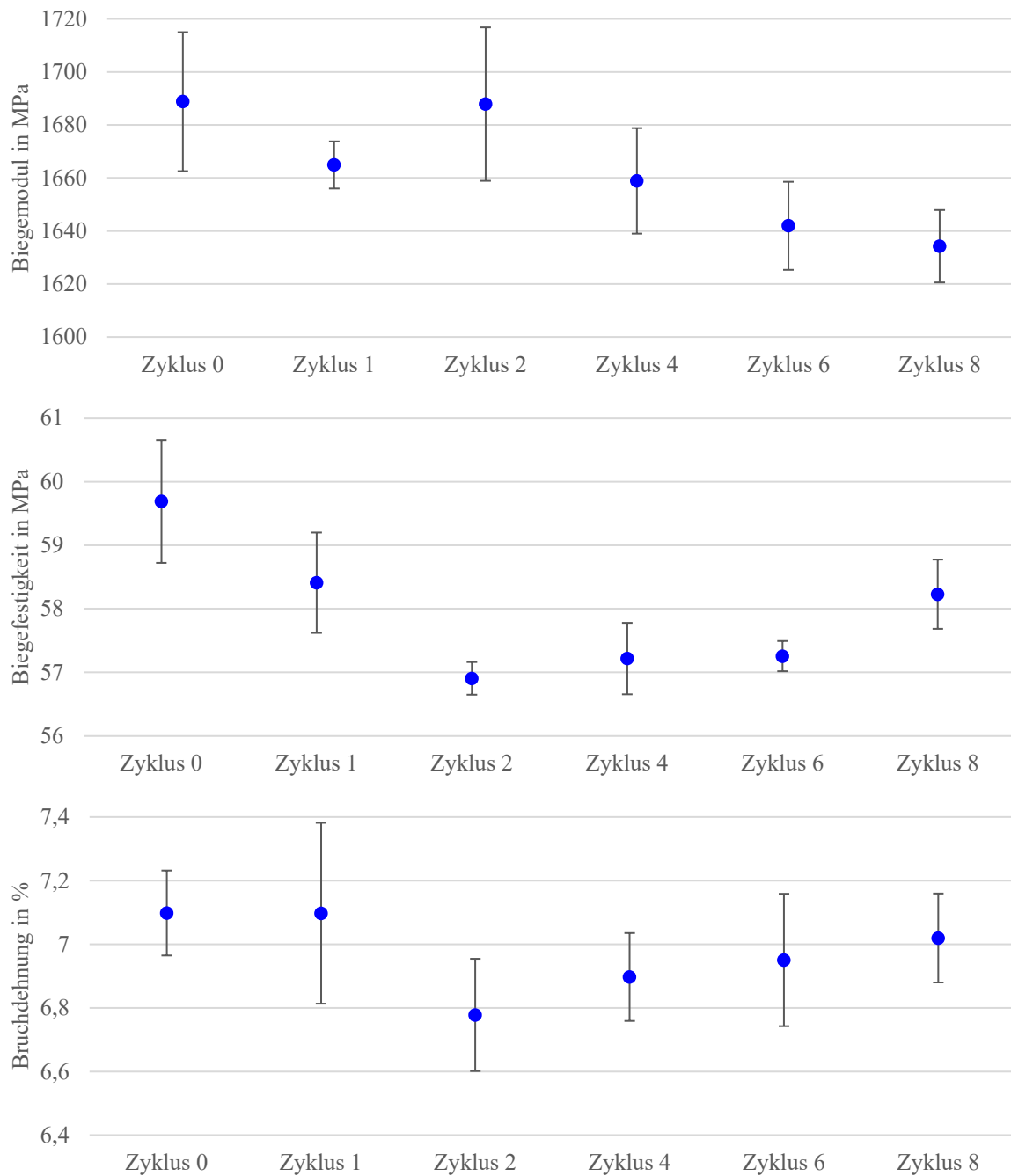


Abbildung 28: Mittelwerte und Standardabweichungen der in den Biegeversuchen ermittelten Kennwerte

was mit einer geringeren Molekülkettenlänge aufgrund von Degradation im Extruder zusammenhängen kann.

Beim Vergleich der Bruchdehnungen kann keine Abhängigkeit der Kennwerte von der Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen festgestellt werden. Einzig die Zyklus-0-Proben stechen durch die eher geringe mittlere Bruchdehnung hervor, aber selbst dies erlaubt aufgrund der relativ hohen Standardabweichung keine eindeutige Schlussfolgerung. Die Kombination aus eher hohem Elastizitätsmodul und geringer Biegefestigkeit weist bei den Zyklus-2-Proben aber auf

ein sprödes Materialverhalten im Vergleich zu den anderen Fertigungsverfahren hin, was durch eine geringe Bruchdehnung bestätigt würde. Dies ließe sich beispielsweise auf eine vergleichsweise geringe Molekülmasse der Polymermatrix in diesen Proben zurückführen. Kürzere Molekülketten können bei geringen Belastungen noch für eine ideale Krafteinleitung in die Fasern sorgen, gleiten allerdings schon bei niedrigeren Kräften voneinander ab. Dies erklärt jedoch nicht, weshalb die Biegefestigkeiten bei einer höheren Zahl an Wiederverarbeitungszyklen

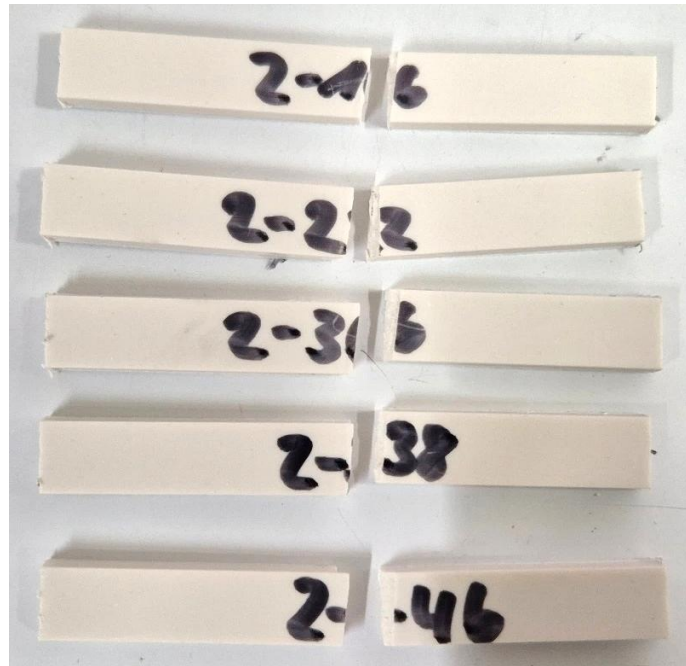


Abbildung 29: Bruchverhalten der Zyklus-2-Proben nach Biegebelastung

scheinbar wieder zunimmt. Eine alternative Möglichkeit ist daher, dass es beim Spritzguss der Zyklus-2-Prüfkörper zu Prozessungenauigkeiten gekommen ist und die Proben eine inhomogene Faserverteilung besitzen. Das Bruchverhalten der Proben entspricht jedoch den Erwartungen (vgl. Abbildung 29).

Um die Standardabweichungen zu reduzieren und eindeutigere Ergebnisse zu erhalten, wäre eine größere Anzahl an getesteten Prüfkörpern von Vorteil. Verglichen mit den Zugversuchen sind Biegeversuche etwas anfälliger für statistische Ungenauigkeiten, da die Prüfkörper manuell auf den Auflagern platziert werden und dabei kleine Inkonsistenzen die resultierenden Kennwerte beeinflussen können. Ebenfalls ist zu erwähnen, dass die beiden Auflager aufgrund des Versuchsaufbaus einen unvermeidlichen Höhenunterschied von etwa 1,5 mm besitzen. Es ist daher davon auszugehen, dass die hier untersuchte Belastungsart vom normierten Dreipunkt-Biegeversuch abweicht. Dies kann sich ebenfalls auf die ermittelten Ergebnisse auswirken.

3.5. Dynamisch-mechanische Analyse

Als Thermoplast weist die PBS-Matrix bei mechanischer Belastung ein viskoelastisches Materialverhalten auf. Dies folgt aus der auf Nebenvalenzkräften basierenden Molekülstruktur, die es den Polymerketten erlaubt, sich bei genügend großen äußeren Einflüssen umzuordnen

und an die Belastung anzupassen. Wird wiederum eine periodisch wechselnde Belastung ausgeübt, müssen sich die Molekülketten ebenso periodisch umorientieren, um für eine Spannungsrelaxation im Material zu sorgen. Darauf hat also die Beweglichkeit der Molekülketten einen zentralen Einfluss, welche neben Faktoren wie dem chemischen Aufbau und der Kettenlänge auch von der Temperatur abhängt. [3] Um das viskoelastische Verhalten sowie dessen Temperaturabhängigkeit der PBS-NFK-Fertigungsvarianten zu untersuchen, wird daher eine dynamisch-mechanische Analyse durchgeführt.

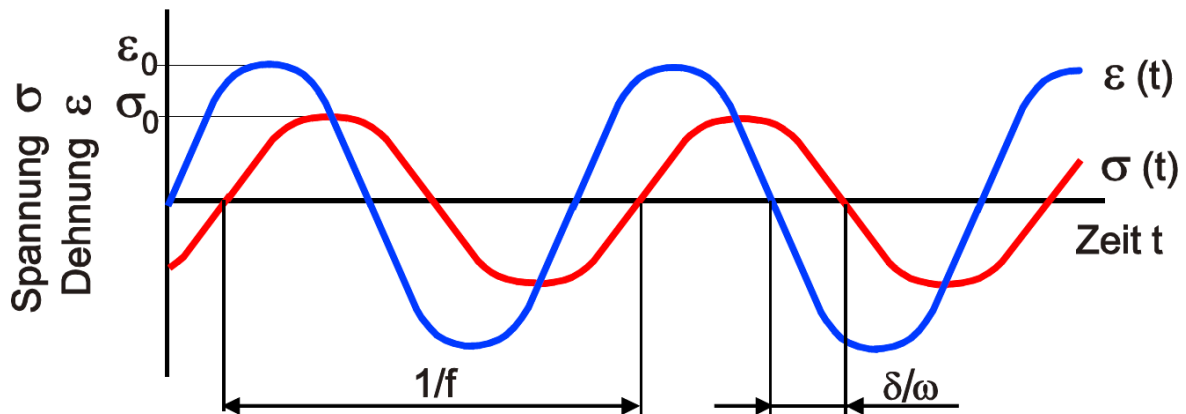


Abbildung 30: Spannungs- und Dehnungsverlauf eines Thermoplasts bei einer DMA [31]

Die bei der DMA ausgeübte mechanische Spannung besitzt einen sinusförmigen Verlauf mit der Frequenz f bzw. Kreisfrequenz ω . Die Betrachtung der resultierenden Dehnungskurve zeigt bei Thermoplasten eine zeitliche Versetzung gegenüber dem Spannungsverlauf (vgl. Abbildung 30). Diese Phasenverschiebung δ ist charakteristisch fürs viskoelastische Verhalten. Sie liegt dementsprechend zwischen $\delta = 0$ (rein elastisches Material) und $\delta = \frac{\pi}{2}$ (rein viskoses Material). Die sinusförmigen Kurvenverläufe ermöglichen es, neben Spannung und Dehnung auch den Elastizitätsmodul als komplexe Größe auszudrücken. Dabei gilt folgender Zusammenhang mit den Kenngrößen der Belastung [31]:

$$E = E' + iE'' = \frac{\sigma_0}{\varepsilon_0} (\cos \delta + i \sin \delta) \quad (8)$$

E : komplexer Elastizitätsmodul

E' : Speichermodul (Realteil) in MPa

E'' : Verlustmodul (Imaginärteil) in MPa

σ_0 : Spannungsamplitude in MPa

ε_0 : Dehnungsamplitude (dimensionslos)

δ : Phasenverschiebung (dimensionslos)

Der Speichermodul ist charakteristisch für das elastische Verformungsverhalten des Materials, bei dem die am Material verrichtete Arbeit zurückgewonnen werden kann, und ist daher bei $\delta = 0$ am höchsten. Im Gegensatz dazu steht der Verlustmodul für die dissipierte Energie infolge viskosen Materialverhaltens. Das Maximum des Verlustmoduls befindet sich bei $\delta = \frac{\pi}{2}$. [5] [31]

Aus dem Quotienten von Verlustmodul und Speichermodul ergibt sich der sogenannte Verlustfaktor, der das Dämpfungsverhalten des Thermoplasts beschreibt [5] [31]:

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'} \quad (9)$$

$\tan \delta$: Verlustfaktor

Zur Charakterisierung der temperaturabhängigen Viskoelastizität liegt es also nahe, den Verlauf des Speicher- und Verlustmoduls über einen breiten Temperaturbereich zu ermitteln. Der Speichermodul nimmt bei zunehmender Temperatur stets ab, da sich die Molekülketten immer mehr zu bewegen beginnen. Dies wird insbesondere oberhalb der Glasübergangstemperatur (T_g) deutlich, wo sich schlagartig eine betragsmäßig höhere Steigung einstellt als unterhalb der Glasübergangstemperatur. Bei einem rein amorphen Kunststoff geht der Speichermodul dann rapide gegen null, während bei einem teilkristallinen Thermoplast dieser Steigungsunterschied deutlich geringer ausfällt. Erst zum Ende des Schmelzbereiches, sobald alle Kristallite aufgeschmolzen sind, sinkt der Speichermodul schlagartig gegen null. [5] [31]

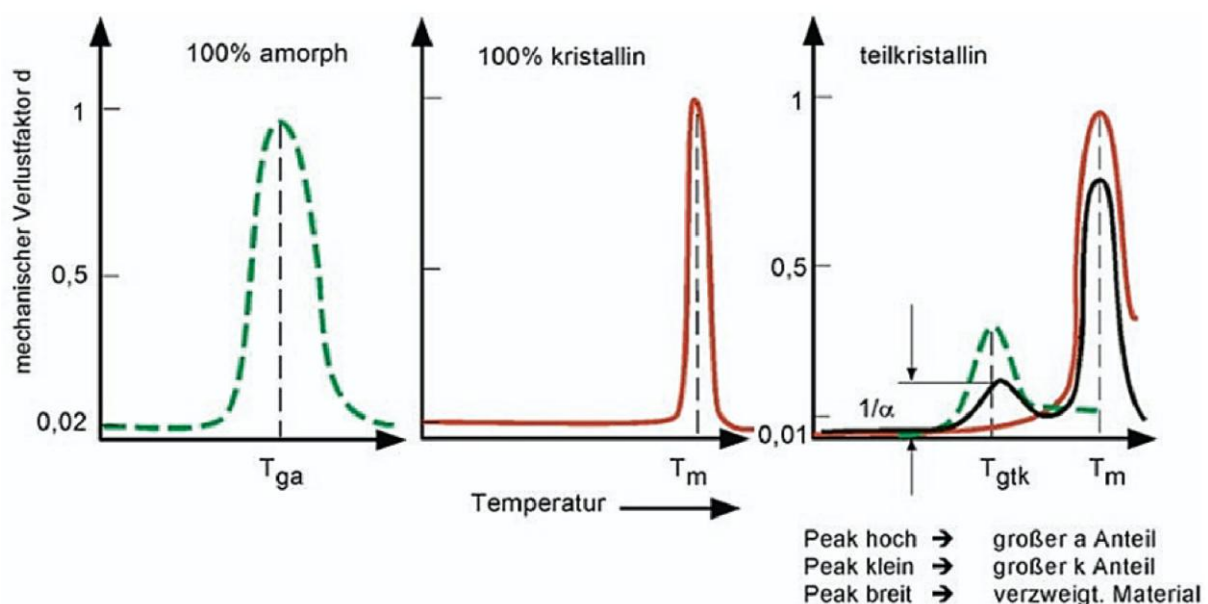


Abbildung 31: Temperaturabhängigkeit des Verlustfaktors bei Glasübergangstemperatur (T_g) und Schmelztemperatur (T_m) (a: amorph, k: kristallin, tk: teilkristallin) [3]

Der Verlustmodul nimmt bei zunehmender Temperatur ebenfalls tendenziell ab, insbesondere nach Phasenübergängen. Während des Phasenübergangs selbst bildet sich jedoch ein lokales Maximum, bei dem sich der Kunststoff aufgrund der Änderung des Molekülverhaltens besonders zäh verhält. Die Spitzen des Verlustmoduls oder des Verlustfaktors können also genutzt werden, um Glasübergangs- und Schmelztemperatur eines Polymers zu identifizieren (vgl. Abbildung 31), wobei es auch abseits dieser Temperaturen zu Relaxationsprozessen in der Molekülstruktur und infolgedessen zu lokalen Maxima im Verlauf kommen kann. [3] [5] [31] Die Prüfungen der verschiedenen Fertigungsvarianten werden auf Basis der DIN EN ISO 6721 mit dem Gerät *DMA Q800* des Unternehmens TA INSTRUMENTS durchgeführt. Dafür werden einige der in Kapitel 3.3 angefertigten Prüfkörper zu Rechteckstäben mit etwa 64 mm Länge zugesägt. Zum Ausüben der dynamischen Belastung wird eine „Dual Cantilever“-Vorrichtung eingesetzt (vgl. Abbildung 32). Dabei wird der Prüfkörper an beiden Enden mit einer Klammer befestigt und mittig gebogen. Der Abstand zwischen den beiden äußeren Klammern beträgt 35 mm. [33] Die Auswertung der Messungen erfolgt anhand der Software *Universal Analysis 2000* von TA INSTRUMENTS.

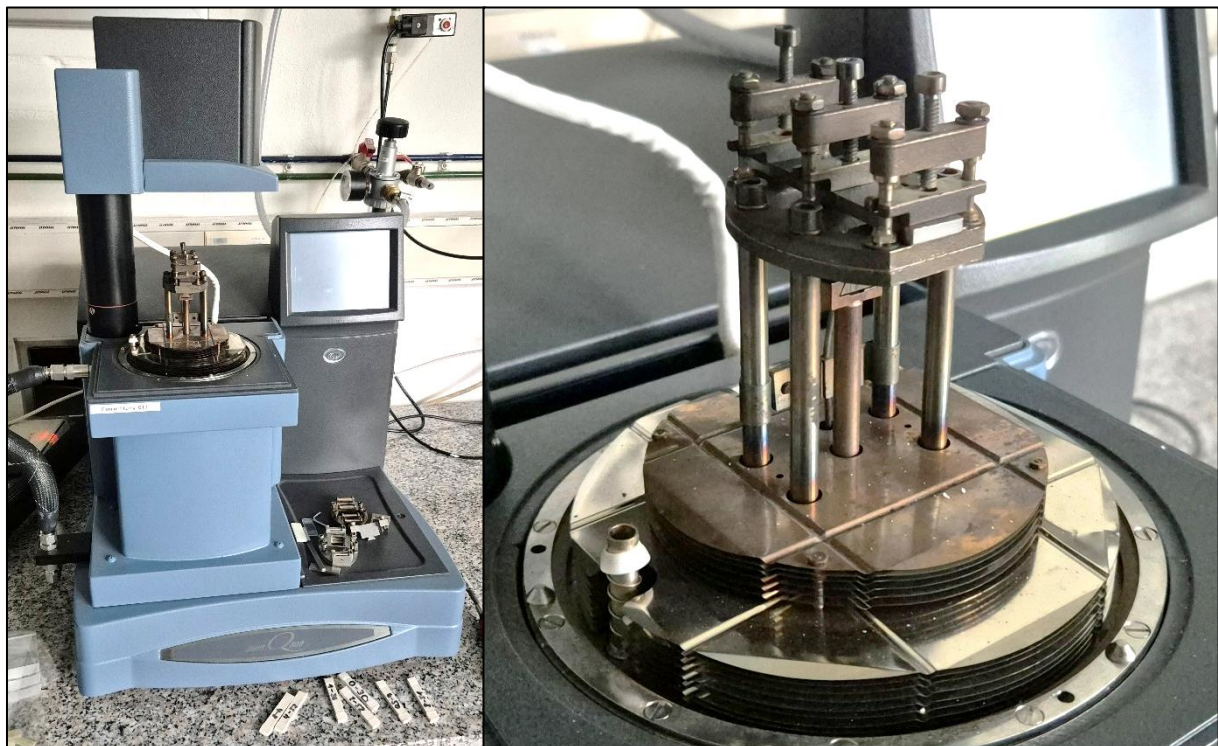


Abbildung 32: Verwendete DMA Q800-Prüfmaschine (links) und Dual-Cantilever-Vorrichtung (rechts)

Die DMA wird bei Luftatmosphäre in einem Temperaturbereich von Raumtemperatur bis maximal 120°C durchgeführt. Die Messung wird jeweils automatisch beendet, wenn das System ein Schmelzen des Materials detektiert. Es wird eine Heizrate von 2 K·min⁻¹ verwendet, die sich jedoch prozessbedingt erst bei etwa 30°C konstant einstellt. Die periodische Belastung wird mit einer Amplitude von 15 µm und einer Frequenz von 1 Hz ausgeübt. Von jeder der sechs zu untersuchenden Fertigungsvarianten werden drei Prüfkörper getestet. Die ermittelten Temperaturverläufe der jeweiligen Speichermoduln, Verlustmoduln und Verlustfaktoren sind in Abbildung 33 sowie in Abbildung 66 bis Abbildung 70 im Anhang dargestellt. Die Achsen des Speicher- und Verlustmoduls sind dabei jeweils logarithmisch skaliert.

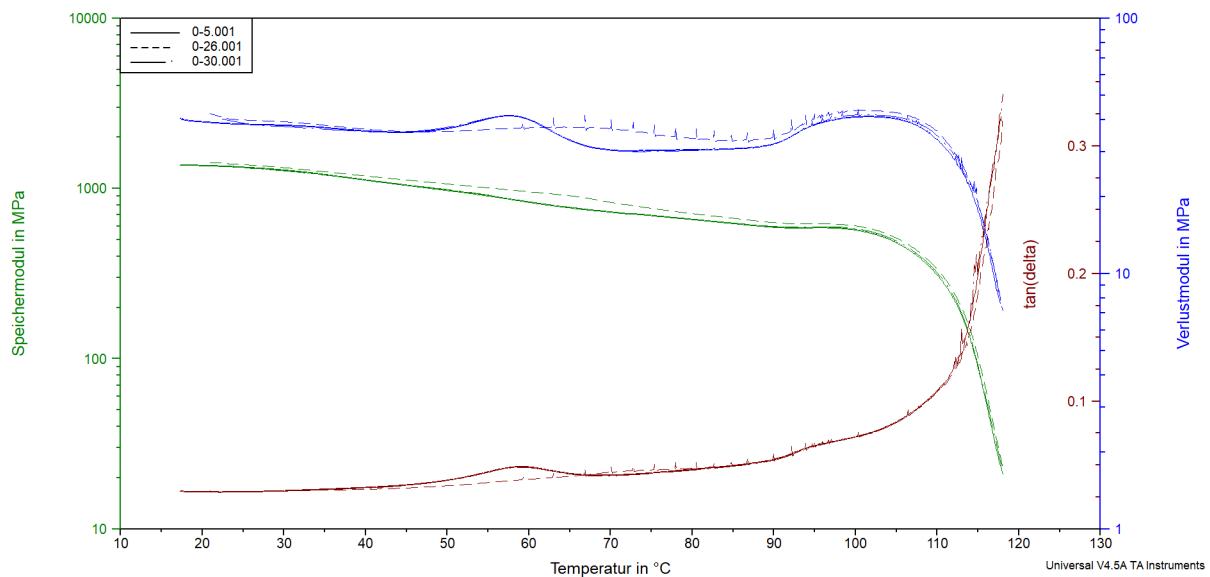


Abbildung 33: Temperaturverlauf des Speichermoduls (grün), Verlustmoduls (blau) und Verlustfaktors (rot) der DMA-Proben von Zyklus 0

Die Temperaturabhängigkeit des Speichermoduls entspricht bei allen Proben im Allgemeinen den Erwartungen. Es ist eine kontinuierliche Abnahme bei Erhöhung der Temperatur wahrzunehmen, knapp oberhalb von 100°C nimmt dieser dann rapide auf etwa ein Fünfzigstel des Wertes bei Raumtemperatur ab, ehe die Messung endet. Die Betrachtung des Verlustmoduls zeigt wiederum eine Zunahme ab etwa 90°C, welche eine Spitze bildet und anschließend bei etwa 110°C ebenfalls in einer starken Abnahme mündet. Es ist also davon auszugehen, dass die PBS-Matrix in diesem Temperaturbereich zu schmelzen beginnt. Dies spiegelt sich ebenfalls im Verlustfaktor wider, welcher in diesem Temperaturbereich bis zum Ende der Messung stark zunimmt.

Unterhalb des Schmelzbereiches sind die Verläufe des Verlustmoduls und Verlustfaktors jedoch nicht bei jedem Prüfkörper identisch (vgl. Abbildung 34). Bei einigen Proben ist ein wei-

teres lokales Maximum des Verlustmoduls und Verlustfaktors bei etwa 55°C bis 60°C zu erkennen. Der Verlustfaktor der anderen Proben scheint dagegen kontinuierlich zuzunehmen, der Verlustmodul weist in diesem Fall allerdings auch eine Spitze auf. Diese ist eher schwach ausgeprägt, scheint sich aber auch über einen größeren Temperaturbereich zu erstrecken als im zuvor beschriebenen Fall.

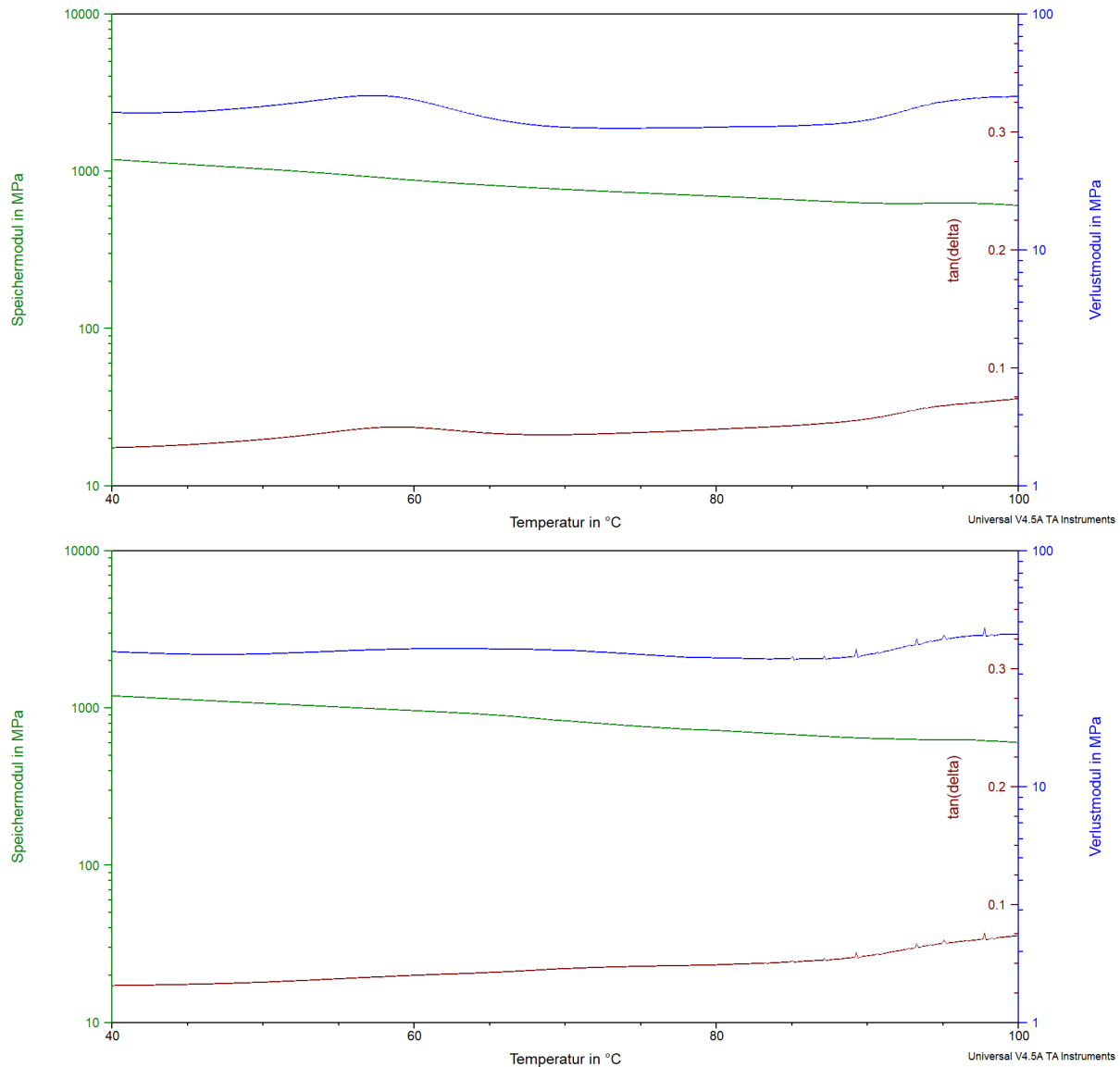


Abbildung 34: DMA-Messungen zweier Zyklus-I-Proben mit unterschiedlichen Verlustmodul- und Verlustfaktorverläufen (blau beziehungsweise rot)

Die Existenz zweier Maxima im Verlauf des Verlustmoduls kann auf eine inhomogene Kristallstruktur zurückgeführt werden. Wenn eine Kunststoffschmelze die Kristallisationstemperatur erreicht, können sich unter isothermen Bedingungen ähnliche, thermodynamisch stabile Kristallite bilden. In einem Spritzgussprozess wird das angefertigte Formteil jedoch häufig aus dem Werkzeug genommen, ehe sich diese Kristallstruktur vollständig bilden kann. Das Formteil

selbst erstarrt außerdem inhomogen: Da der verarbeitete Kunststoff eine niedrigere Wärmeleitfähigkeit besitzt als die metallische Werkzeugwand, kühlt sich die Oberfläche des Formteils schneller ab als der Kern. Außen bilden sich daher Kristallite mit größerer Eigenspannung, was gegebenenfalls erst als Nachkristallisation der amorphen Bereiche lange nach dem eigentlichen Verarbeitungsprozess stattfindet. Darüber hinaus können Naturfasern in einer PBS-Matrix als Keimbildner dienen, was zur Folge hat, dass sich nahe der Fasern viele kleine Kristallite bilden und die Kristallstruktur daher von der Faserdispersion abhängt. [3] [22] [34] [35]

Die beiden verschiedenen DMA-Verlauftypen scheinen also auf unterschiedliche Kristallstrukturen hinzuweisen. Dabei schmelzen Kristallite mit geringerer Stabilität bereits bei niedrigen Temperaturen auf, wobei sich die Ketten unterhalb der Kristallisationstemperatur wieder in neuen Kristalliten anordnen können. Die Proben mit der breiten, aber niedrigeren Spitze scheinen demnach eine eher zufällige Verteilung von Kristalliten unterschiedlicher Größe und Stabilität zu besitzen. Währenddessen besitzen die Proben mit der vergleichsweise ausgeprägten, engen Spitze viele Kristallite, die sich in der Größe und den vorliegenden Eigenspannungen ähneln. Auffällig ist, dass der Verlauf mit der engen Spitze nur bei Zyklus 0, 1 und 2 auftritt, während der Verlauf mit breiter Spitze bei allen Fertigungsverfahren vertreten ist. Bei den weniger häufig rezyklierten Fertigungsverfahren liegen vermutlich längere Polymerketten vor, die während der Abkühlung nach dem Spritzgussprozess weniger einfach Kristallite bilden können. In dem Fall wäre die ausgeprägte Spitze charakteristisch für Kristallite mit hoher Eigenspannung, die sich bei niedriger Temperatur als Nachkristallisation bilden. Dass solche Nachkristallisationsprozesse bei den häufiger extrudierten Fertigungsverfahren nicht auftreten, kann auch daran liegen, dass die Cellulosefasern im Laufe der Prozesse zerkleinert beziehungsweise fibrilliert und dadurch in ihrer Funktion als Keimbildner verstärkt werden.

Zum quantitativen Vergleich der mechanischen Eigenschaften wird von jedem Prüfkörper der Speichermodul, Verlustmodul und infolgedessen der Verlustfaktor bei einer Temperatur von 35°C dokumentiert. Obwohl die Messung bei Raumtemperatur begonnen wird, kann aufgrund des Aufheizprozesses des Prüfgerätes erst bei etwas höheren Temperaturen eine konstante Heizrate von 2 K·min⁻¹ erzielt werden. Bei Temperaturen oberhalb von 35°C wären die Kennwerte wiederum aufgrund der unterschiedlichen Kurvenverläufe, wie zuvor erklärt wurde, nicht vergleichbar. Darüber hinaus kann anhand des Verlustmoduls und Verlustfaktor der Schmelzbereich des Kunststoffes identifiziert werden, die Schmelztemperatur T_m wird im Folgenden am Maximum des Verlustmodulverlaufs ermittelt. Nahe dieses Punkts beginnt auch der Speichermodul stärker abzufallen, dies scheint sich also um den Beginn des Schmelzbereiches

zu handeln. Für jede Fertigungsvariante sind die Mittelwerte und Standardabweichungen dieser Kennwerte in Tabelle 10 angegeben. Ein graphischer Vergleich der Speichermoduln, Verlustfaktoren und Schmelztemperaturen ist darüber hinaus in Abbildung 35 dargestellt. Die Kennwerte jedes getesteten Prüfkörpers sind Tabelle 16 im Anhang zu entnehmen.

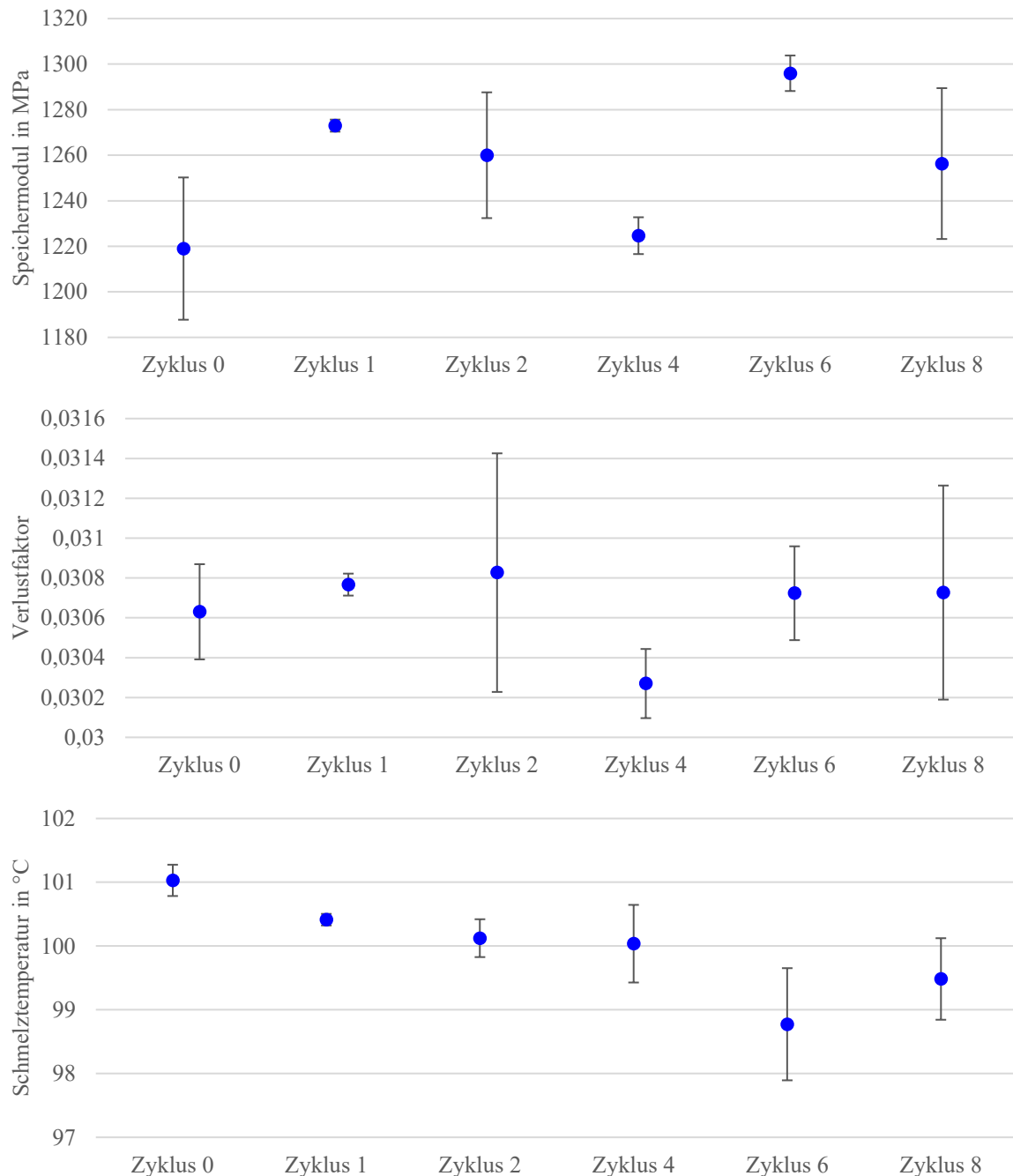


Abbildung 35: Speichermodul und Verlustfaktor bei 35°C sowie Schmelztemperatur der Fertigungsvarianten (Mittelwerte und Standardabweichungen)

Tabelle 10: Mittelwerte und Standardabweichungen der in der DMA ermittelten Kennwerte

Fertigungs- variante	E'(35°C) in MPa	E''(35°C) in MPa	tan δ (35°C)	T _m in °C
Zyklus 0	1219 ± 31	37,38 ± 0,69	0,0306 ± 0,0002	101,03 ± 0,25
Zyklus 1	1273 ± 3	39,16 ± 0,12	0,0308 ± 0,0001	100,41 ± 0,09
Zyklus 2	1260 ± 28	38,84 ± 1,49	0,0308 ± 0,0006	100,12 ± 0,30
Zyklus 4	1225 ± 8	37,07 ± 0,43	0,0303 ± 0,0002	100,04 ± 0,61
Zyklus 6	1296 ± 8	39,81 ± 0,18	0,0307 ± 0,0002	98,77 ± 0,88
Zyklus 8	1256 ± 33	38,60 ± 1,07	0,0307 ± 0,0005	99,48 ± 0,64

Der Vergleich der Speicher- und Verlustmoduln bei 35°C scheint keinen klaren Zusammenhang mit der Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen zu offenbaren. Zyklus 6 weist die höchsten Mittelwerte, Zyklus 0 und 4 dagegen die niedrigsten Mittelwerte auf. Der Speichermodul von Zyklus 6 ist dabei etwa 6 % höher als der von Zyklus 0. Darüber hinaus besitzen die Proben von Zyklus 0, 2 und 8 relativ hohe Standardabweichungen, was einen Vergleich der Fertigungsvarianten zusätzlich erschwert. Allerdings fällt auf, dass die mittleren Verlustfaktoren der verschiedenen Fertigungsvarianten einander ähneln, mit Ausnahme des etwas niedrigeren Wertes bei Zyklus 4 (etwa 2 % niedriger als die anderen Mittelwerte). Diese Abweichung kann angesichts der Standardabweichungen von statistischer Natur sein.

Aufgrund der ähnlichen Verlustfaktoren ist zu vermuten, dass die Unterschiede der Speicher- und Verlustmoduln nicht auf die PBS-Matrix, sondern eher auf die Celluloseverstärkungsfasern oder die Faser-Matrix-Haftung zurückzuführen sind. Die Kennwerte hängen scheinbar nicht von den zuvor erläuterten Unterschieden im Nachkristallisationsverhalten ab, was diese Annahme unterstützt. Stattdessen ist es also möglich, dass sich hier Inkonsistenzen des Extrusionsprozesses in der Faser- und Haftvermittlerdosierung bemerkbar machen und die untersuchten Prüfkörper unterschiedliche Volumenanteile an Fasern und Haftvermittler besitzen. Ebenso ist es möglich, dass sich statistische Varianzen im Spritzgussprozess in die DMA-Versuche fortsetzen und die Prüfkörper nicht immer identische Faserorientierungen aufweisen. Dabei ist allerdings zu bedenken, dass die hier untersuchten Prüfkörper aus demselben Spritzgussprozess stammen wie die der quasistatischen mechanischen Prüfungen. Dass sich der Vergleich der Speichermoduln aus der DMA derart von dem der Elastizitätsmoduln aus den Dreipunkt-Biegeversuchen (siehe Kapitel 3.4) unterscheidet, entspricht nicht den Erwartungen. Folglich entsteht der Eindruck, dass die hier ermittelten Kennwerte durch statistische Ungenauigkeiten des

DMA-Prozesses beeinflusst werden. Ähnlich wie bei den quasistatischen Biegeversuchen wird die zu untersuchende Probe von Hand platziert, weshalb geringe Unterschiede im Versuchsaufbau unvermeidlich sind. Hinsichtlich der mitunter hohen Standardabweichungen könnte eine größere Anzahl an getesteten Prüfkörpern eindeutigere Ergebnisse liefern. Im Gegensatz zu quasistatischen mechanischen Prüfungen ist hier jedoch die Versuchsdauer von etwa 50 Minuten zusätzlich der Abkühlung des Gerätes deutlich höher.

Die mittleren Schmelztemperaturen der verschiedenen Fertigungsverfahren lassen wiederum eine deutlichere Tendenz erkennen. Mit zunehmender Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen nimmt die Schmelztemperatur ab, einzig Zyklus 6 scheint mit dem niedrigsten Mittelwert als Ausreißer hervorstechen. Die mittlere Schmelztemperatur der Prüfkörper von Zyklus 6 ist etwa 2,3°C niedriger als die der Prüfkörper von Zyklus 0. Dabei ist zu erwähnen, dass hier die präzise Ermittlung der Maxima der Verlustmodulkurven durch Signalrauschen erschwert wird. Dies kann erklären, weshalb die Standardabweichung bei den Varianten Zyklus 4, 6 und 8 höher ausfällt als bei den anderen Fertigungsverfahren. Nichtsdestotrotz entsprechen diese Ergebnisse mit Ausnahme des Ausreißers bei Zyklus 6 den Erwartungen, da bei zunehmender Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen im Extruder von einer Degradation der Polymerketten auszugehen ist. Bei kleineren Molekülen sind geringere Energien notwendig, um die intermolekularen Kräfte in der Matrixstruktur zu überwinden und die vorliegenden Kristallite zu schmelzen.

3.6. Dynamische Differenzkalorimetrie

Zur genaueren Detektion von Phasenübergängen der PBS-Matrix werden die verschiedenen Fertigungsverfahren mittels dynamischer Wärmestrom-Differenzkalorimetrie untersucht. Dieses thermische Analyseverfahren ermöglicht es, chemische Reaktionen eines Materials anhand der resultierenden Temperaturänderung zu identifizieren und einen Zusammenhang mit der Reaktionsenthalpie herzustellen [5].

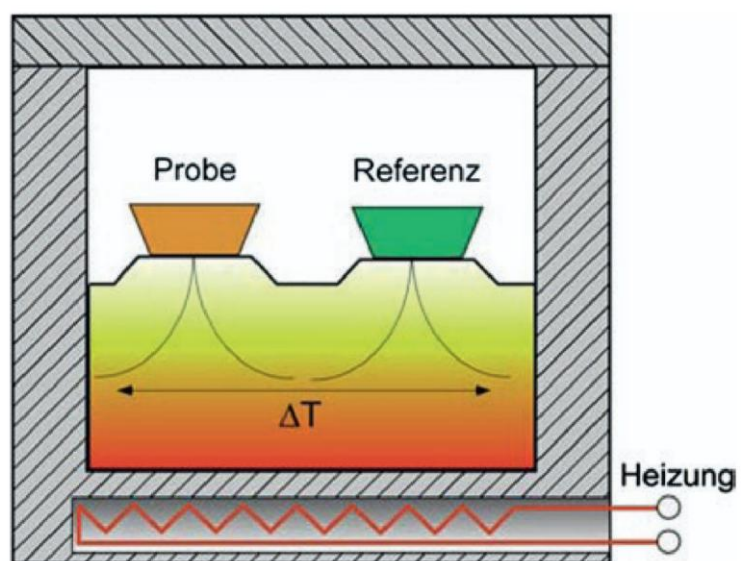


Abbildung 36: Schematisches Messprinzip der Wärmestrom-DSC mit Probe- und Referenztiegel [5]

Grundsätzliches Messprinzip der DSC ist die Beobachtung des Materialverhaltens einer Probe im Vergleich zu einer Referenz bei konstanter Heizrate. Beim Wärmestromverfahren wird die Materialprobe auf einem Tiegel platziert und gemeinsam mit einem leeren Referenztiegel in einen Ofen gesetzt (vgl. Abbildung 36). Dort werden beide Tiegel gleichzeitig erhitzt beziehungsweise abgekühlt, wobei die Temperatur der Tiegel gemessen wird. Kommt es bei der Probe zu einer exothermen oder endothermen Reaktion, wird die resultierende Änderung des Wärmestroms $\frac{\partial Q}{\partial t}$ anhand der Temperaturdifferenz ΔT zwischen den beiden Tiegeln ermittelt. Neben der Detektion von chemischen Reaktionen ist auch die Berechnung der Reaktionsenthalpie sowie der spezifischen Wärmekapazität des Materials möglich. [5]

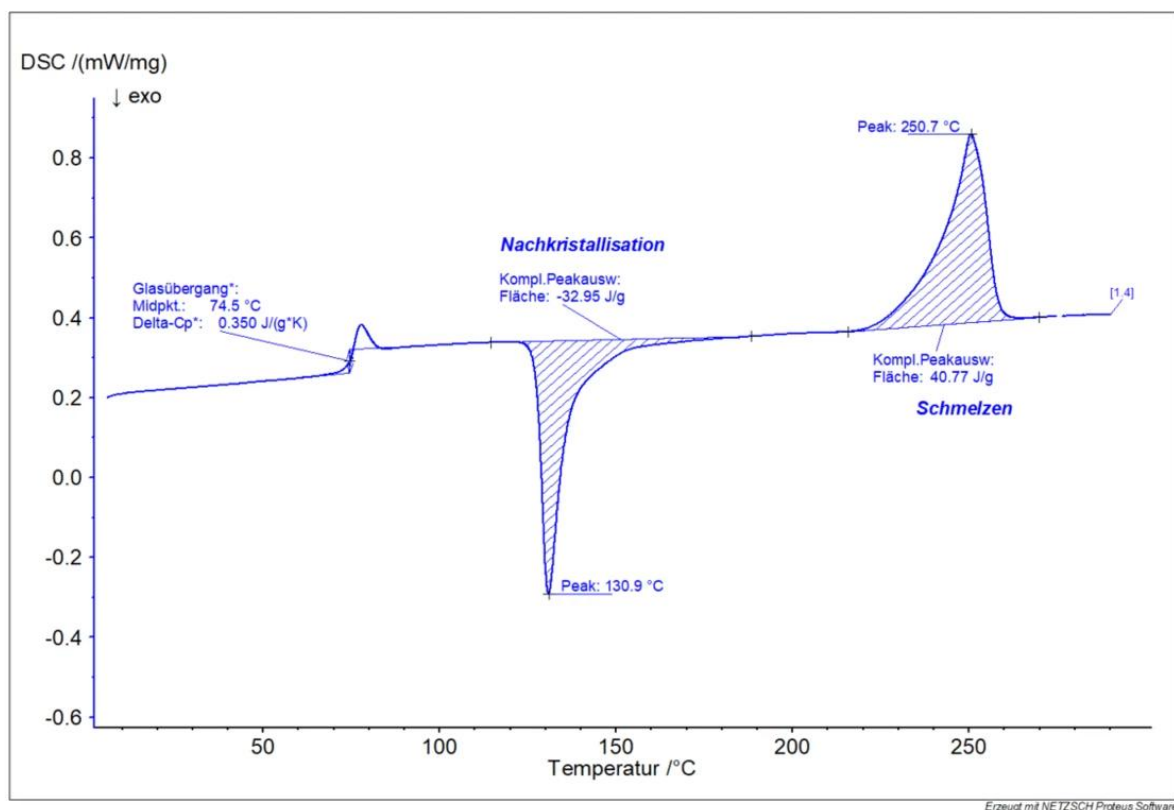


Abbildung 37: DSC-Aufheizkurve einer PET-Probe mit Glasübergang, Nachkristallisation und Schmelzbereich [34]

Zur Auswertung einer DSC wird typischerweise der massenspezifische Wärmestrom in Abhängigkeit von der Temperatur aufgetragen (vgl. Abbildung 37). Die Glasübergangstemperatur T_g macht sich dabei durch eine Stufe im Kurvenverlauf bemerkbar, welche auf die Änderung der Wärmekapazität des Materials zurückzuführen ist. Diese Stufe verläuft in endotherme Richtung, die Glasübergangstemperatur wird beispielsweise auf halber Höhe der Stufe ermittelt. Der Schmelzvorgang eines teilkristallinen Thermoplasts ist eine endotherme Reaktion und bildet in der Wärmestromkurve eine Spitze (Peak), an dessen Höhepunkt die Schmelztemperatur T_m

abgelesen wird. Analog bildet sich durch die Kristallisation der Thermoplastschmelze eine exotherme Spitze, die die Ermittlung der Kristallisationstemperatur T_c ermöglicht. Dabei ist anzumerken, dass die erhöhte Beweglichkeit der Polymerketten bei steigender Temperatur zu Nachkristallisationseffekten führen kann (vgl. Kapitel 3.5). Diese machen sich durch eine exotherme Spitze beim Aufheizvorgang bemerkbar. Darüber hinaus ist es möglich, durch Integration der jeweiligen Wärmestrom-Spitze die Schmelz- beziehungsweise Kristallisationsenthalpie zu berechnen. Diese können genutzt werden, um den Kristallisationsgrad des Thermoplasts herzuleiten. [11] [36]

Im Rahmen dieser Arbeit wird das Gerät *DSC Q2000* des Unternehmens TA INSTRUMENTS eingesetzt (vgl. Abbildung 38). Es werden getrocknete Granulatpartikel untersucht, die zu Proben mit etwa 20 mg Masse zerkleinert werden, sofern notwendig. Dabei ist wichtig, eine möglichst ebene Oberfläche beizubehalten, damit eine möglichst große Kontaktfläche zwischen Probematerial und Tiegel besteht. Von jeder Fertigungsvariante werden drei Proben getestet. Die DSC-Verfahren werden als „Heat-Cool-Heat“-Prozesse durchgeführt, es werden also ein Aufheizvorgang, Abkühlvorgang und schließlich noch ein Aufheizvorgang betrachtet. Da beim



Abbildung 38: Verwendete DSC Q2000-Prüfmaschine

ersten Aufheizvorgang häufig Nachkristallisationen oder andere individuelle thermische Effekte des Materials auftreten, ist der zweite Aufheizvorgang zur Charakterisierung der Materialeigenschaften geeigneter.

Der Temperaturbereich der Messungen liegt zwischen -75°C und 180°C . So soll neben Schmelz- und Kristallisationsbereichen auch der Glasübergang ermittelt werden. Dabei wird eine Heiz- beziehungsweise Kühlrate von $10^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ eingestellt. Die Messungen werden unter Stickstoffatmosphäre durchgeführt. Zur Auswertung wird die Software *Universal Analysis 2000* von TA INSTRUMENTS verwendet.

Die Messkurve einer DSC mit „Heat-Cool-Heat“-Prozessablauf ist am Beispiel einer Probe der Fertigungsvariante Zyklus 0 in Abbildung 39 angegeben. Dabei entspricht der grüne Kurven-

abschnitt dem ersten Aufheizvorgang, der blaue Abschnitt dem darauffolgenden Abkühlvorgang und der rote Abschnitt schließlich dem zweiten Aufheizvorgang. Das Diagramm ist gemäß „exo up“ ausgerichtet, das heißt exotherme Reaktionen sind als positive Stufen oder Spitzen dargestellt.

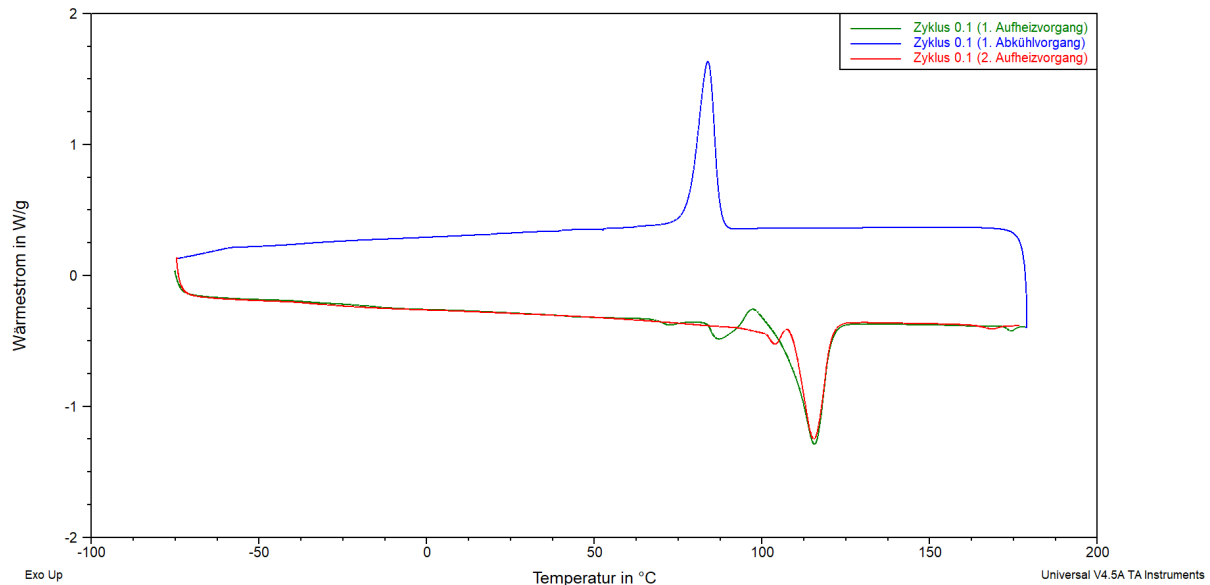


Abbildung 39: DSC einer Zyklus-0-Probe mittels „Heat-Cool-Heat“ (exo up): 1. Aufheizvorgang (grün), 1. Abkühlvorgang (blau), 2. Aufheizvorgang (rot)

Der Vergleich beider Aufheizvorgänge zeigt deutliche Unterschiede im Verhalten der PBS-Matrix. In der ersten Aufheizkurve bildet sich bei etwa 87°C ein erster endothermer Schmelzpeak, welcher direkt in einen exothermen Kristallisationspeak bei etwa 97°C übergeht. Dieser geht ebenfalls direkt in einen deutlich größeren Schmelzpeak über, der sein Extremum bei etwa 116°C besitzt. Es ist anzunehmen, dass der erste Schmelzpeak auf Kristallite zurückzuführen ist, die während der Nachkristallisation entstehen. Die nun amorph vorliegenden Polymerketten richten sich daraufhin scheinbar in einer stabileren Kristallstruktur aus. Da dies jedoch oberhalb der Kristallisationstemperatur des Abkühlprozesses stattfindet, hängt dies eher mit Wachstumsprozessen bestehender Kristallite als mit der Keimbildung neuer Kristallite zusammen. Der große Schmelzpeak entspricht dann dem Schmelzvorgang der gesamten PBS-Matrix. Beim zweiten Aufheizprozess ist ebenfalls ein Schmelzpeak und möglicherweise ein Kristallisationspeak vor dem eigentlichem Schmelzbereich zu erkennen. Diese sind jedoch deutlich kleiner und bei noch höheren Temperaturen, vermutlich handelt es sich hier um statistische Inhomogenitäten in der Kristallstruktur. Schließlich ist zu erwähnen, dass der auf Nachkristallisation basierende Schmelzpeak bei deutlich höherer Temperatur vorliegt als bei den DMA-Messungen (siehe Kapitel 3.5). Dies kann mit der deutlich höheren Heizrate beim DSC-Verfahren zusammenhängen.

Ebenfalls fällt auf, dass die für den Glasübergang typische Stufe im Verlauf der Aufheiz- und Abkühlkurven ausbleibt. Bei der PBS-Matrix wurde eine Glasübergangstemperatur zwischen -40°C und -10°C erwartet [22]. Dass sich diese jedoch in der DSC nicht bemerkbar macht, lässt vermuten, dass der amorphe Phasenanteil hier eher gering ist. Die Cellulosefasern können die Kristallisation der PBS-Matrix als Keimbildner unterstützt haben. Bei einem teilkristallinen Thermoplast werden erst bei steigenden Temperaturen die Nebenvalenzkräfte von Polymerketten überwunden, die am Rand der Kristallite liegen. So gehen kontinuierlich einzelne Ketten in den amorphen, beweglichen Zustand über, der eine andere spezifischen Wärmekapazität besitzt. Dies kann erklären, weshalb die DSC-Kurven unterhalb der Schmelz- und Kristallisationsbereiche eine kleine, aber stetige endotherme Steigung aufweisen, die deutliche endotherme Stufe des Glasübergangs jedoch nicht erkennbar ist.

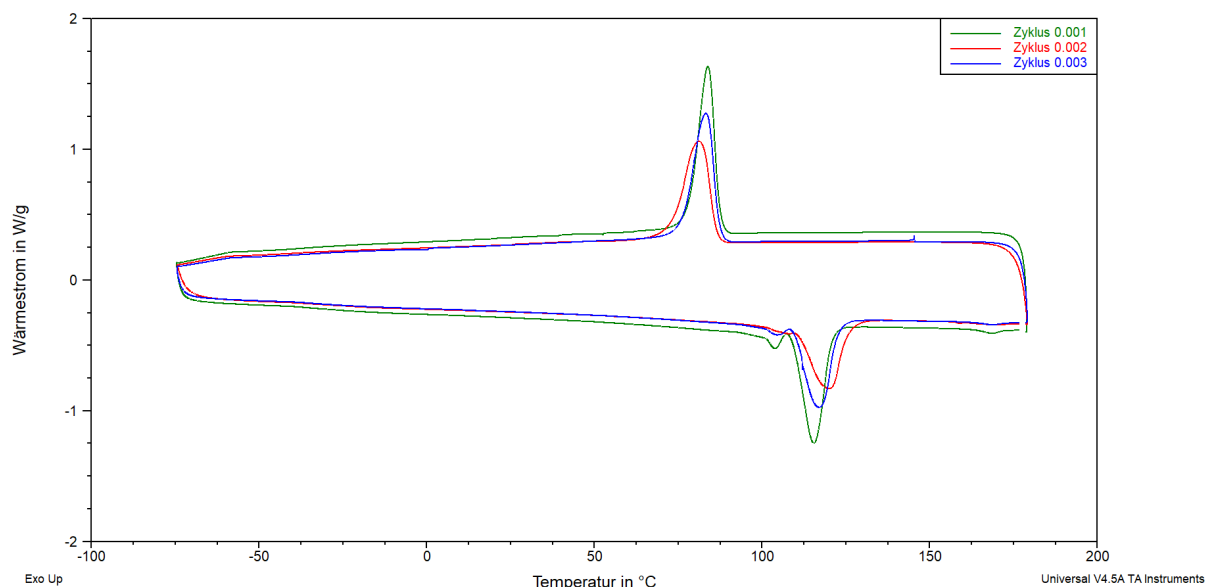


Abbildung 40: DSC-Kurven der drei Proben der Fertigungsvariante Zyklus 0

Zum quantitativen Vergleich der verschiedenen Fertigungsvarianten wird der erste Aufheizvorgang nicht beachtet, im Folgenden werden also nur der Abkühlvorgang sowie der zweite Aufheizvorgang ausgewertet. Die DSC-Kurven der jeweils drei pro Fertigungsvariante untersuchten Proben sind in Abbildung 40 sowie Abbildung 71 bis Abbildung 75 im Anhang dargestellt. Die gemessenen Schmelz- und Kristallisationstemperaturen sind als Mittelwerte und Standardabweichungen der Fertigungsvarianten in Tabelle 11 gegeben, Tabelle 17 im Anhang beinhaltet die Kennwerte der einzelnen Proben. Die Glasübergangstemperatur wird mangels eindeutigen Phasenübergangs nicht ermittelt. Darüber hinaus ist es mit *Universal Analysis 2000* nicht möglich, das Integral der Schmelz- oder Kristallisationspeaks zuverlässig zu berechnen. Auf eine Ermittlung des Kristallisationsgrades wird hier daher verzichtet, zumal nicht garantiert

werden kann, dass alle Proben identische Massenanteile von Verstärkungsfasern und Haftvermittler besitzen.

Tabelle 11: Mittelwerte und Standardabweichungen der in der DSC ermittelten Kennwerte

Fertigungsvariante	T _m in °C	T _c in °C
Zyklus 0	117,35 ± 2,08	82,79 ± 1,38
Zyklus 1	116,61 ± 0,57	83,04 ± 0,14
Zyklus 2	116,84 ± 1,16	82,95 ± 0,44
Zyklus 4	117,04 ± 1,15	82,60 ± 0,82
Zyklus 6	117,23 ± 0,08	82,69 ± 0,37
Zyklus 8	117,25 ± 0,95	83,28 ± 0,52

Der Vergleich der Schmelz- und Kristallisationstemperaturen offenbart keine deutliche Änderung der Materialeigenschaften in Abhängigkeit der Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen. Die Abweichungen der mittleren Temperaturen sind so gering, dass sie teilweise von den Standardabweichungen einzelner Fertigungsvarianten übertroffen werden. Dies lässt vermuten, dass der Einfluss der Extrusionszyklen auf die Polymerstruktur eher gering ist und in dieser Messung durch statistische Unterschiede der einzelnen Probematerialien oder Messungenauigkeiten des Prüfverfahrens übertönt wird. Darüber hinaus fällt auf, dass die Schmelztemperaturen der DSC-Messungen deutlich höher sind als die mittels DMA ermittelten Werte. Dies lässt sich durch die jeweils unterschiedlichen Definitionen der Schmelztemperaturen erklären. Bei der DMA wurde angesichts des Speicher- und Verlustmodulverlaufs der Beginn des Schmelzbereiches ermittelt, während der Höhepunkt des Schmelzpeaks im DSC-Verlauf eher in der Mitte des Phasenübergangs liegt. Ähnlich wie bei den Schmelzpeaks der Nachkristallisationseffekte ist zudem möglich, dass die höhere Heizrate der DSC-Messungen die Lage der ermittelten Schmelztemperaturen beeinflusst.

Die Standardabweichungen der Temperaturkennwerte könnten durch eine größere Probenzahl verringert werden, allerdings ist unklar, ob mit den hier verwendeten Messparametern eine ausreichende Genauigkeit zur Ermittlung einer eindeutigen Entwicklungstendenz erreicht werden kann. Stattdessen kann eine geringere Heiz- beziehungsweise Kühlrate womöglich präzisere Identifikationen der Phasenübergänge ermöglichen. Aufgrund der geringen Wärmeleitfähigkeit von Kunststoffen ist es möglich, dass die getesteten Proben nicht immer eine homogene Temperatur besitzen. Wenn die Schmelz- und Kristallisationsvorgänge im Inneren der

Probe mit Zeitversetzung gegenüber der Probenoberfläche stattfinden, kann dies die Messergebnisse verfälschen. In Abbildung 40 weist die rote Kurve der zweiten Probe von Zyklus 0 beispielsweise die höchste Schmelztemperatur, aber die niedrigste Kristallisationstemperatur der drei Proben auf, was möglicherweise auf eine zu schnelle Heiz- und Kühlrate hinweist. Eine Verringerung der Temperaturraten würde die Dauer der ohnehin zeitintensiven Prüfverfahren (etwa 77 Minuten pro Messung zusätzlich des vorherigen Abkühlvorgangs) allerdings deutlich erhöhen.

Ebenfalls fällt auf, dass die Schmelz- und Kristallisationspeaks teilweise unterschiedlich breit und hoch sind. Möglicherweise spiegeln sich hier kleine Unterschiede im Fasermassenanteil wider, da die Fasern als Keimbildner dienen und somit eine schnelle Bildung vieler kleiner Kristallite ermöglichen. Bei engen, hohen Schmelz- und Kristallisationspeaks ist also von einer Struktur aus ähnlich stabilen Kristalliten auszugehen, während ein breiterer Peak auf eine eher weite Größenverteilung an Kristalliten schließen lässt. Eine Korrelation mit der Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen ist auch hier nicht zu erkennen, dies scheint also eher auf die individuelle Molekülstruktur der einzelnen untersuchten Granulatpartikel zurückzuführen sein.

3.7. Kapillarrheometrie

Im Extrusionsprozess wurde beobachtet, dass sich die Anzahl der Wiederverarbeitungszyklen auf die Verarbeitungseigenschaften des PBS-NFK auswirkt. Um die Fließfähigkeit der verschiedenen Fertigungsvarianten quantitativ zu vergleichen, bietet sich eine Viskositätsmessung an. Diese wird im Folgenden unter Verwendung eines Hochdruck-Kapillarrheometers (HKR) durchgeführt.

Die Kapillarrheometrie ist ein populäres Verfahren zur Charakterisierung der Verarbeitungseigenschaften von Thermoplasten. Dabei wird das zu untersuchende Material mit einer festgelegten Temperatur geschmolzen und anschließend durch eine Kapillardüse gedrückt. Es entsteht ein Druckgradient vom Eingang bis zum Ausgang der Düse, welcher gemessen und zur Berechnung der Schubspannung verwendet werden kann. Die Scherrate der Schmelze kann wiederum anhand des Volumenstroms eingestellt werden, sodass die Scherspannung bei vordefinierten Scherraten ermittelt wird. Die Scherspannung, Scherrate und Viskosität hängen wie folgt zusammen [5] [37]:

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad (10)$$

τ : Scherspannung in Pa

η : Viskosität in Pa·s

$\dot{\gamma}$: Scherrate in s⁻¹

Die vorliegende Scherrate ergibt sich bei Vollkreis kapillaren anhand folgender Formel [37]:

$$\dot{\gamma} = \frac{4 \cdot \dot{V}}{\pi \cdot r^3} \quad (11)$$

$\dot{V}$: Volumenstrom in mm³·s⁻¹

r: Radius der Kapillare in mm

Die Scherspannung kann dann wie folgt berechnet werden [37]:

$$\tau = \frac{p \cdot r}{2 \cdot l} \quad (12)$$

p: Druck vor der Kapillare in Pa

l: Länge der Kapillare in mm

Thermoplastschmelzen weisen ein nicht-newtonsches Fließverhalten auf, das heißt die Viskosität der Schmelze ist von der anliegenden Scherrate abhängig. Bei steigenden Scherraten können sich weniger intermolekulare Kräfte zwischen den Polymerketten ausbilden, weshalb die Viskosität sinkt. [38] Dieses Fließverhalten wird als Strukturviskosität bezeichnet. Aufgrund der Abweichung vom newtonschen Fließverhalten ändert sich auch das Strömungsverhalten innerhalb der

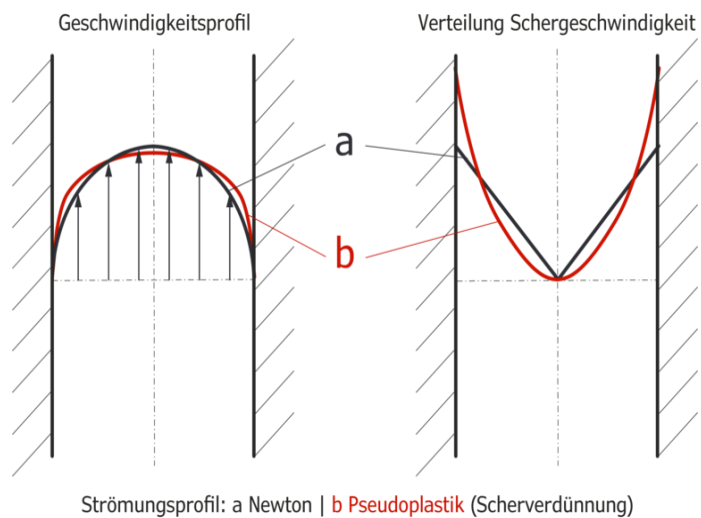


Abbildung 41: Kapillarströmungsprofil einer newtonschen (schwarz) und scherviskosen Flüssigkeit (rot) [37]

Kapillare (vgl. Abbildung 41). Dies hat zur Folge, dass die angegebenen Formeln für die Scherrate und Scherspannung bei Thermoplastschmelzen nicht akkurat sind. Es ist daher stattdessen von einer „scheinbaren“ Scherrate oder Scherspannung die Rede. Zur genaueren Beschreibung des strukturviskosen Verhaltens hat sich die Weißenberg-Rabinowitsch-Korrektur etabliert. [5] [37]

Darüber hinaus muss berücksichtigt werden, dass es aus Konstruktionsgründen sowie aufgrund des viskoelastischen Verhaltens von Thermoplasten zu Druckverlusten am Eingang und Ausgang der Kapillare kommt. Da bei Vollkreis kapillaren der Drucksensor vor der Düse eingebaut ist, können diese Druckverluste nicht ermittelt werden. Es ist jedoch möglich, die HKR-Messung mit mehreren verschiedenen Düsen unterschiedlicher Länge, aber gleichen Kapillarendurchmessers durchzuführen. So kann der gemessene Druck zu einer theoretischen Kapillarenlänge von 0 mm extrapoliert werden, um den Eintritts- und Austrittsdruckverlust zu ermitteln. Dieses Verfahren wird als Bagley-Korrektur bezeichnet. [5] [37]

Für die Viskositätsmessungen in dieser Arbeit wird das Hochdruck-Kapillarrheometer *Rheograph 75* (vgl. Abbildung 42), die Messsoftware *LabRheo* und die Analysesoftware *WinRheo* der GÖTTFERT WERKSTOFF-PRÜFMASCHINEN GMBH verwendet. Dabei handelt es sich um ein HKR mit zwei beheizten Prüfkammern, durch die mithilfe von verfahrenbaren Prüfstempeln geschmolzener Kunststoff gedrückt wird. So können gleichzeitig zwei Messungen mit identischen Parametern, aber unterschiedlichen Kapillargeometrien durchgeführt werden. Das Gerät basiert auf der Norm ISO 11443 und ist für den Einsatz von Vollkreis kapillaren ausgelegt. [39]

Die HKR-Messungen in dieser Arbeit werden mit getrocknetem Granulat der verschiedenen Fertigungsprozesse durchgeführt. Für eine Messung können die Prüfkammertemperatur sowie die Stempelgeschwindigkeit eingestellt werden, wobei sich aus letzterer die Scherrate ergibt. Innerhalb einer Messung können mehrere verschiedene Scherraten getestet werden, um anhand

der resultierenden Scherspannungswerte eine Fließkurve herzuleiten. In diesem Fall werden die vordefinierten Stempelgeschwindigkeiten nacheinander angefahren, bis sich jeweils (gegebenfalls für beide Prüfkanäle) ein konstanter Druck einstellt. Bei den hier durchgeführten



Abbildung 42: HKR „Rheograph 75“ der Firma GÖTTFERT [39]

Prozessen wird das eingefüllte Kunststoffgranulat zudem vor der eigentlichen Messung zehn Minuten lang erhitzt, um eine möglichst homogene Materialtemperatur zu erreichen. Die Prüfkanaltemperatur beträgt bei allen Messungen 160°C, was der Düsentemperatur in den Extrusionsprozessen (siehe Kapitel 3.2) entspricht.

Zur genaueren Auswertung der ermittelten Kennwerte wird eine Weißenberg-Rabinowitsch-Korrektur sowie eine Bagley-Korrektur durchgeführt. Diese erfolgen automatisch anhand der verwendeten Software. Es werden daher beide Prüfkanäle verwendet, wobei eine Düse mit 15 mm Kapillarenlänge und eine Düse mit 0,2 mm Kapillarenlänge eingebaut werden. Erstere wird für die eigentliche Rheometriemessung verwendet, während letztere als Referenz für die Bagley-Korrektur dient. Bei beiden Düsen beträgt der Kapillarendurchmesser 1 mm, sie werden im Folgenden anhand ihres Verhältnisses zwischen Länge und Durchmesser („15/1“ und „0,2/1“) bezeichnet.

Die zu untersuchenden Scherraten werden anhand von Vorversuchen mit Zyklus-8-Granulat festgelegt. Ziel ist, mit der eingefüllten Materialmenge einen breiten Scherratenbereich zu untersuchen, ohne dass die Messung aufgrund von Materialmangel vorzeitig abgebrochen wird. Auf dieser Basis werden die HKR-Messungen mit den folgenden acht scheinbaren Scherraten durchgeführt: 20 s⁻¹, 80 s⁻¹, 200 s⁻¹, 400 s⁻¹, 800 s⁻¹, 2000 s⁻¹, 4000 s⁻¹ und 8000 s⁻¹.

Des Weiteren werden mehrere Testprozesse durchgeführt, um zu untersuchen, ob sich während der Versuchsdurchführung die Fasern und Matrix entmischen oder andere Effekte auftreten, die die HKR-Messungen beeinflussen können. Für diese Testprozesse wird die Scherrate konstant gehalten, es werden drei Prozesse mit 2000 s⁻¹ Scherrate und ein Prozess mit 400 s⁻¹ Scherrate durchgeführt. Die Zeitverläufe des jeweils gemessenen Drucks sind für beide Düsen in Abbildung 43 dargestellt (die Kurven beginnen nach Abschluss des zehnminütigen Aufheizprozesses).

Die drei Messungen bei einer Scherrate von 2000 s⁻¹ verlaufen nahezu identisch, wobei sich bei beiden Düsen in der zweiten Hälfte des Prozesses eine kleine Erhöhung des gemessenen Drucks bildet. Während sich der Druck bei der 15/1-Düse nach dem ursprünglich steilen Anstieg auf etwa 190 bar einpendelt, befindet sich der Höhepunkt bei etwa 195 bar. Es ist also möglich, dass es bei dieser Scherrate zu einer leichten, aber vernachlässigbaren Entmischung kommt, bei der die Kunststoffschmelze etwas leichter durch die Düse gedrückt wird. Dadurch bildet sich im späteren Prozessverlauf eine Anhäufung von Fasern, die nur unter etwas höherem Druck die Kapillare durchqueren. Der Druckunterschied ist relativ gering, aber dennoch erkennbar und wirkt sich aufgrund des proportionalen Zusammenhangs auf die ermittelte Scherspannung aus.

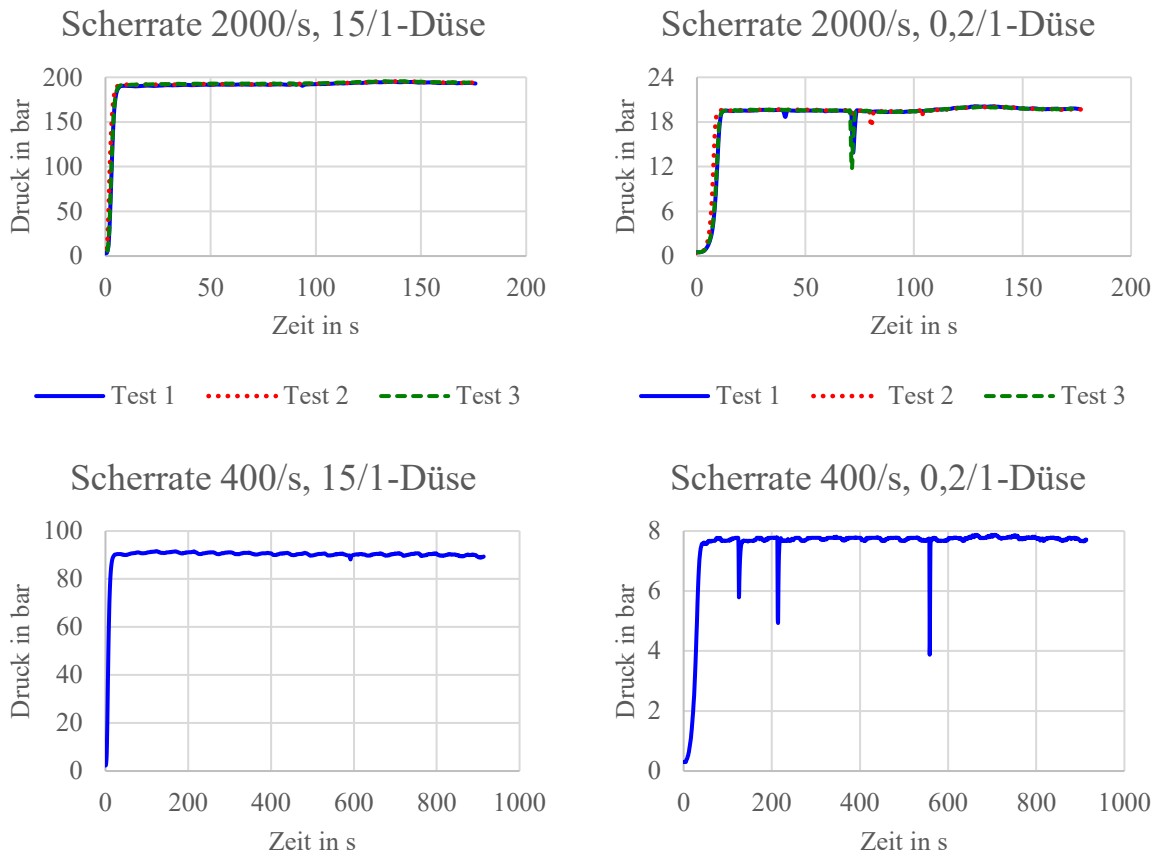


Abbildung 43: Druckverlauf von HKR-Prozessen bei konstanten Scherraten

Bei dem Prozess mit 400 s^{-1} Scherrate scheint dieser Effekt allerdings nicht unbedingt aufzutreten, er ist höchstens bei der 0,2/1-Düse zu erahnen. Dies liegt daran, dass der Druckverlauf bei diesem Prozess eine periodische Oszillation aufweist. Womöglich ist das HKR nicht perfekt in der Lage, eine konstante Stempelgeschwindigkeit beizubehalten, was sich bei geringeren Geschwindigkeitswerten in einer größeren relativen Unsicherheit äußert. Dies zeigt, dass die ermittelten Scherspannungen insbesondere bei niedrigen Scherraten durch statistische Fehler des Gerätes beeinträchtigt werden können. Schließlich fällt auf, dass es bei der 0,2/1-Düse zu vereinzelten negativen Spitzen im Druckverlauf kommt. Möglicherweise liegen hier Lufteinschlüsse im Material vor. Das geschmolzene Granulat wird zwar vor Beginn jedes HKR-Prozesses verdichtet, um Lufteinschlüsse zu vermeiden, doch da bei der 0,2/1-Düse bereits relativ geringe Drücke ausreichen, um Material durch die Kapillare zu fördern, können hier scheinbar nicht alle Lufteinschlüsse eliminiert werden.

Mit den Erkenntnissen der Vorversuche werden HKR-Messungen zur Ermittlung der Fließkurven der PBS-NFK-Varianten durchgeführt. Je Fertigungsvariante werden drei Versuche ausgewertet, die nicht von Lufteinschlüssen oder ähnlichen Ausreißern verfälscht werden. Der

Verlauf des gemessenen Drucks beim Anfahren der acht verschiedenen Stempelgeschwindigkeiten ist in Abbildung 44 am Beispiel einer Probe der Fertigungsvariante Zyklus 0 dargestellt.

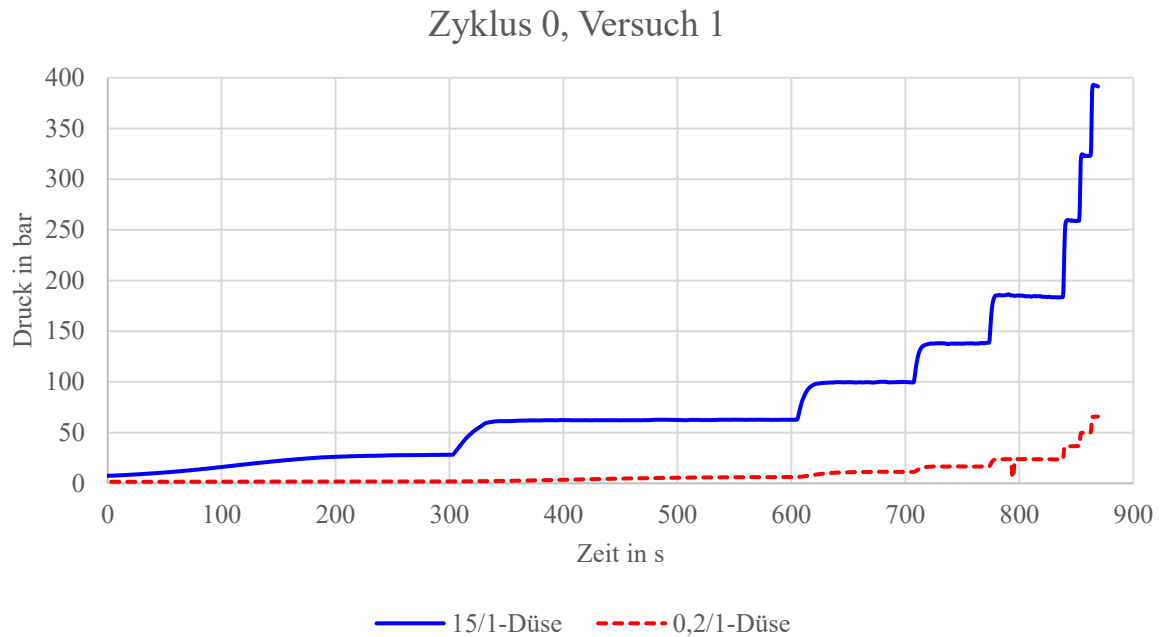


Abbildung 44: Druckverlauf der HKR-Messung zur Ermittlung der Fließkurve einer Zyklus-0-Probe

Auf Basis der drei pro Fertigungsvariante durchgeführten Versuche werden Mittelwerte und Standardabweichungen der gemessenen Scherraten, Scherspannungen und Viskositäten berechnet. Diese Kennwerte sind in Tabelle 18 und Tabelle 19 im Anhang aufgelistet. Abbildung 45 und Abbildung 46 zeigen für jede Fertigungsvariante den Verlauf der Scherspannung und der Viskosität in Abhängigkeit von der Scherrate anhand dieser Mittelwerte. Die Achsen dieser Diagramme sind logarithmisch skaliert.

Die ermittelten Fließkurven zeigen das charakteristisch strukturviskose Verhalten der Thermoplastschmelze. Die für Zyklus 0 ermittelten Werte der Scherspannung und Viskosität sind dabei am höchsten und nehmen mit zunehmender Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen tendenziell ab. Es liegt nahe, dass sich die vorliegenden intermolekularen Kräfte der enthaltenen Polymerketten je nach Fertigungsvariante unterscheiden. Dabei können geringere Viskositätswerte mit niedrigen Molmassen zusammenhängen. Da in der Schmelze, anders als beim festen Material, keine kristallinen Bereiche vorliegen, können kürzere Molekülketten hier nicht für einen größeren Kristallinitätsgrad und infolgedessen hohe Nebenvalenzkräfte sorgen. Es ist zu vermuten, dass die Entwicklung der Viskositätswerte auf die Degradation der Polymerketten folgt, die durch mechanische und thermische Belastung beim Extrusionsprozess auftritt. Eben-

falls ist möglich, dass es in der Extrusion zur Zerkleinerung oder Fibrillierung der Cellulosefasern kommt und die Fasern infolgedessen bei höherer Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen besser dispergiert sowie leichter von der Kunststoffschmelze mitzuschwemmen sind. An dieser Stelle ist zu erwähnen, dass bei diesen HKR-Messungen keine deutliche Beeinflussung der Kennwerte durch Entmischungseffekte wahrgenommen wird. Diese wären wohl bei größeren Fasern oder inhomogener Faserdispersion tendenziell deutlicher.

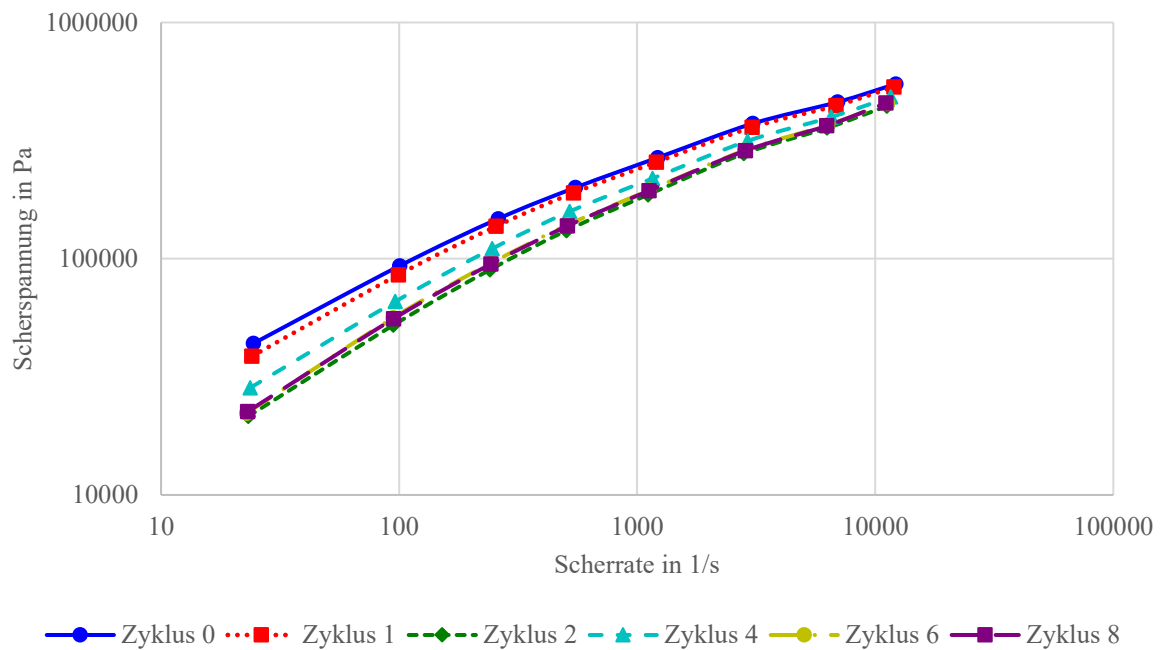


Abbildung 45: Mittlere Scherspannungskurven der verschiedenen Fertigungsverfahren

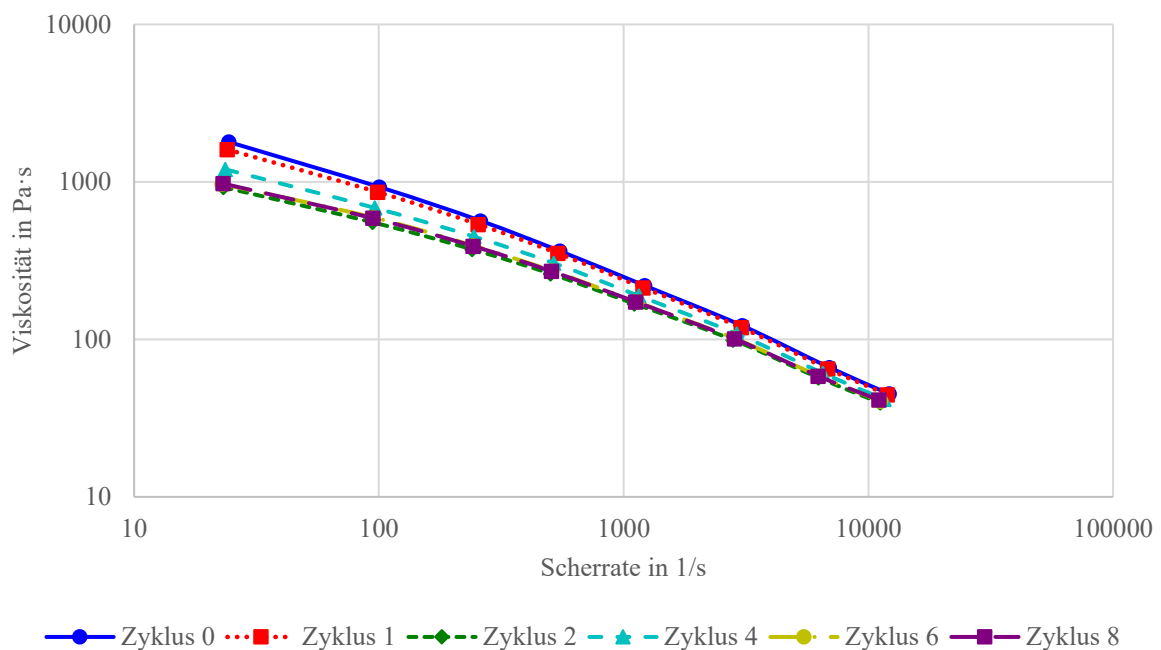


Abbildung 46: Mittlere Viskositätskurven der verschiedenen Fertigungsverfahren

Einen Ausreißer der Ergebnisse stellen die Versuche der Variante Zyklus 2 dar. Diese besitzen die niedrigsten Scherspannungs- und Viskositätswerte, obwohl eigentlich die dritthöchsten Werte der hier untersuchten Fertigungsverfahren zu erwarten wären. Eine ähnliche Beobachtung wurde bei den quasistatischen mechanischen Prüfungen (Kapitel 3.3 und 3.4) aufgestellt. Es hat den Anschein, dass die PBS-Matrix des von Zyklus 2 aufbewahrten Granulats niedrigere intermolekulare Kräfte aufweist, was auf eine niedrigere mittlere Molekülmasse zurückgeführt werden kann. Die derartige Verringerung der Kennwerte dieser Fertigungsverfahren kann jedoch nicht nur auf Kettendegradation zurückgeführt werden, stattdessen scheinen sich hier statistische Inhomogenitäten des verarbeiteten Kunststoffes bemerkbar zu machen. Ebenfalls ist möglich, dass der Fasermassenanteil bei dieser Fertigungsverfahren niedriger als erwartet ist. Bei den Extrusionsprozessen wird beobachtet, dass reines gefördertes PBS eine niedrigere Viskosität zu besitzen scheint als faserverstärktes PBS. Ein Testprozess, der an unverstärktem *NaturePlast PBI 003*-Granulat durchgeführt wird, bestätigt diesen Eindruck (vgl. Abbildung 76 und Abbildung 77 im Anhang). Geringere Viskositäten sind für Verarbeitungsprozesse wie Extrusion und Spritzguss allerdings von Vorteil, da ein geringerer Energieaufwand für die Förderung und Homogenisierung ausreicht.

Obwohl von jeder Fertigungsverfahren nur drei Versuche ausgewertet werden, wirken die ermittelten Standardabweichungen relativ gering. Nichtsdestotrotz sind die Scherspannungs- und Viskositätsverläufe von Zyklus 2, 6 und 8 sehr ähnlich, weshalb eine größere Probenzahl eine genauere Unterscheidung ermöglichen könnte. Darüber hinaus ist es möglich, dass Zyklus 2 nur aufgrund der geringen Versuchszahl als statistischer Ausreißer auftritt. Schließlich ist zu erwähnen, dass die Bagley-Korrektur mit zwei verschiedenen Düsen nur lineare Extrapolationen der Eintritts- und Austrittseffekte der Kapillaren ermöglicht [37], weshalb die Versuchsdurchführung mit weiteren Kapillarenlängen präzisere Ergebnisse erzielen könnte.

3.8. Gelpermeationschromatographie

Nachdem einige Prüfverfahren zur Charakterisierung der Materialeigenschaften durchgeführt wurden, soll untersucht werden, ob eine direkte Korrelation mit der Molekularstruktur der PBS-Matrix hergestellt werden kann. Aufgrund des zentralen Einflusses ist daher die Ermittlung der mittleren Molmasse sowie der Molmassenverteilung der PBS-Matrix, die je nach Fertigungsverfahren vorliegt, von Interesse. Zu diesem Zweck ist es notwendig, das angefertigte Granulat zu lösen und Cellulosefasern sowie PBS-Matrix voneinander zu trennen.



Abbildung 47: Lösung in Dichlormethan (links) und zur Faserseparation verwendete Zentrifuge (rechts)

Von jeder Fertigungsvariante werden etwa 100 mg Granulat für etwa 24 Stunden in Dichlormethan gelöst (vgl. Abbildung 47). Zunächst sollen diese Lösungen mithilfe von Polytetrafluorethylen-Spritzenfiltern mit 0,45 μm Porengröße gefiltert werden. Die Spritzenfilter verstopfen jedoch zu schnell, was vermutlich auf eine Anhäufung von Cellulosefasern zurückzuführen ist. Aus diesem Grund werden die in den Lösungen enthaltenen Fasern vor dem Filtrierungsprozess anhand einer Zentrifuge (vgl. Abbildung 47) von der Polymerlösung separiert. Die Zentrifugierungsprozesse werden bei einer Drehzahl von 3600 min^{-1} für jeweils vier Minuten durchgeführt. Dadurch setzt sich der Großteil der Cellulosefasern am Boden der Zentrifugengläser ab, sodass zur Filtration Lösungen mit deutlich geringerem Faseranteil entnommen werden können. Daraufhin gelingt es, einige Tropfen der jeweiligen Lösung durch einen Spritzenfilter zu befördern, ehe dieser verstopft. Nach einer Trocknung bei etwa 50°C zum Verdampfen des Dichlormethans kann für jede Fertigungsvariante eine dünne PBS-Folie mit einer Masse von mindestens 8 mg gewonnen werden (vgl. Abbildung 48). Für das folgende Analyseverfahren werden folgende Probemengen vorbereitet:

- Zyklus 0: 4,0 mg
- Zyklus 1: 4,1 mg
- Zyklus 2: 4,0 mg
- Zyklus 4: 3,8 mg
- Zyklus 6: 4,2 mg und
- Zyklus 8: 3,9 mg.



Abbildung 48: Nach Filtration gewonnene PBS-Folien

Im Vorfeld der Trennprozesse war eingeplant, durch Massebestimmung des zu lösenden Granulats sowie der separierten und getrockneten Cellulosefasern eine Bestimmung des Fasermassengehalts durchzuführen. Da mit diesem Verfahren jedoch keine perfekte Trennung von Fasern und Matrix möglich ist und die Spritzenfilter scheinbar durch in der Lösung enthaltene Fasern verstopft werden, wirkt eine akkurate Ermittlung des Faseranteils unrealistisch. Der Plan wird daher verworfen.

Zum Vergleich der verschiedenen Fertigungsverfahren hinsichtlich der Molmasse der PBS-Matrix wird eine Gelpermeationschromatographie (GPC) durchgeführt (vgl. Abbildung 49). Bei diesem Verfahren wird der zu untersuchende Kunststoff gelöst und durch eine Säule geleitet, die ein poröses Material beinhaltet. Dieses Füllmaterial ist häufig ein Polymergel und wird als stationäre Phase bezeichnet. Die in der zu untersuchenden Lösung enthaltenen Polymermoleküle können während der Diffusion durch die Säule in die Poren der stationären Phase eindringen. Als zentrale Charakteristik wirkt hier das hydrodynamische Volumen der individuellen Moleküle, welches mit der Molmasse, der Anordnung (Konfiguration) sowie der räumlichen Orientierung (Konformation) des jeweiligen Moleküls zusammenhängt. Moleküle mit niedrigerem hydrodynamischem Volumen verweilen länger in den Poren der stationären Phase und gelangen erst später am Ende der Säule an. Zur Identifikation von aus der Säule austretenden Polymermolekülen werden beispielsweise Brechungsindex- oder Lichtstreuungsdetektoren verwendet. Sind die typische Konfiguration und Konformation des zu untersuchenden Polymers bekannt, kann anhand des ermittelten zeitlichen Elutionsverlaufs die absolute Molmassenverteilung hergeleitet werden. [40] [41] [42]

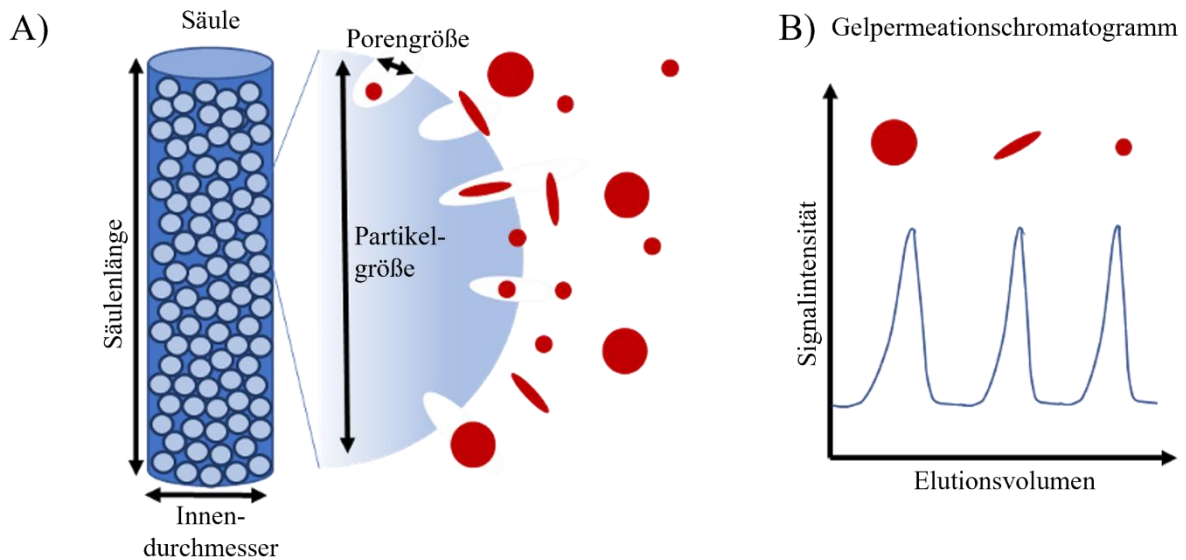


Abbildung 49: Funktionsprinzip der GPC anhand des hydrodynamischen Volumens der Probenmoleküle [42]

Zur Durchführung der GPC-Versuche wird eine Flüssigchromatographie-Pumpe namens *Agilent 1260 Infinity II* der Firma AGILENT TECHNOLOGIES, INC. eingesetzt. Zur Überwachung der Elution dient ein *RI Detektor 2300* der Firma KNAUER, dieser Detektor misst Lichtintensität auf Basis des Brechungsindex der Probelösung. Bei der Probelösung handelt es sich um die zuvor angefertigten PBS-Proben, welche mit einer Konzentration von etwa $2 \text{ mg} \cdot \text{cm}^{-3}$ in Hexafluorisopropanol gelöst sind. Vor der Messung wird diese Lösung durch einen $0,45 \text{ }\mu\text{m}$ -Spritzenfilter geleitet, es handelt sich um die gleichen Spritzenfilter wie beim vorherigen Trennvorgang. Da keine Referenzmessungen für PBS vorliegen, wird die Analysesoftware stattdessen auf PMMA kalibriert. Dadurch ist zwar keine Berechnung der absoluten Molmassenverteilung der PBS-Proben möglich, für einen qualitativen Vergleich der Fertigungsverfahren ist das Verfahren aber geeignet. Das Ziel ist, von jeder Fertigungsverfahren eine Messung durchzuführen. Die GPC-Messungen laufen nicht einwandfrei ab. Nach der dritten PBS-Probe wird beobachtet, dass es zu einer Druckerhöhung im Messsystem kommt. Da dies auf potenzielle Schädigungen der Anlage hinweisen kann, muss die Versuchsdurchführung nach Ende dieses Prozesses abgebrochen werden. Es scheint, dass trotz der umfangreichen Trennvorgänge im Vorfeld der Messungen noch Faserreste in den PBS-Proben vorhanden sind und den Druckanstieg verursachen. Im Folgenden werden nur die Fertigungsverfahren Zyklus 0, 1 und 2 betrachtet, die übrigen Varianten können nicht untersucht werden. Zum Vergleich wird daher noch ein Vorversuch herangezogen, welcher unter den gleichen Versuchsparametern mit unverarbeitetem *NaturePlast PBI 003*-Granulat durchgeführt wurde. Die Ergebnisse der vier Messungen sind in

Abbildung 50 dargestellt, dabei handelt es sich um den relativen Massenanteil in Abhängigkeit von der Molmasse der detektierten Polymermoleküle. Die auf den PMMA-Referenzdaten basierende Molmasse wird im Folgenden als M^* bezeichnet und ist im Diagramm als Zehnerlogarithmus skaliert.

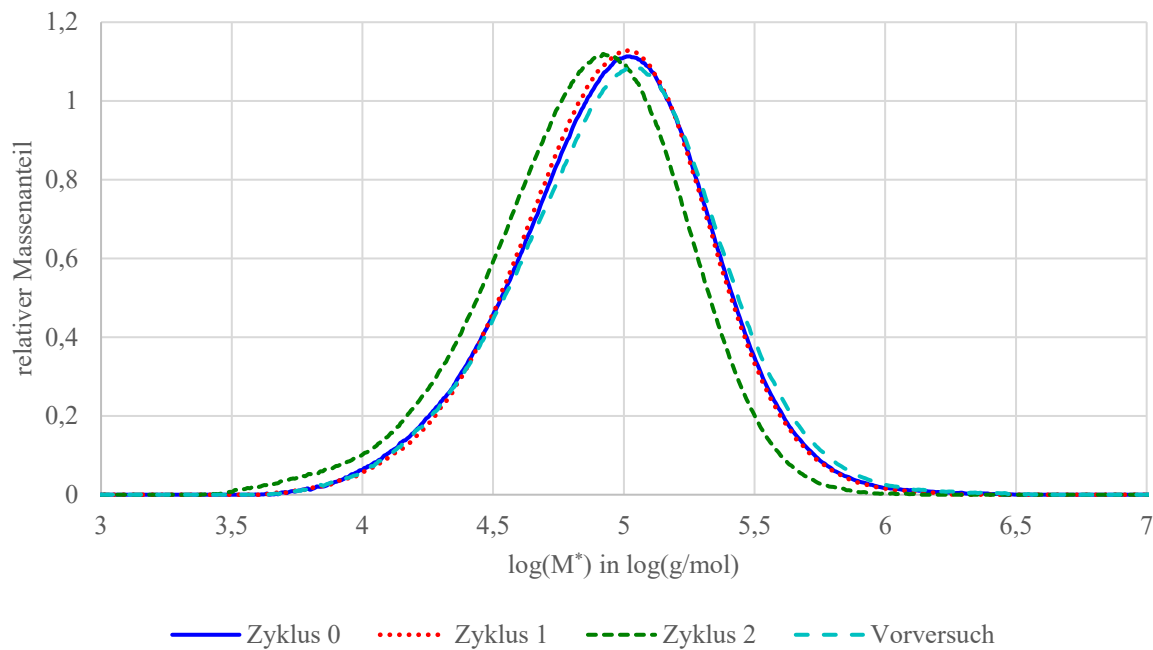


Abbildung 50: Molmassenverteilung der mittels GPC untersuchten PBS-Proben

Tabelle 12 beinhaltet die Zahlen- und Massenmittel, die für die Molmassen der verschiedenen Proben ermittelt wurden. Ebenfalls ist die Dispersität angegeben, die sich aus folgender Formel ergibt [41]:

$$D = \frac{M_w}{M_n} \quad (13)$$

D: Dispersität

M_w : Massenmittel der Molmasse in $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$

M_n : Zahlenmittel der Molmasse in $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$

Von den vier Messungen weist die PBS-Probe des Vorversuchs die höchste mittlere Molmasse auf. Zyklus 0 und Zyklus 1 besitzen etwas kleinere Polymermoleküle, die Molmassenverteilungen der beiden Fertigungsvarianten sehen fast identisch aus. Zyklus 2 hat dagegen eine deutlich geringere mittlere Molmasse, was auch in der Molmassenverteilung zu erkennen ist. Die Dispersität ist beim Vorversuch am höchsten und bei Zyklus 1 am niedrigsten, insgesamt scheinen alle Molmassenverteilungskurven jedoch eine ähnliche Form zu haben.

Tabelle 12: Zahlen- und Massenmittel der Molmasse sowie Dispersität der GPC-Proben

Probe	M_n^* in $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$	M_w^* in $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$	Dispersität
Zyklus 0	61010	129800	2,13
Zyklus 1	61590	125900	2,04
Zyklus 2	46010	98180	2,13
Vorversuch	62730	140100	2,23

Dass die PBS-Probe des Vorversuchs die höchste mittlere Molmasse aufweist, entspricht den Erwartungen, da alle Fertigungsvarianten in dieser Arbeit mindestens einmal im Extruder verarbeitet wurden und dabei mechanischer und thermischer Belastung ausgesetzt waren. Bemerkenswerter wirkt dagegen der Vergleich der drei Fertigungsvarianten, da Zyklus 0 und Zyklus 1 sehr ähnliche Ergebnisse aufweisen, aber die mittlere Molmasse von Zyklus 2 deutlich abweicht. Angesichts der unterschiedlichen Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen wäre davon auszugehen, dass die Polymerketten der PBS-Matrix nach jedem Extrusionsprozess durch Degradation kürzer werden. Stattdessen ist wahrscheinlich, dass die Molmassenverteilung nicht prozessübergreifend identisch bleibt oder dass bereits das *NaturePlast PBI 003*-Granulat Inhomogenitäten in der Molmassenverteilung aufweist. So könnte beispielsweise das in der Zyklus-1-Probe vorhandene PBS zu Beginn der Arbeit eine relativ hohe mittlere Molmasse besessen haben, sodass die PBS-Matrix nun trotz des zusätzlichen Verarbeitungsschritts eine ähnliche Molmassenverteilung aufweist wie die Zyklus-0-Probe. Gleichzeitig besteht die Möglichkeit, dass die Molmassenverteilung der Zyklus-2-Probe einen negativen Ausreißer darstellt, etwa indem der zweite Wiederverarbeitungszyklus besonders starke Belastungen auf das Material ausübte.

Aufgrund der geringen Anzahl der Messungen sowie insbesondere des Mangels an Daten für die Fertigungsvarianten Zyklus 4, 6 und 8 ist eine klare Deutung der Ergebnisse nur schwer möglich. Teilweise spiegeln sich jedoch Beobachtungen wider, die auch bei den mechanischen Prüfungen sowie den Rheometrieversuchen aufgestellt wurden. Nichtsdestotrotz bleibt offen, ob die GPC-Messungen angesichts der kleinen Probenmassen für das gesamte Material der Fertigungsvarianten repräsentativ sind. Andere Prüfmethoden zur Ermittlung der mittleren Molmasse, beispielsweise zur Messung des Viskositätsmittels, können zur detaillierteren Analyse das GPC-Verfahren ergänzen. Ein zentrales Problem stellt jedoch auch bei anderen Verfahren die Trennung von Fasern und Matrix dar, insbesondere angesichts der geringen Dimensionen der verwendeten Cellulosefasern.

3.9. Bewertung der Ergebnisse

Die Fertigungsvarianten wurden hinsichtlich einer Vielfalt von Kennwerten untersucht, die das Materialverhalten während der Verarbeitung und im praktischen Einsatz charakterisieren. Einige Ergebnisse weisen deutliche Tendenzen in Abhängigkeit von der Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen auf. Bei anderen Prüfverfahren sind die Unterschiede subtiler, wobei in manchen Fällen keine eindeutige Entwicklung festzustellen ist. Werden alle in den Analysen aufgestellten Beobachtungen miteinander verglichen, können aber einige Zusammenhänge hergeleitet werden.

Die mechanischen Eigenschaften sind insgesamt bei der Fertigungsvariante Zyklus 0 am besten, die Festigkeits- und Steifigkeitswerte bei quasistatischer Belastung zählen zu den höchsten der geprüften Proben. Bei der DMA besitzen die Zyklus-0-Prüfkörper außerdem die höchste mittlere Schmelztemperatur. Darüber hinaus weist diese Fertigungsvariante in den HKR-Versuchen die höchste Viskosität auf. Gleichzeitig liegt bei der Verarbeitung des Materials im Extruder und mittels Spritzguss der höchste Innendruck der Fördereinheit vor. In allen dieser Fälle kommt es bei den anderen Fertigungsvarianten zu einer tendenziellen Abnahme der Werte in Abhängigkeit von der Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen, wobei vereinzelte Ausreißer auftreten.

Es liegt also nahe, dass sich die Materialstruktur des angefertigten PBS-NFK-Granulats mit der Anzahl an Extrusionszyklen ändert und somit für die Unterschiede in den resultierenden Kennwerten sorgt. Die Eigenschaften eines faserverstärkten Thermoplasts basieren in großem Maße auf der Kettenlänge der Polymermatrix sowie dem Aspektverhältnis der Verstärkungsfasern. Im Vorfeld wurde davon ausgegangen, dass die mechanische und thermische Belastung, die bei der Förderung und Homogenisierung im Extruder vorliegt, zu Degradation der PBS-Moleküle sowie Zerkleinerung der Cellulosefasern führt. Im Falle der Fasern beeinträchtigt dies ihre Verstärkungswirkung bei faserverparallelen Belastungen, was den idealen Anwendungsfall eines faserverstärkten Kunststoffes betrifft. Bei der Thermoplastmatrix hingegen verringern sich generell die vorliegenden intermolekularen Kräfte, wodurch die Polymerketten einfacher voneinander abgleiten können. Bei zunehmender Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen würden sich also die mechanischen Eigenschaften des Materials verschlechtern, allerdings wäre es einfacher zu verarbeiten. Diese Effekte spiegeln sich in der beschriebenen Entwicklung der Materialeigenschaften wider und können in Teilen anhand der GPC-Messungen bestätigt werden. In dieser Hinsicht entsprechen die Unterschiede der Fertigungsvarianten den Erwartungen.

Bei anderen Messverfahren können diese Eigenschaftstendenzen wiederum nicht ermittelt werden. So sind bei der SME-Bestimmung und den mittels DSC ermittelten Schmelz- und Kristallisationstemperaturen die Mittelwerte zu ähnlich oder die Standardabweichungen zu hoch, um eine eindeutige Kennwertentwicklung der Fertigungsvarianten festzustellen. Die Speichermoduln der DMA-Messungen unterscheiden sich wiederum stärker, wirken jedoch zufällig verteilt und ohne Zusammenhang mit der Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen. Diese Ergebnisse können mit den statistischen Ungenauigkeiten der Messverfahren zusammenhängen, beispielsweise durch die für Inkonsistenz anfällige SME-Bestimmung oder einer mangelnden Genauigkeit des DSC-Verfahrens. Ähnliches gilt jedoch auch für die Prüfverfahren, deren Ergebnisse den Erwartungen entsprechen.

Insofern erscheint es wahrscheinlicher, dass die untersuchten Proben teilweise individuelle Abweichungen der Materialeigenschaften aufweisen, sodass die Proben nicht unbedingt repräsentativ für die gesamte Fertigungsvariante sind. Dies lässt darauf schließen, dass das Rohmaterial oder der Compoundingprozess im Extruder bereits Unregelmäßigkeiten besitzen, die sich auf die Prüfergebnisse übertragen. Der Druck im Extruder ist teilweise spontanen Schwankungen ausgesetzt, was ein Indiz für Materialinhomogenität sein kann. So besteht die Möglichkeit, dass hier Inkonsistenzen in der Faserbeimischung zu ungleichmäßigen Fasermassenanteilen führen. Gleichzeitig können die Druckschwankungen aus technischen Unregelmäßigkeiten des Extruders folgen und auf eine Änderung der mechanischen Belastung des Materials hinweisen. Die Verarbeitung mittels Spritzguss stellt darüber hinaus eine zusätzliche Quelle für Materialunterschiede dar, so werden bei den DMA-Prüfkörpern unterschiedliche Nachkristallisationseffekte der PBS-Matrix festgestellt. Generell ist möglich, dass variierende Fasermassenanteile auch die Kristallstruktur der PBS-Matrix beeinflussen.

Ein weiteres Indiz für individuelle Schwankungen der Materialeigenschaften sind die ermittelten Kennwerte der Fertigungsvariante Zyklus 2. In mehreren verschiedenen Prüfverfahren besitzen diese Proben die schlechtesten Materialeigenschaften, mitunter sogar als einziger Ausreißer einer ansonsten eindeutigen Entwicklungstendenz. Obwohl nur eine geringe Anzahl an GPC-Messungen durchgeführt werden können, fällt die Zyklus-2-Probe aufgrund der mit Abstand niedrigsten mittleren Molmasse auf. Es scheint also, dass das nach dem zweiten Wiederverarbeitungszyklus entnommene Granulat aufgrund der für den Extrusionsprozess geltenden statistischen Inkonsistenz von unterdurchschnittlicher Qualität ist. Bei etwa 3,4 kg an entnommenem Granulat handelt sich dies immerhin nur um einen kleinen Teil der etwa 44 kg an Material, das in Zyklus 0 ursprünglich angefertigt wurde. Erwähnenswert sind dabei allerdings die Ergebnisse der quasistatischen mechanischen Prüfungen, bei denen Zyklus 2 eine hohe

Steifigkeit, aber eine niedrige Festigkeit besitzt. Es ist möglich, dass nur die PBS-Matrix von niedriger Qualität ist und die Cellulosefasern nicht beeinträchtigt sind.

Die Eigenschaften der in den Materialproben enthaltenen Cellulosefasern stellen einen großen Einflussfaktor dar, welcher in dieser Arbeit nicht im ursprünglich geplanten Rahmen untersucht werden konnte. So sollte in Vorbereitung der GPC die PBS-Matrix gelöst und vollständig von den Verstärkungsfasern getrennt werden. Aufgrund ihrer geringen Größe verstopfen die Fasern jedoch stets den verwendeten Filter, wobei einzelne Fasern sogar scheinbar durch die Filterporen gelangen. Dies beeinträchtigt die Molmassenanalyse der PBS-Matrix und verhindert eine detaillierte Untersuchung aller in der Probe vorhandenen Cellulosefasern. Neben einer Faser-massengehaltsbestimmung anhand der separierten, getrockneten Fasern wurde geplant, die Fasergeometrie anhand einer dynamischen Bildanalyse mit einem *QICPIC*-Gerät der SYMPATEC GMBH [43] zu analysieren. So sollten die Cellulosefasern der Fertigungsverfahren hinsichtlich Länge und Durchmesser untersucht werden, um eine mögliche Zerkleinerung oder Fibrillierung im Extrusionsprozess nachzuweisen. Da die Steifigkeitswerte bei den mechanischen Prüfungen auch nach zwei Wiederverarbeitungszyklen immer noch ähnlich hoch bleiben, ist es möglich, dass die Fasern während der ersten zwei Wiederverarbeitungszyklen fibrilliert werden und somit ihr Aspektverhältnis auch bei Verringerung der Faserlänge beibehalten. Selbst bei einer perfekten Trennung von Fasern und Matrix ist jedoch fraglich, ob die Bildauflösung des *QICPIC*-Geräts zur genauen Messung der Faserdimensionen ausreicht. Darüber hinaus wurde zur Bestimmung des Faservolumengehalts eine thermogravimetrische Analyse (TGA) in Betracht gezogen, aufgrund der geringen Zersetzungstemperatur von Cellulosefasern scheint dieses Verfahren jedoch auch eher ungeeignet [9].

Des Weiteren ist zu berücksichtigen, dass der im PBS-NFK enthaltene MA-PLA-Haftvermittler die Materialeigenschaften ebenfalls stark beeinflusst. Insbesondere die mechanischen Eigenschaften sind von der Eignung des Haftvermittlers, Krafteinleitungen zwischen Fasern und Matrix zu ermöglichen, abhängig. Während in dieser Arbeit ein Massenanteil des Haftvermittlers von 2,5 % bei 25 % Fasermassenanteil verwendet wird, besteht die Möglichkeit, dass ein anderer Haftvermittleranteil für diesen Materialverbund bessere Eigenschaften bewirken kann. Ebenfalls ist zu bedenken, dass der Haftvermittler für Verfahren wie die DSC oder GPC als „Verunreinigung“ wirken und die Ergebnisse verfälschen kann. Darüber hinaus kann nicht ausgeschlossen werden, dass es im Einfüllzylinder zu einer Entmischung der Fasern und des Haftvermittlers kommt, was ungleichmäßige Eigenschaften des Faserverbundkunststoffs bewirken würde. Insgesamt ist jedoch davon auszugehen, dass der MA-PLA-Haftvermittler seine

Funktion erfüllt, da die Steifigkeit des PBS-NFK die von reinem PBS übertrifft und die Verarbeitung des Materials nicht beeinträchtigt wird.

Auch wenn nicht alle Prüfverfahren erwartungsgemäß durchgeführt werden konnten, lassen sich anhand der insgesamt erhaltenen Ergebnisse einige Schlussfolgerungen für das Recyclingpotential des PBS-NFK ziehen. Die Steifigkeits- und Festigkeitswerte der Proben aus Material des ersten Wiederverarbeitungszyklus sind unter Berücksichtigung der Standardabweichungen ähnlich wie oder nur geringfügig geringer als die der Proben von Zyklus 0. Die Verarbeitbarkeit und thermische Stabilität scheint in Anbetracht der Viskosität und Schmelztemperatur ebenfalls nur ein wenig vom ursprünglich compoundierten Material abzuweichen. Demzufolge ließe sich der hier untersuchte PBS-NFK auch nach dem ersten Recyclingprozess noch für ähnliche Anwendungen einsetzen, solange das Material sortenrein wiedergewonnen werden kann. Da die Ergebnisse von Zyklus 2 nicht repräsentativ wirken und Zyklus 3 nicht untersucht wurde, kann in dieser Arbeit keine eindeutige Bewertung der Materialqualität vollzogen werden. Da die Zyklus-2-Proben jedoch eine ähnliche Steifigkeit aufweisen wie die beiden vorherigen Fertigungsvarianten, scheint das Material nach zwei Wiederverarbeitungszyklen noch genauso gut geeignet zu sein, solange die im Einsatz einwirkenden Kräfte relativ niedrig bleiben. Zyklus 4 wirkt wiederum hinsichtlich Steifigkeit und Festigkeit den vorherigen Fertigungsvarianten unterlegen, auch Viskosität und Schmelztemperatur ist insgesamt merklich niedriger als bei Zyklus 0. Im Bereich zwischen zwei und vier Wiederverarbeitungszyklen scheint also die „kritische“ Anzahl zu liegen, bei der eine relativ deutliche Beeinträchtigung der Materialqualität vorliegt. Zwischen Zyklus 4 und Zyklus 8 wirken die Degradationseffekte wiederum relativ gering. Zyklus 8 weist aufgrund der statistischen Inhomogenität des untersuchten Materials sogar teilweise bessere Kennwerte auf als die Proben von Zyklus 4 oder Zyklus 6. Insgesamt ist dabei anzumerken, dass die relativen Unterschiede der mittleren Steifigkeits- und Festigkeitswerte der verschiedenen Fertigungsvarianten nie höher als 10 % sind. Selbst nach einer großen Anzahl an Extrusionsprozessen lässt sich der PBS-NFK wohl noch in den meisten Anwendungsfällen anstelle des neu compoundierten Materials einsetzen. Dabei ließe sich das rezyklierte Material aufgrund der niedrigeren Schmelztemperatur und Viskosität sogar unter niedrigerem Energieaufwand verarbeiten.

4. Fazit

In dieser Arbeit wurde der Einfluss von stofflichem Recycling auf die Qualität eines Bioverbundkunststoffes aus PBS und Cellulosefasern untersucht. Mit einem Extrusionsverfahren wurde der zu untersuchende Faserverbundkunststoff compoundingiert und anschließend mehrfach wiederverarbeitet. So wurde eine Reihe an Fertigungsvarianten angefertigt, die sich in der Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen unterscheiden. Die Verarbeitbarkeit und die Eignung für technische Anwendungen der Fertigungsvarianten wurden anhand von Kennwerten in Verarbeitungsprozessen sowie durch mechanische, thermische und rheologische Prüfverfahren analysiert. Darüber hinaus konnte bei einigen Fertigungsvarianten ein Vergleich der mittleren Molmasse der PBS-Matrix durchgeführt werden. Auf Basis der Ergebnisse wurde die Materialqualität der verschiedenen Fertigungsvarianten bewertet und einige Zusammenhänge mit dem Verarbeitungsprozess im Extruder hergestellt.

Insgesamt wurde festgestellt, dass die mechanischen Kennwerte, die Schmelztemperatur und die Viskosität bei erhöhter Anzahl an Wiederverarbeitungszyklen tendenziell sinken. Es liegt nahe, dass die mechanische und thermische Belastung im Extruder zu Degradation der Polymerketten und Zerkleinerung der Cellulosefasern führt. Demzufolge sorgt der stoffliche Recyclingprozess für eine Beeinträchtigung der mechanischen Qualität und thermischen Stabilität, jedoch kann der PBS-NFK unter geringerem Energieaufwand verarbeitet werden. Die Eignung von rezykliertem PBS-NFK hängt dabei vom spezifischen Anwendungsfall ab. Die Steifigkeit des Materials nimmt beispielsweise erst nach drei bis vier Wiederverarbeitungszyklen merklich ab, während die Festigkeit bereits nach zwei Extrusionszyklen beeinträchtigt ist. Während der neu compoundingierte PBS-NFK also generell die besten mechanischen Eigenschaften besitzt, sind die Unterschiede der Kennwerte jedoch insgesamt gering genug, dass selbst mehrfach wiederverarbeitetes Material für ähnliche Einsatzfelder verwendet werden kann. Häufig weisen stattdessen individuelle Materialproben größere Kennwertausreißer auf, die aus statistischen Ungenauigkeiten des Extrusionsprozesses oder der Prüfverfahren resultieren können.

Mit den hier durchgeführten Extrusionsprozessen wurde das stoffliche Recycling von sortenreinem PBS-NFK simuliert. In der Praxis ist dies jedoch häufig nur eine von mehreren Ursachen für die Beeinträchtigung von Materialeigenschaften. Außerhalb von industriellen Fertigungsprozessen liegen nur selten sortenreine Abfälle vor, die direkt wiederverarbeitet werden können. Bei aufbereiteten Haushaltsabfällen können Verunreinigungen des Rezyklats selbst nach aufwändigen Sammlungs- und Sortierprozessen nur schwer vermieden werden. Die Wiederverarbeitung von Kunststoffen erfolgt zudem häufig unter Beimischung von Additiven, was in

dieser Arbeit nicht der Fall war. Des Weiteren unterliegen Kunststoffprodukte während ihrer Verwendung Alterungsprozessen, beispielsweise durch Witterung oder UV-Strahlung. Um diese näher zu analysieren, kann eine kontrollierte Lagerung des Materials in einer Klimakammer durchgeführt werden. Während die hier untersuchten Fertigungsverfahren also vor allem die Wiederverarbeitung selbst charakterisieren, sind zur Bewertung des gesamten Recyclingprozesses noch andere Modifikationen des verarbeiteten Materials von Interesse. Darüber hinaus sind für eine nähere Betrachtung der Celluloseverstärkungsfasern größere Faserlängen als die der hier verwendeten Fasern empfehlenswert. Dies gilt insbesondere, wenn eine höhere Festigkeit und Steifigkeit des Materials erreicht werden sollen.

Ein weiterer Vorteil des hier untersuchten Faserverbundkunststoffs ist die biologische Abbaubarkeit aller Komponenten. Während ein möglichst häufiges Recycling im Sinne der Kreislaufwirtschaft für alle Kunststoffe in Betracht zu ziehen ist, kann die Kompostierung für Bioverbundkunststoffe eine praktischere Alternative darstellen. Zu untersuchen ist daher, inwieweit sich der Recyclingprozess auf die biologische Abbaubarkeit des Materials auswirkt. Dabei ist zu bedenken, dass Verunreinigungen des Rezyklats nicht nur für schlechtere Materialeigenschaften sorgen, sondern auch im Gegensatz zum eigentlichen Bioverbundkunststoff umweltschädlich sein können. Ob die Kompostierung einem Recyclingprozess vorzuziehen ist, hängt also von der Umweltverträglichkeit und Wirtschaftlichkeit beider Optionen sowie den potenziellen Materialeigenschaften des Rezyklats ab.

Schließlich ist festzuhalten, dass mit dem hier untersuchten PBS-NFK nur einer von vielen Verbundwerkstoffen aus Biokunststoff und Naturfasern betrachtet wurde. Während Polymilchsäure bereits an Bekanntheit gewonnen hat, sind viele biobasierte und biologisch abbaubare Polymere für die industrielle Verarbeitung noch weitgehend unpopulär. Es gilt also, das Recyclingpotential von weiteren Biokunststoffen zu untersuchen und geeignete Einsatzgebiete für diese Materialien zu identifizieren. Während die Synthese von Biokunststoffen noch kostenintensiv im Vergleich zu konventionellen Kunststoffen ist, können Wiederverarbeitungszyklen die Lebensdauer dieser Materialien verlängern und somit zu deren Wirtschaftlichkeit beitragen. Gleichmaßen ist es von Interesse, die Eignung von verschiedenen Naturfasertypen für rezyklierte Faserverbundkunststoffe zu betrachten, wobei insbesondere die eventuelle Fibrillierung von Cellulosefasern während der Verarbeitungsprozesse zu analysieren ist. Aufgrund der begrenzten Vorkommen von fossilen Rohstoffen sowie der ökologischen Nachteile von konventionellen Kunststoffen werden Biokunststoffe und Bioverbundwerkstoffe in den kommenden Jahren stetig an Relevanz gewinnen. Insofern sind die bestmögliche Verarbeitung und optimale Anwendung dieser Materialien für unsere Gesellschaft von langfristiger Bedeutung.

Quellenverzeichnis

- [1] Plastics Europe: Plastics – the fast Facts 2023, <https://plasticseurope.org/de/knowledge-hub/plastics-the-fast-facts-2023/>, abgerufen am 06.01.2026
- [2] W. Bergmann, C. Leyens: Werkstofftechnik 2 – Anwendung, 5., aktualisierte Auflage, Carl Hanser Verlag, 2021, ISBN 978-3-446-46746-0
- [3] P. Eyerer, H. Schüle, P. Elsner: Polymer Engineering 1 – Einführung, Synthese, Eigenschaften, 2. Auflage, Springer Vieweg, 2020, ISBN 978-3-662-59836-8
- [4] Costa, A.; Encarnação, T.; Tavares, R.; Todo Bom, T.; Mateus, A. Bioplastics: Innovation for Green Transition. *Polymers* 2023, 15, 517
- [5] P. Eyerer, H. Schüle, P. Elsner: Polymer Engineering 3 – Werkstoff- und Bauteilprüfung, Recycling, Entwicklung, 2. Auflage, Springer Vieweg, 2020, ISBN 978-3-662-59838-2
- [6] European Bioplastics e.V.: Bioplastics facts & figures, <https://www.european-bioplastics.org/bioplastics-facts-figures/>, abgerufen am 05.01.2026
- [7] M. Carus, A. Eder, L. Scholz: BIOVERBUNDWERKSTOFFE - Naturfaserverstärkte Kunststoffe (NFK) und Holz-Polymer-Werkstoffe (WPC), *Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe e. V.*, Bestell-Nr. 227, 2015
- [8] H. Schürmann: Konstruieren mit Faser-Kunststoff-Verbunden, 2., bearbeitete und erweiterte Auflage, Springer-Verlag, 2007, ISBN 978-3-540-72189-5
- [9] G. W. Ehrenstein: Faserverbund-Kunststoffe, 2. völlig überarbeitete Auflage, Carl Hanser Verlag, 2006, ISBN 978-3-446-22716-3
- [10] C. Hopmann, W. Michaeli: Einführung in die Kunststoffverarbeitung, 8., aktualisierte Auflage, Carl Hanser Verlag, 2017, ISBN 978-3-446-45355-5
- [11] M. Bonnet: Kunststofftechnik – Grundlagen, Verarbeitung, Werkstoffauswahl und Fallbeispiele, 3., überarbeitete und erweiterte Auflage, Springer Vieweg, 2016, ISBN 978-3-658-13827-1
- [12] H. Martens, D. Goldmann: Recyclingtechnik - Fachbuch für Lehre und Praxis, 2. Auflage, Springer Vieweg, 2016, ISBN 978-3-658-02785-8
- [13] AVK – Industrievereinigung Verstärkte Kunststoffe e. V.: Handbuch Faserverbund-kunststoffe/Composites – Grundlagen, Verarbeitung, Anwendungen, 4. Auflage, Springer Vieweg, 2014, ISBN 978-3-658-02754-4

-
- [14] M. J. Mochane, S. I. Magagula, J. S. Sefadi, T. C. Mokhena: A Review on Green Composites Based on Natural Fiber-Reinforced Polybutylene Succinate (PBS), *Polymers* 2021, 13, 1200
- [15] K. Suzuki, H. Okumura, K. Kitagawa, S. Sato, A. N. Nakagaito, H. Yano: Development of continuous process enabling nanofibrillation of pulp and melt compounding, *Cellulose* (2013) 20:201–210
- [16] Abfallhierarchie - EUR-Lex, <https://eur-lex.europa.eu/DE/legal-content/glossary/waste-hierarchy.html>, abgerufen am 06.01.2026
- [17] Plastics Europe: Plastics – the Facts 2022, <https://plasticseurope.org/de/knowledge-hub/plastics-the-facts-2022/>, abgerufen am 06.01.2026
- [18] European Bioplastics e.V.: What are bioplastics?, <https://www.european-bioplastics.org/what-are-bioplastics/>, abgerufen am 05.01.2026
- [19] European Bioplastics e.V.: BIOPLASTICS MARKET DEVELOPMENT UPDATE 2025, <https://www.european-bioplastics.org/bioplastics-market-development-update-2025/>, abgerufen am 05.01.2026
- [20] H. E. Friedrich: *Leichtbau in der Fahrzeugtechnik*, 2. Auflage, Springer Vieweg, 2017, ISBN 978-3-658-12294-2
- [21] P. Eyerer, H. Schüle, P. Elsner: *Polymer Engineering 2 – Verarbeitung, Oberflächentechnologie, Gestaltung*, 2. Auflage, Springer Vieweg, 2020, ISBN 978-3-662-59840-5
- [22] M. Barletta, C. Aversa, M. Ayyoob, A. Gisario, K. Hamad, M. Mehrpouya, H. Vahabi: Poly(butylene succinate) (PBS): Materials, processing, and industrial applications, *Progress in Polymer Science* 132 (2022) 101579
- [23] S. Kato, T. Ueda, T. Aoshima, N. Kosaka, S. Nitta: BioPBS™ (Polybutylene Succinate), *Advances in Polymer Science* (2024) 293: 269–304
- [24] Biopolyesters – Natureplast, <https://natureplast.eu/en/produit/biopolyesters/>, abgerufen am 19.01.2026
- [25] Y.-R. Seo, S.-U. Bae, J. Gwon, Q. Wu, B.-J. Kim: Effects of Methylenediphenyl 4,4'-Diisocyanate and Maleic Anhydride as Coupling Agents on the Properties of Polylactic Acid/Polybutylene Succinate/Wood Flour Biocomposites by Reactive Extrusion, *Materials* 2020, 13, 1660
- [26] P. Liminana, D. Garcia-Sanoguera, L. Quiles-Carrillo, R. Balart, N. Montanes: Development and characterization of environmentally friendly composites from poly(butylene

succinate) (PBS) and almond shell flour with different compatibilizers, Composites Part B 144 (2018) 153–162

[27] B. A. Calderón, M. S. McCaughey, C. W. Thompson, V. L. Barinelli, M. J. Sobkowicz: Evaluating the Influence of Specific Mechanical Energy on Biopolymer Blends Prepared via High-Speed Reactive Extrusion, ACS Applied Polymer Materials 2019 1 (6), 1410-1419

[28] DIN EN ISO 527-2:2025, Kunststoffe – Bestimmung der Zugeigenschaften – Teil 2: Prüfbedingungen für Form- und Extrusionsmassen

[29] makroXtens II | ZwickRoell, <https://www.zwickroell.com/de/zubehoer/extensometer/makroxtens-ii/>, abgerufen am 02.02.2026

[30] DIN EN ISO 527-1:2019, Kunststoffe – Bestimmung der Zugeigenschaften – Teil 1: Allgemeine Grundsätze

[31] W. Grellmann, S. Seidler: Kunststoffprüfung, 3., aktualisierte Auflage, Carl Hanser Verlag, 2015, ISBN 978-3-446-44350-1

[32] DIN EN ISO 178:2019, Kunststoffe – Bestimmung der Biegeeigenschaften

[33] DMA Q800 SPECIFICATIONS, <https://www.tainstruments.com/pdf/brochure/dma.pdf>, abgerufen am 12.02.2026

[34] Nachkristallisation (Kalkristallisation) - NETZSCH Analyzing & Testing, <https://analyzing-testing.netzsch.com/de/know-how/glossar/nachkristallisation-kalkristallisation>, abgerufen am 16.02.2026

[35] E. Sasimowski, Ł. Majewski, M. Grochowicz: Efficiency of Twin-Screw Extrusion of Biodegradable Poly (Butylene Succinate)-Wheat Bran Blend, Materials 2021, 14, 424

[36] DIN EN ISO 11357-1:2023, Kunststoffe – Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) – Teil 1: Allgemeine Grundlagen

[37] Korrekturen bei der Auswertung von Kapillarrheometer-Versuchen, <https://www.goettfert.de/wissenswertes/rheo-info/fuer-kapillarrheometer/korrekturen-bei-der-auswertung-von-kapillarrheometer-versuchen>, abgerufen am 19.02.2026

[38] L. Sangroniz, M. Fernández, A. Santamaria: Polymers and rheology: A tale of give and take, Polymer 271 (2023) 125811

[39] GÖTTFERT Werkstoff-Prüfmaschinen GmbH: Originalbetriebsanleitung Hochdruck-Kapillarrheometer RG75, Gerätetyp 012.06.0, Rev. Y

-
- [40] E. Lubomirsky, A. Khodabandeh, J. Preis, M. Susewind, T. Hofe, E. F. Hilder, R. Dario Arrua: Polymeric stationary phases for size exclusion chromatography: A review, *Analytica Chimica Acta* 1151 (2021) 338244
- [41] J. B. Matson, A. Q. Steele, J. D. Mase, M. D. Schulz: Polymer characterization by size-exclusion chromatography with multi-angle light scattering (SEC-MALS): a tutorial review, *Polym. Chem.*, 2024, 15, 127
- [42] Size Exclusion Chromatography – Columns, <https://www.separations.eu.tosohbioscience.com/products/hplc-columns-uhplc-columns/size-exclusion>, abgerufen am 27.02.2026
- [43] Dynamische Bildanalyse, <https://www.sympatec.com/de/partikelmess technik/sensoren/dynamische-bildanalyse>, abgerufen am 05.03.2026

Anhang

NaturePlast PBI 003 Biopolyester

Categories: [Polymer](#); [Renewable/Recycled Polymer](#); [Thermoplastic](#); [Polylactic Acid \(PLA\) Biopolymer](#)

Material Notes: General Properties: Biopolyesters are a range of biodegradable and compostable thermoplastic polyesters which can be partially produced using annually renewable biomass like sugarcane. They will be 100% biobased in a few years

Applications:

Process:

- Extrusion: blown film, blow molding, profiles
- Injection molding
- Thermoforming

Markets:

- Flexible packaging: film, bag manufacturing
- Rigid packaging: containers, pots, boxes
- Regular consumption goods
- Horticulture / agriculture: mulching film

Properties:

- Up to 50% biobased
- Biodegradable in different environments and industrially compostable
- Flexible
- Translucent
- Food safe

Information provided by NaturePlast Bioplastics Experts

Vendors: No vendors are listed for this material. Please [click here](#) if you are a supplier and would like information on how to add your listing to this material.

Physical Properties		Metric	English	Comments
Density		1.26 g/cc	0.0455 lb/in ³	ISO 1183
Melt Flow		20 g/10 min @Load 2.16 kg	20 g/10 min @Load 4.76 lb	ISO 1133
		Temperature 190 °C	Temperature 374 °F	
Mechanical Properties		Metric	English	Comments
Elongation at Break		330 %	330 %	ISO 527
Tensile Modulus		0.730 GPa	106 ksi	ISO 527
Charpy Impact Unnotched		NB	NB	ISO 179
Thermal Properties		Metric	English	Comments
Deflection Temperature at 0.46 MPa (66 psi)		83.0 °C	181 °F	ISO 75-2
Descriptive Properties				
Biobased		0.5		

Some of the values displayed above may have been converted from their original units and/or rounded in order to display the information in a consistent format. Users requiring more precise data for scientific or engineering calculations can click on the property value to see the original value as well as any conversions to equivalent units. We advise that you only use the original value or one of its any conversions in your calculations to minimize rounding error. We also ask that you refer to MatWeb's [terms of use](#) regarding this information. [Click here](#) to view all the property values for this database as they were originally entered into MatWeb.

Abbildung 51: Datenblatt NaturePlast PBI 003 (PBS)

Data Sheet

Grade
FD 40

ARBOCEL

Natural cellulose fibers

Basic raw material

Technical cellulose

Characteristics

Medium sized fiber, off-white

Chemical and physical properties

Cellulose content	~	90 %
Oxide ash (850 °C, 4 h)	~	12 %
Whiteness (absolute value at 460 nm)	min.	70 %
pH-value (10 % suspension)		6.5 - 8.5
Average fiber length		250 µm
Average fiber thickness		35 µm
Bulk density (in accordance with DIN EN ISO 60)		120 g/L - 170 g/L

Screen analysis (in accordance with DIN EN ISO 4610/air jet sieve) with an interior mesh aperture of:

<u>> 500 µm</u>	<u>> 100 µm</u>	<u>> 32 µm</u>
max. 0.5 %	max. 25 %	max. 80 %

General remarks

ARBOCEL cellulose fibers are environment friendly products, gained from replenish able raw materials. Among other things, they are used as thickeners, for fiber reinforcement, as an absorbent and diluent or as a carrier and filler in most manifold application fields.

As with all natural products slight differences to the above given values may arise.

Cellulose CAS-Nr.: 9004-34-6

Release date: 2023-06 / 1 page



J. RETTENMAIER & SÖHNE GMBH + CO KG
Holzmühle 1
73494 Rosenberg (Germany)

Phone: +49 7967 152-0
info@jrs.de • www.jrs.de

Abbildung 52: Datenblatt ARBOCELL FD 40 (Cellulosefasern)

SCONA TPPL 5112 PA

Coupling agent for filler- and fiber-reinforced polylactic acid composites to achieve excellent adhesion to the matrix. Compatibilizer for blends made of polylactic acid and other polar, bio-based polymers to improve mechanical and optical properties.

Product data

Composition

Chemically modified polylactic acid

Bio-based

Typical properties

The values indicated in this data sheet describe typical properties and do not constitute specification limits.

Grafting functionality:	Maleic anhydride
Grafting level:	> 1.0 %
MVR (190 °C, 2.16 kg):	20–30 cm ³ /10 min
Drying loss (180 min, 110 °C):	< 0.5 %
Color:	off-white
Supplied as:	powder

Storage and transportation

Store in sealed containers in a cool, dry, and well-ventilated location.

Applications

Thermoplastics

Special features and benefits

SCONA TPPL 5112 PA is a high-performance polymer modifier based on a polylactic acid (PLA) functionalized with maleic anhydride. The additive acts as a coupling agent in filler- and fiber-reinforced polylactic acid compounds. It is especially suitable for PLA compounds to which wood flour or natural fibers are added. The addition of the coupling agent leads to optimized fiber-matrix bonding and therefore improves the mechanical properties and the processability of the composite material. The excellent flowability of the additive also guarantees good fiber wetting. In addition, SCONA TPPL 5112 PA is an outstanding compatibilizer for polymer blends made of polylactic acid and other polymers, including some bio-based polymers such as polybutylene succinate (PBS) or polybutylene adipate terephthalate (PBAT). The additive increases compatibility and ensures an even distribution of the blend components. This results in an improvement of the mechanical and optical properties of the material.

Recommended use

Coupling agent	☒
Compatibilizer	☒
Dispersing aid	☐

☒ especially recommended ☐ recommended

Recommended levels

Coupling agent: 2–6 % additive (as supplied) based on the total formulation, depending on the fiber/filler content.

Compatibilizer: 5–30 % additive (as supplied) based on the polylactic acid content in polymer blends.

Dispersing aid: 2–6 % additive (as supplied) based on the total formulation, depending on the filler content.

The above recommended levels can be used for orientation. The optimum dosage should be determined by application-related test series.

Incorporation and processing instructions

The product can be added via volumetric or gravimetric dosing units during processing in all extruders, blow molding machines, and injection molding machines. In filled materials, dosing via the main feed is recommended in order to guarantee good wetting of the fibers/fillers.



BYK-Chemie GmbH
Abelstraße 45
46483 Wesel
Germany
Tel +49 281 670-0
Fax +49 281 65735

info@byk.com
www.byk.com

ADD-MAX®, ADD-VANCE®, ANTI-TERRA®, AQUACER®, AQUAMAT®, AQUATIX®, BENTOLITE®, BYK®, BYK-AQUAGEL®, BYK®-DYNWET®, BYK-MAX®, BYK®-SILCLEAN®, BYKANOL®, BYKCARE®, BYKETOL®, BYKJET®, BYKO2BLOCK®, BYKONITE®, BYKOPLAST®, BYKUMEN®, CARBOBYK®, CERACOL®, CERAFAX®, CERAFLOUR®, CERAMAT®, CERATIX®, CLAYTONE®, CLOISITE®, DISPERBYK®, DISPERPLAST®, FULACOLOR®, FULCAT®, GARAMITE®, GELWHITE®, HORDAMER®, LACTIMON®, LAPONITE®, MINERPOL®, NANOBYPK®, OPTIBENT®, OPTIFLO®, OPTIGEL®, POLYAD®, PRIEX®, PURABYK®, PURE THIX®, RECYCLOBLEND®, RECYCLOBYK®, RECYCLOSSORB®, RECYCLOSTAB®, RHEOBYK®, RHEOCIN®, RHEOTIX®, SCONA®, SILBYK®, TIXOGEL® and VISCOBYK® are registered trademarks of the BYK group.

The information herein is based on our present knowledge and experience. The information merely describes the properties of our products but no guarantee of properties in the legal sense shall be implied. We recommend testing our products as to their suitability for your envisaged purpose prior to use. No warranties of any kind, either express or implied, including warranties of merchantability or fitness for a particular purpose, are made regarding any products mentioned herein and data or information set forth, or that such products, data or information may be used without infringing intellectual property rights of third parties. We reserve the right to make any changes according to technological progress or further developments.

This issue replaces all previous versions.

Data sheet

Grade
C 100

ARBOCEL

Natural raw cellulose

Basic raw material

Raw cellulose

Chemical and physical properties

Colour	beige
Structure	cubic
Average particle size / particle range	70 µm - 150 µm
Oxide ash (850 °C, 4 h)	~ 0.5 %
pH-value (10 % suspension)	4.5 - 6.5
Bulk density (in accordance with DIN EN ISO 60)	140 g/L - 200 g/L

Screen analysis (in accordance with DIN EN ISO 4610/air jet sieve) with an interior mesh aperture of:

<u>> 250 µm</u>	<u>> 100 µm</u>	<u>> 32 µm</u>
max. 0.5 %	max. 45 %	max. 95 %

General remarks

ARBOCEL raw celluloses are environment friendly products, gained from replenishable raw materials. Among other things, they are used as thickeners, for fiber reinforcement, as an absorbent and diluent or as a carrier and filler in most manifold application fields.

As with all natural products slight differences to the above given values may arise.

Cellulose CAS-Nr.: 9004-34-6

Release date: 2022-08 / 1 page



J. RETTENMAIER & SÖHNE GMBH + CO KG
Holzmühle 1
73494 Rosenberg (Germany)

Phone: +49 7967 152-0
info@jrs.de • www.jrs.de

Abbildung 55: Datenblatt ARBOCELL C 100 (Cellulosefasern)

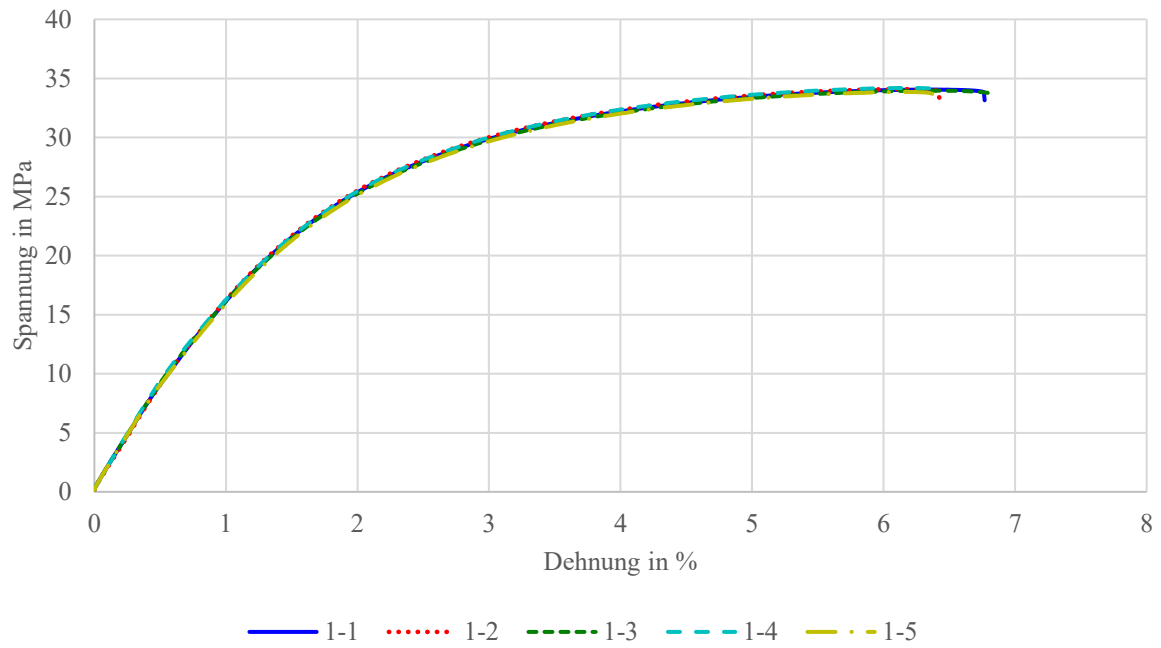


Abbildung 56: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-1-Proben im Zugversuch

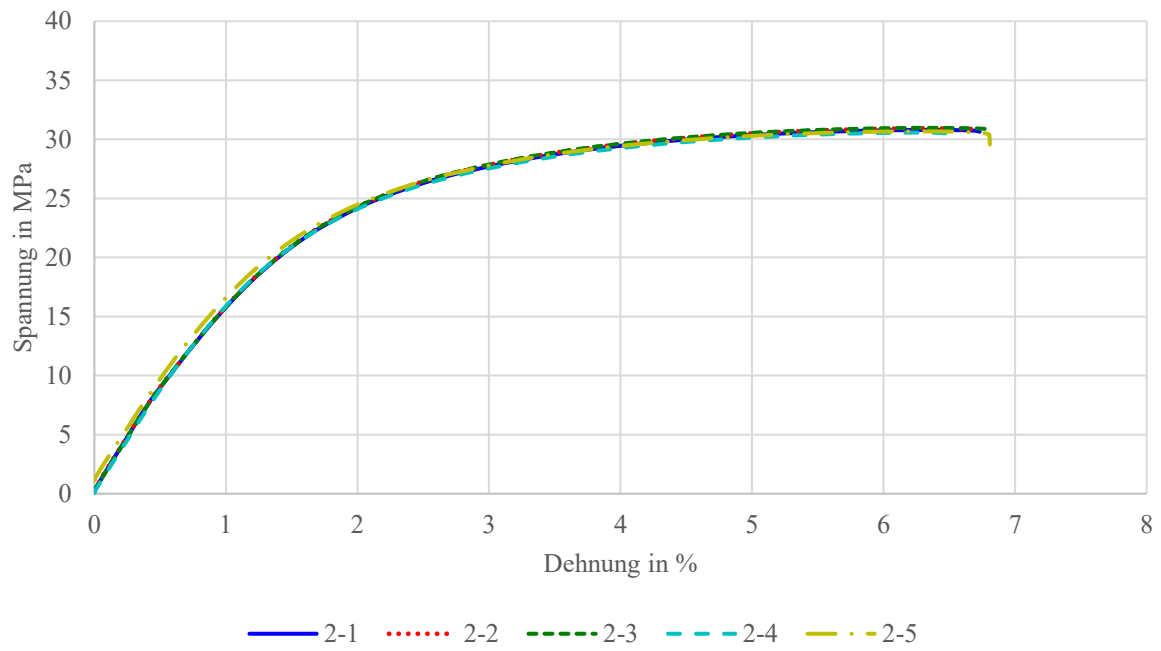


Abbildung 57: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-2-Proben im Zugversuch

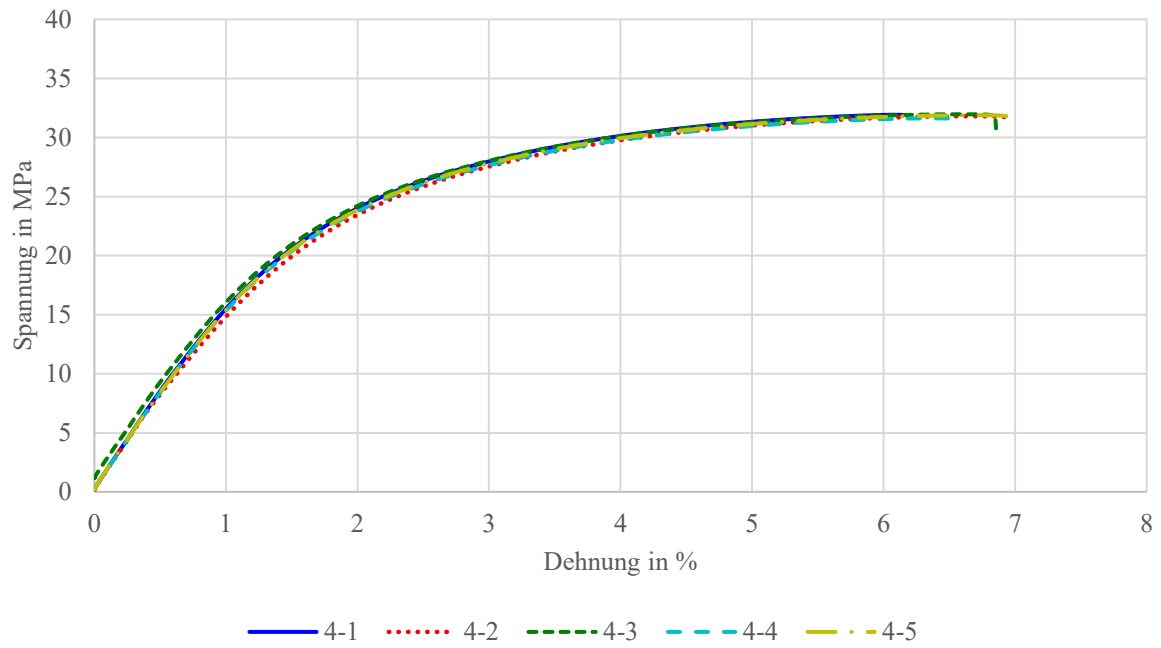


Abbildung 58: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-4-Proben im Zugversuch

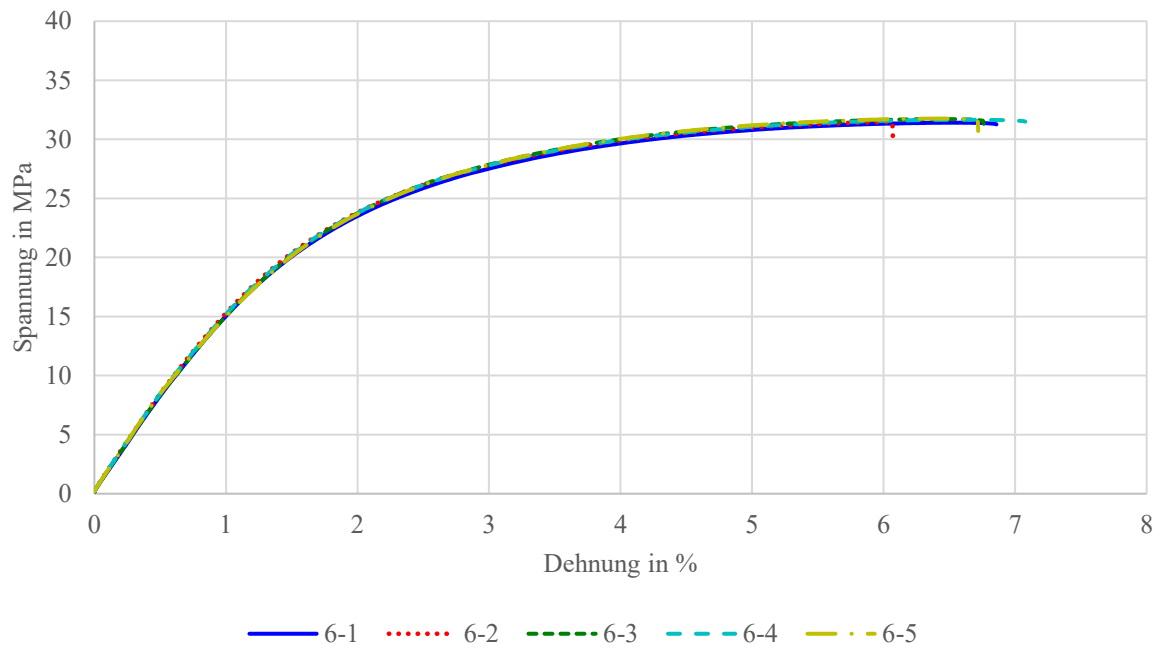


Abbildung 59: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-6-Proben im Zugversuch

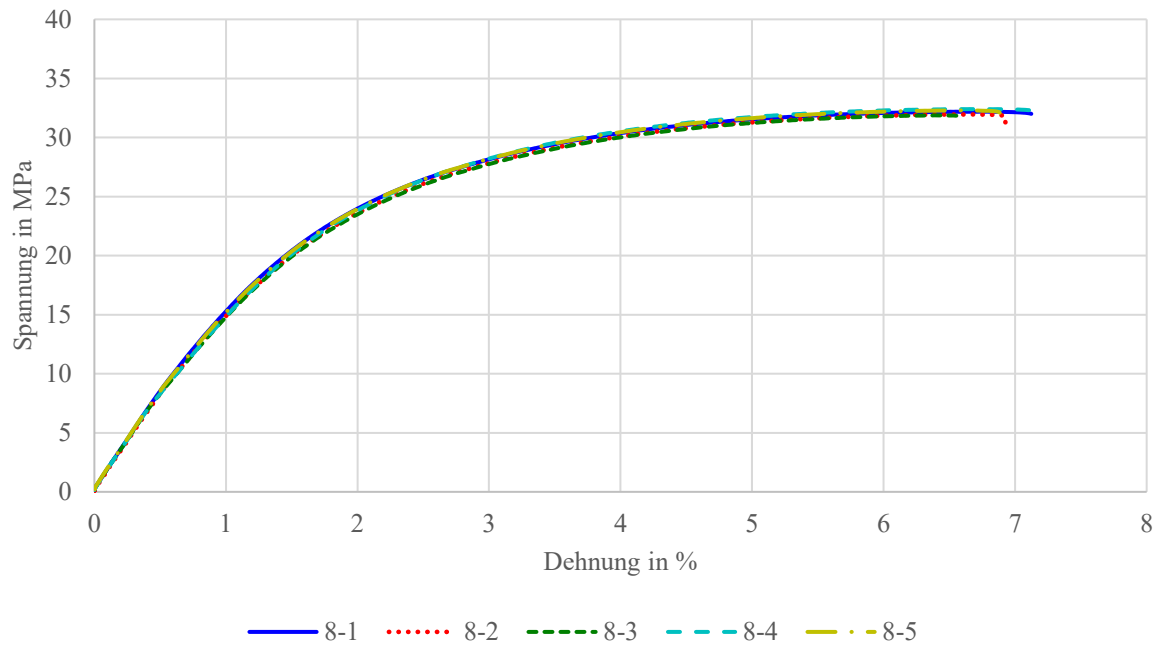


Abbildung 60: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-8-Proben im Zugversuch

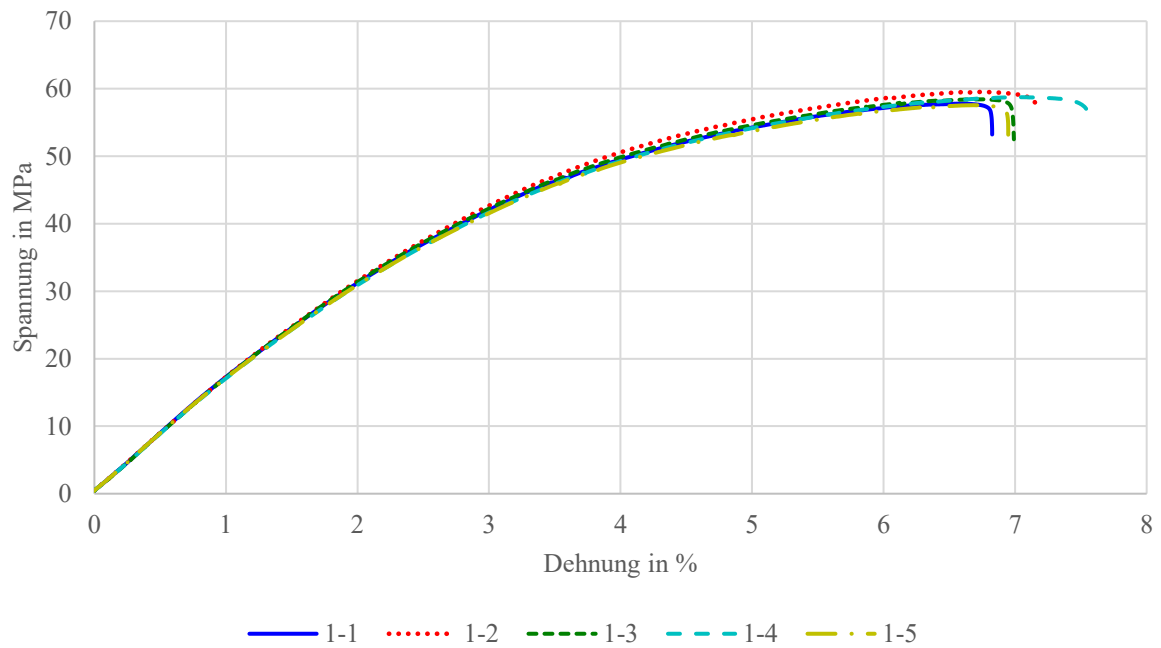


Abbildung 61: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-1-Proben im Biegeversuch

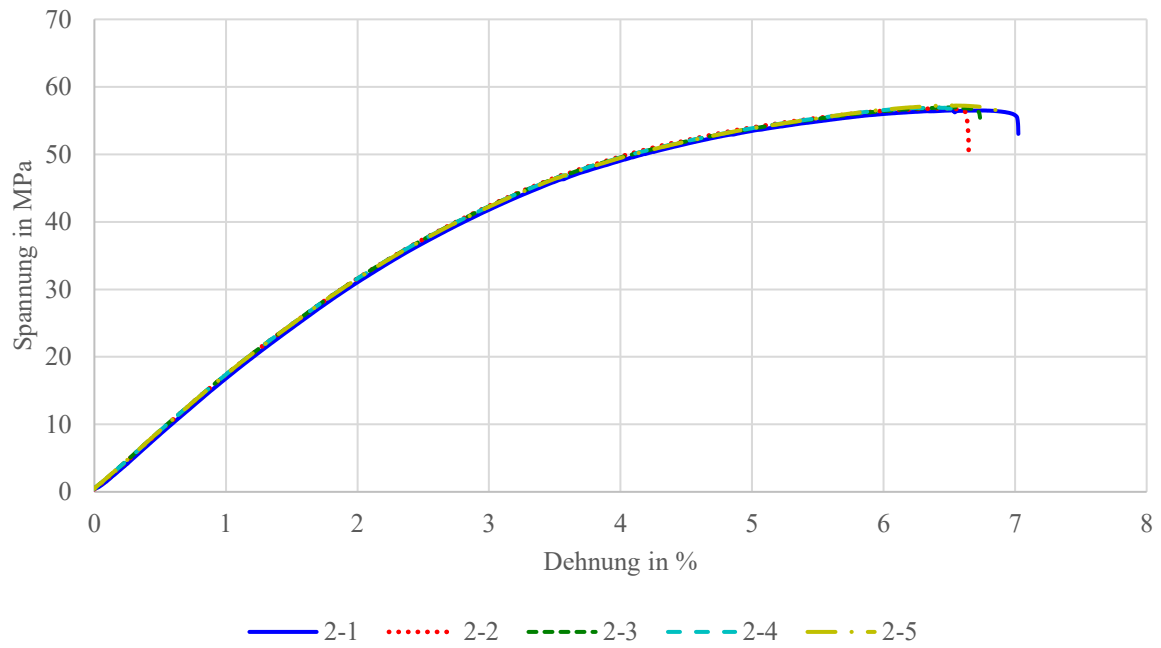


Abbildung 62: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-2-Proben im Biegeversuch

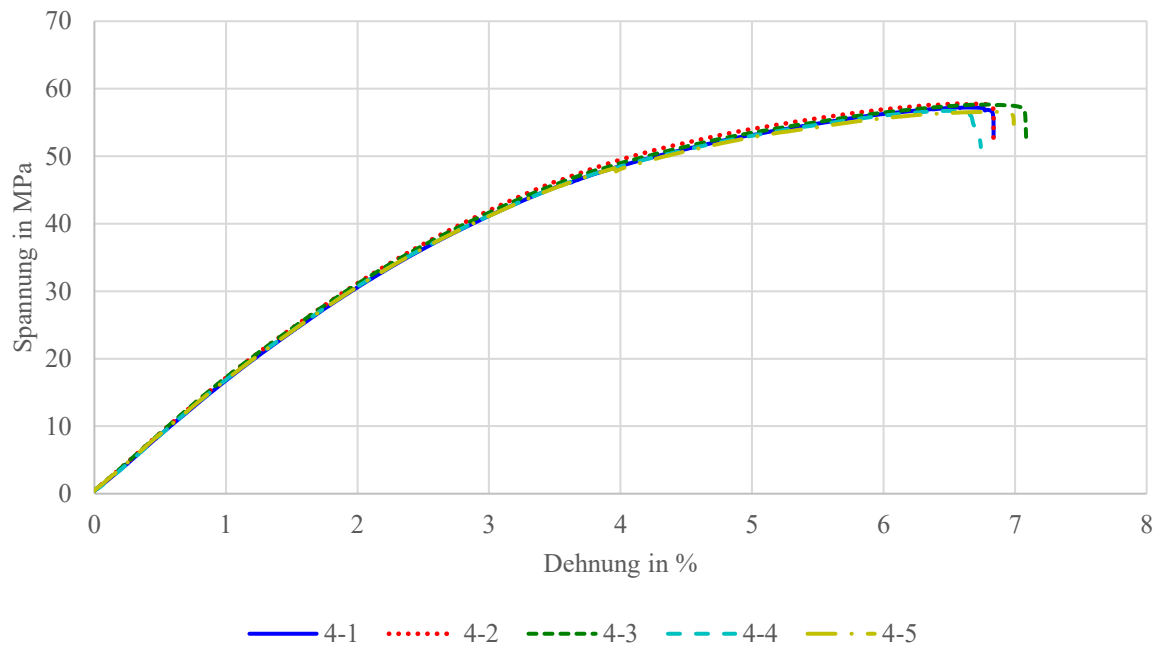


Abbildung 63: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-4-Proben im Biegeversuch

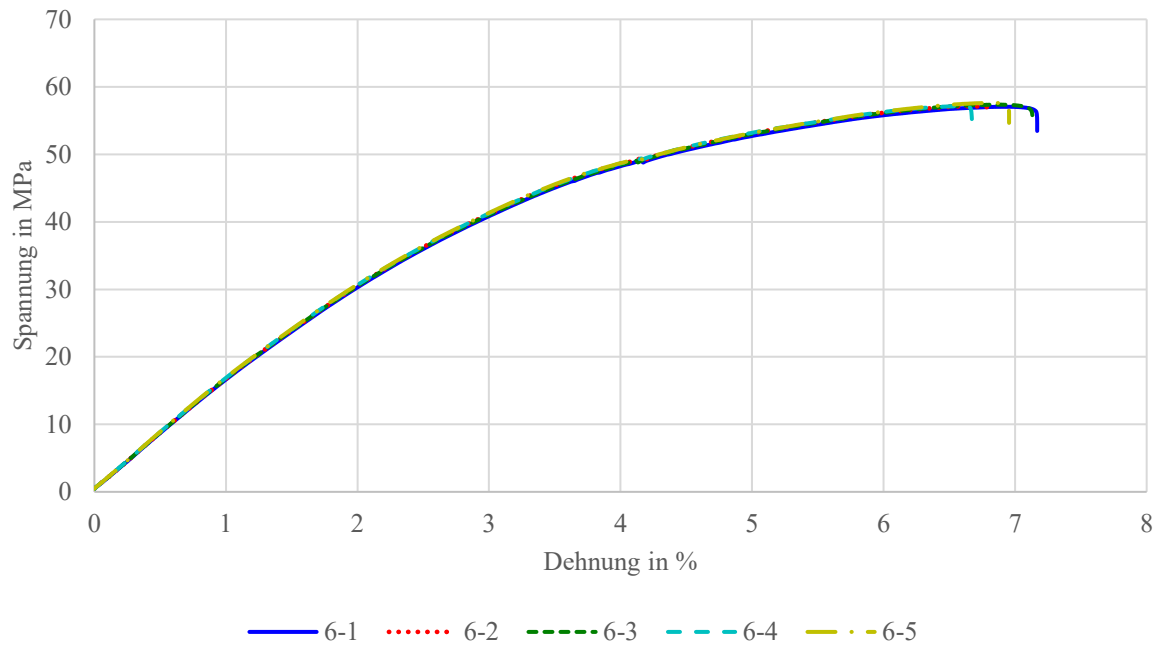


Abbildung 64: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-6-Proben im Biegeversuch

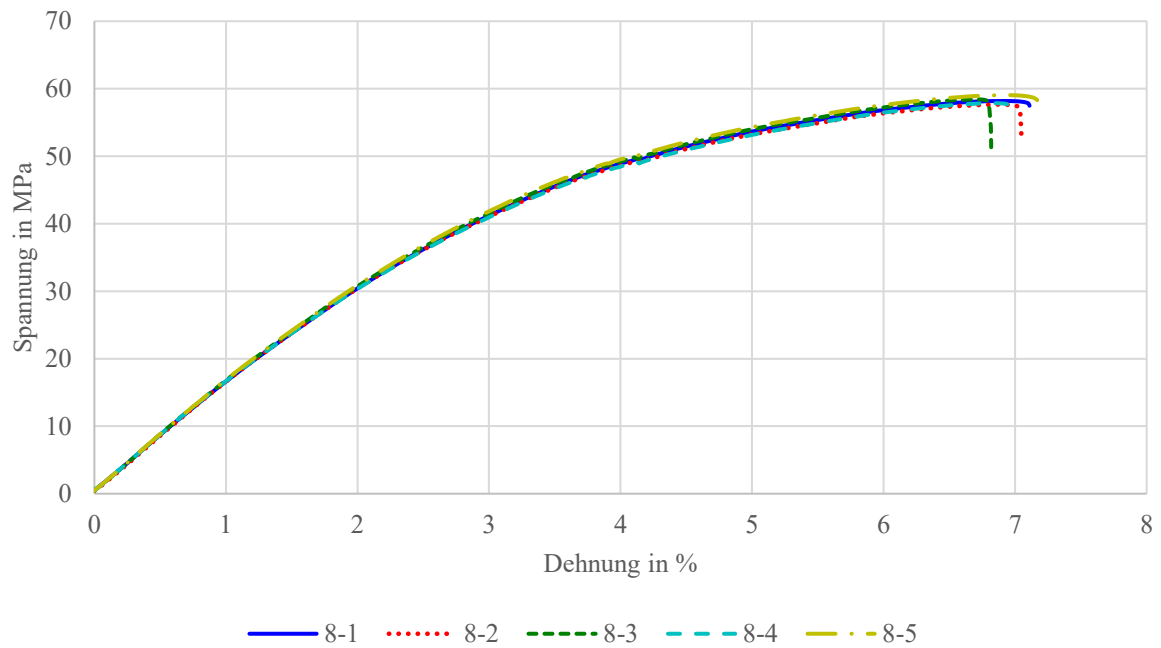


Abbildung 65: Spannungs-Dehnungs-Kurven der Zyklus-8-Proben im Biegeversuch

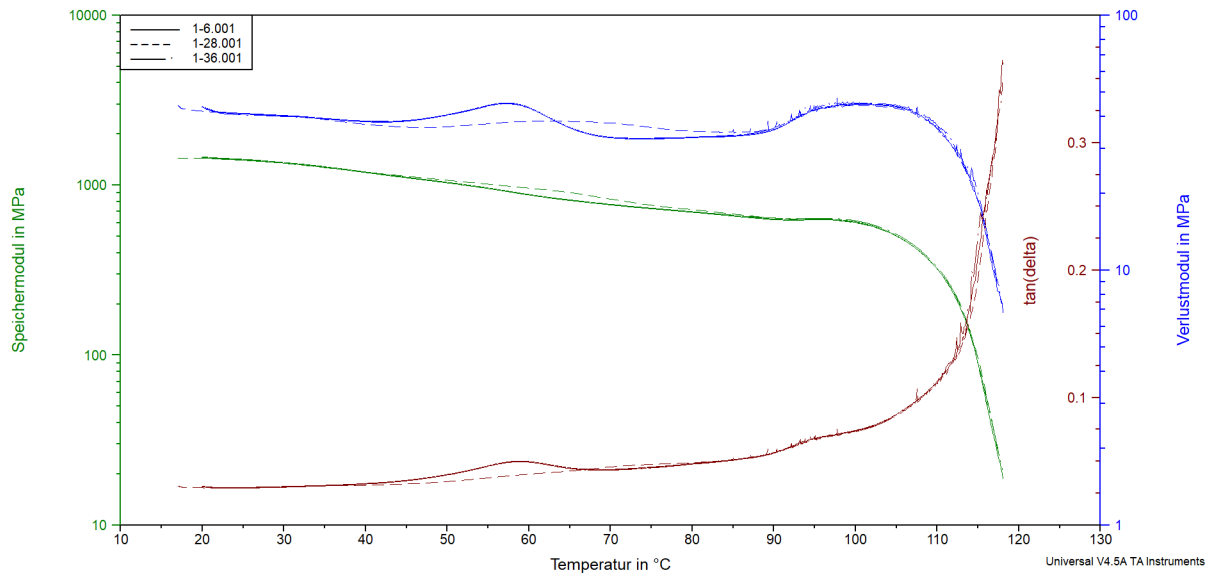


Abbildung 66: Temperaturverlauf des Speichermoduls (grün), Verlustmoduls (blau) und Verlustfaktors (rot) der DMA-Proben von Zyklus 1

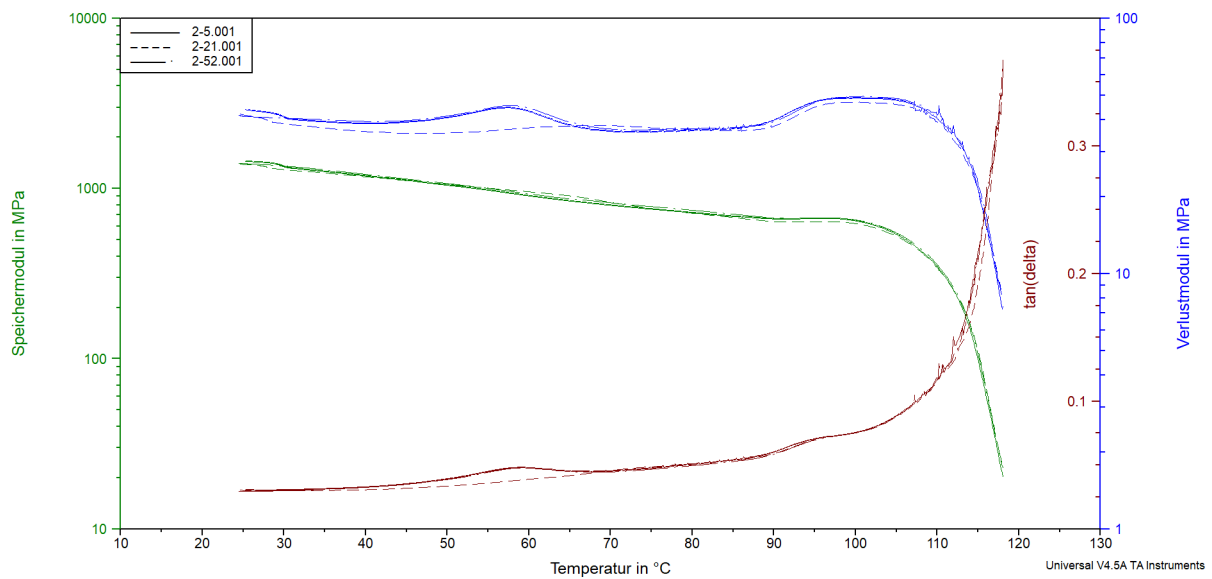


Abbildung 67: Temperaturverlauf des Speichermoduls (grün), Verlustmoduls (blau) und Verlustfaktors (rot) der DMA-Proben von Zyklus 2

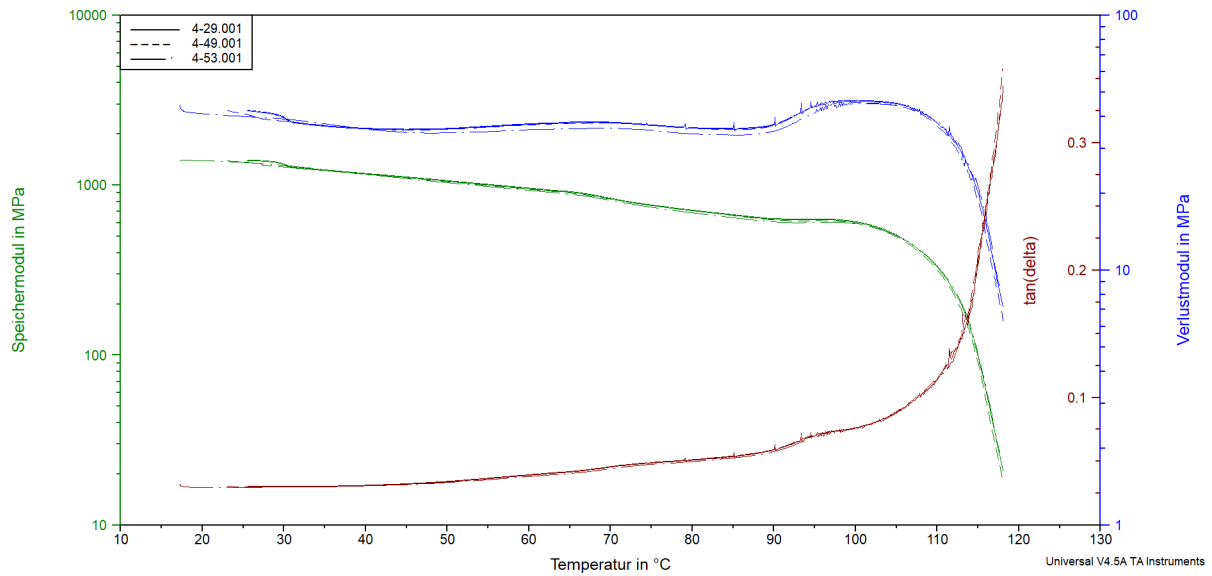


Abbildung 68: Temperaturverlauf des Speichermoduls (grün), Verlustmoduls (blau) und Verlustfaktors (rot) der DMA-Proben von Zyklus 4

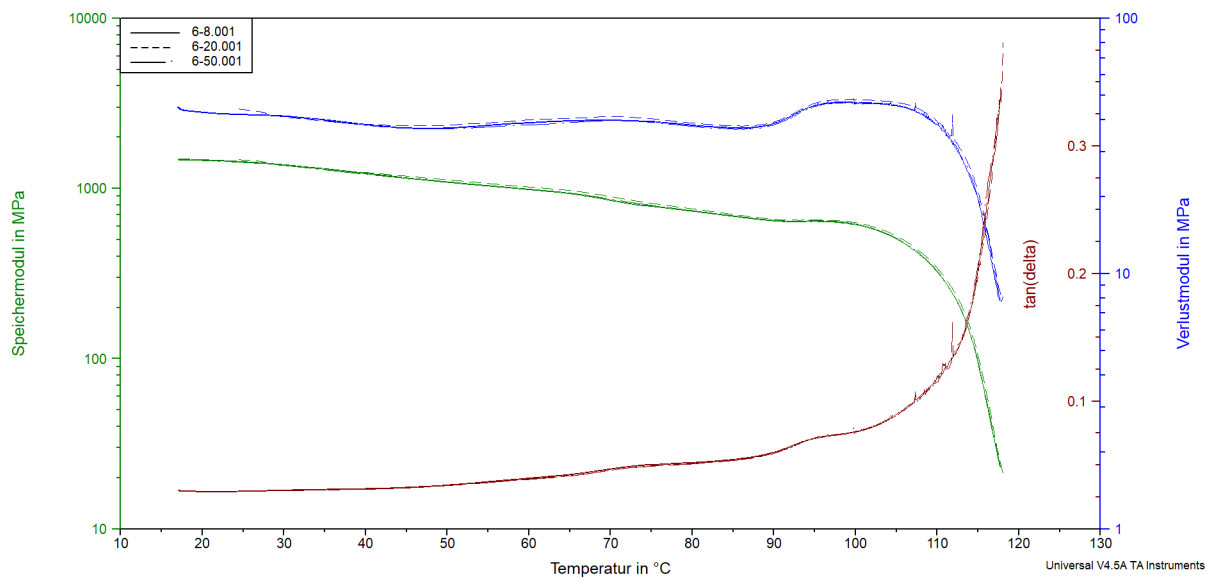


Abbildung 69: Temperaturverlauf des Speichermoduls (grün), Verlustmoduls (blau) und Verlustfaktors (rot) der DMA-Proben von Zyklus 6

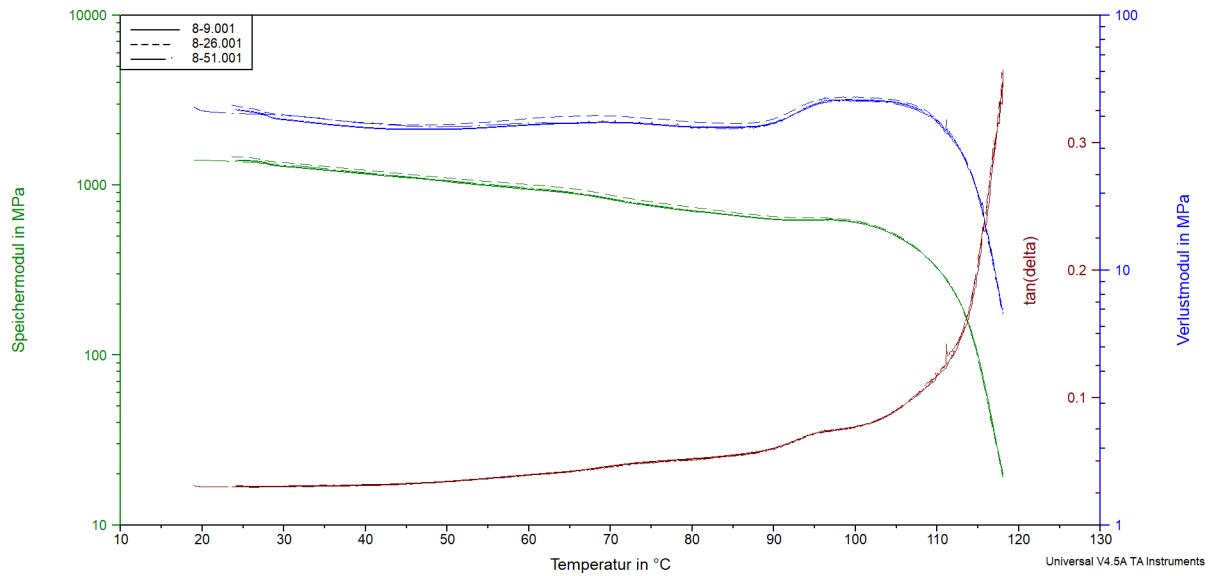


Abbildung 70: Temperaturverlauf des Speichermoduls (grün), Verlustmoduls (blau) und Verlustfaktors (rot) der DMA-Proben von Zyklus 8

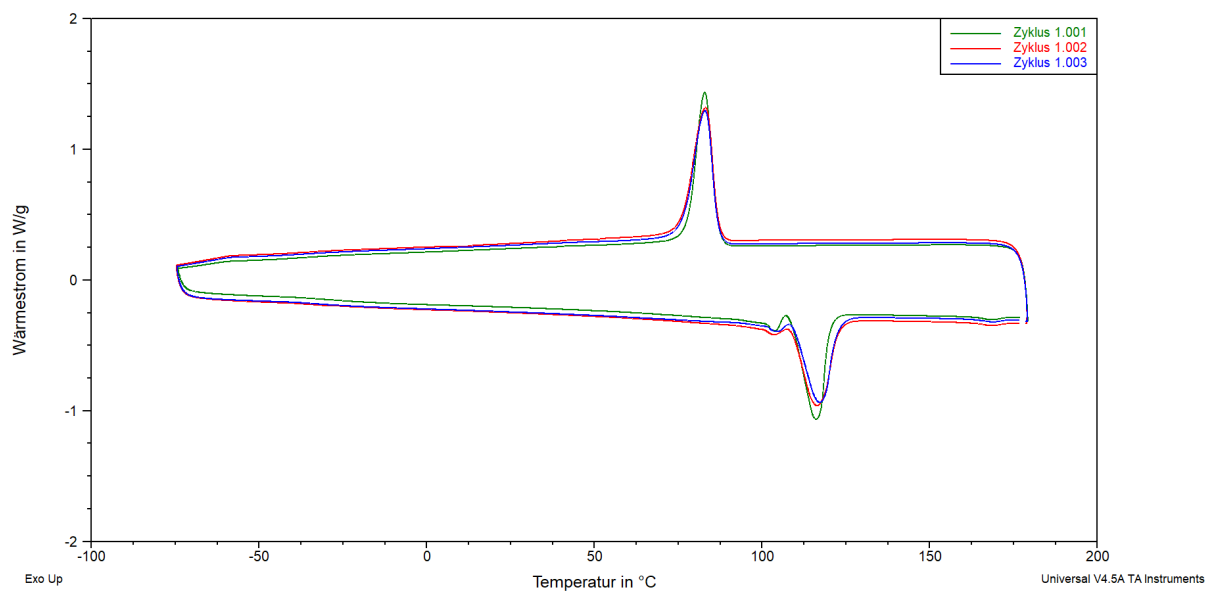


Abbildung 71: DSC-Kurven der drei Proben der Fertigungsvariante Zyklus 1

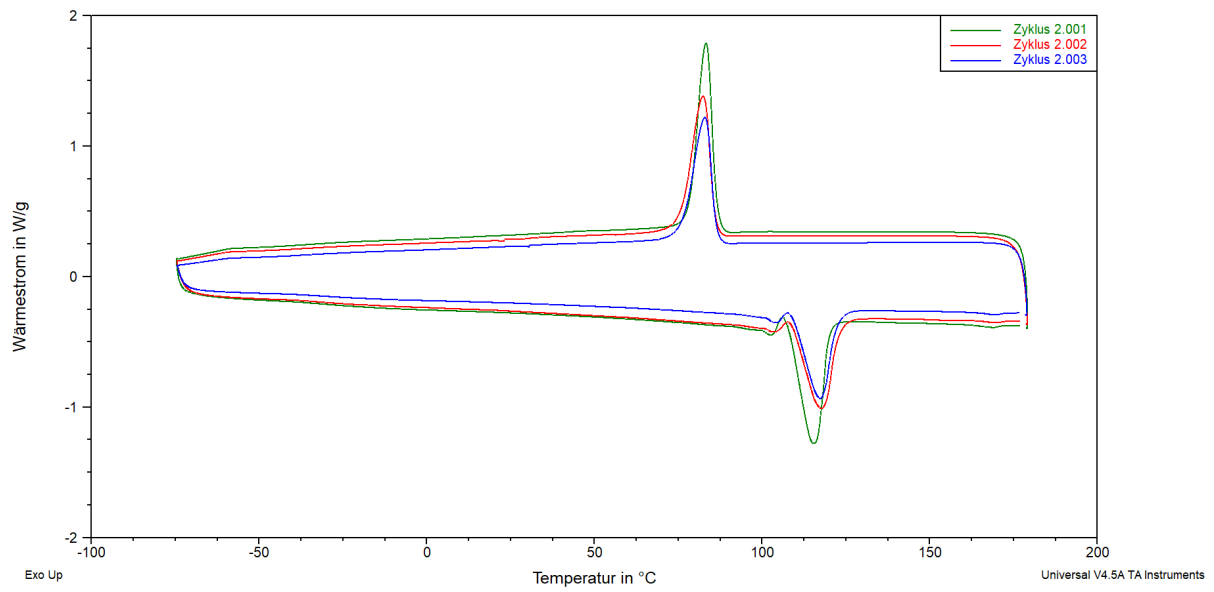


Abbildung 72: DSC-Kurven der drei Proben der Fertigungsvariante Zyklus 2

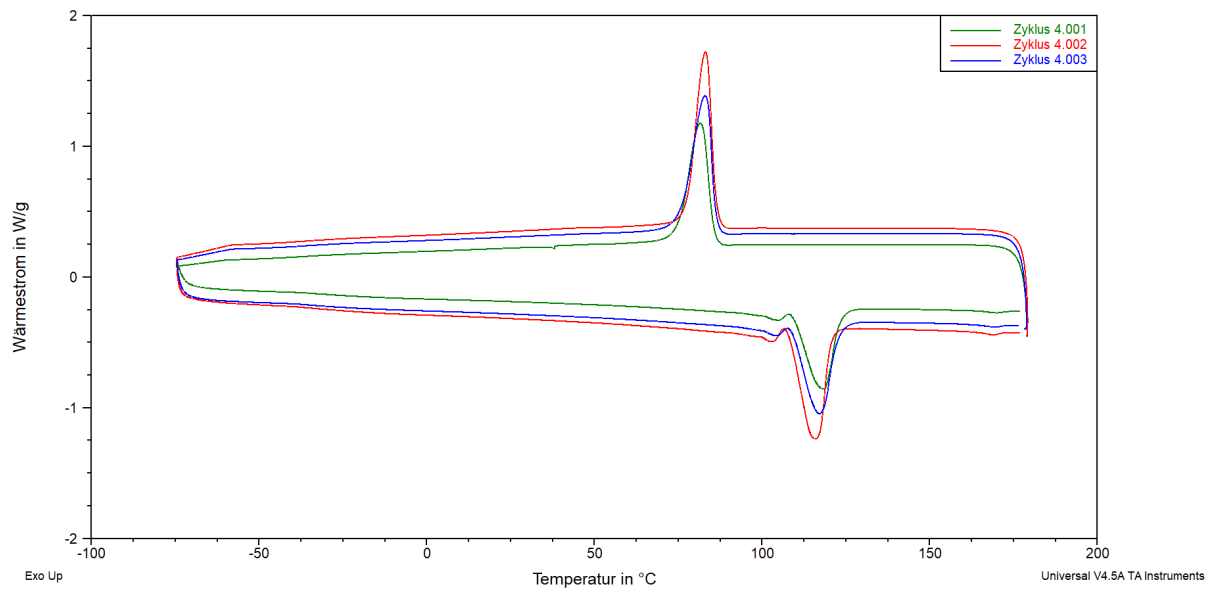


Abbildung 73: DSC-Kurven der drei Proben der Fertigungsvariante Zyklus 4

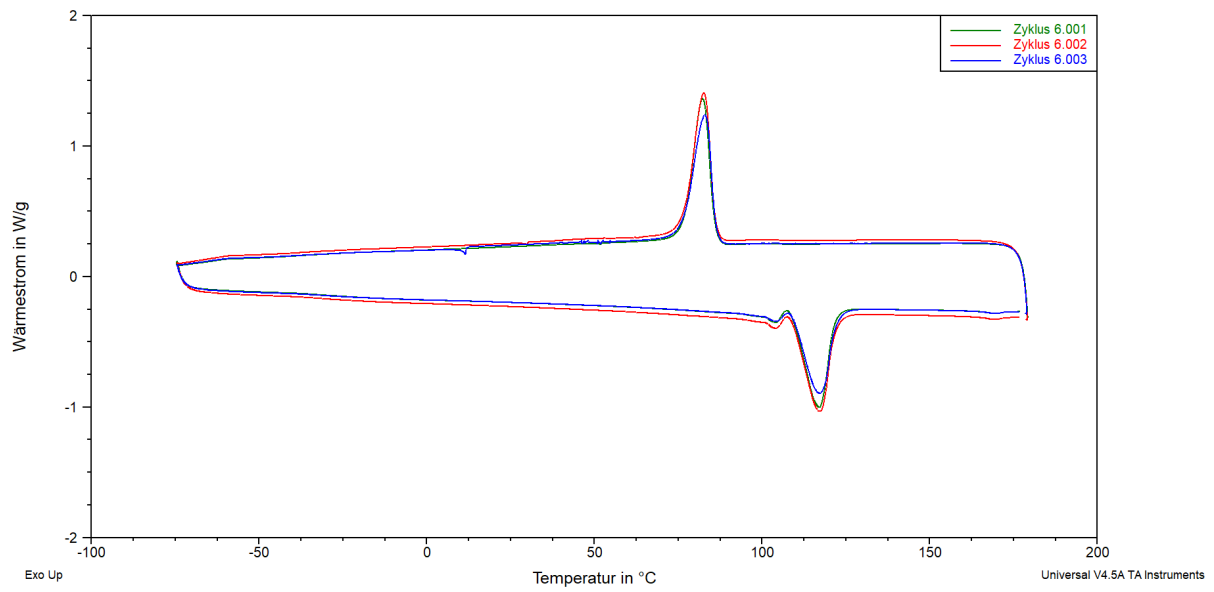


Abbildung 74: DSC-Kurven der drei Proben der Fertigungsvariante Zyklus 6

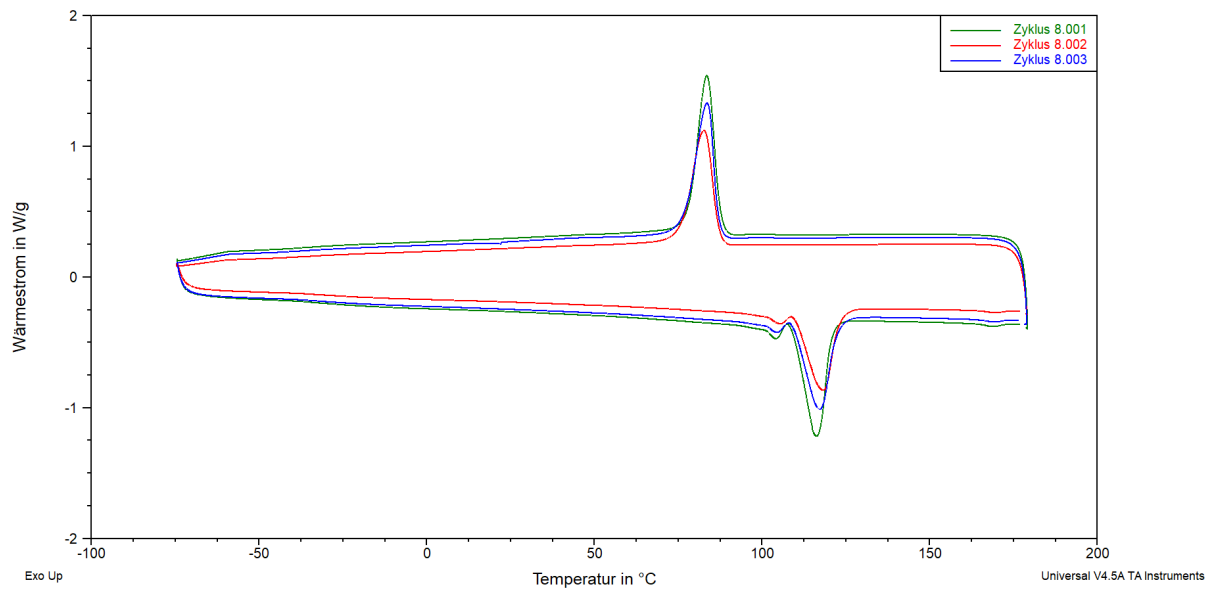


Abbildung 75: DSC-Kurven der drei Proben der Fertigungsvariante Zyklus 8

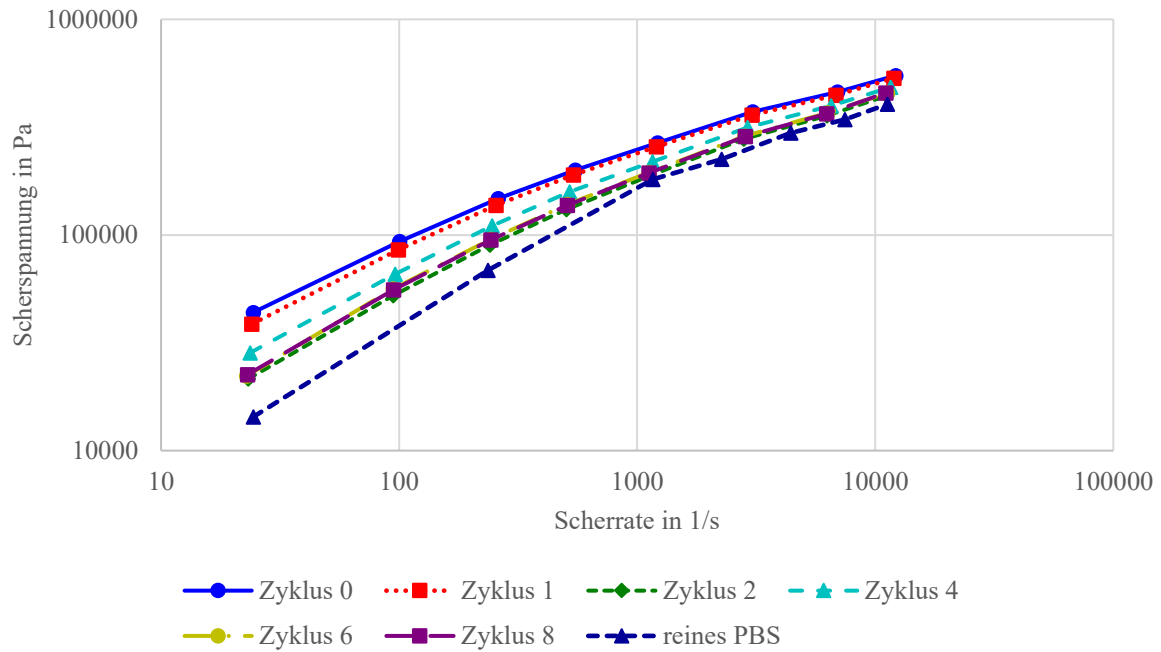


Abbildung 76: Mittlere HKR-Scherspannungskurven der verschiedenen Fertigungsverfahren im Vergleich zum Vorversuch mit reinem PBS

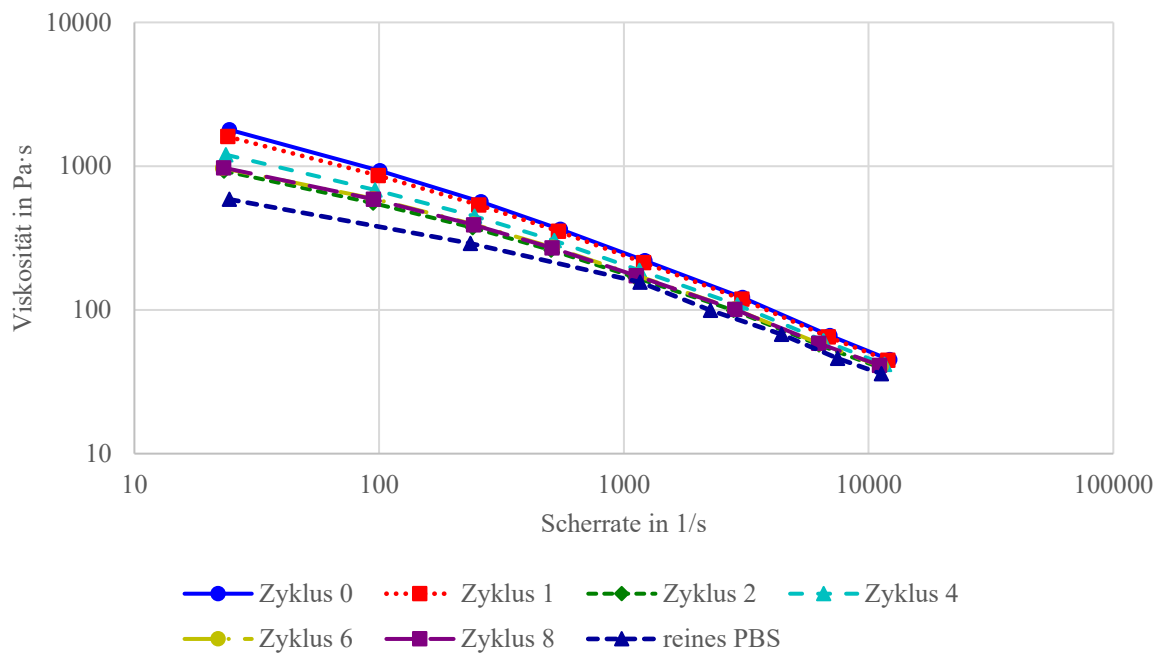


Abbildung 77: Mittlere HKR-Viskositätskurven der verschiedenen Fertigungsverfahren im Vergleich zum Vorversuch mit reinem PBS

Tabelle 13: Übersicht aller SME-Messungen der Extrusionsprozesse, inklusive Mittelwert und Standardabweichung

Fertigungs- variante	Arbeitstag	SME ₁ in Wh·kg ⁻¹	SME ₂ in Wh·kg ⁻¹	SME ₃ in Wh·kg ⁻¹	SME _m in Wh·kg ⁻¹	SME _s in Wh·kg ⁻¹
Zyklus 0	1	286,1	224,5	256,3	255,6	30,8
	2	230,1	236,3	239,0	235,1	4,6
	3	241,6	233,2	233,9	236,2	4,6
	4	220,9	227,7	231,3	226,7	5,3
	5	227,2	215,8	242,7	228,6	13,5
	6	251,6	249,9	250,4	250,6	0,9
	7	215,4	215,6	230,5	220,5	8,6
Zyklus 1	1	251,6	245,2	246,1	247,6	3,4
	2	249,4	233,8	237,9	240,4	8,1
	3	242,6	240,3	236,8	239,9	2,9
	4	245,2	231,4	235,7	237,4	7,1
	5	246,4	224,0	236,5	235,6	11,2
Zyklus 2	1	248,2	247,6	248,0	247,9	0,3
	2	239,0	232,9	218,3	230,1	10,6
	3	240,0	220,1	231,1	230,4	9,9
	4	252,7	228,0	243,3	241,3	12,5
	5	257,2	241,1	261,3	253,2	10,7
Zyklus 3	1	244,6	232,8	241,3	239,6	6,1
	2	241,4	226,1	238,4	235,3	8,1
Zyklus 4	1	250,4	233,1	234,6	239,3	9,6
	2	244,2	225,5	237,6	235,8	9,5
	3	247,0	233,9	233,6	238,2	7,6
Zyklus 5	1	249,9	232,1	235,3	239,1	9,5
	2	239,5	228,5	232,1	233,4	5,6
Zyklus 6	1	242,9	234,6	238,0	238,5	4,2
	2	243,7	224,7	231,5	233,3	9,6
	3	257,3	225,5	235,9	239,6	16,2
Zyklus 7	1	238,4	226,5	232,3	232,4	6,0
	2	238,2	228,4	234,4	233,6	4,9
Zyklus 8	1	241,6	220,9	225,7	229,4	10,8

Tabelle 14: Übersicht der gemessenen Elastizitätsmoduln, Zugfestigkeiten und Bruchdehnungen aller Zugversuche

Fertigungsvariante	Probe	E in MPa	σ_m in MPa	ε_b in %
Zyklus 0	1	1766	35,68	6,17
	2	1770	35,38	6,51
	3	1774	35,30	6,28
	4	1772	35,28	6,24
	5	1803	35,86	6,58
Zyklus 1	1	1773	34,06	6,77
	2	1739	34,09	6,43
	3	1797	33,97	6,82
	4	1853	34,19	6,40
	5	1787	33,86	6,37
Zyklus 2	1	1783	30,80	6,73
	2	1773	30,94	6,72
	3	1776	30,97	6,81
	4	1745	30,57	6,51
	5	1693	30,68	6,81
Zyklus 4	1	1659	31,92	6,17
	2	1624	31,81	6,97
	3	1604	31,97	6,86
	4	1635	31,63	6,58
	5	1653	31,89	6,93
Zyklus 6	1	1613	31,41	6,86
	2	1651	31,46	6,07
	3	1631	31,71	6,76
	4	1665	31,66	7,08
	5	1655	31,76	6,72
Zyklus 8	1	1659	32,19	7,12
	2	1639	31,95	6,93
	3	1634	31,87	6,60
	4	1657	32,41	7,16
	5	1656	32,29	6,88

Tabelle 15: Übersicht der gemessenen Elastizitätsmoduln, Zugfestigkeiten und Bruchdehnungen aller Biegeversuche

Fertigungsvariante	Probe	E in MPa	σ_m in MPa	ε_b in %
Zyklus 0	1	1664	59,65	7,19
	2	1672	58,81	7,00
	3	1679	58,83	7,03
	4	1699	60,01	6,98
	5	1729	61,14	7,28
Zyklus 1	1	1663	57,78	6,83
	2	1678	59,53	7,17
	3	1663	58,43	6,99
	4	1653	58,75	7,56
	5	1667	57,56	6,95
Zyklus 2	1	1638	56,55	7,02
	2	1708	56,85	6,65
	3	1700	56,95	6,73
	4	1688	56,91	6,60
	5	1705	57,27	6,89
Zyklus 4	1	1629	57,26	6,84
	2	1677	57,85	6,84
	3	1678	57,68	7,08
	4	1656	56,72	6,74
	5	1655	56,58	6,99
Zyklus 6	1	1631	57,05	7,17
	2	1621	57,12	6,83
	3	1641	57,37	7,13
	4	1655	57,12	6,67
	5	1662	57,62	6,95
Zyklus 8	1	1628	58,18	7,11
	2	1619	57,65	7,05
	3	1639	58,42	6,82
	4	1631	57,85	6,95
	5	1655	59,05	7,17

Tabelle 16: Übersicht der gemessenen Speichermoduln, Verlustmoduln und Verlustfaktoren bei 35°C sowie der Schmelztemperaturen aller DMA-Proben

Fertigungsvariante	Probe	E'(35°C) in MPa	E''(35°C) in MPa	tan δ (35°C)	T _m in °C
Zyklus 0	1	1203	37,23	0,03084	101,09
	2	1255	38,13	0,03037	100,76
	3	1199	36,77	0,03068	101,24
Zyklus 1	1	1275	39,19	0,03073	100,4
	2	1270	39,03	0,03074	100,33
	3	1274	39,27	0,03083	100,51
Zyklus 2	1	1257	39,27	0,03124	100,01
	2	1234	37,19	0,03014	100,46
	3	1289	40,07	0,0311	99,9
Zyklus 4	1	1220	36,69	0,03008	100,21
	2	1220	36,98	0,03031	99,36
	3	1234	37,54	0,03042	100,54
Zyklus 6	1	1301	39,98	0,03074	98,02
	2	1300	39,62	0,03048	98,56
	3	1287	39,84	0,03095	99,74
Zyklus 8	1	1225	37,36	0,0305	99,07
	2	1291	39,16	0,03034	100,22
	3	1253	39,27	0,03134	99,16

Tabelle 17: Übersicht der gemessenen Schmelz- und Kristallisationstemperaturen aller DSC-Proben

Fertigungsvariante	Probe	T _m in °C	T _c in °C
Zyklus 0	1	115,47	83,89
	2	119,58	81,24
	3	117,01	83,23
Zyklus 1	1	116,21	82,93
	2	116,37	83,20
	3	117,26	82,99
Zyklus 2	1	115,50	83,37
	2	117,62	82,49
	3	117,39	82,99
Zyklus 4	1	118,13	81,66
	2	115,83	83,17
	3	117,15	82,97
Zyklus 6	1	117,19	82,33
	2	117,32	82,68
	3	117,17	83,07
Zyklus 8	1	116,33	83,53
	2	118,22	82,68
	3	117,20	83,62

Tabelle 18: Übersicht der per HKR ermittelten Kennwerte der Fertigungsvarianten Zyklus 0, 1 und 2 (Mittelwerte und Standardabweichungen)

Fertigungsvariante	Scherrate in s^{-1}	Scherspannung in MPa	Viskosität in $\text{Pa}\cdot\text{s}$
Zyklus 0	$24,38 \pm 0,11$	$43,72 \pm 1,24$	$1793,40 \pm 43,45$
	$100,40 \pm 0,65$	$93,24 \pm 1,66$	$928,67 \pm 10,48$
	$260,65 \pm 1,89$	$147,58 \pm 1,40$	$566,26 \pm 9,43$
	$549,69 \pm 0,57$	$200,00 \pm 4,45$	$363,80 \pm 8,13$
	$1218,76 \pm 16,46$	$267,72 \pm 4,10$	$219,66 \pm 0,73$
	$3052,52 \pm 27,43$	$373,08 \pm 2,82$	$122,22 \pm 0,70$
	$6929,53 \pm 51,19$	$460,00 \pm 2,67$	$66,38 \pm 0,12$
	$12187,22 \pm 98,61$	$548,68 \pm 1,53$	$45,02 \pm 0,25$
Zyklus 1	$24,05 \pm 0,15$	$38,63 \pm 0,46$	$1605,91 \pm 8,75$
	$99,02 \pm 0,25$	$85,34 \pm 0,43$	$861,89 \pm 4,42$
	$255,00 \pm 0,64$	$137,06 \pm 0,60$	$537,50 \pm 3,39$
	$539,01 \pm 1,66$	$189,77 \pm 1,22$	$352,08 \pm 2,84$
	$1203,24 \pm 8,88$	$256,16 \pm 1,49$	$212,91 \pm 2,34$
	$3030,40 \pm 4,43$	$359,66 \pm 3,73$	$118,69 \pm 1,32$
	$6831,60 \pm 46,37$	$444,18 \pm 3,46$	$65,02 \pm 0,15$
	$11969,78 \pm 62,62$	$533,56 \pm 3,05$	$44,58 \pm 0,06$
Zyklus 2	$23,62 \pm 0,08$	$28,38 \pm 0,24$	$1201,36 \pm 11,40$
	$96,24 \pm 0,51$	$65,84 \pm 0,88$	$684,15 \pm 5,64$
	$245,37 \pm 0,65$	$110,14 \pm 0,14$	$448,88 \pm 0,64$
	$519,24 \pm 0,60$	$158,23 \pm 0,37$	$304,74 \pm 0,72$
	$1157,43 \pm 1,38$	$218,40 \pm 0,45$	$188,70 \pm 0,45$
	$2905,17 \pm 1,36$	$314,95 \pm 0,60$	$108,41 \pm 0,23$
	$6527,63 \pm 8,30$	$397,71 \pm 0,87$	$60,93 \pm 0,11$
	$11605,61 \pm 20,14$	$484,07 \pm 0,71$	$41,71 \pm 0,04$

Tabelle 19: Übersicht der per HKR ermittelten Kennwerte der Fertigungsvarianten Zyklus 4, 6 und 8 (Mittelwerte und Standardabweichungen)

Fertigungsvariante	Scherrate in s^{-1}	Scherspannung in MPa	Viskosität in $Pa \cdot s$
Zyklus 4	$23,62 \pm 0,08$	$28,38 \pm 0,24$	$1201,36 \pm 11,40$
	$96,24 \pm 0,51$	$65,84 \pm 0,88$	$684,15 \pm 5,64$
	$245,37 \pm 0,65$	$110,14 \pm 0,14$	$448,88 \pm 0,64$
	$519,24 \pm 0,60$	$158,23 \pm 0,37$	$304,74 \pm 0,72$
	$1157,43 \pm 1,38$	$218,40 \pm 0,45$	$188,70 \pm 0,45$
	$2905,17 \pm 1,36$	$314,95 \pm 0,60$	$108,41 \pm 0,23$
	$6527,63 \pm 8,30$	$397,71 \pm 0,87$	$60,93 \pm 0,11$
	$11605,61 \pm 20,14$	$484,07 \pm 0,71$	$41,71 \pm 0,04$
Zyklus 6	$22,88 \pm 0,15$	$22,18 \pm 0,48$	$969,12 \pm 15,45$
	$94,48 \pm 0,38$	$56,26 \pm 0,46$	$595,54 \pm 3,02$
	$242,57 \pm 0,97$	$95,62 \pm 0,16$	$394,21 \pm 1,31$
	$509,55 \pm 1,47$	$138,91 \pm 0,67$	$272,61 \pm 1,64$
	$1124,54 \pm 1,48$	$195,06 \pm 0,81$	$173,46 \pm 0,87$
	$2829,20 \pm 3,12$	$287,66 \pm 1,36$	$101,67 \pm 0,53$
	$6298,31 \pm 18,81$	$368,19 \pm 1,84$	$58,46 \pm 0,15$
	$11236,81 \pm 58,96$	$455,10 \pm 1,48$	$40,50 \pm 0,20$
Zyklus 8	$23,10 \pm 0,25$	$22,54 \pm 0,42$	$975,38 \pm 8,02$
	$94,58 \pm 0,46$	$55,63 \pm 0,65$	$588,13 \pm 5,28$
	$242,82 \pm 0,51$	$94,92 \pm 0,66$	$390,92 \pm 3,54$
	$507,90 \pm 1,31$	$137,44 \pm 0,96$	$270,61 \pm 1,31$
	$1121,17 \pm 1,33$	$194,09 \pm 0,67$	$173,11 \pm 0,40$
	$2840,93 \pm 47,69$	$286,41 \pm 1,09$	$100,83 \pm 1,52$
	$6240,74 \pm 24,03$	$365,09 \pm 5,46$	$58,50 \pm 0,66$
	$11052,39 \pm 261,25$	$455,39 \pm 1,57$	$41,22 \pm 0,94$