

Untersuchungen zu Rohstoffen und Verfahrenstechnik  
als potentielle Ursachen für Materialversagen von  
Holz-Polymer-Verbundwerkstoffen (WPC)  
*(Kurztitel: ESC von WPC)*

Förderprojekt der  
Deutschen Bundesstiftung Umwelt (DBU)  
Az. 25762

Institut für Polymertechnologien (IPT) e.V.  
Alter Holzhafen 19  
23966 Wismar

Verfasser: Dr. Hans Korte, M.Eng. Stefan Ofe, Dipl.-Ing Alexander Reichert  
Projektleiter: Prof. Dr.-Ing. Harald Hansmann (Institutsleiter)  
Projektbeginn: 16. Juli 2008  
Laufzeit: 3 Jahre

## Inhaltsverzeichnis

Abbildungs- und Tabellenverzeichnis.....	1
1. Zusammenfassung .....	4
2. Zielsetzung des Projektes .....	5
3. Material und Methoden.....	8
3.1 Kompressions- /Quellversuche.....	8
3.1.1 Untersuchte Materialien.....	8
3.1.2 Kompressionsversuch .....	10
3.1.3 Parameter .....	13
3.1.4 Durchführung der Versuche.....	14
3.1.5 Auswertemethodik .....	15
3.2 Quellkraftmessung.....	15
3.2.1 Untersuchte Materialien.....	16
3.2.2 Versuchs-Aufbau und -Durchführung .....	16
3.3 Analyse der VOC's .....	17
3.3.1 Probenvorbereitung .....	17
3.3.2 Thermodesorption von Kiefernmehl.....	17
3.3.3 Evolved Gas Analysis (EGA) von Kiefernmehl.....	18
3.3.4 Analyse von TMAH (TetraMethylAmmoniumHydroxid) -Extrakten aus Kiefernmehl.....	18
3.3.5 Thermodesorption von Laub- und Nadelholz.....	18
3.3.6 Ausgewählte VOC-Ersatzstoffe .....	18
3.4 Compoundierung und Probekörperherstellung.....	19
3.4.1 Herstellung von Pressplatten mit Chemikaliengzusatz (Vorversuch) .....	19
3.4.2 Herstellung von WPC-Mischungen mittels Innenkneteter .....	19
3.5 thermische und mechanische Untersuchungen.....	20
3.5.1 OIT-Analyse mittels DSC.....	20
3.5.2 Biegeversuch .....	20
3.5.3 Schlagbiegeversuch (Charpy) .....	20
4. Ergebnisse .....	21
4.1 Kompressions- und Quellversuche.....	21
4.1.1 Ergebnisse der Kompressionsversuche an Holzwürfel .....	22
4.1.2 Ergebnisse der Kompressionsversuche an Holzmehl .....	29
4.1.3 Ergebnisse der Kompressionsversuche an WPC-Mischungen .....	33
4.1.4 Ergebnisse der Quellmessung an Holzwürfen.....	36
4.1.5 Ergebnisse der Quellmessung an Holzmehl.....	43
4.1.6 Ergebnisse der Quellmessungen an WPC-Mischungen.....	46
4.2 Quelldruckbestimmung bei Feuchtigkeitsaufnahme .....	49
4.3 Analyse der VOC's .....	53
4.3.1 Thermodesorption von Kiefernmehl.....	53
4.3.2 Evolved Gas Analysis (EGA) von Kiefernmehl .....	54
4.3.3 Analyse von TMAH (TetraMethylAmmoniumHydroxid) -Extrakten aus Kiefernmehl.....	55
4.3.4 Thermodesorption von Laub- und Nadelholz.....	55
4.4 Synthese von WPC mit VOC-Ersatzstoffen.....	59
4.4.1 Weiterführend Vorversuche .....	59
4.4.2 Versuchsreihe 1 .....	60
4.4.3 Versuchsreihe 2.....	62
4.5 Modellrechnung .....	66
5. Diskussion .....	70
6. Öffentlichkeitsarbeit.....	70
7. Fazit.....	70
8. Literatur .....	71

## Abbildungs- und Tabellenverzeichnis

Tab. 1	Prinzipdarstellung der Kompression von Holzwürfeln	22
Tab. 2	Werte der axialen Fichtenholz-Kompression bei RT, 160 °C u. 210 °C sowie 106, 174 u. 233 bar	24
Tab. 3	Werte der radialen Fichtenholz-Kompression bei RT, 160 °C u. 210 °C sowie 106, 174 u. 233 bar	25
Tab. 4	Werte der tangentialen Fichtenholz-Kompression bei RT, 160 °C u. 210 °C sowie 106, 174 u.	26
Tab. 5	Gesamtübersicht der Kompressionsergebnisse von Fichtenmehl bis 400 µm	30
Tab. 6	Werte der axialen Fichtenholz-Quellversuche	37
Tab. 7	Werte der radialen Fichtenholz-Quellversuche	38
Tab. 8	Werte der tangentialen Fichtenholz-Quellversuche	39
Tab. 9	Massenanteil einer Auswahl von Substanzen in Buche und Eiche	56
Tab. 10	Äquivalent-Abschätzung des Harzsäuregehaltes in Kiefer-Kernholz mittels verschiedener Kalibrier-Substanzen	58
Tab. 11	Terpengehalt im Kiefer-Kernholz / Hexanalgehalt im Kiefer-Splintholz	58
Abb. 1	Prüfkörper	8
Abb. 2	Laborpresse des ITP	10
Abb. 3	Manometer der Laborpresse	11
Abb. 4	Werkzeugzylinder	11
Abb. 7	Werkzeugzylinder mit Düsenheizband und Thermoelement	12
Abb. 5	Werkzeugstempel	12
Abb. 6	Werkzeugfuß mit Zapfen	12
Abb. 8	Messaufbau für Kompressionsversuche an Holzmehl und WPC	13
Abb. 9	Entwurf des Kraftmessstandes	16
Abb. 10	Stauchgrad-Zeit-Diagramme von axialer Fichtenholz-Kompression(A...axiale Belastungsrichtung /	23
Abb. 11	Stauchgrad-Zeit-Diagramme von radialer Fichtenholz-Kompression	24
Abb. 12	Stauchung-Zeit-Diagramme von tangentialer Fichtenholz-Kompression	25
Abb. 13	Zusammenfassende Darstellung der Kompressionsversuche an Fichteplatten	26
Abb. 14	Zusammenfassende Darstellung der Kompressionsversuche an Kieferplatten	27
Abb. 15	Zerstörte Kiefernholz-Probe (tangentialer Druck-Belastung)	27
Abb. 16	Zusammenfassende Darstellung der Kompressionsversuche an Bucheplatten	28
Abb. 17	Zusammenfassende Darstellung der Kompressionsversuche an Eicheplatten	28
Abb. 18	Stauchung-Zeit-Diagramme von Fichtenmehl-Kompression (400...bis 400 µm Spannfraction /	29
Abb. 19	Zusammenfassende Darstellung der Kompressionsversuche an Fichtenmehl mit einer	30
Abb. 20	Zusammenfassende Darstellung der Kompressionsversuche an Fichtenmehl mit einer Spannfraction von	31
Abb. 21	Zusammenfassende Darstellung der Kompressionsversuche an Kiefernmehl mit einer Spannfraction	31
Abb. 22	Zusammenfassende Darstellung der Kompressionsversuche an Kiefernmehl mit einer Spannfraction	32

Abb. 23 Zusammenfassende Darstellung der Kompressionsversuche an Buchenmehl mit einer Spanfraktion .....	32
Abb. 24 Zusammenfassende Darstellung der Kompressionsversuche an Buchenmehl mit einer Spanfraktion .....	32
Abb. 25 Kompressionsversuche an WPC (Fichte- und Kiefer-PP [70/30] Knetermischung) ..	33
Abb. 26 Kompressionsversuche an WPC (Buche-PP [70/30] Knetermischung).....	33
Abb. 27 Kompressionsversuche an WPC (BK 4090-PP [70/30] unterschiedliche Herstellungsverfahren) .....	34
Abb. 28 Kompressionsversuche an WPC (BK 4090-PP unterschiedliche Holzkonzentrationen) .....	34
Abb. 29 Kompressionsversuche an WPC (BK 4090-HDPE [70/30] unterschiedliche Versuchstemperatur).....	35
Abb. 30 Quellkoeffizient-Zeit-Diagramme von axialer Fichtenholz-Quellung .....	36
Abb. 31 Quellkoeffizient-Zeit-Diagramme von radialer Fichtenholz-Quellung.....	37
Abb. 32 Quellkoeffizient-Zeit-Diagramme von tangentialer Fichtenholz-Quellung.....	38
Abb. 33 Zusammenfassende Darstellung der Quellversuche an Fichteproben .....	39
Abb. 34 Zusammenfassende Darstellung der Quellversuche an Kieferproben .....	40
Abb. 35 Zusammenfassende Darstellung der Quellversuche an Bucheproben.....	41
Abb. 36 Zusammenfassende Darstellung der Quellversuche an Eichenproben.....	41
Abb. 37 Feuchtezunahme Fichtenholzproben.....	42
Abb. 38 Feuchtezunahme Fichtenmehlproben .....	43
Abb. 39 Quellkoeffizient-Zeit-Diagramme von Fichtenmehl-Quellung .....	44
Abb. 40 Zusammenfassende Darstellung der Quellversuche an Fichtenmehlmehl 400 $\mu\text{m}$ /400-850 $\mu\text{m}$ .....	45
Abb. 41 Zusammenfassende Darstellung der Quellversuche an Kiefermehl 425 $\mu\text{m}$ /425-600 $\mu\text{m}$ .....	45
Abb. 42 Feuchteaufnahme Fichte-WPC (Holzvolumenanteil).....	46
Abb. 43 Zusammenfassende Darstellung der Quellversuche an Fichte- und Kiefer-WPC ....	47
Abb. 44 Zusammenfassende Darstellung der Quellversuche an Buche-WPC (gepresst bei 210 °C/233bar) .....	47
Abb. 45 Zusammenfassende Darstellung der Quellversuche an BK 4090-WPC mit unterschiedlichen Polymeren .....	48
Abb. 46 Quellversuche an WPC (BK 4090-PP [70/30] unterschiedliche Herstellungsverfahren) .....	48
Abb. 47 Zeitabhängige Kurvenverläufe zur Entwicklung des Quelldruckes in radial verpressten Holzwürfeln.....	49
Abb. 48 Zeitabhängige Kurvenverläufe zur Entwicklung des Quelldruckes in tangential verpressten Holzwürfeln.....	49
Abb. 49 Zeitabhängige Kurvenverläufe zur Entwicklung des Quelldruckes in axial verpressten Holzwürfeln.....	50
Abb. 50 Zeitabhängige Kurvenverläufe zur Entwicklung des Quelldruckes in radial verpressten Holzwürfeln.....	51
Abb. 51 Quelldruck: Fichtenmehl von 400 bis 850 $\mu\text{m}$ .....	51
Abb. 52 Zeitabhängige Kurvenverläufe zur Entwicklung des Quelldruckes in WPC 7030 .....	52
Abb. 53 Messdaten-Darstellung und Substanzzuordnung am Beispiel der Thermodesorption von.....	53
Abb. 54 Massenspuren aus der Evolved Gas Analysis (EGA); es wird vermutet, dass rot schattierte Substanzen (feine Linien) kohlenhydratstämmig und blau schattierte phenolischen	

Ursprungs (Lignin) sind, während grau-schwarze Spuren (gepunktet) auf Abietinsäure-Derivate hindeuten könnten. ....	54
Abb. 55 Py-GC/MS-Messung im Rahmen der TMAH-Analyse von Kiefernmehl .....	55
Abb. 56 Massenspektrogramm von Substanzen aus Kiefer-Kernholz im Bereich 31 bis 40 min.....	57
Abb. 57 OIT (PP35) in Abhängigkeit der MCC-Gewichtskonzentration .....	59
Abb. 58 OIT (PP35) in Abhängigkeit der BK4090-Gewichtskonzentration.....	60
Abb. 59 OIT-Ergebnisse von getemperten Materialproben aus Versuchsreihe 1 .....	61
Abb. 60 Biegefestigkeit: Versuchsreihe 1.....	61
Abb. 61 Schlagzähigkeit: Versuchsreihe 1 .....	62
Abb. 62 OIT Versuchsreihe 2.....	63
Abb. 63 Biegefestigkeit: Versuchsreihe 2.....	64
Abb. 64 Biegedehnung: Versuchsreihe 2.....	64
Abb. 65 Schlagzähigkeit: Versuchsreihe 2.....	65
Abb. 66 Schema des Modelansatzes.....	66
Abb. 67 Fichte-Holzprobe vor (links) und nach Kompressionsversuch (rechts) radial 210°C /233bar .....	67
Abb. 68 WPC-Knetermischung: Fichtemehl (400-850µm) / PP4 .....	67

## 1. Zusammenfassung

Mittels Pyc.-GC-MS konnten ca. 150 Substanzen ermittelt werden von denen Abietinsäure, Essigsäure, Furfural, Hexanal und Stearinsäure als die wesentlichen Vertreter ihrer Molekülgruppen angesehen werden. Die Substanzen wurden in mikrokristalliner Cellulose (MCC) oder Holzmehl (BK4090) dispergiert, im Laborkneteter mit PP compoundingiert, zu Prüfkörpern verspritzt und auf OIT und mechanische Eigenschaften untersucht. Es zeigt sich, dass BK4090 überraschenderweise einen stabilisierenden Einfluss auf den OIT auswirkt. Von besonderer Bedeutung ist der sehr negative Einfluss von Stearinsäure auf den OIT-Wert und die mechanischen Eigenschaften. Dies gilt analog für Zinkstearat, einem weit verbreiteten Gleitmittel in der Kunststoff- und WPC-Industrie. Stearinsäure und seine Derivate können den OIT und die mechanischen Festigkeiten auf die Hälfte reduzieren. Stearate nicht zu verwenden, ist daher die wesentliche Empfehlung für WPC-Hersteller.

Bei der Kompression von Massivholzproben ist eine deutliche Abhängigkeit von Druck und Temperatur sowie der Faserausrichtung auf das Kompressionsergebnis feststellbar. In Faserrichtung findet fast keine, quer zur Faser jedoch bei Nadelholz eine Verdichtung bis auf ca. 35% statt. Die Laubholzproben zerbrachen und konnten nicht ausgewertet werden. Bei der Quellung in 98% r.L. stellten sich die verdichteten Proben auf ihre Ausgangsgröße zurück. Vom komprimierten Status aus gesehen quellen die Proben um den Faktor bis 2,7. Holzpulver quillt nur noch um den Faktor 1,6 und Holzpulver in WPC nur noch um den Faktor 1,1.

Die Quellkraft von Massivholzproben kann bis zu 120 bar betragen. Für in einen porösen Ring eingespanntes Holzpulver beträgt der Quelldruck nur noch 17 bar. Interessanter Weise zeigt WPC mit 70% Holzanteil einen Quelldruck von 60 bar. Auch wenn die Volumenzunahme durch Feuchtigkeitsaufnahme bei WPC wesentlich geringer ist als bei reinem Holzpulver oder Massivholz, so ist der erzeugte Quelldruck nicht zu unterschätzen. WPC darf deshalb nicht mit anderen Materialien fest verbunden werden, wenn Quellgefahr besteht. Befestigungen müssen flexibel sein.

In der Modellierung der Dehnungen von PP und Holz in WPC wird deutlich, dass ca. 20 Flächenprozent PP ausreichen, um 80 Flächenprozent Holzpartikel an einem Quellen über eine Streckgrenze von 2% zu hindern. Da verdichtetes Holz eine Dichte von ca. 1,4 g/cm<sup>3</sup> und PP eine Dichte von ca. 0,9 g/cm<sup>3</sup> aufweisen, bedeutet dies, dass ca. 11,6 Massenprozent PP ausreichen, um das Holz am vollständigen Quellen zu hindern. Werden die Festigkeit und Dehnbarkeit des PP durch Stoffe wie Stearate auf die Hälfte reduziert, wird die Grenze zum Materialversagen bald erreicht.

## 2. Zielsetzung des Projektes

Holz-Polymer Verbundwerkstoffe (engl. woodplasticcomposites, WPC) sind eine relativ neue Werkstoffgruppe, die zu mehr als 50 % aus Holzpartikeln besteht, welche durch eine thermoplastische Kunststoffmatrix gebunden werden. In geringen Mengen werden Additive hinzugegeben, um die Materialeigenschaften bzgl. UV-Stabilität, Farbe, Festigkeit, Dauerhaftigkeit etc. zu verbessern. Die Herstellung von WPC auf Extrusionsmaschinen wurde Anfang der 90er Jahre des zwanzigsten Jahrhunderts in den USA entwickelt und hat dort große wirtschaftliche Bedeutung erreicht. Im Jahr 2005 wurden in den USA bereits 700.000 t/a WPC produziert. In Europa hat die WPC-Entwicklung wesentlich später begonnen, so dass z.B. der Markt für WPC in Deutschland für 2005 auf ca. 10.000 t/a geschätzt wird (1). Auf Grund des guten Pflegeverhaltens und der potentiell höheren Dauerhaftigkeit von WPC gegenüber unbehandeltem Holz stellen Terrassendielen (deckings), gleichermaßen in den USA wie in Europa, das Hauptprodukt dar. In Nordamerika werden mit WPC vor allem Terrassendielen aus Chrom-Kupfer-Arsen (CKA) kesseldruckimprägnierter Kiefer ersetzt, während in Europa, vor allem in Deutschland, Holz-Polymer-Verbundwerkstoffe Terrassendielen aus tropischen Harthölzern, wie z.B. Bangkirai, ersetzen. Als Holzressource werden in WPC Späne der Holzbe- und Verarbeitung eingesetzt, die ansonsten üblicherweise einer thermischen Verwertung zugeführt werden. Diese Späne verbleiben als Verbundwerkstoff dem stofflichen Kreislauf erhalten und wirken sich positiv auf den CO<sub>2</sub>-Haushalt aus. Der Holzanteil von 60 – 70 % ersetzt erdölbasierte Kunststoffe, die auf diese Weise eingespart werden können. Terrassendielen aus WPC stellen damit eine ökologisch sinnvolle Alternative zu Tropenholzimporten oder zu mit umweltschädlichen CKA imprägnierten Hölzern dar.

In Nordamerika werden Polyethylen (PE, HDPE), gefolgt von PVC und Polypropylen (PP), als thermoplastische Bindemittel für WPC eingesetzt (2). während in Europa der meist verbreitete Kunststoff PP ist, gefolgt von PE und PVC. Weiterhin unterscheiden sich die Märkte hinsichtlich des Holzgehaltes, der in Europa bei ca. 70 % liegt, während er in den USA eher bei 60 % anzusiedeln ist. In den USA werden sehr viel mehr Recyclingkunststoffe, z.B. aus Wickelfolien (z. B. Trex Company), als in Europa und mehr Laubholz eingesetzt. Nach nun einigen Jahren Erfahrung mit WPC-Produkten in der Außenanwendung stellen sich bei einigen Produkten in den USA schwerwiegende Reklamationsfälle ein, bei denen es sich nicht nur um Verwerfungen oder Farbveränderungen handelt, sondern um gravierende Festigkeitsverluste. Untersuchungen von Geodeck (3) an den eigenen Reklamationsfällen haben eine sehr gute Korrelation von Materialversagen zu der Dichte der Produkte und dem OIT Wert (oxidative induction time) gefunden. Für den Zeitraum der zahlreichen Reklamationen (2002 bis 2003) bei Geodeck wurde an den Geodeck-Terrassendielen ein OIT-Wert von 0,15 – 0,30 min gefunden. Durch Zugabe von Antioxidantien konnte im Produktionszeitraum 2004 – 2005 der OIT-Wert auf 10 – 16 min erhöht und damit die Lebensdauer in der künstlichen Bewitterungsprüfung von 4 Tagen auf 26 Monate angehoben werden. Der OIT-Wert ist damit ein wichtiges Kriterium bei der Qualitätsprüfung. Beim Vergleich von reinem HDPE mit WPC, in welchem das gleiche HDPE eingesetzt wurde, konnte gezeigt werden, dass der OIT-Wert 12 – 100 min (HDPE) auf 0,3 – 0,5 min (WPC) absinken kann. Durch Zugabe von Antioxidantien kann das Absinken des OIT-Wertes in WPC stark reduziert werden, die Ursache für den oxidativen Abbau ist damit nicht geklärt.

Das Materialversagen von Kunststoffen nach längerer Exposition unter den bestimmungsgemäßen Anwendungsbedingungen ist ein seit über 50 Jahren bekanntes und sorgfältig untersuchtes Phänomen, das als ein von Umweltbedingungen abhängiges

Spannungsrisssverhalten (engl. environmental stress cracking, ESC) bekannt ist. ESC wird nach Howard definiert als „failure in surface-initiated brittle fraction of a polyethylene specimen or part under polyaxial stress in contact with a medium in the absence of which fracture does not occur under the same conditions of stress“ (4). Eine kurze Übersicht über „Umweltbedingungen“, wie z. B. den Einfluss von Alkoholen, Silikonölen oder Netzmitteln (surfactants), die ESC bei PE erzeugen können, ist bei Lustiger (5) gegeben.

Mit nachfolgend ausgeführten Untersuchungsansätzen soll WPC jedoch nicht allgemein auf Eigenschaftsänderungen, in erster Linie auf Änderungen der Festigkeit, in Abhängigkeit von (modellierten) Umwelteinflüssen untersucht werden, sondern es soll ermittelt werden, ob das Zusammenwirken von Rohstoffen und Verfahrenstechnik nicht schon den „Grundstock“ für ein späteres Materialversagen legen. Diese Hypothese liegt deshalb nahe, weil die thermische Behandlung von Holz, der das Holz in Extrusionsanlagen beim Aufschmelzen der Polymermatrix zwangsweise ausgesetzt ist, dieses chemisch verändert. So ist z.B. von der thermischen Behandlung von Holz in Stickstoffatmosphäre bei 165 °C bekannt, dass ein Masseverlust von bis zu 10 % auftritt und die Biegefestigkeit um bis zu 30 % im Vergleich zum unbehandelten Ausgangsprodukt abnimmt (6), die Bruchschlagarbeit kann sogar bis zu 50 % abnehmen (7). Für den Masseverlust wird vor allem der Abbau der Hemicellulosen verantwortlich gemacht. Diese unterscheiden sich bei Laub- und Nadelhölzern. Bei den Laubhölzern ist die Gruppe der Xylane dominant, bei den Nadelhölzern sind es die GalactoGlucomannane (8). Bei der Herstellung von thermisch modifiziertem Holz (Thermoholz) entstehen unter anderem Essigsäure, Methanol, Ameisensäure, Furfural, Kohlenmonoxid und Kohlendioxid als thermische Hydrolyseprodukte (9).

Neben den Abbauprodukten der Hemicellulosen können auch niedermolekulare Verbindungen des Holzes, die akzessorischen Bestandteile, wie aromatische Verbindungen, z.B. Tannine, Stilbene oder Lignane, aliphatische Säuren, wie z.B. Fettsäuren, Alkohole, vornehmlich als Glycoside oder Terpene (8) potentiell mit der Kunststoffmatrix in Wechselwirkung treten.

Neben der potentiellen Wechselwirkung der oben genannten Substanzen mit der Polymermatrix ist die materialimmanente Spannungssituation zu berücksichtigen, die sich durch das Quellverhalten der Holzbestandteile ergeben. Zum einen wird bei der Extrusion von WPC das Holz sehr weit, auf Werte meist kleiner 1 % Feuchtigkeit, heruntergetrocknet, zum anderen wird das Holz stark verdichtet. Vor dem Extrusionswerkzeug werden je nach Anlagenkonfiguration Drücke bis zu 400 bar gemessen (10). Betrachtet man die Dichte von WPC-Produkten, die z.B. 1,2 g/cm<sup>3</sup> erreichen kann (3) und berücksichtigt die Dichte von unverdichtetem Nadelholz, z.B. Fichte 0,45 g/cm<sup>3</sup>, und von HDPE ca. 0,9 g/cm<sup>3</sup> bei einem Verhältnis von Holz zu PE von z.B. 60/40, so wird deutlich, dass das Holz nach Gleichung 1 um den Faktor 3,1 auf 1,4 g/cm<sup>3</sup> verdichtet wird, womit fast die theoretische Dichte ohne Porenraum von 1,5 ± 0,05 g/cm<sup>3</sup> erreicht wird (11).

$$1,2 \text{ [g/cm}^3\text{]} = 0,6 * X \text{ [g/cm}^3\text{]} + 0,4 * 0,9 \text{ [g/cm}^3\text{]} \quad (1)$$

$$X = 1,4 \text{ [g/cm}^3\text{]}$$

Es ist bekannt, dass WPC in Gegenwart von Wasser oder hoher Luftfeuchtigkeit zwar langsamer als Massivholz, aber dennoch quellen (3), wobei in Extremfällen Feuchtigkeiten in WPC erreicht werden, die dem Fasersättigungsgrad von Holz entsprechen (12). Das bedeutet, dass theoretisch das volle Quellpotential von Holz, von kleiner 1 % bis zum

Fasersättigungspunkt ausgeschöpft wird, wobei für unbehandeltes Holz als grobe Richtwerte ca. 0,3 % in Faserrichtung, ca. 5 % in radialer Richtung und ca. 10 % in tangentialer Richtung angenommen werden dürfen (11). In wie weit mit Rückstelleffekten von thermisch verdichtetem Holz zu rechnen ist, ist für die Bedingungen, wie sie im Extrusionsprozess auf das Holz einwirken, unbekannt. Aus Untersuchungen von Egner und Graf (13) an mit ca. 300 kg/cm<sup>2</sup> verdichtetem Pappelholz ist bekannt, dass der Verdichtungsgrad von ca. 0,3 direkt nach der Verdichtung innerhalb von 14 Tagen nach Druckentlastung auf 0,7 zurück geht. Wenn Pappelholz beim Verpressen sehr trocken ist, z. B. 3 %, dann geht der Verdichtungsgrad wesentlich weiter zurück, als wenn das Holz beim Verpressen z.B. 16 % Feuchtigkeit aufweist. Es ist daher davon auszugehen, dass durch Quellung der Holzpartikel die umschließende Polymermatrix auf Zug belastet wird und damit anhaltend unter Spannung gesetzt wird.

Der Quelldruck von unter Raumtemperatur verdichtetem Holz (*Pinus sylvestris* und *Betula pendula*) kann dabei bis doppelt so hoch sein wie bei unverdichtetem Holz (14).

Ziel der Untersuchungen soll sein, zuerst festzustellen, unter welchen Temperaturregimes, die denen von Extrusionsprozessen vergleichbar sein sollen, welche Substanzen und in welcher Menge aus Nadel- und Laubhölzern freigesetzt werden. Es ist zu berücksichtigen, dass im Gegensatz zu den bekannten thermischen Holzbehandlungsverfahren, bei der WPC-Herstellung deutlich andere Bedingungen herrschen bezüglich der Dauer der thermischen Belastung, der luftabschließenden Umgebung durch die Kunststoffmatrix und die in der Regel deutlich geringeren Anfangsfeuchtegehalte im Holz. Die identifizierten Substanzen sollen im gemessenen Konzentrationsbereich als Einzelsubstanzen und in Gemischen reinen Polymerschmelzen zudosiert werden, um aus diesen modifizierten Schmelzen Prüfkörper herzustellen. Im Ergebnis soll festgestellt werden, welche aus der Holzmatrix emittierenden Substanzen welchen Einfluss auf die Polymermatrix haben. Mit diesem Ursachenwissen sollen Rohstoffe und Verfahren so aufeinander abgestimmt werden, dass das Risiko negativer Beeinflussung reduziert und damit ein späteres Produktversagen vermieden werden kann.

In einer weiteren Versuchsreihe sollen Prüfkörper kleiner Abmessungen aus Holz in Abhängigkeit von der Faserorientierung (in Faserrichtung, radial und tangential) unter möglichst vergleichbaren Temperatur- und Druckbedingungen in einer Presse verdichtet und die Rückstellung und Quellung in Abhängigkeit der Feuchtigkeit untersucht werden. Aus der gemessenen Volumenzunahme sollen Rückschlüsse auf die Dehnung der umgebenden Polymermatrix im WPC gezogen werden. Die berechneten Dehnungen sollen als Richtgröße bei den Festigkeitsprüfungen einbezogen werden.

### 3. Material und Methoden

Um die dargestellten Fragestellungen zu erarbeiten wurden Arbeiten im Rahmen der im Förderantrag dargestellten Arbeitspakete durchgeführt. Die hierfür erforderlichen Arbeitsschritte sowie verwendete Geräte und Methoden werden in den nachfolgenden Punkten ausführlich beschrieben.

#### 3.1 Kompressions- /Quellversuche

Der erste Teil der Untersuchungen bestand aus Kompressionsversuchen zur Ermittlung des Stauchungsverhaltens von Holz, Holzmehl und WPC-Mischungen unter definierten Prozessbedingungen, sowie der anschließenden Charakterisierung des Quellverhaltens von Probekörpern aus diesen Materialien bei speziellen Lagerbedingungen.

##### 3.1.1 Untersuchte Materialien

Es konnte erwartet werden, dass die Ergebnisse von Kompressionsversuchen an Holzproben nicht nur artspezifisch, d. h. Baumart bezogen, sondern im Allgemeinen auf Grund der Anisotropie des Holzes abhängig von der Belastungsrichtung in Bezug zur Faserorientierung (axial, radial, tangential) sind. Grundsätzlich wurden deshalb geometrisch einheitliche Probekörper aus unterschiedlichen Holzarten in Fremdleistung hergestellt und in den 3 unterschiedlichen Holzdimensionen bei unterschiedlichen Drücken und Temperaturen belastet. Die Probekörper mit einer Größe von 10 x 10 x 10 mm (siehe Abbildung 1) umfassen folgende Holzarten:

Nadelholz: Fichte / Kiefer

Laubholz: Buche / Eiche

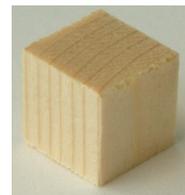


Abb. 1 Probekörper

Die würfelförmigen Probekörper sind so gefertigt, dass sie eine differenzierte Druckbeaufschlagung der Holzstruktur in axialer, radialer und tangentialer Belastungsrichtung ermöglichen. Als WPC-Komponente verursacht Holzmehl neben den eingesetzten Polymeren und Additiven einen wesentlichen Einfluss auf die späteren Materialeigenschaften, wie zum Beispiel die mechanische Festigkeit, Quellung und Wasseraufnahme. Hierbei sind Holzart, Holzvolumenanteil aber auch Spanngröße wichtige Kennwerte welche diese Eigenschaften entscheidend beeinflussen. Für die Versuchsreihen wurden folgende Holzmehle in unterschiedlichen Spanngrößenfraktionen verwendet:

- Fichtenmehl bis 400  $\mu\text{m}$
- Fichtenmehl von 400 bis 850  $\mu\text{m}$
- Kiefernmehl bis 425  $\mu\text{m}$
- Kiefernmehl von 425 bis 600  $\mu\text{m}$
- Buchenmehl von 200 bis 600  $\mu\text{m}$
- Buchenmehl von 400 bis 850  $\mu\text{m}$

Die unterschiedlichen Spannfraktionen der einzelnen Holzmehlarten wurden mit Hilfe einer Siebanalyse erzeugt. Für die Kompressions- und Quellversuche an WPC wurden Mischungen aus folgenden Ausgangskomponenten untersucht.

#### Holzmehl:

- Fichtenmehl mit einer Spannfraction bis 400 µm
- Fichtenmehl mit einer Spannfraction von 400 bis 850 µm
- Kiefernmehl mit einer Spannfraction bis 425 µm
- Buchenmehl mit einer Spannfraction von 200 bis 600 µm
- Buchenmehl mit einer Spannfraction von 400 bis 850 µm
- BK 4090 (in der Praxis eingesetzte Holzmehlmischung für WPC)

#### Polymer:

- Polypropylen (PP) (Markenname: Moplen HF500N)
- Polyethylen mit hoher Dichte (HDPE) (Markenname: Lupolen 5261 Z)

WPC wird in der Regel in einem zweistufigen Prozess verarbeitet. Die erste Stufe dient der Compoundierung des WPC-Grundstoffes, zum Beispiel in Granulatform. In der zweiten Stufe wird die gewünschte Form durch Kunststoffverarbeitungsverfahren wie Profilextrusion, Spritzguss, Plattenpressen oder Rotationsguss erzeugt. Um den Einfluss der ersten Stufe auf das Kompressions- und Quellverhalten beurteilen zu können, wurden die WPC-Ausgangsmaterialien durch folgende Methoden bereitgestellt.

- Knetermischung: Die Komponenten werden in einem beheizbaren Knetwerkzeug unter Einwirkung hoher Drücke und Scherkräfte homogen vermischt. Vergleichbar einer Compoundierung in einem Doppelschneckenextruder.(Gerät: Brabender LAB-Station mit Messkneteter-Vorsatz Typenreihe 50 EHT)
- Heiz-Kühl-Mischer (HKM): Die Komponenten werden in einem geschlossenen HKM unter Temperatureinwirkung vermischt und kompaktiert. (Gerät: Reinelt Henschel Typ FML 30)
- Trockenmischung: Bezeichnet das händische Vermischen der Einzelkomponenten mit anschließender direkter Verfüllung in die Presswerkzeugkavität.

### 3.1.2 Kompressionsversuch

Für Kompressionsversuche wurde eine, zur Herstellung von KBr-Presslingen für die IR-Spektroskopie bereitstehende Laborpresse mit beheizbaren Pressstempeln verwendet. Zur Ermittlung des zeitabhängigen Stauchungsverhaltens der Holzproben bei einem konstanten Versuchsdruck wurde die Presse modifiziert bzw. um Komponenten erweitert, die es ermöglichten, die resultierenden Verformungen während der Versuchsdurchführung zu messen. Um das Stauchungsverhalten der Holz-Prüfkörper in Belastungsrichtung ermitteln zu können, wurde die beheizbaren Pressbacken verwendet. Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 2 dargestellt.



Abb. 2 Laborpresse des ITP

Die Versuchstemperatur wird am nebenstehenden Heizplatten-Controller eingestellt und durch die Regelung konstant gehalten. Die Druckbeaufschlagung der Prüfkörper wird ausschließlich durch die Zustellung der oberen Pressbacke über den Gewindeweg der Spindel realisiert. Zur Ermittlung der Prüfkörperverformung (Stauchung) während der Kompression dient ein oberhalb der Laborpresse starr angebrachter Feinzeiger, der die axiale Spindelbewegung registriert. Um die festgelegten Versuchsdrücke zu realisieren wird ein definierter Öldruck im Hydrauliksystem der Laborpresse mit Hilfe des Pumphebels erzeugt, welcher den Hydraulikstempel ausfahren lässt und damit die aufliegende untere Pressbacke in einer bestimmten Höhe hält. Dieser Vordruck und die während der Druckbeaufschlagung aus der Spindelzustellung resultierende Druckerhöhung können an dem in Abbildung 3 gezeigten Manometer abgelesen werden.

Um die Prüfkörper mit definierten Druckbelastungen zu beaufschlagen, wurde eine Kalibriermessung des Hydraulikdrucksystems der Laborpresse vorgenommen. Hierzu wurde anfangs der Hydraulikzylinder mit unterschiedlichen Gewichten, die jeweils den



Abb. 3 Manometer der Laborpresse

versuchsplanerischen Flächendruck erzeugen, belastet. Der dadurch resultierende Hydraulikdruck wurde am Manometer abgelesen. Für einen Versuchsdruck von 40 bar ergab sich ein Hydraulikdruck von 3,5 bar. Den Flächendrücken 80 und 160 bar entsprachen 4,5 und 5,5 bar am Manometer. Bei einer zweiten Kalibrierung mit einer Kraftmessdose, welche eine genauere Methode darstellt, zeigten sich andere Drücke, sodass die im den Zwischenberichten dargestellten Ergebnisse berichtigt werden müssen. Die zweite Kalibrierung ergab folgende Werte: Ein abgelesener Hydraulikdruck am

Manometer von 3,5 bar ergibt einen Versuchsdruck von 106 bar zwischen den Pressplatten. 4,5 und 5,5 bar Hydraulikdruck entsprechen 174 und 233 bar Versuchsdruck. Die weiterführende Zielsetzung der im Arbeitspaket 1 enthaltenen Versuche beinhalten die qualitative und quantitative Ermittlung des Stauchungs- und Quellverhaltens von Holzmehl- sowie WPC-Proben. Um die zu ermittelnden Werte mit denen an Vollholzproben vergleichend betrachten zu können, wurden die Druck- und Temperaturparameter sowie die Probenvorbereitung und Versuchsdurchführung beibehalten. Zur Realisierung der Kompressionsversuche an pulverförmigen Ausgangsmaterialien wie Holzmehl und WPC wurde ein beheizbares Presswerkzeug konstruiert und gefertigt. Das Presswerkzeug erfüllt die folgenden Anforderungen:

- adaptiv in die bestehende Laborpresse integrierbar
- definierte Temperierung der Werkzeugkavität bis 210 °C
- Temperatureinstellung und -regelung mit der Controllereinheit der Laborpresse
- definiertes beaufschlagen der Materialien mit einem Versuchsdruck bis 160 bar
- einfache Befüllung mit Materialien geringer Schüttdichte
- einfache Entnahme der resultierenden Materialprobe

Der Werkzeuginnenraum muss einen Verfahrweg von mindestens 30 mm gewährleisten, da das Probenmaterial vor dem Pressversuch (Schüttdichte ca. 0,1 g/cm<sup>3</sup>) auf eine definierte Dichte von 0,5 g/cm<sup>3</sup> vorgepresst wird. Für einen Materialprobenraum von 12 mm Durchmesser ergibt sich daraus eine Probenausgangshöhe von 10 mm. Aus diesen Gegebenheiten resultiert eine Werkzeuginnenraumhöhe von 40 mm. Für die konstruktive Umsetzung wird ein, aus drei Teilen zusammensetzbares zylinderförmiges, Edelstahlwerkzeug festgelegt.

#### Teil 1: Werkzeugzylinder mit offener Kavität

- Gesamthöhe 40 mm
- Werkzeuginnenraum(Bohrung) Ø 12 mm
- Werkzeugaußendurchmesser Ø 40 mm
- 0,5 mm Fase an Innenraumkontur
- (Stempeleinführung wird erleichtert)



Abb. 4 Werkzeugzylinder

## Teil 2: Werkzeugstempel

- Gesamthöhe 50 mm
- Stempellänge/Eintauchtiefe 40 mm
- Stempeldurchmesser  $\varnothing$  11,9 mm  
(Pressraumentlüftung über Passungstoleranz von 0,05 mm)
- Stempelkopfdicke 10 mm
- Stempelkopfdurchmesser 50 mm

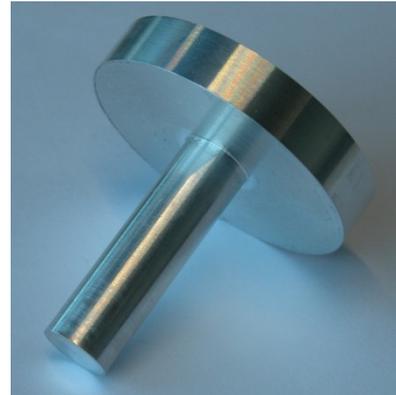


Abb. 5 Werkzeugstempel

## Teil 3: Werkzeugfuß mit Zapfen

- Gesamthöhe 10 mm
- Zapfenhöhe 5 mm
- Zapfendurchmesser  $\varnothing$  11,9 mm (Zapfenfläche bildet den Pressraumboden und verhindert ein Materialaustritt aus dem Werkzeugraum)
- Fußdicke 5 mm
- Fußdurchmesser  $\varnothing$  50 mm



Abb. 6 Werkzeugfuß mit Zapfen

Zur Realisierung der, für die Pressversuche benötigten Werkzeugtemperaturen wurde das „DH200H 40×30 250W 230V Hochleistungs-Düsenheizband“ der Firma WEMA GmbH ausgewählt und für die Regelung mit dem Plattencontroller modifiziert.

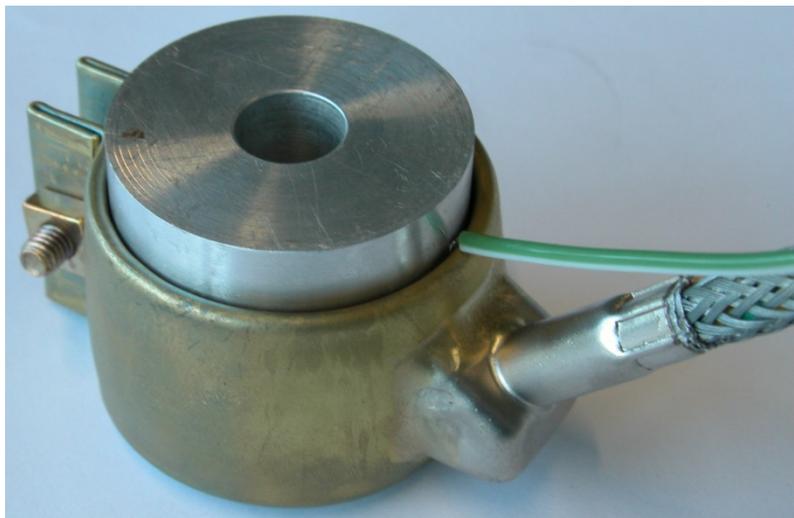


Abb. 7 Werkzeugzylinder mit Düsenheizband und Thermoelement

Die Druckbeaufschlagung des Probenmaterials im Werkzeuginnenraum wird ebenfalls über die Wegzustellung der Laborpressenspindel realisiert. Der Prüfstand für die Kompressionsversuche an Holzmehl bzw. WPC ist in der nachfolgenden Abbildung dargestellt.

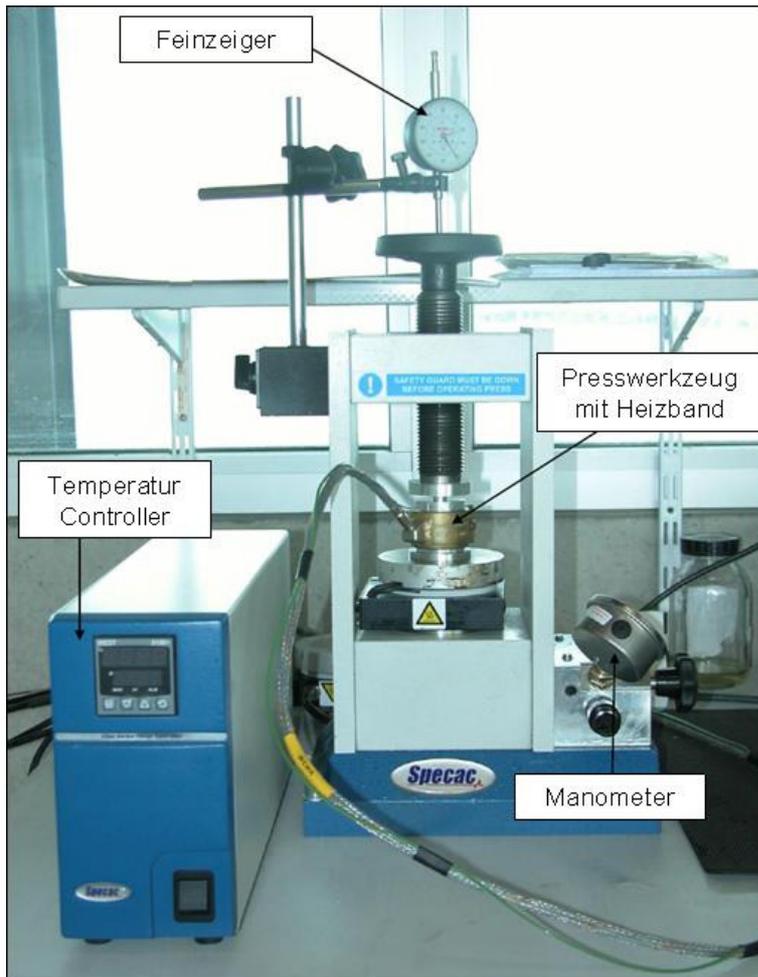


Abb. 8 Messaufbau für Kompressionsversuche an Holzmehl und WPC

### 3.1.3 Parameter

Bei der Extrusion von WPC wirken hohe Temperaturen und Drücke auf das Material. Um diese Materialbelastung zu simulieren, werden typische Verarbeitungsparameter von Holz-Polyolefin-Verbundwerkstoffen für die Kompressionsversuche übernommen. Es wurden folgende Druck- und Temperaturparameter festgelegt:

- Temperaturen:
- T1 = RT (Raumtemperatur)
  - T2 = 160 °C (entspricht Verarbeitungstemperaturen von HDPE)
  - T3 = 210 °C (entspricht Verarbeitungstemperaturen von PP)
- Drücke:
- p1 = 106 bar
  - p2 = 174 bar
  - p3 = 233 bar
- Belastungszeit: 5 min

Für die Ermittlung der Relaxation werden die Prüfkörper nach den Kompressionsversuchen unterschiedlich eingelagert. Hierbei wird zwischen trockener Lagerung in einem Exsikkator über Kieselsäuregel und Lagerung in einer feuchten Atmosphäre über Wasser(r. F. ca.98 %) unterschieden. Lagerzeit: 28 Tage

### 3.1.4 Durchführung der Versuche

Die auf Basis erster Vorversuche fetgelegte Versuchsdurchführung lässt sich zusammenfassend in folgende 4 Arbeitsschritte schematisch einteilen.

1. Probenbereitstellung (nur für Holzwürfel): Bei diesem Arbeitsschritt wurden alle Prüfkörper entsprechend ihres zugewiesenen Parameterfeldes, d. h. hinsichtlich Holzart, Belastungsrichtung, Versuchstemperatur und Versuchsdruck gekennzeichnet. Zusätzlich wurden die Prüfkörper innerhalb eines Probensatzes nummeriert. Des Weiteren wurden alle Raumdimensionen und die Massen der Prüfkörper ermittelt und in angelegten Excel-Datensätzen protokolliert.
2. Darrtrocknung: Die Prüfkörper, Holzmehle sowie WPC-Mischungen wurden im Trocknungsofen bei 105 °C gemäß DIN 51 718 getrocknet (Darr-Methode) und anschließend im Exsikkator gelagert. Nach dem Abkühlen auf RT wurden die Raumdimensionen bzw. Massen ermittelt.
3. Pressversuch: Die Versuchstemperatur sowie der Vordruck des Hydrauliksystems werden im Vorfeld der Versuche eingestellt.

Holzwürfel: Der trockene Prüfkörper wird dem Exsikkator entnommen und zentriert zwischen die Pressbacken platziert. Die obere Pressbacke wird heruntergefahren bis sie den Prüfkörper berührt.

Holzmehl / WPC: Eine definierte Menge (0,8 g) des zu prüfenden Materiales wird dem Exsikkator entnommen und in die auf Versuchstemperatur vorgeheizte Presswerkzeugkavität eingefüllt. Die gefüllte Kavität wird mit dem Werkzeugstempel und einem Distanzstück geschlossen, sodass eine Füllhöhe des Materials von 10 mm als Ausgangshöhe erreicht wird. Das Presswerkzeug wird in die Laborpresse eingesetzt. Die Spindel wird heruntergefahren bis sie den Werkzeugstempel berührt. Anschließend wird das Distanzstück entfernt.

Der sich aus der Spindelstellung ergebende Feinzeigerwert wird auf Null gesetzt. Es folgt eine für jeden Versuch konstante Aufheizphase von einer Minute. Anschließend wird nun der Prüfkörper bzw. das Presswerkzeug mit einem Druck beaufschlagt. Der am Manometer entsprechend dargestellte Hydraulikdruck wird durch eine kontinuierliche Wegzustellung an der Spindel, innerhalb der Kompressionsdauer von 4 Minuten, konstant gehalten. Der resultierende Verformungsweg wird jede Minute mit Hilfe des Feinzeigers ermittelt. Die Probe wird der Laborpresse bzw. dem Presswerkzeug entnommen und nach einer Abkühlphase von 1 Minute zur Ermittlung der Raumdimensionen vermessen. Diese Werte dienen ferner als Basis für die nachfolgenden Quellmessungen. Es folgt die Einlagerung der Probe für die anschließenden Quellversuche.

4. Einlagerung: Hinsichtlich der Quellversuche wird zwischen zwei Lagerungsarten unterschieden.
  - Die Lagerung in feuchter Umgebung wurde in einem verschließbaren, mit Wasser befüllten, Behälter realisiert. Die Proben lagern hierbei oberhalb des Wasserspiegels.

Die relative Luftfeuchte wurde mit einem Digitalhygrometer bestimmt und betrug durchschnittlich 98 %.

- Die Lagerung der Prüfkörper in einer möglichst trockenen Umgebung wurde in einem Exsikkator über einem Trocknungsmittel durchgeführt.

Die Ermittlung des Quell- bzw. Rückstellverhaltens der komprimierten Materialproben erfolgt 3, 7, 14 und 28 Tage nach den Kompressionsversuchen. Neben der Dimensionsvermessung wird die Gewichtszunahme dokumentiert.

### **3.1.5 Auswertemethodik**

Die Auswertungsmethode der Kompressionsversuche beinhaltet den Vergleich der prozentual errechneten Stauchgrad  $\lambda$  der einzelnen Parameterfelder. Die Abmessungen der darrtrockenen Holzproben in der jeweiligen Belastungsrichtung bzw. der Anfangsmaterialfüllstand im Presswerkzeug bildeten hierbei den Ausgangswert von 100% Stauchgrad. Die durch die Spindelzustellung während der 4-minütigen Kompressionsphase ermittelten und prozentual auf den Ausgangswert berechneten Einzelwerte werden in einem Stauchgrad [%] – Zeit [min]– Diagramm dargestellt. Der Diagrammwert des Stauchgrades nach 5 Minuten ergibt sich hierbei aus der Endabmessung des Prüfkörpers nach der Entnahme aus der Laborpresse bzw. Presswerkzeuges und der Abkühlphase von 1 Minute. Zusätzlich bildet dieser Wert auch den Ausgangswert der nachfolgenden Quellmessung.

Die Auswertung der Quellversuche beruht auf dem verfahrenstechnischen Hintergrund der WPC Verarbeitung. Die in der erstarrten Polymermatrix vorliegenden Holzbestandteile sind durch die Verarbeitung stark verdichtet. Das Rückstell- bzw. Quellverhalten dieser Bestandteile erzeugt Spannungen im umgebenden Polymer. Bezogen auf die Untersuchung bedeutet das, dass die komprimierten Prüfkörper als Ausgangszustand des Rückstellverhaltens betrachtet werden. Zur Charakterisierung dieses Verhaltens innerhalb des festgelegten Untersuchungszeitraumes von 4 Wochen dient ein aus den Messwerten errechneter normierter Dimensionsfaktor. Die Abmessungen der verpressten Proben bilden hierbei den Wert von 1. Der Quellkoeffizient  $\alpha$  wird aus diesem Ausgangswert errechnet. Das bedeutet, ein Probekörper nach der Kompression mit einer Ausgangshöhe von 4 mm, der auf das doppelte Ausmaß - also auf 8 mm - zurückstellt, besitzt einen Quellkoeffizient  $\alpha$  von 2.

### **3.2 Quellkraftmessung**

Ziel der Quellkraftmessung ist die Ermittlung von Quelldrücken, die durch gepresstes Holz und im Pressverfahren hergestelltes WPC durch Aufnahme von Luftfeuchtigkeit hervorgerufen werden können. Der konzeptionelle Versuchsaufbau besteht aus einem Gestell mit Klemmvorrichtung zum kraftfreien Einspannen (Restriktieren) des Prüfkörpers, wobei die Prüfkörperauflage mit einem Kraftsensor gekoppelt ist. Durch Aufnahme von Feuchtigkeit aus einer gesättigten Luftatmosphäre kann der Prüfkörper sich in den freien Richtungen ausdehnen, nicht aber in der restriktierten Raumdimension, hier wird über den Sensor die durch Quellung verursachte Kraft gemessen und kann über die bekannte Auflagefläche in eine Druckeinheit umgerechnet werden.

### 3.2.1 Untersuchte Materialien

Unmittelbar vor Beginn der Messung wurden die Proben in Anlehnung der bereits beschriebenen Pressversuche behandelt und darrtrocken im Messstand positioniert. Dem unterschiedlichen anatomischen Aufbau von Holzarten sowie der Anisotropie von Holz geschuldet, wurden bei der Messung von Holz-Quelldrücken folgende Prüfkörper ausgewählt: Kompakte Holzwürfel (Kantenlänge 1 cm) aus Buche, Fichte und Kiefer, die nach einer Darrtrocknung in den anatomischen Richtungen mit einem Druck von 233 bar bei 210 °C für die Dauer von 4 min belastet wurden. Die belastete anatomische Richtung stellte gleichzeitig die im Messstand restriktierte Richtung (Messrichtung) dar. Zur Messung von WPC-Quelldrücken wurde ein Compound aus 70 % gemahlener Fichte (400 – 850 µm) und 30 % PP-Pulver, MFI 35, ohne zusätzliche Additive mit Hilfe eines Laborkneters hergestellt. Das Compound wurde mittels Laborpresse und Tablettenpresswerkzeug unter oben genannten Pressparametern gepresst.

### 3.2.2 Versuchs-Aufbau und -Durchführung

Als Messeinheit wurde ein DMS-Miniatur-Kraftsensor mit einem Messbereich von 0 bis 2 kN gewählt. Die Ausgangsspannung wurde herstellereitig auf Druckkräfte im Bereich -2,5 bis +2,5 V kalibriert. Die Ausführung in Edelstahl mit IP64-Schutzart gewährleistet sicheres Messen in Umgebungen bis 100 % relativer Luftfeuchte. Zur Aufnahme von Kraftsensor und Probekörper wurde ein Stahlgestell mit vertikal verstellbarer Klemmbacke entworfen. Die Klemmbacke sowie die Probenaufgabe wurden aus Aluminium gefertigt.

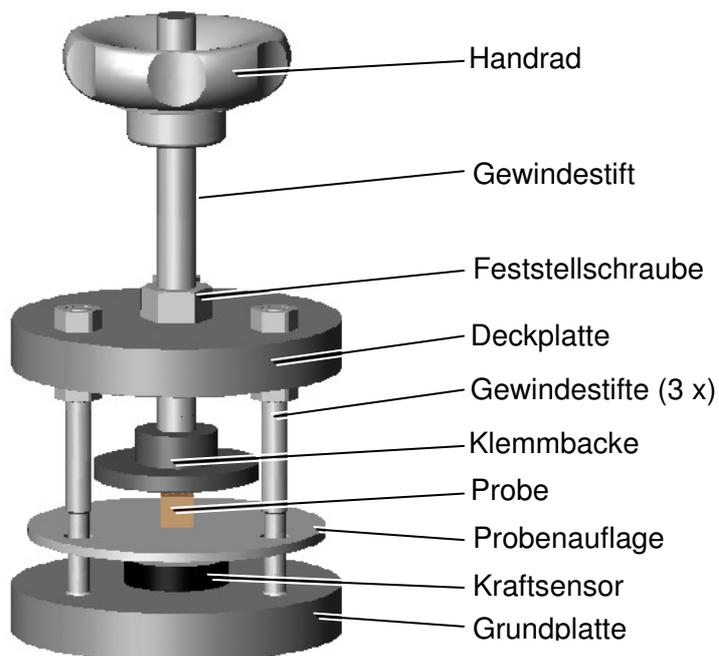


Abb. 9 Entwurf des Kraftmessstandes

Der Kraftmessstand wurde in ein verschließbares Gefäß über Wasser gestellt, so dass die relative Luftfeuchtigkeit im Gefäß nahezu 100 % betrug. Die entstehende Quellkraft sowie die Versuchstemperatur wurden mittels Datenaufzeichnungssystem und Windows-basierter Software dokumentiert. Während der Quelldruckmessungen an Holzwürfelproben stand eine Klimakammer zur Verfügung, in welcher der gesamte Versuchsaufbau untergebracht werden konnte, um so die Versuchstemperatur möglichst konstant zu halten. Die Messung an der WPC-Probe fand außerhalb der Verfügungszeit der Klimakammer statt. Um auch in diesem Fall die Versuchstemperatur (Gefäßinnenraum) möglichst wenig durch

Temperaturschwankungen der äußeren Umgebung, insbesondere durch tageszeitlich bedingte Änderungen, zu beeinflussen, wurde das Versuchsgefäß mit Glaswolle isoliert. Die Einstellung einer stabilen Versuchs(Luft-)temperatur erfolgte durch Temperieren des Wassers im Innenraum mittels Heizthermostat.

### **3.3 Analyse der VOC's**

Ein grundlegender Schritt bei der Realisierung der Projektziele ist die Identifizierung von Substanzen, die prozessbedingt aus Nadel- und Laubhölzern freigesetzt werden können. Zwecks Methodenentwicklung zur Untersuchung solcher Holzkomponenten wurde die Universität Hamburg, Zentrum Holzwirtschaft, wie im Projektantrag vorgesehen als Fremdleister beauftragt. Dort stehen im Arbeitsbereich chemische Holztechnologie verschiedene Gerätekonfigurationen zur Verfügung, deren Vor- und Nachteile je nach gewünschtem Untersuchungsziel unterschiedlich stark ins Gewicht fallen. Während flüchtige Holzsubstanzen auf thermische Weise ausgetrieben wurden, bedurfte es zur Analyse nicht/schwer flüchtiger Stoffe eines höheren, auch nasschemischen Aufwandes.

Die gewonnenen Erkenntnisse basieren auf Analysen aus zwei Arbeitsblöcken: Während im ersten Block Kiefernmehl untersucht wurde, waren Gegenstand der Analyse im zweiten Arbeitsblock Proben aus Buche-, Eiche-, Kiefer- und Fichte-Stammscheiben. Das Kiefernmehl wurde durch das IPT bereitgestellt.

#### **3.3.1 Probenvorbereitung**

Die Vorbereitung des Probenmaterials für die Analysen war Bestandteil der Fremdleistung. Im Rahmen der Analytik der Kiefernmehlprobe wurden zwei etwas unterschiedliche Vorbereitungsmethoden für jeweils 500 mg Probenmaterial angewandt:

- Gefriertrocknung des Materials, anschließend Mahlen unter Stickstoffkühlung,
- Mahlen unter Stickstoffkühlung und anschließend gefriertrocknen.

Die Proben aus den Laub- und Nadelholzarten wurden den Stammscheiben jeweils unterhalb des Kambiums (Splintholz) sowie ca. 2 cm vom Mittelpunkt (Kernholz) entnommen, unter Stickstoffkühlung gemahlen und anschließend gefriergetrocknet.

#### **3.3.2 Thermodesorption von Kiefernmehl**

Bei diesem Verfahren wurden die Proben bei 130 °C bis 230 °C für bis zu 5 min thermisch desorbiert. Es wurden zwei Geräte-Konfigurationen genutzt:

- TDS 3 (Thermodesorption)-GC/MS (Gaschromatograph/Massenspektrometer): Thermodesorptionseinheit von Gerstel - Agilent GC6880 mit 5873N MSD
- Py (analytische Pyrolyse)-GC/MS: Thermal Analysis System 2020 von FrontierLab - Agilent GC6880 mit 5873N MSD

Mit beiden Systemen können Proben unterschiedlichen Temperaturregimen ausgesetzt werden und die dabei freigesetzten Substanzen gaschromatographisch getrennt und massenspektroskopisch identifiziert werden. Zudem ist eine vergleichende Quantifizierung möglich.

### **3.3.3 Evolved Gas Analysis (EGA) von Kiefernmehl**

Im EGA-Modus des Py-GC/MS-Systems konnte ermittelt werden, welche Substanzen bei welchen Temperaturen freigesetzt werden. Die langsam aufgeheizte Probe setzt dabei flüchtige Substanzen (VOC) frei, die nach ihrem Siedepunkt getrennt werden. Die VOC werden zur Bestimmung direkt dem Massenspektrometer zugeführt.

### **3.3.4 Analyse von Tetra Methyl Ammonium Hydroxid -Extrakten aus Kiefernmehl**

Die in vorgenannten Punkten dargestellten Analysemethoden dienen zur Ermittlung von flüchtigen Substanzen. Nicht und schwer flüchtige Substanzen (z. B. Zucker, Säuren) müssen mittels Extraktion vom Probenmaterial in ihrer Gesamtheit getrennt werden. Um dabei einerseits chemische Abbaureaktionen an den Substanzen von Interesse zu minimieren, andererseits diese zur Bestimmung im Anschluss GC-gängig zu machen, ist eine thermisch schonende Extraktion mit Derivatisierung nötig. Dies wurde mittels TMAH-Extraktion im Ultraschallbad bei Raumtemperatur realisiert. Dem Vorteil, dass dadurch auch schwer bzw. nicht flüchtige Substanzen detektiert werden können, steht der erhöhte Aufwand der Probenvorbereitung, die im Wesentlichen eine Methylierung der Substanzen zum Ziel hat, gegenüber.

### **3.3.5 Thermodesorption von Laub- und Nadelholz**

Von Buche, Eiche, Kiefer und Fichte wurden jeweils Splint- und Kernholzproben mit dem System TDS 3 – GC/MS von Gerstel thermodesorbiert. Die Versuchsläufe wurden von 150 C bis 230 °C in Schritten von 20 K durchgeführt, so dass 5 unterschiedliche Datensätze zur Verfügung standen.

### **3.3.6 Ausgewählte VOC-Ersatzstoffe**

Aus dem großen Umfang von ca. 150 identifizierten Substanzen (siehe Kapitel 4.3) wurden 5 Chemikalien für die thermischen und mechanischen Untersuchungen ausgewählt, die ein hohes Potential zur Degradation von Polymeren besitzen könnten.

Es handelt sich um:

- Abietinsäure
- Essigsäure
- Furfural
- Hexanal
- Stearinsäure

Furfural wurde lediglich einmalig für Untersuchungen verwendet, da dieser Stoff wegen der hohen Gefährdungsklasse nicht am IPT gehandhabt werden darf und in der Folge ausgesondert wurde. Die verbleibenden 4 Substanzen werden im Labor des IPT gelagert.

### **3.4 Compoundierung und Probekörperherstellung**

Die unter Punkt 3.3.6 ausgewählten Substanzen sollten unter typischen WPC-Herstellungsbedingungen mit Hilfe eines Trägermaterials (Adsorptionsmittel) mit dem Polymer zusammengeführt werden. Es wurde gemutmaßt, dass im Werdegang zum fertigen Produkt das Polymer durch die Chemikalie in einem Maße geschädigt wird, dass die Oxidative Induction Time (OIT) des Polymers im Vergleich zu einem Referenzmaterial ohne Chemikalien-Zusatz signifikant reduziert ist. Für die analytische Methode OIT werden nur sehr geringe Mengen (ca. 10 mg) Probenmaterial benötigt. Die zum Zeitpunkt der ersten durchgeführten Untersuchungen (Zwischenbericht 2010) einzig praktikable Möglichkeit, ein Polymer-Compound aus möglichst geringen Rohstoffmengen herzustellen, war das Herstellen von Pressplatten aus einem „Agglomerat“, das im Kaltmischverfahren hergestellt wurde.

#### **3.4.1 Herstellung von Pressplatten mit Chemikalienzusatz (Vorversuch)**

Das Ausgangsmaterial für Pressplatten war eine Mischung aus Rohstoffen, die bei Raumtemperatur, d. h. ohne thermischen oder nennenswerten mechanischen Energieeintrag, für eine Dauer von 10 min verrührt wurden (Kaltmischung). Neben einer Referenz-Platte ohne Chemikalienzusatz wurden somit 5 mit jeweils einer Chemikalie additivierte Pressplatten hergestellt. Abweichend von der typischen Holzkomponente wurde Mikrokristalline Zellulose (MCC) mit dem Handelsnamen Emcocel® LP 200 von JRS Pharma verwendet. Dieses sehr fein gemahlene Pulver (Korngröße d50: 135 – 253 µm) sollte als chemisch inertes Adsorptionsmittel für die Chemikalien dienen. Als Grundrezeptur (Referenzmaterial) wurde eine Mischung mit 85 % PP (Moplen HF 500N, MFI 35, Pulver-Muster von Kometra zur Verfügung gestellt) und 15 % MCC (ofentrocken) verwendet, die Gesamteinwaage betrug 150 g. Die Dotierung mit einer der chemischen Substanzen erfolgte derart, dass zum einen das Stoffverhältnis Chemikalie zur PP-Masse (Molalität), zum anderen die Gesamteinwaage konstant gehalten wurde. Die Masse des Trägermaterials MCC reduzierte sich somit entsprechend (siehe Zwischenbericht 2010). Das Pressen zu Platten (20 x 20 x 4 cm<sup>3</sup>) erfolgte mit Hilfe einer Laborpresse jeweils bei 190°C und 150 bar Hydraulikdruck (7,4 bar Flächendruck) für die Dauer von 4 min.

An Hand von Wiederholungsmessungen zur Reproduzierbarkeit der ermittelten OIT-Werte, welche im Zwischenbericht 2010 dargestellt sind, konnte festgestellt werden, dass die Methode zur Probenmaterialherstellung auf Basis von Kaltmischungen mit anschließenden Heißpressen zu Platten nicht geeignet ist. Die Einzelkomponenten (PP, MCC, Chemikalie) lassen sich durch diese Methode nicht homogen Vermischen.

#### **3.4.2 Herstellung von WPC-Mischungen mittels Innenkneteter**

Aus einem parallel laufenden Projekt lagen Erfahrungen zum Herstellen von Kleinmengen WPC mittels Laborkneteter vor. Dies gab Anlass, unter realitätsnäheren Bedingungen als dies bei einem Kaltmischverfahren möglich ist, chemische Substanzen in WPC mit Hilfe eines Laborkneteters einzucompoundieren. Im Rahmen von umfangreichen Vorversuchen (siehe Zwischenbericht 2010) konnte ein Compoundierprozess qualifiziert werden, welcher eine reproduzierbare Materialbereitstellung ermöglicht.

Hierbei wurden die unterschiedlichen WPC-Komponenten mit einer Gesamteinwaage von 45 g in den Kneteter-Innenraum eingefüllt und 10 Minuten geknetet. Die Knettemperatur betrug 180 °C, die Drehzahl der beiden gegenläufigen, tangierenden Knetwalzen war 40 min<sup>-1</sup>. Mit dieser Methode wurden auf die unter Punkt 3.1.1 beschriebenen WPC-Materialkomponenten

als Knetermischung bereitgestellt. Für die weiterführenden thermischen sowie mechanischen Untersuchungen mit den VOC-Ersatzstoffen wurde das resultierende Compound anschließend in einer Mühle zerkleinert und mit einer Kleinstteilespritzgussanlage (Babyplast Typ 6/10) bei 180°C zu Miniatur-Prüfkörper verarbeitet. Mit Hilfe dieser Prüfkörper konnten neben den OIT-Messungen auch 3-Punktbiegeversuche sowie Schlagzähigkeitsuntersuchungen zur Charakterisierung der Materialeigenschaften durchgeführt werden.

Weiterführen stellt ein zeitgeraffter Alterungsversuch (Temperversuch) durch Lagerung bei erhöhter Temperatur von 95°C für einen relativ kurzen Zeitraum von 96 h eine alternative Methode dar, anhand der schädigende Einfluss durch Umwelteinflüsse korreliert werden kann.

### **3.5 thermische und mechanische Untersuchungen**

#### **3.5.1 OIT-Analyse mittels DSC**

Messungen zur OIT-Ermittlung basieren auf kalorimetrischen Prinzipien und wurden mit einem DSC-Gerät von Netzsch, Typ 204, durchgeführt. Die Messstrategie besteht darin, das Polymermaterial unter Inertgas (Stickstoff) in den schmelzflüssigen Zustand zu überführen und anschließend einem definierten Sauerstofffluss (10 ml/min) auszusetzen. Findet unter dieser Atmosphäre eine oxidative Abbaureaktion statt, wird der exotherme Vorgang registriert. Aus dem Signalverlauf kann durch Anlegen zweier Tangenten die OIT am Tangentenschnittpunkt senkrecht über der Zeitachse seit Beginn des Sauerstoffflusses ermittelt werden. Das Aufheizen erfolgt mit konstanter Geschwindigkeit (20 K/min) auf eine Temperatur etwa 10 % über der durchschnittlichen Schmelztemperatur des Polymers, um auch die längerkettige Fraktion sicher zum Aufschmelzen zu bringen. Das Temperaturmaximum wird nach Erreichen für 2 min gehalten, um anschließend kontrolliert auf die Messtemperatur abgesenkt zu werden. Aus Testläufen mit 2 leicht variierten Temperaturprofilen fiel die Wahl auf ein Programm mit 170 °C später auch 175°C Messtemperatur.

#### **3.5.2 Biegeversuch**

Dieser Versuch dient zur Bestimmung der Festigkeits- und Formänderungseigenschaften von Kunststoffen bei einer Dreipunktbeanspruchung. Letztere führt im Spritzgussprobekörper zu Zug-, Druck- und Schubbeanspruchungen. Die Spannungs- und Dehnungskennwerte wie zum Beispiel die Biegefestigkeit oder Biegedehnung dienen als Vergleichskennwerte zur Charakterisierung der unterschiedlichen Materialien.

#### **3.5.3 Schlagbiegeversuch (Charpy)**

Der Schlagbiegeversuch nach Charpy ist eine schnelle und einfache Prüfung für eine vergleichende Materialbeurteilung. Es wird u. a. angewandt, um die Auswirkung von geänderten Rezeptur-, Compoundier- oder Extrusionsbedingungen auf den Probekörper zu untersuchen. Bei der Charpy-Prüfung werden die Proben in einer Anordnung ähnlich dem 3-Punkt-Biegeversuch beansprucht und, wenn sie genügend spröde sind, zerbrochen. Als

Ergebnis der Prüfmethode wird die Schlagzähigkeit als Vergleichskennwert zur Charakterisierung der unterschiedlichen Materialien verwendet.

## **4. Ergebnisse**

### **4.1 Kompressions- und Quellversuche**

#### **Vorversuche**

In wie weit die Gewebeart des Holzes (Kern- vs. Splintholz), die Holzfeuchte an sich bzw. deren Veränderung durch den Versuchsablauf Einfluss auf das Ergebnis haben, wurde zunächst in Vorversuchen ermittelt.

Der Einfluss der Gewebeart wurde anhand von Kiefer-Proben (10 x 10 x 10 mm) aus Kern- und Splintholz untersucht. Die Probe wurde mit Ausgleichsfeuchte und Raumtemperatur zwischen die auf 210 °C beheizten Pressbacken gelegt und mit 233 bar 4 min lang belastet, wobei im Zeitabstand von 1 min der Nachstellweg des Pressstempels gemessen wurde, der sich zur Aufrechterhaltung des Pressdrucks ergab. Bei der Druckbeaufschlagung der Proben wurde zwischen axialer, radialer und tangentialer Belastungsrichtung der Holzstruktur unterschieden. Im Ergebnis konnte festgestellt werden, dass es in den drei Belastungsrichtungen keine signifikanten Unterschiede zwischen Kern- und Splintholz gibt, weder hinsichtlich der maximalen relativen Stauchung noch des Entspannungsverhaltens. Im weiteren Projektfortgang wird deshalb nur mit Kernholz gearbeitet.

Das Stauchungsverhalten in Abhängigkeit der Holzfeuchte wurde anhand von Kiefernholzproben untersucht, die zum einen Ausgleichsfeuchtigkeit (ca. 13 %) besaßen und zum anderen darrtrocken waren. Die Kompressionsparameter waren in radialer Richtung 210 °C und 233 bar. Die relative Stauchung der bei 105 °C (DIN 51 718) vorgetrockneten Kieferproben war etwa 10% geringer als die der Kieferproben mit Ausgleichsfeuchte.

In einem weiteren Schritt sollte der Einfluss der Aufwärmzeit der Probe untersucht werden. Dazu wurden lufttrockene Kiefernholzwürfel (Ausgleichsfeuchte) vor der Belastung (nur radial) 3 min lang konduktiv durch die auf 210 °C temperierten Pressbacken erwärmt und die Kompressionsergebnisse mit denen der Proben ohne Aufwärmzeit verglichen. Die Resultate der Proben mit einer Aufwärmphase von 3 min fallen signifikant geringer aus (ca. 15%) als die Ergebnisse der Proben ohne Aufheizphase. Ergänzend wurde der Trocknungseffekt an sich während der Aufwärmphase in parallelen Versuchen abgeschätzt. Bei 160 °C sinkt die Anfangsfeuchte der Probe um 70 % bis 80 %, bei 210 °C um etwa 95 %. Beispielsweise wiesen die Fichtenproben mit einer Anfangsfeuchte von 13 % nach der Trocknungsphase bei 160 °C eine Restfeuchte von 3 % und bei 210 °C eine von 0,8 % auf.

Aus diesen Erkenntnissen wurde zur Schaffung eines möglichst für alle Proben gleichen Ausgangszustandes festgelegt, dass alle Proben (Holzwürfel, Holzmehl, WPC) vor dem Kompressionsversuch DIN-gerecht darr zu trocknen und zu konservieren sind (Exsikkator) sowie unmittelbar vor Druckbeaufschlagung für die Dauer von 1 min bei Presstemperatur konduktiv zu erwärmen sind.

#### 4.1.1 Ergebnisse der Kompressionsversuche an Holzwürfeln

Wie zu erwarten zeigten, sich unterschiedliche Strukturverformungen der Holzproben in Abhängigkeit der Belastungsrichtung. In axialer Richtung wurden die geringsten Verformungen ermittelt. Die Holzstruktur wurde nicht beschädigt. Die Prüfkörper, welche in radialer Richtung mit den Versuchsdrücken beaufschlagt wurden, wiesen eine sehr starke Komprimierung auf. Die Verbundstruktur wurde trotz der großen Verformungen augenscheinlich nicht zerstört. Auch die tangential verpressten Prüfkörper wiesen eine starke Verformung auf. Die Holzstruktur wurde hierbei, durch Sichtprüfung gut erkennbare Faserbrüche in der Holzmatrix, beschädigt und faltenförmig ausgebildet. In Tab. 1 sind die richtungsabhängigen Strukturverformungen in einer Prinzipdarstellung und an Beispielbildern von komprimierten Prüfkörpern visuell erläutert.

Tab. 1 Prinzipdarstellung der Kompression von Holzwürfeln

Belastungsrichtung	Strukturverformung durch Kompression (Prinzipdarstellung)	komprimierter Prüfkörper
axial		
radial		
tangential		

Die nachfolgenden Diagramme enthalten zusätzlich zu den Maximal- und Minimalkurven des Stauchgrades eines Parameterfeldes auch die resultierende Mittelwertkurve mit aufgetragener Streuung des gesamten Probensatzes. Der Diagrammtitel ist die Abkürzung des betrachteten Parameterfeldes und beinhaltet in dieser Reihenfolge Holzart, Belastungsrichtung (A für axial, R für radial, T für tangential), Versuchstemperatur (RT, 160 °C, 210 °C) und Versuchsdruck (106 bar, 174 bar, 233 bar).

Die vergleichsweise Betrachtung der Ergebnisse von Fichtenholzprüfkörpern in axialer Belastungsrichtung zeigt Abb. 10. Es werden die Parameter-Extrema von Raumtemperatur und 210 °C sowie 106 und 233 bar dargestellt.

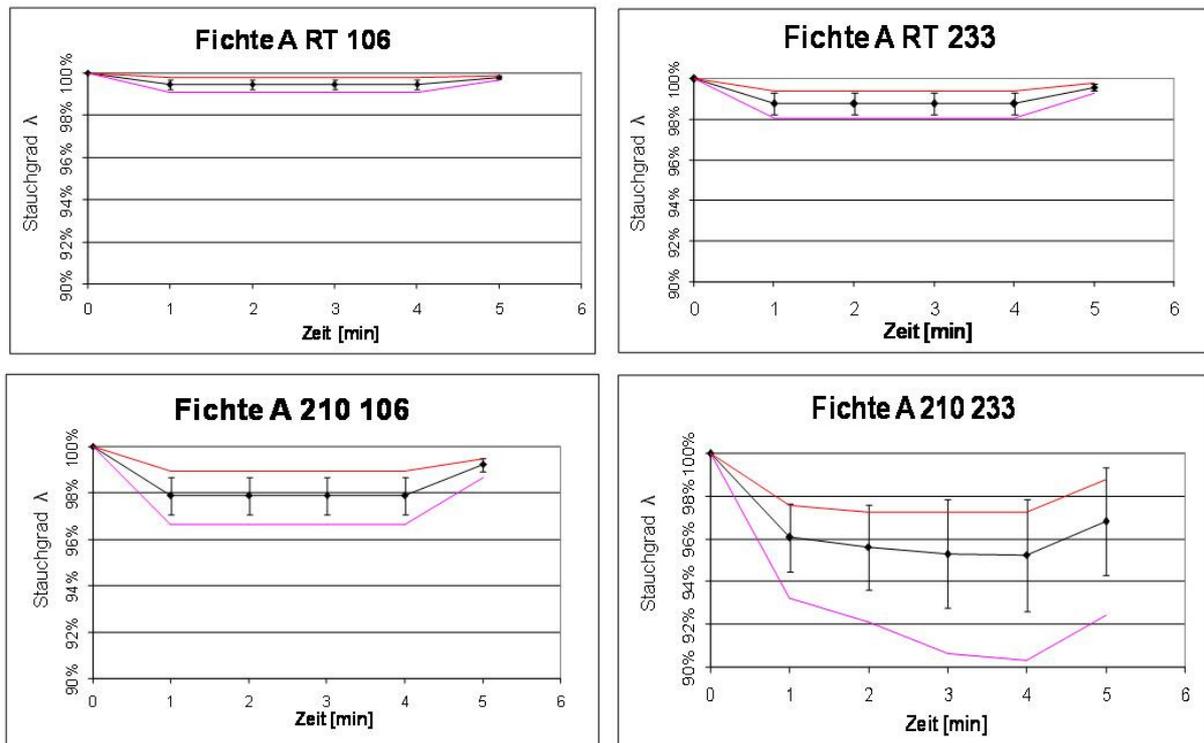


Abb. 10 Stauchgrad-Zeit-Diagramme von axialer Fichtenholz-Kompression(A...axiale Belastungsrichtung / RT...Raumtemperatur / 210...210 °C / 106...106 bar / 233...233 bar) Ordinate im Ausschnitt von 90-100%

Die Prüfkörper werden erwartungsgemäß mit steigendem Druck und steigender Temperatur stärker komprimiert. Es zeigt sich, dass die Versuchstemperatur im Vergleich zur Druckbelastung einen größeren Einfluss auf das Stauchungsverhalten von Fichtenproben besitzt. Bei 106 bar erfolgt eine Erhöhung der Kompression um etwa den Faktor 4, wenn die Mittelwerte bei RT (99,5 %) und bei 210 °C (97,9 %) verglichen werden. Eine nahezu gleich hohe Steigerung der Stauchung ist bei 160 bar zu beobachten, wobei hier der Mittelwert des Stauchgrades von 98,8 % bei RT auf 95,2 % bei 210 °C abfällt. Demgegenüber wird die Kompression bei RT und 106 bar nur um ca. das Doppelte erhöht, wenn allein der Druck auf 233 bar gesteigert wird. Ein in etwa analoges Verhalten zeigt sich bei erhöhtem Temperaturniveau (210 °C), wenn der mittleren Stauchgrad von 97,9 % auf 95,2 % mit der Druckerhöhung von 106 bar auf 233 bar einhergeht.

Zusammenfassend sind in Tab. 2 die Mittelwerte des Stauchgrades nach 4 Minuten Kompression in Abhängigkeit von Versuchstemperatur und Versuchsdruck dargestellt. Hierbei wird deutlich, dass der oben beschriebene Steigerungsfaktor nicht linear zunimmt (siehe Werte bei 160 °C).

Tab. 2 Werte der axialen Fichtenholz-Kompression bei RT, 160 °C u. 210 °C sowie 106, 174 u. 233 bar

Fichte A mittel. Stauchgrad nach 4 min		Druck [bar]		
		106	174	233
Temp. [°C]	RT	<b>99,5%</b>	<b>99,3%</b>	<b>98,8%</b>
	160	<b>97,1%</b>	<b>97,2%</b>	<b>96,3%</b>
	210	<b>97,9%</b>	<b>97,3%</b>	<b>95,2%</b>

Die vergleichsweise Betrachtung der Ergebnisse von Fichtenholz-Prüfkörper in radialer Belastungsrichtung zeigt Abb. 11.

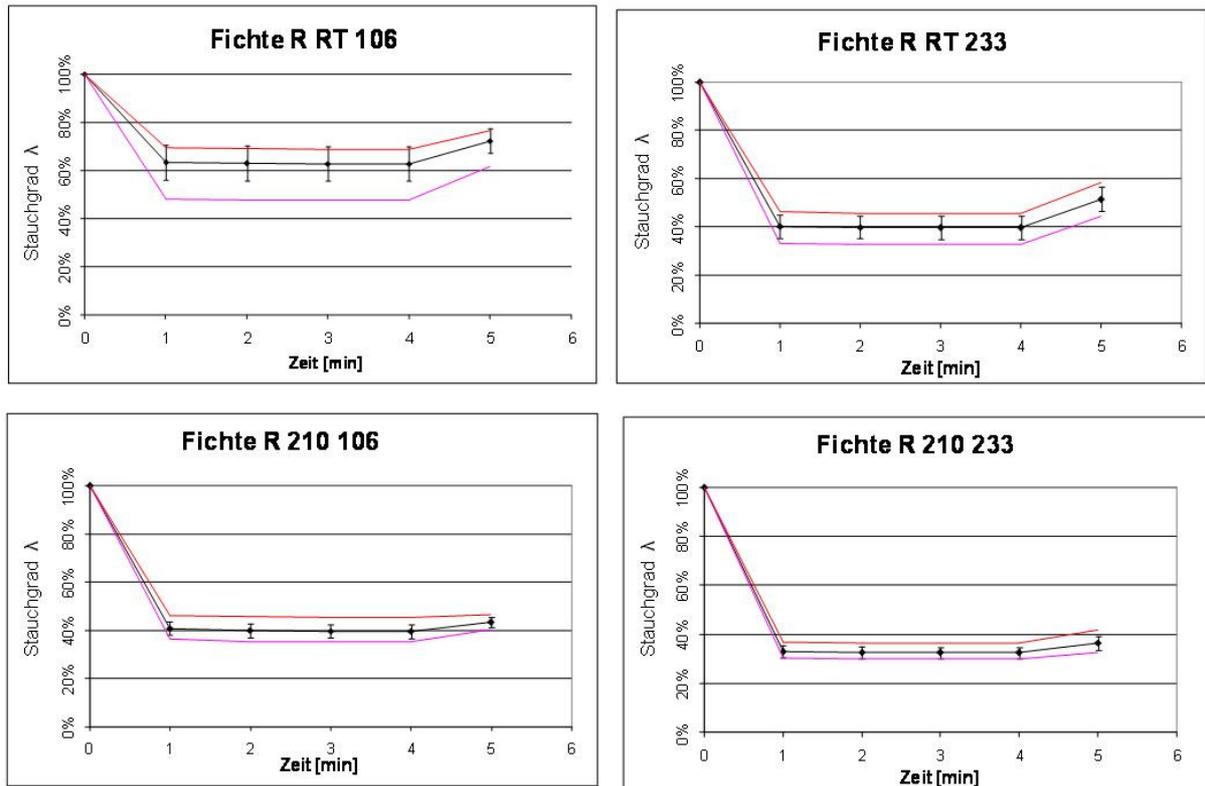


Abb. 11 Stauchgrad-Zeit-Diagramme von radialer Fichtenholz-Kompression  
(R...radiale Belastungsrichtung / RT...Raumtemperatur / 210...210 °C / 106...106 bar / 233...233 bar)

Bei radialer Druckbelastung der Fichtenproben werden Stauchgrade von 33 % erreicht. Das bedeutet, dass eine Probe mit einer Höhe von 10 mm bei 210 °C und 233 bar auf 3,3 mm in radialer Belastungsrichtung komprimiert wird. Die Kurven zeigen, dass bereits nach 1 Minute Kompression das Stauchungsmaximum nahezu erreicht wird. Eine zu der Abb. 10 analoge Aussage betreffend den (faktoriellen) Grad des Einflusses von Temperatur und Druck auf das Stauchungsverhalten lässt sich in diesem Fall nicht tätigen. Es wäre denkbar, dass auf Grund des höheren Stauchungsniveaus ein eventuell existierender Einflussunterschied in den Hintergrund tritt.

Zusammenfassend sind in Tab. 3 die Mittelwerte des Stauchgrades nach 4 Minuten Kompression in Abhängigkeit von Versuchstemperatur und Versuchsdruck dargestellt.

Tab. 3 Werte der radialen Fichtenholz-Kompression bei RT, 160 °C u. 210 °C sowie 106,174u. 233 bar

Fichte R mittel. Stauchgrad nach 4 min		Druck [bar]		
		106	174	233
Temp. [°C]	RT	<b>63%</b>	<b>47%</b>	<b>40%</b>
	160	<b>45%</b>	<b>40%</b>	<b>34%</b>
	210	<b>40%</b>	<b>38%</b>	<b>33%</b>

Die Werte der Stauchung in der aufgezeigten Matrix verhalten sich ungefähr proportional zur Temperatur- und Druckzunahme.

Die vergleichsweise Betrachtung der Stauchung von Fichtenholz-Prüfkörpern in tangentialer Belastungsrichtung zeigt Abbildung 12.

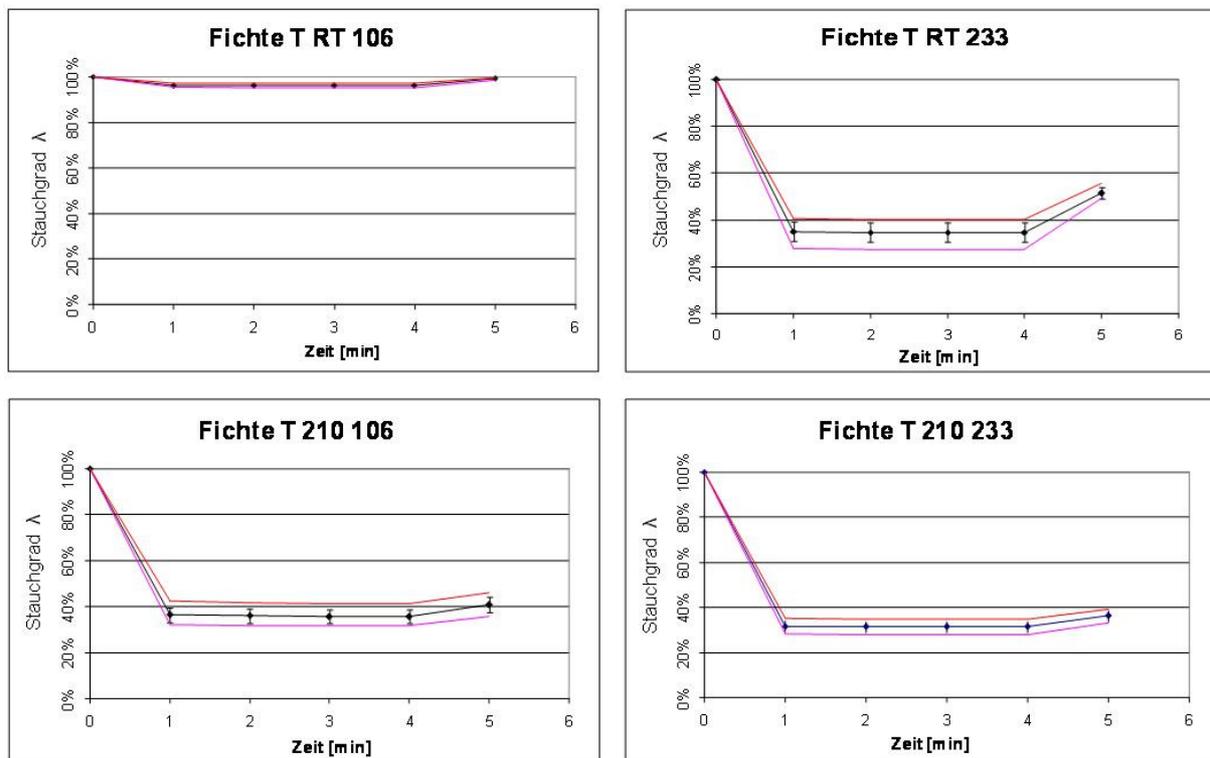


Abb. 12 Stauchung-Zeit-Diagramme von tangentialer Fichtenholz-Kompression  
(T...tangentiale Belastungsrichtung / RT...Raumtemperatur / 210...210 °C / 106...106 bar / 233...233 bar)

Bei Raumtemperatur und 106 bar Druckbelastung wurden die Prüfkörper nur wenig komprimiert, da die geringen Belastungen zu keinen Faserbrüchen in der Holzmatrix führten. Diese treten erst ab einer Druckbelastung von 174 bar bzw. unter Temperatureinfluss auf. Kommt es zu dieser Beschädigung der Holzstruktur in tangentialer Belastungsrichtung, werden Stauchgrade von bis zu 31% erreicht.

Zusammenfassend sind in Tab. 4 die Mittelwerte des Stauchgrades nach 4 Minuten Kompression in Abhängigkeit von Versuchstemperatur und Versuchsdruck dargestellt.

Tab. 4 Werte der tangentialen Fichtenholz-Kompression bei RT, 160 °C u. 210 °C sowie 106, 174 u. 233bar

Fichte T mittel. Stauchgrad nach 4 min		Druck [bar]		
		106	174	233
Temp. [°C]	RT	<b>97%</b>	<b>39%</b>	<b>35%</b>
	160	<b>36%</b>	<b>32%</b>	<b>31%</b>
	210	<b>36%</b>	<b>32%</b>	<b>31%</b>

Um einen Gesamtüberblick der Kompressionsergebnisse in axialer (schwarz), radialer (blau) und tangentialer (rot) Belastungsrichtung zu erhalten, wurden die Maximal-, Minimal- und Mittelwerte nach 4 Minuten Kompressionsphase aus den einzelnen Parameterfeldern in drei Diagramme übertragen. Die Diagramme zeigen Stauchgrad in Abhängigkeit der Versuchsdrücke.

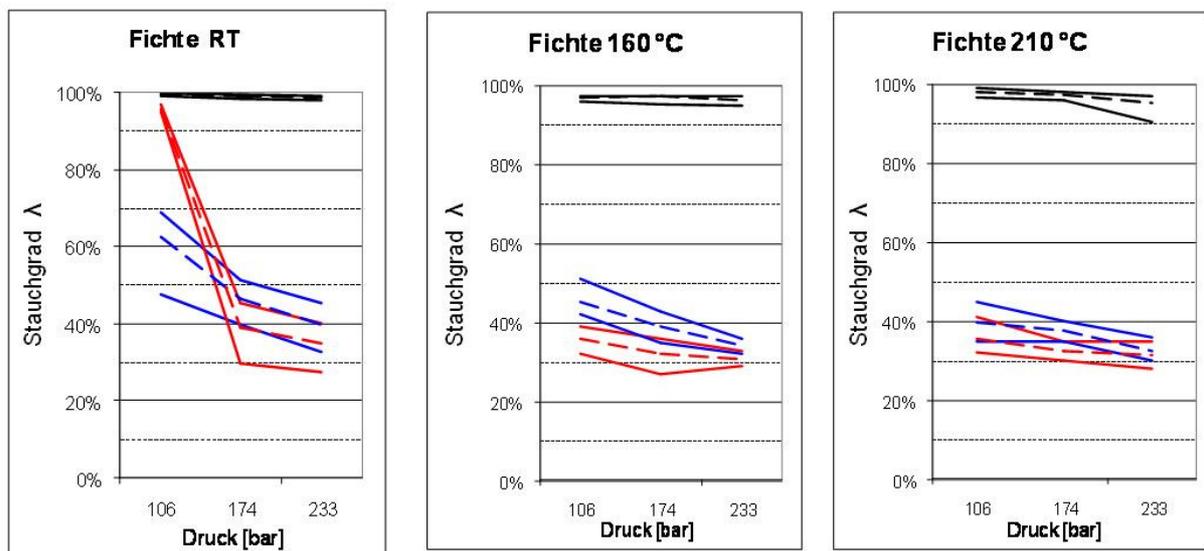


Abb. 13 Zusammenfassende Darstellung der Kompressionsversuche an Fichteplatten

Die Einzelbetrachtung der Diagramme verdeutlicht die Zunahme der Kompression mit größer werdender Druckbelastung der Prüfkörper. Die Streuung der Stauchungswerte wird durch die von der Maximal- und Minimalcurve eingegrenzte Fläche der jeweiligen Belastungsrichtung beschrieben. Bei einer ganzheitlichen Betrachtungsweise der Diagramme wird deutlich, dass sich die Streuung der Kompressionswerte in radialer und tangentialer Belastungsrichtung mit steigender Versuchstemperatur verringert. Eine Zunahme der Prüfkörperstauchung unter größer werdender Temperaturbelastung ist in allen drei Belastungsrichtungen zu erkennen.

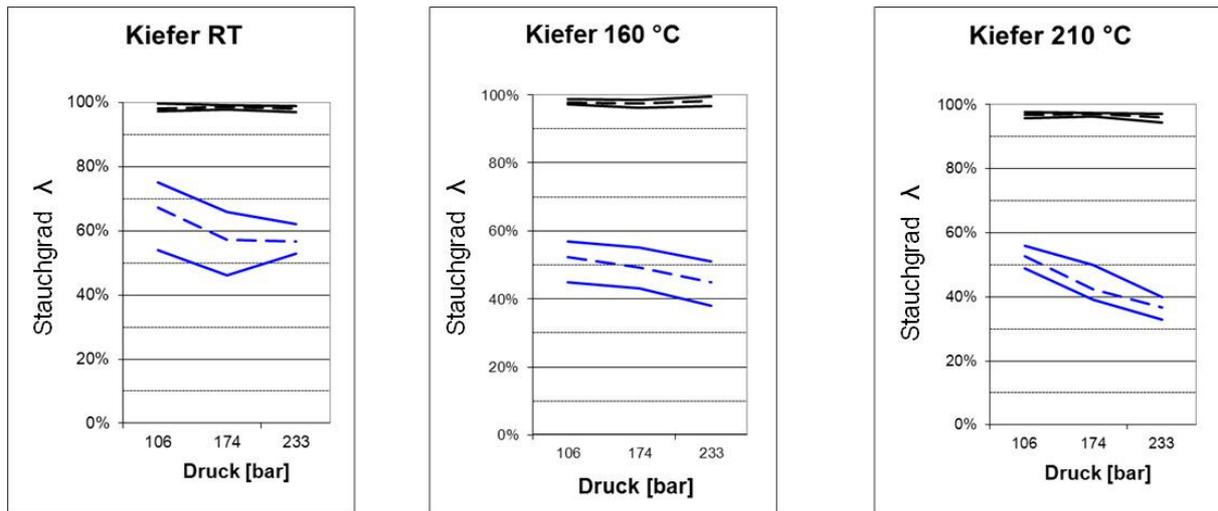


Abb. 14 Zusammenfassende Darstellung der Kompressionsversuche an Kieferproben

Die in Abb. 14 dargestellten Ergebnisse der Kompressionsversuche an Kiefer zeigen ebenfalls eine Abnahme der Stauchgrad-Werte in Abhängigkeit von Druck- und Temperaturbelastung in radialer Belastungsrichtung. In axialer Belastungsrichtung weisen die Werte der komprimierten Prüfkörper eines Parameterfeldes im Gegensatz zu Fichte größere Streuungen auf. Des Weiteren wurden 30% Stauchgrad in radialer Richtung bei 210 °C und 160 bar nicht überschritten. Die ermittelten Kompressionen sind im Vergleich zu Fichte geringer. Die Ermittlung des Stauchungsverhaltens von Kieferproben in tangentialer Belastungsrichtung war nicht möglich, da die Prüfkörper während der Druckbeaufschlagung zerstört wurden (Abb. 15).



Abb. 15 Zerstörte Kiefernholz-Probe (tangentiale Druck-Belastung)

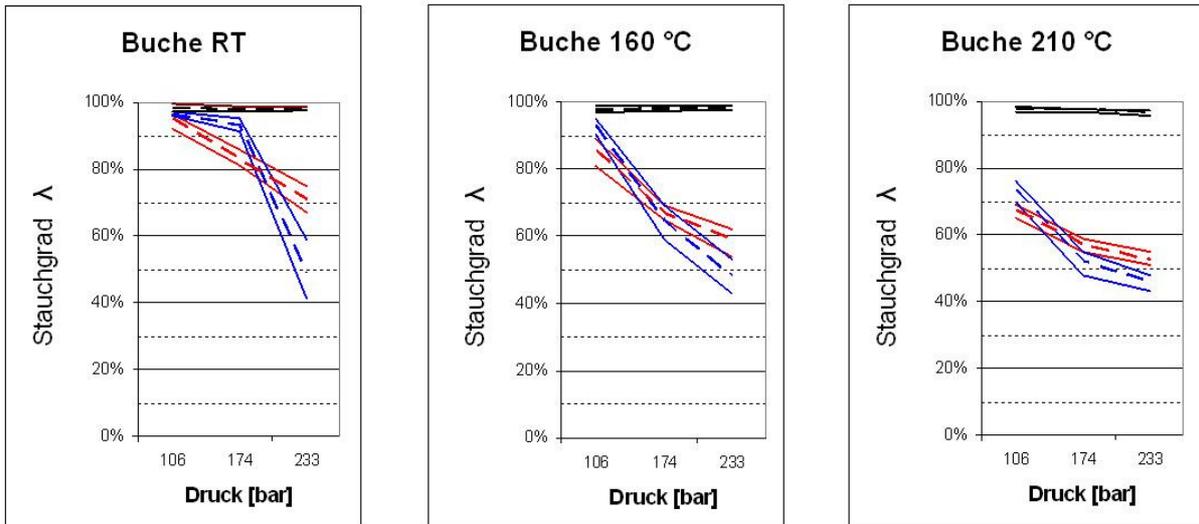


Abb. 16 Zusammenfassende Darstellung der Kompressionsversuche an Bucheproben

An den Kurvenverläufen der Diagramme aus Abb. 16 ist zu erkennen, dass die Probenkompression von Buchenproben in radialer und tangentialer Belastungsrichtung stark vom Versuchsdruck abhängig ist. In axialer Belastungsrichtung wird die Kompression der Prüfkörper nur bei einer Versuchstemperatur von 210 °C beeinflusst. Durch die Erhöhung der Versuchsparameter wird auch bei Bucheproben die Streuung der Stauchungswerte verringert. Es wurden auch bei hohen Temperaturen im Vergleich zu den Nadelhölzern nur geringe Stauchungen im Bereich von 45 -50% erreicht.

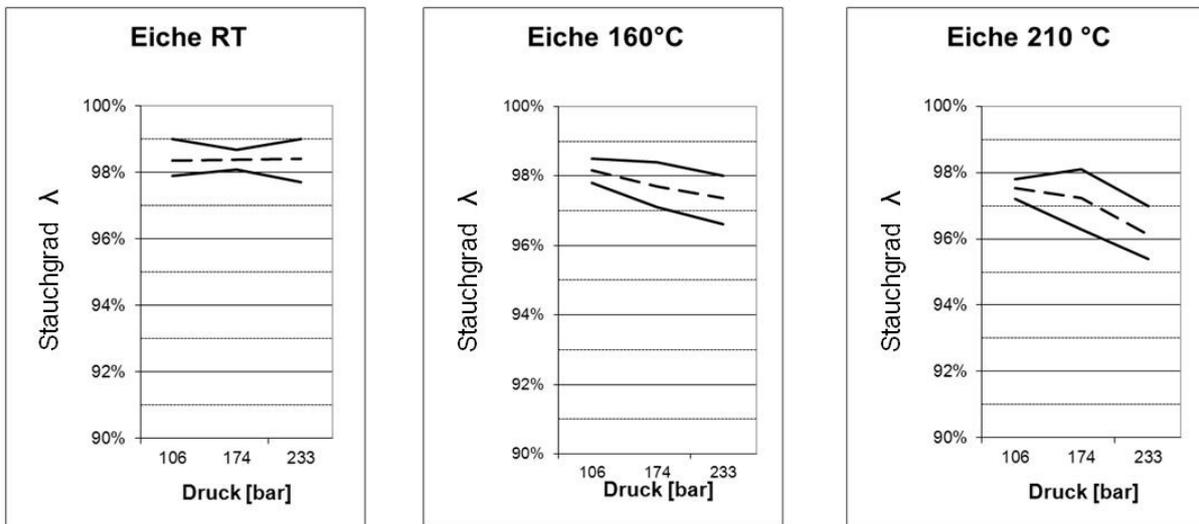


Abb. 17 Zusammenfassende Darstellung der Kompressionsversuche an Eicheproben

Anhand der in Abb. 17 gezeigten Auswertung der Kompressionsversuche an Eicheproben in axialer Belastungsrichtung (Stauchgrad-Achse 100 – 90%) ist eine Abhängigkeit vom Versuchsdruck erst ab einer Temperaturbelastung von 160 °C zu erkennen. Die Ermittlung des Stauchungsverhaltens von Eicheproben in radialer und tangentialer Belastungsrichtung war nicht möglich, da die Prüfkörper während der Druckbeaufschlagung zerstört wurden.

#### 4.1.2 Ergebnisse der Kompressionsversuche an Holzmehl

Die Ergebnisse der Kompressionsversuche an Holzmehl werden ebenfalls in Diagrammen dargestellt. Der Diagrammtitel bleibt weiterhin die Abkürzung des betrachteten Parameterfeldes und beinhaltet in dieser Reihenfolge Holzmehlart, Spangröße in  $\mu\text{m}$ , Versuchstemperatur (RT, 160°C, 210°C) und Versuchsdruck (106, 174, 233 bar). Wie vorherig werden die Ergebnisdiagramme der Parameter-Extrema von Raumtemperatur und 210 °C sowie 106 und 233 bar dargestellt. In Abbildung 18 sind die Stauchungsergebnisse von Fichtenmehl mit einer Spangrößenfraktion bis 400  $\mu\text{m}$  vergleichend dargestellt.

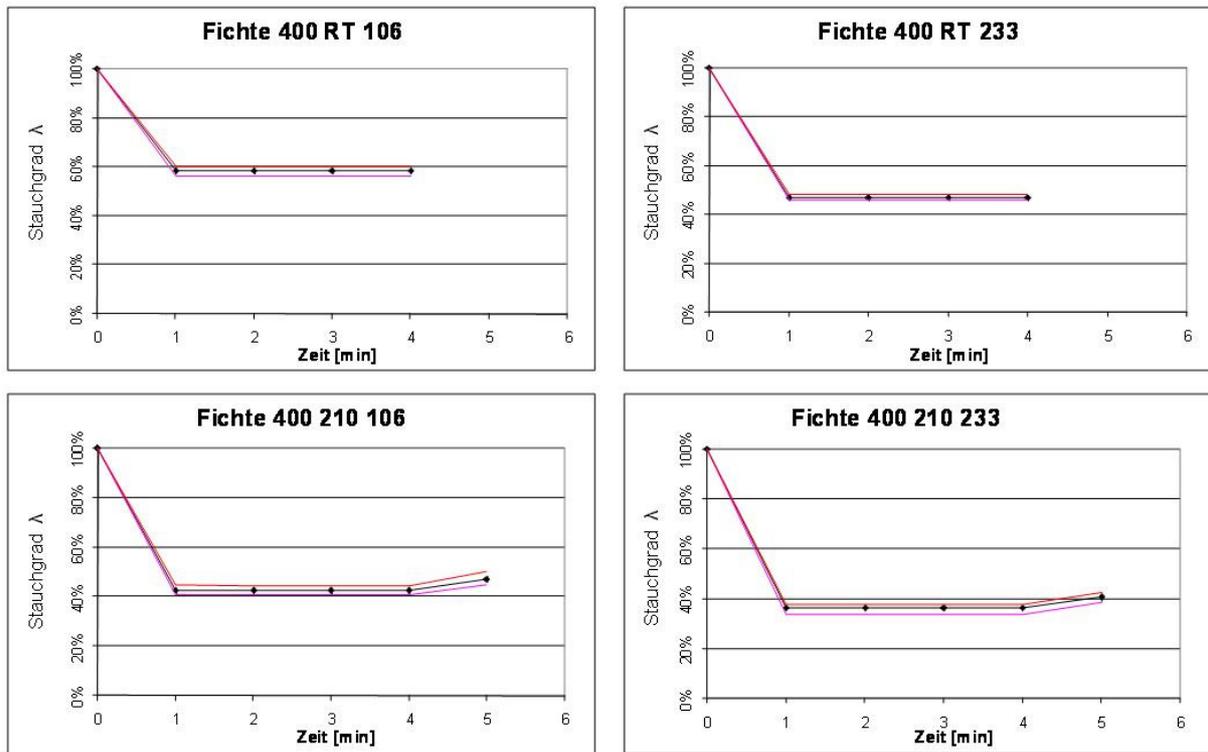


Abb. 18 Stauchung-Zeit-Diagramme von Fichtenmehl-Kompression (400...bis 400  $\mu\text{m}$  Spannfraction / RT...Raumtemperatur / 210...210 °C / 106...106 bar / 233...233 bar)

Erwartungsgemäß wird das Fichtemehl mit steigendem Druck und steigender Temperatur stärker komprimiert. Die Kurven zeigen, dass bereits nach 1 Minute Kompression das Maximum nahezu erreicht wird. Es zeigt sich, dass die Versuchstemperatur im Vergleich zur Druckbelastung einen größeren Einfluss auf das Stauchungsverhalten von Fichtenmehl besitzt. Bei 106 bar erfolgt eine Verringerung des Stauchgrades um 17%, wenn die Mittelwerte bei RT (59%) und bei 210 °C (42%) verglichen werden. Demgegenüber wird der Stauchgrad von 58% bei RT und 106 bar nur um 12% verringert, wenn allein der Druck auf 160 bar gesteigert wird. Ein in etwa analoges Verhalten konnte bereits bei den Versuchen mit Vollholzproben aufgezeigt werden. Zusammenfassend sind in Tab. 5 die Mittelwerte der Stauchgrade nach 4 Minuten Kompression in Abhängigkeit von Versuchstemperatur und Versuchsdruck dargestellt.

Tab. 5 Gesamtübersicht der Kompressionsergebnisse von Fichtenmehl bis 400  $\mu\text{m}$

Fichtenmehl bis 400 $\mu\text{m}$ mittel. Stauchgrad nach 4 min		Druck [bar]		
		106	174	233
Temp. [°C]	RT	<b>59%</b>	<b>53%</b>	<b>47%</b>
	160	<b>47%</b>	<b>42%</b>	<b>39%</b>
	210	<b>42%</b>	<b>39%</b>	<b>36%</b>

Um einen Gesamtüberblick der ermittelten Stauchungen aller Parameterfelder von Fichtenmehl zu erhalten, wurden die Maximal-, Minimal- und Mittelwerte nach 4 Minuten Kompressionsphase aus den einzelnen Temperatur-Parameterfeldern in drei Diagramme übertragen. Die Diagramme zeigen die ermittelten Stauchgrade in Abhängigkeit der Versuchsdrücke. Diese Darstellungsform wird für die weiterführende Betrachtung der Kompressionsergebnisse der anderen Holzmehlarten übernommen.

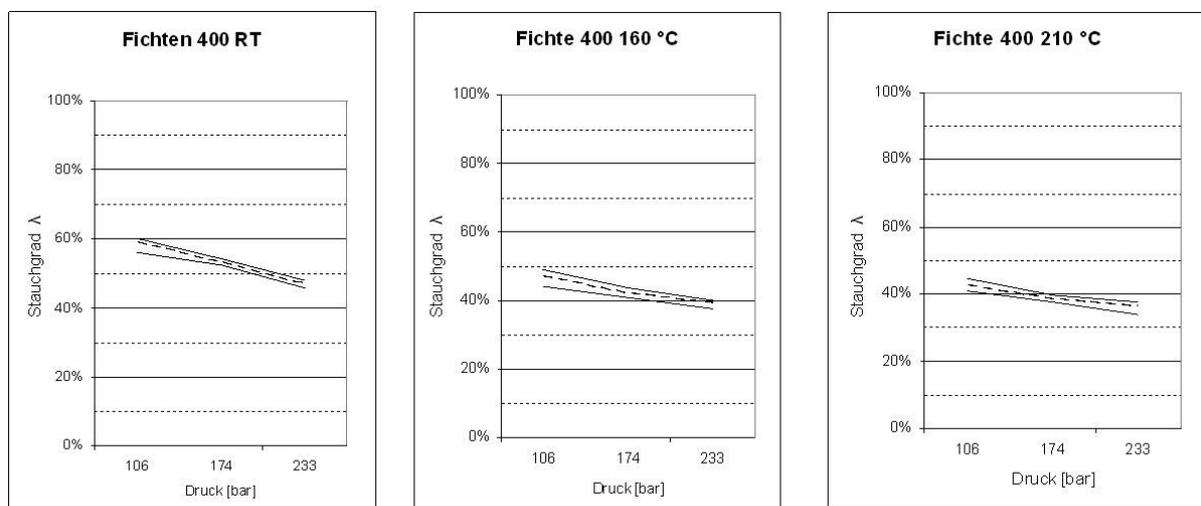


Abb. 19 Zusammenfassende Darstellung der Kompressionsversuche an Fichtenmehl mit einer Spanfraktion bis 400  $\mu\text{m}$

Die Einzelbetrachtung der Diagramme verdeutlicht die Zunahme der Probenkompression mit größer werdender Druckbelastung. Die Streuung der Stauchungswerte wird durch die von der Maximal- und Minimalcurve eingegrenzte Fläche beschrieben. Eine Zunahme der Prüfkörperstauchung unter größer werdender Temperaturbelastung ist deutlich zu erkennen. Um einen eventuellen Unterschied des Kompressionsverhaltens von Holzmehlen in Abhängigkeit der Spangröße beurteilen zu können, wurden Spanfraktionen gleicher Holzmehlarten erzeugt. In Abbildung 20 sind die Kompressionsversuche an Fichtenmehl mit einer Spangröße von 400 bis 850  $\mu\text{m}$  dargestellt.

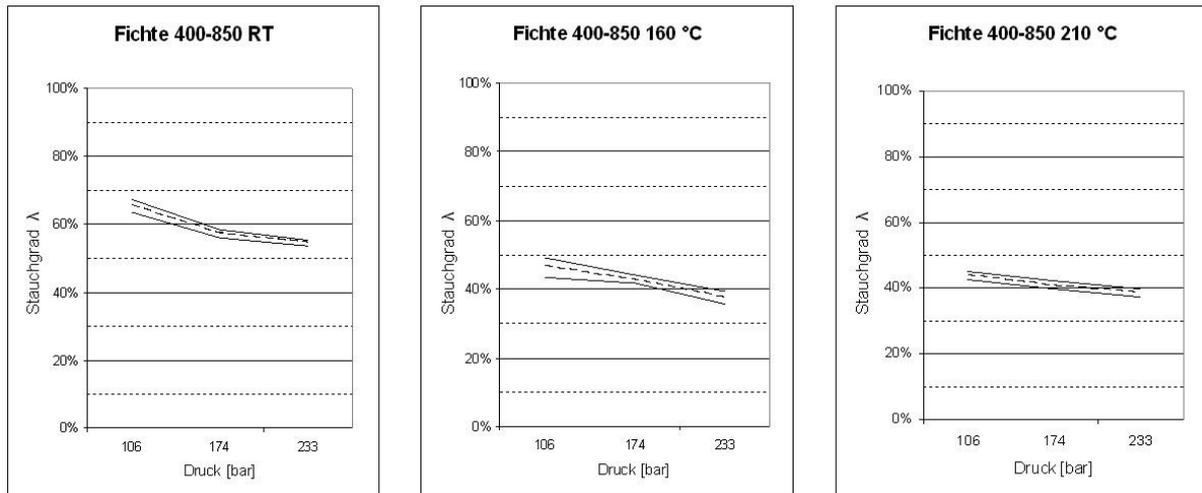


Abb. 20 Zusammenfassende Darstellung der Kompressionsversuche an Fichtenmehl mit einer Spanfraktion von 400 bis 850 μm

Auch bei dieser größeren Spanfraktion zeigt sich bei der Einzelbetrachtung der Diagramme die Zunahme der Kompression mit größer werdender Druckbelastung. Die Mittelwertskurven sind mit denen der feineren Spanfraktion (400 μm) zu vergleichen. Das Niveau der beim Kompressionsversuch erreichten Stauchgrade fällt allerdings höher aus. Bei der Kompression mit 106 bar bei Raumtemperatur wird mit Fichtenmehl von 400-850 μm Spangröße eine mittlere Stauchgrad von 65,6 % erreicht. Der Wert ist gegenüber Fichtenmehl bis 400 μm Spangröße um 6,6 % höher. Durch die Erhöhung der Druckbelastung auf 233 bar wird dieser Effekt bei RT noch verstärkt. In diesem Parameterfeld beträgt der Unterschied 7,6 %. Im Parameterfeld 210 °C und 160 bar beträgt der Unterschied um noch 2,7 %. Es zeigt sich das mit zunehmender Temperaturbeanspruchung des Holzmehles der Einfluss der Spanfraktion auf das kompressionsverhalten abnimmt.

Auch für nachfolgenden zusammengefassten Darstellungen der Kompressionsversuche an Kiefermehl mit den Spanfraktionen bis 425 μm und von 425 bis 600 μm sowie Buchenmehl mit einer Spanfraktion von 200 bis 600 μm und 400 bis 850 μm lassen sich die Aussagen bestätigen.

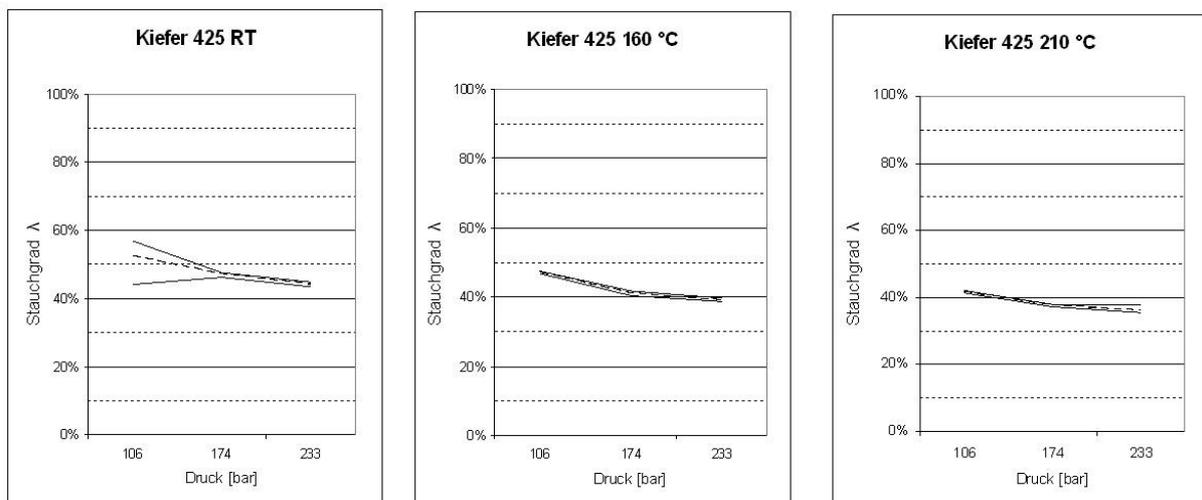


Abb. 21 Zusammenfassende Darstellung der Kompressionsversuche an Kiefermehl mit einer Spanfraktion bis 425 μm

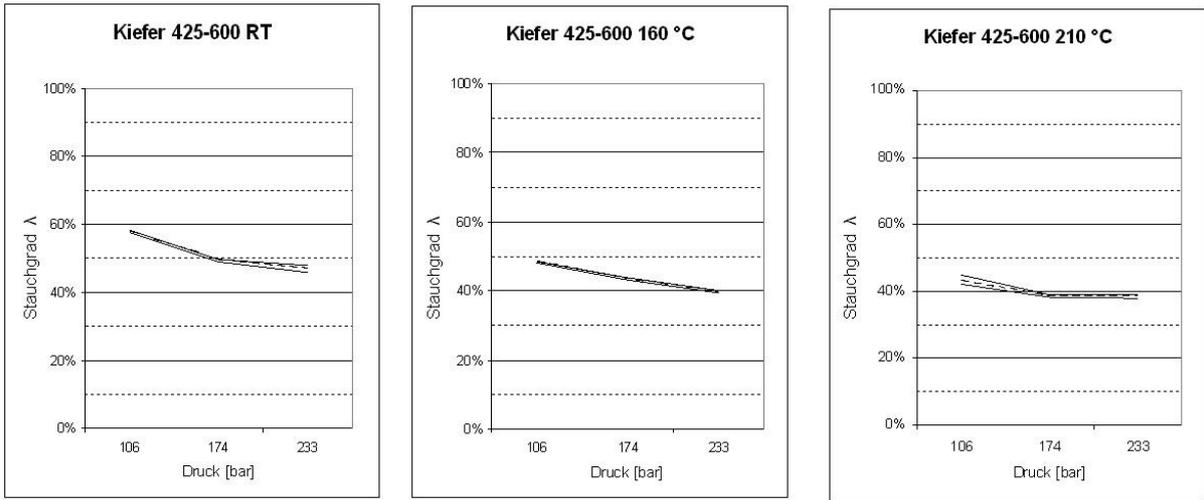


Abb. 22 Zusammenfassende Darstellung der Kompressionsversuche an Kiefermehl mit einer Spanfraktion von 425 bis 600 µm

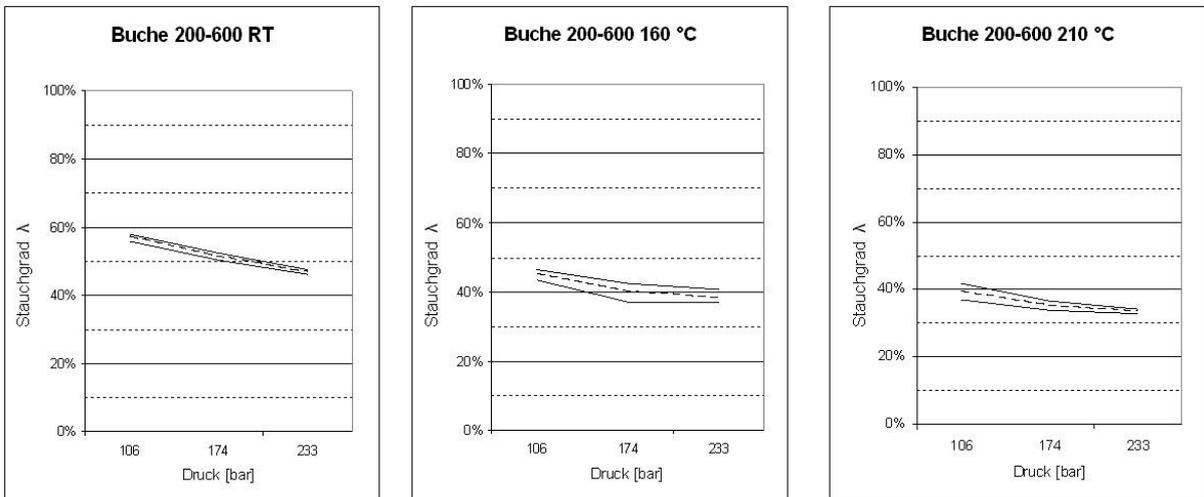


Abb. 23 Zusammenfassende Darstellung der Kompressionsversuche an Buchenmehl mit einer Spanfraktion von 200 bis 600 µm

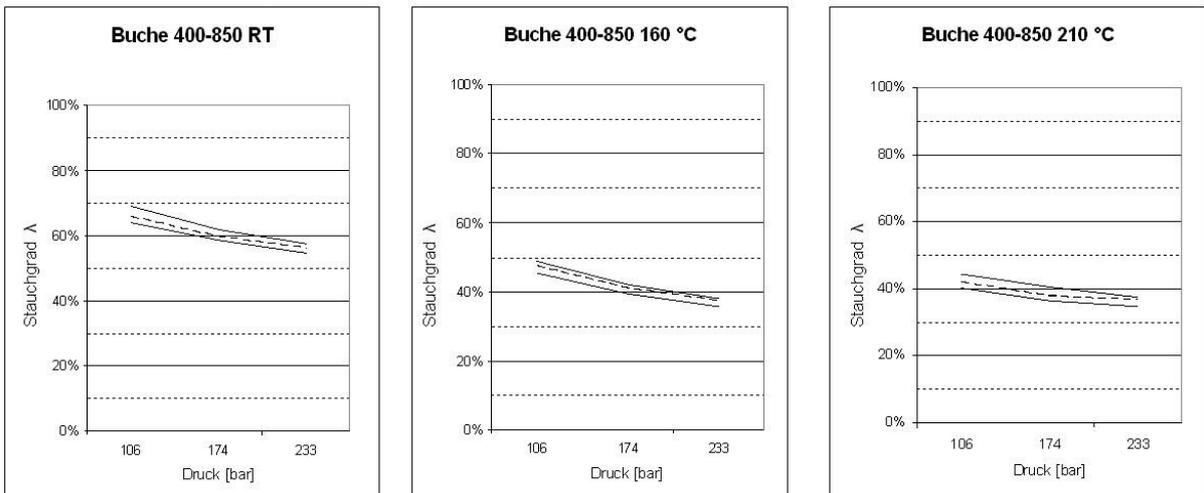


Abb. 24 Zusammenfassende Darstellung der Kompressionsversuche an Buchenmehl mit einer Spanfraktion von 400 bis 850 µm

#### 4.1.3 Ergebnisse der Kompressionsversuche an WPC-Mischungen

In Abb. 25 sowie Abb. 26 sind die Kompressionsergebnisse von unterschiedlichen WPC-Knettermischungen zusammengefasst. Das WPC-Ausgangsmaterialien wurde aus 70 % Holzmehl und 30 % Polypropylen bei 180 °C Knettemperatur bereitgestellt. Alle WPC-Materialien wurden mit einer darrtrockenen Einwagemenge von 0,8 g (gilt auch für nachfolgende Versuche) und bei einer Temperatur von 210 °C verpresst.

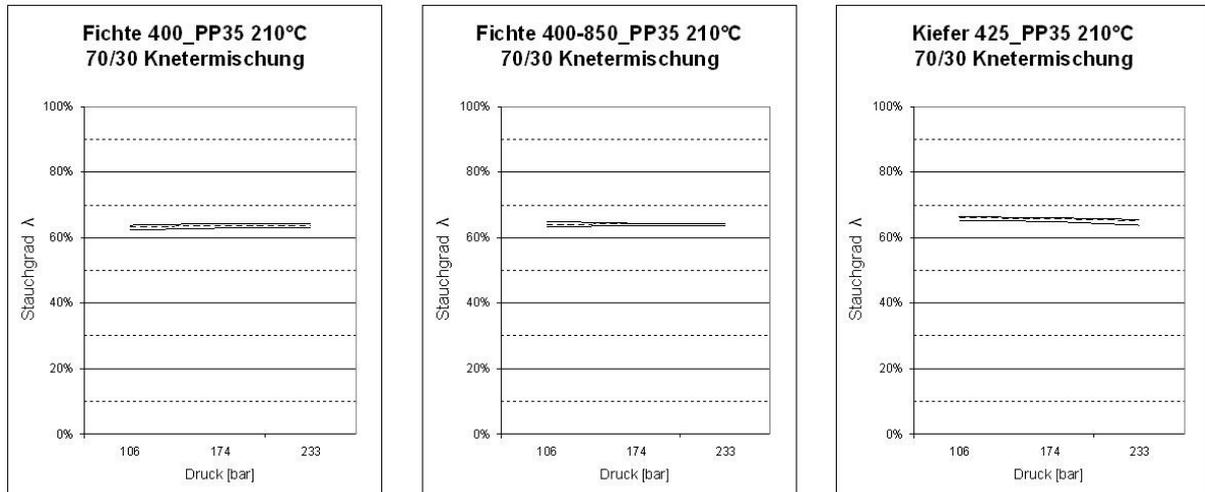


Abb. 25 Kompressionsversuche an WPC (Fichte- und Kiefer-PP [70/30] Knettermischung)

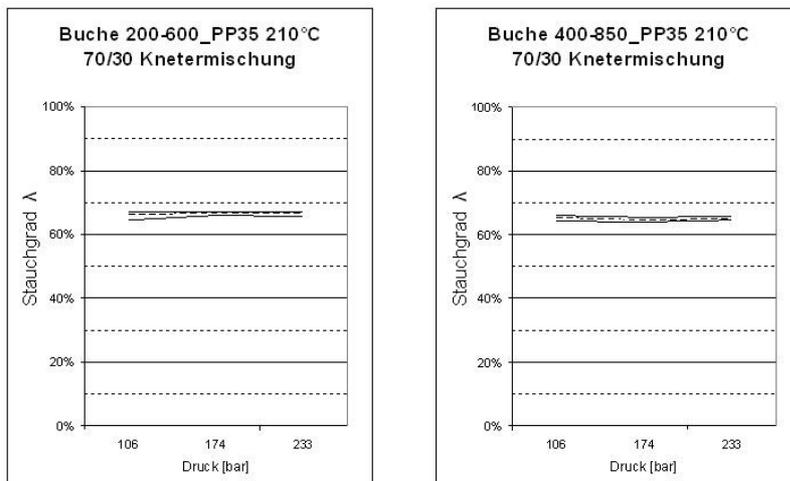


Abb. 26 Kompressionsversuche an WPC (Buche-PP [70/30] Knettermischung)

Bei einer ganzheitlichen Betrachtungsweise der Diagramme kann kein signifikanter Unterschied der erreichten Werte in Abhängigkeit der eingesetzten Holzmehlarten sowie Spanfraktionen festgestellt werden. Auch die Einzelbetrachtung macht deutlich, dass die Erhöhung des Versuchsdruckes keinen Einfluss auf das Kompressionsverhalten hat.

Um den Einfluss des Herstellungsverfahrens der WPC-Ausgangsmaterialien beurteilen zu können, wurden das Holzmehl BK 4090 / PP (70/30) Mischungen als Knet-, HKM- und Trockenmischung hergestellt und mit 210 °C verpresst.

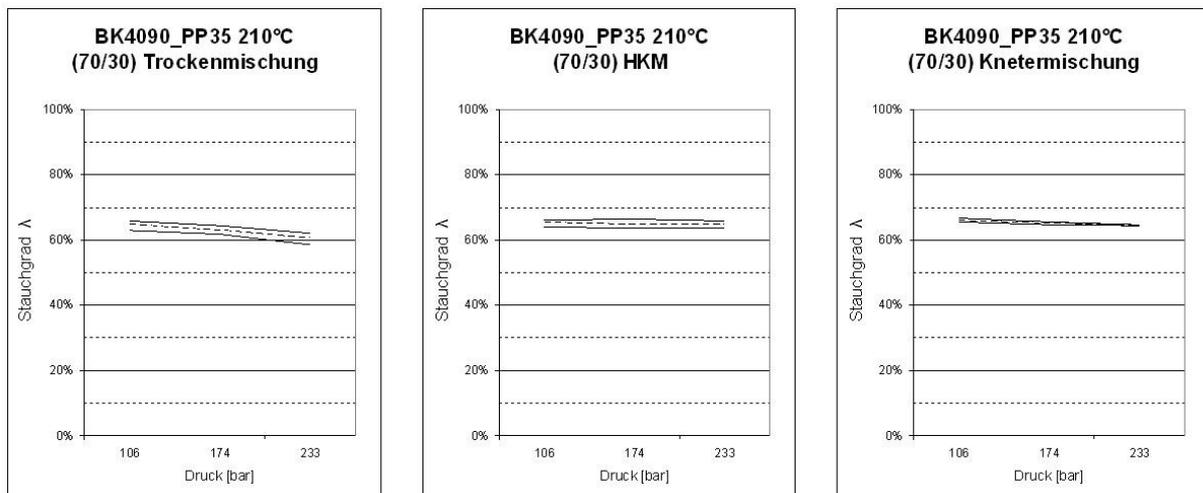


Abb. 27 Kompressionsversuche an WPC (BK 4090-PP [70/30] unterschiedliche Herstellungsverfahren)

Der Einfluss des Herstellungsverfahrens auf das Kompressionsverhalten der untersuchten WPC-Materialien ist in Abb. 27 kaum zu erkennen. Es zeigt sich eine geringe druckabhängige Stauchgradverringerung der Trockenmischung um 4 % (von 64,5 % bei 106 bar und 60,5 % bei 233 bar), die sich bei den Knet- und HKM-Mischungen nicht zeigt.

In einer weiteren Versuchsreihe wurden BK 4090 / PP Knetermischungen mit unterschiedlichen Mischungsverhältnissen (50/50, 60/40, 70/30) hergestellt und bei 210 °C verpresst.

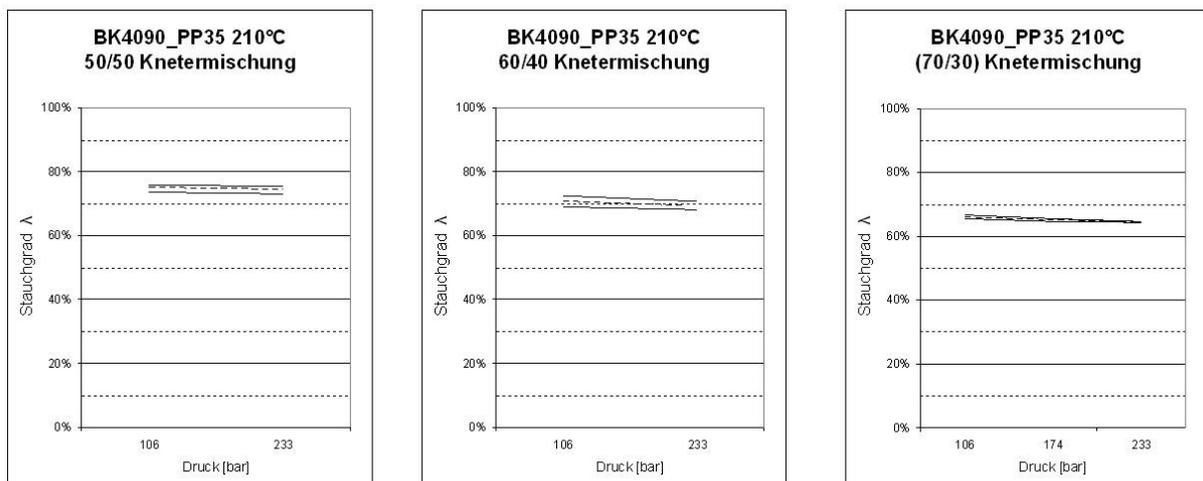


Abb. 28 Kompressionsversuche an WPC (BK 4090-PP unterschiedliche Holzkonzentrationen)

Wie zu erwarten zeigt sich in Abb. 28, dass mit zunehmenden Holzvolumenanteils der WPC-Materialien die erreichten Stauchgradwerte kleiner werden. Weiterhin kann bei der Einzelbetrachtung der Diagramme eine druckabhängige Kompressionserhöhung der WPC-Proben mit BK 4090 Holzmehlen aufgezeigt werden.

Im Rahmen der Kompressions- und Quellversuche an WPC wurde neben Polypropylen auch Polyethylen als Polymerkomponente betrachtet. Hierfür wurden BK 4090 / HDPE (70/30) Knetermischungen hergestellt und bei 160 °C sowie 210 °C verpresst.

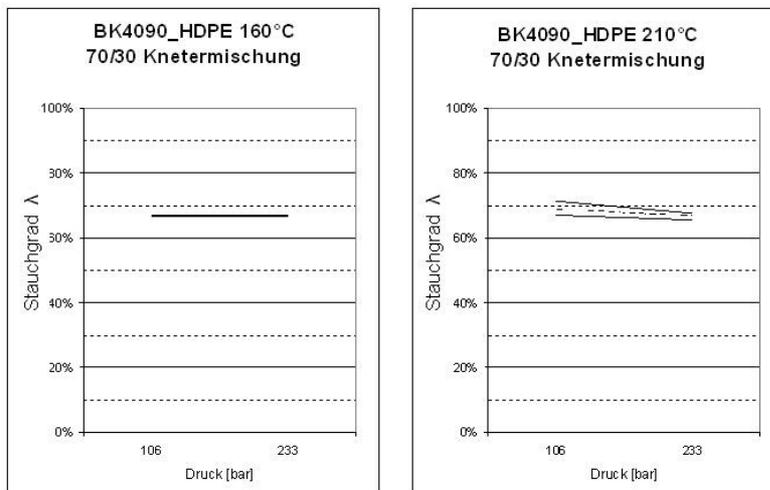


Abb. 29 Kompressionsversuche an WPC (BK 4090-HDPE [70/30] unterschiedliche Versuchstemperatur)

Wie in Abb. 29 ersichtlich zeigen sich keine nennenswerten Unterschiede des Kompressionsverhaltens im Bezug auf die Variation der Polymermatrix.

#### 4.1.4 Ergebnisse der Quellmessung an Holzwürfen

Für die Auswertung ist in den Quellkoeffizienten–Zeit–Diagrammen neben Mittelwertkurven der entsprechenden Lagerung die statistische Streuung der Probensätze aus dem jeweiligen Parameterfeld enthalten. Die blaue Kurve zeigt das Quellverhalten der Proben während der Lagerung in feuchter Umgebung. Analog dazu wird das Rückstellverhalten der trocken gelagerten Proben durch die rote Kurve repräsentiert. Vergleichsweise Betrachtung der Relaxation von Fichtenholzprüfkörper in axialer Richtung. Diagrammbetrachtung der Parameter – Extrema von Raumtemperatur und 210 °C sowie 106 und 233 bar.

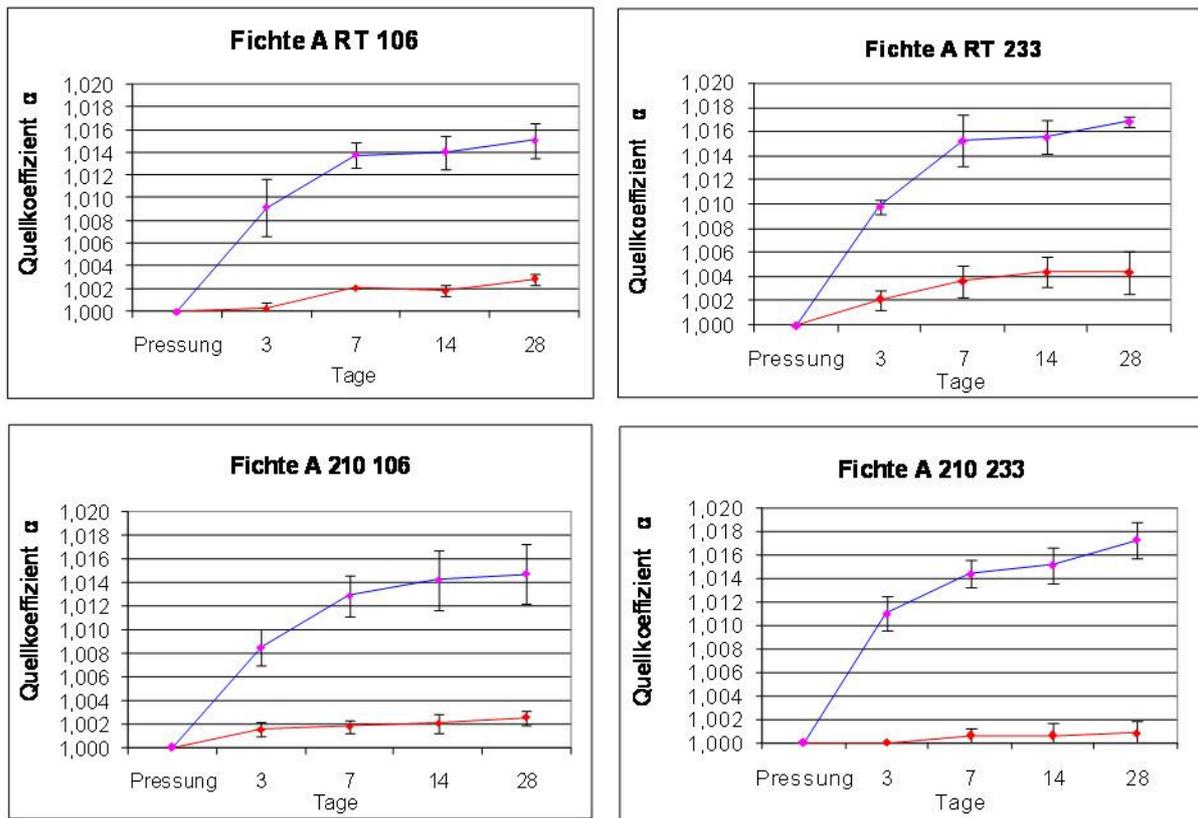


Abb. 30 Quellkoeffizient-Zeit-Diagramme von axialer Fichtenholz-Quellung

Das Rückstellverhalten der Fichteproben in axialer Richtung ist aufgrund der kleinen Ausgangsverformungen, resultierend aus den Kompressionsversuchen, nur sehr gering. Der Unterschied der Quellkoeffizienten in Abhängigkeit der Lagerungsbedingungen ist jedoch deutlich zu erkennen. Fichteproben, die bei Raumtemperatur und einem Versuchsdruck von 233 bar verpresst und anschließend in einer feuchten Umgebung für 28 Tage eingelagert wurden, weisen einen Wert von 1,017 auf; Prüfkörper desselben Probensatzes und trockener Lagerung nur einen von 1,004.

Zusammenfassend werden in der folgenden Tab. 6 alle Werte der Quellkoeffizienten der trockenen und feuchten Lagerung des Parameterfeldes dargestellt

Tab. 6 Werte der axialen Fichtenholz-Quellversuche

Fichte A Quellkoeffizient nach 28 Tagen feuchte L. / trockene L.		Druck [bar]		
		106	174	233
Temp. [°C]	RT	1,015 / 1,003	1,014 / 1,004	1,017 / 1,004
	160	1,016 / 1,001	1,019 / 1,003	1,019 / 1,002
	210	1,015 / 1,003	1,017 / 1,001	1,017 / 1,001

Vergleichsweise Betrachtung der Ergebnisse von Fichtenholzprüfkörper in radialer Belastungsrichtung.

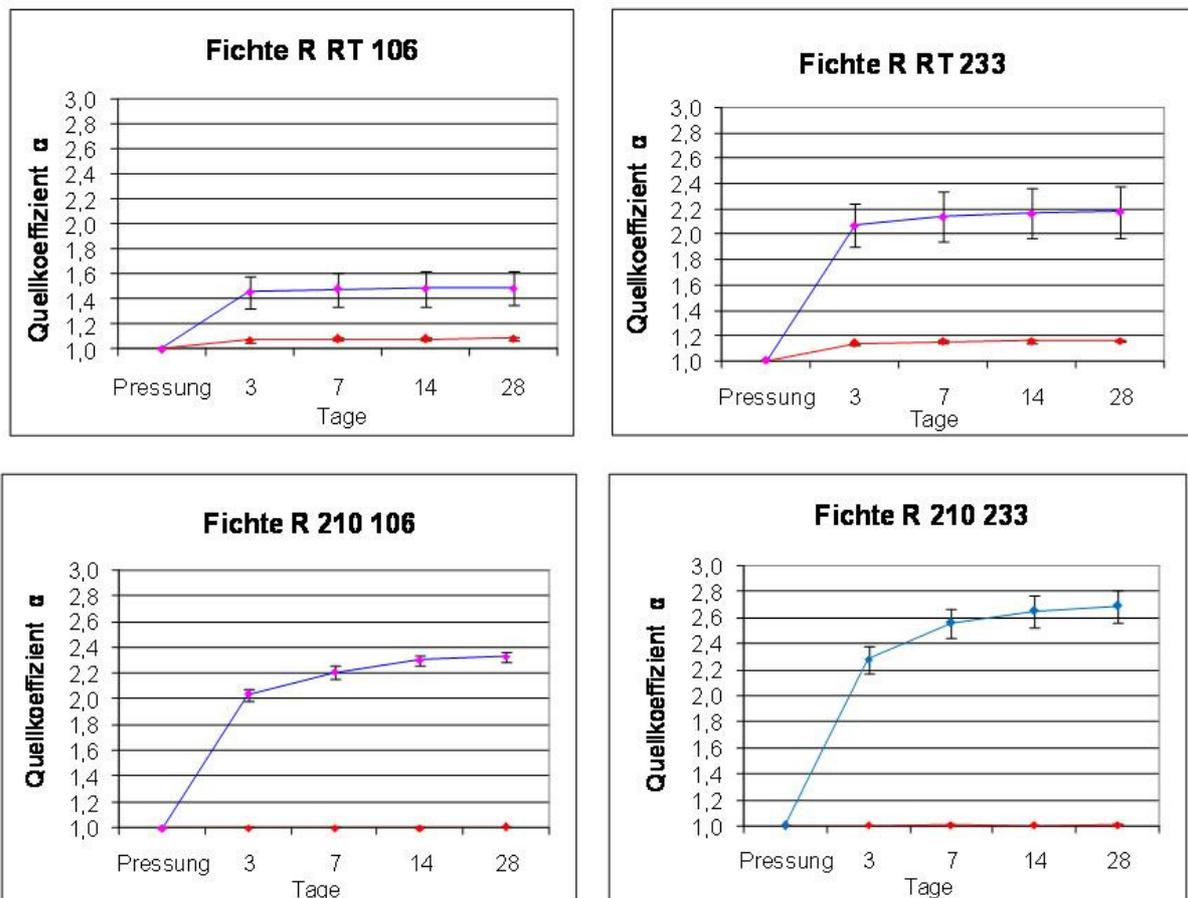


Abb. 31 Quellkoeffizient-Zeit-Diagramme von radialer Fichtenholz-Quellung

Wie in den Diagrammen ersichtlich, haben die Temperatur- und Druckbelastung und die damit verbundene Ausgangskompression der Prüfkörper einen deutlichen Einfluss auf das Rückstellverhalten in radialer Richtung bei feuchter Lagerung. Hier werden Quellkoeffizienten von 2,69 erreicht. Die Werte der Holzproben bei trockener Lagerung werden durch die Zunahme der Versuchstemperatur während des Pressversuches reduziert. Zusammenfassend werden in der folgenden Tabelle 7 alle Dimensionsfaktoren in radialer Richtung der Fichteplatten bei trockener und feuchter Lagerung dargestellt

Tab. 7 Werte der radialen Fichtenholz-Quellversuche

Fichte R Quellkoeffizienten nach 28 Tagen feuchte L. / trockene L.		Druck [bar]		
		106	174	233
Temp. [°C]	RT	1,48 / 1,08	1,78 / 1,16	2,17 / 1,16
	160	2,05 / 1,02	2,28 / 1,03	2,56 / 1,02
	210	2,33 / 1,004	2,37 / 1,008	2,69 / 1,007

Vergleichsweise Betrachtung der Ergebnisse von Fichtenholzprüfkörpern in tangentialer Belastungsrichtung.

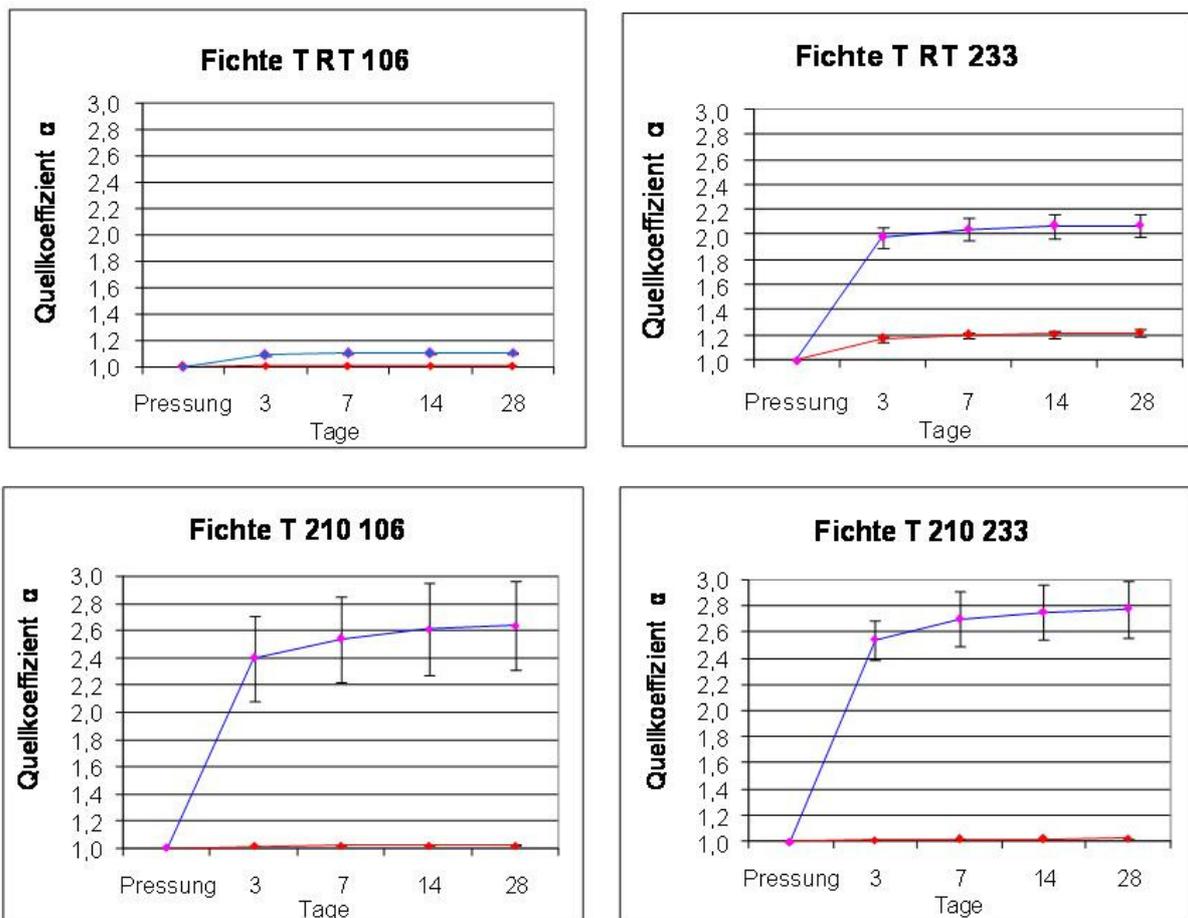


Abb. 32 Quellkoeffizient-Zeit-Diagramme von tangentialer Fichtenholz-Quellung

Die geringen Werte bei RT und 106 bar resultieren aus der geringen tangentialen Kompression der Prüfkörper in diesem Parameterfeld. Das Rückstellverhalten der Proben aus den übrigen Parameterfeldern ist deutlich höher als in radialer Richtung. Einzelne Proben aus dem Parameterfeld mit 210 °C und 233 bar besitzen einen Quellkoeffizienten von 3. Zusammenfassend werden in der folgenden Tabelle 8 alle Dimensionsfaktoren der trockenen und feuchten Lagerung des Parameterfeldes dargestellt.

Tab. 8 Werte der tangentialen Fichtenholz-Quellversuche

Fichte T Quellkoeffizient nach 28 Tagen feuchte L. / trockene L.		Druck [bar]		
		106	174	233
Temp. [°C]	RT	1,10 / 1,006	1,99 / 1,21	2,08 / 1,22
	160	2,33 / 1,04	2,71 / 1,05	2,77 / 1,04
	210	2,64 / 1,02	2,84 / 1,03	2,78 / 1,02

Die in tangentialer Richtung komprimierten Fichteplatten, mit den Parametern 210 °C und 233 bar, weisen nach der Entnahme aus der Laborpresse eine Stauchgrad von 37% auf. Für einen Prüfkörper mit der darrtrockenen Höhe von ca. 10 mm resultiert eine Kompressionshöhe von ca. 3,7 mm als Ausgangswert für die Quellbetrachtung. Multipliziert man diese Höhe mit dem Quellkoeffizienten von 2,78 so beträgt die Höhe der Probe in tangentialer Richtung nach 28 Tagen Lagerung in feuchter Umgebung 10,29 mm. Anhand der Gewichtszunahme wurde eine Feuchte von 27,6 % dieser Probe festgestellt. Eine unbehandelte Fichtenprobe besitzt nach 28 Tagen feuchter Lagerung eine Feuchte von 27 % und quillt hierbei um 9 % zur darrtrockenen Ausgangshöhe von 10 mm auf 10,9 mm. Zurückzuführen auf das Rückstellverhalten und die mit der Feuchteaufnahme verbundenen Quellung hat der verpresste Prüfkörper in Belastungsrichtung die betrachtete Ausgangshöhe überschritten und weicht nur um ca. 0,6 mm von der Endhöhe des nicht verpressten Prüfkörpers ab.

Für die Zusammenfassung des Rückstellverhaltens der Fichteplatten werden die Quellkoeffizienten in Abhängigkeit der Versuchsdrücke in drei Diagrammen (drei Temperaturen) gegenübergestellt. Hierfür wurden die Mittelwerte nach 28 Tagen Lagerung verwendet. Hierbei repräsentieren schwarze Kurven die Werte in axialer Richtung, blaue Kurven die in radialer Richtung und rote Kurven die in tangentialer Richtung. Durchgezogene Kurvenlinien stehen für die Ergebnisse bei feuchter Lagerung, unterbrochene Linien stellen die der trockenen Lagerung dar.

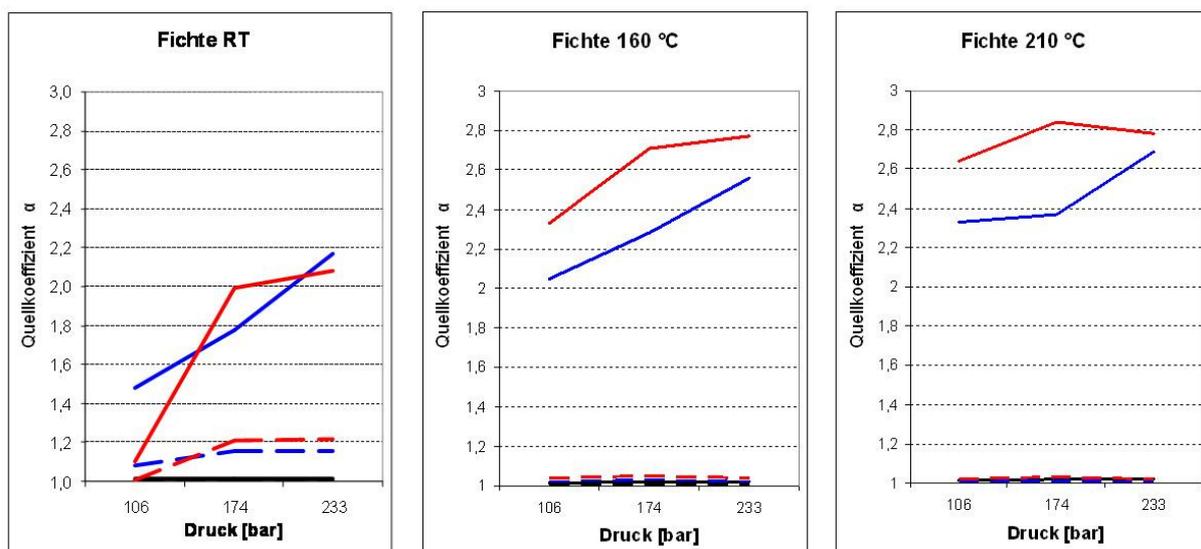


Abb. 33 Zusammenfassende Darstellung der Quellversuche an Fichteplatten

Bei der Einzelbetrachtung der Diagramme aus Abb. 33 wird der Anstieg der Quellkoeffizienten in radialer und tangentialer Richtung bei feuchter Lagerung in Abhängigkeit der Erhöhung des Versuchsdruckes deutlich. Die hohen Werte in diesen Richtungen bei feuchter Lagerung auf Grund einer höheren Temperaturbelastung zeigen sich bei der ganzheitlichen Betrachtung. Es wird deutlich, dass je stärker der Prüfkörper während der Kompressionsversuche mit Druck und Temperatur beaufschlagt wurde, desto größer ist das Rückstellverhalten nach 28 Tagen Lagerung in einer feuchten Umgebung. Dies ist auf die stärkere Komprimierung der Proben in den entsprechenden Parameterfeldern zurückzuführen. Bei trockener Lagerung mildert sich dieser Effekt deutlich ab. Die Dimensionsfaktoren fallen bei Zunahme der Prüfkörperbelastung im Vorfeld der Quellversuche kleiner aus.

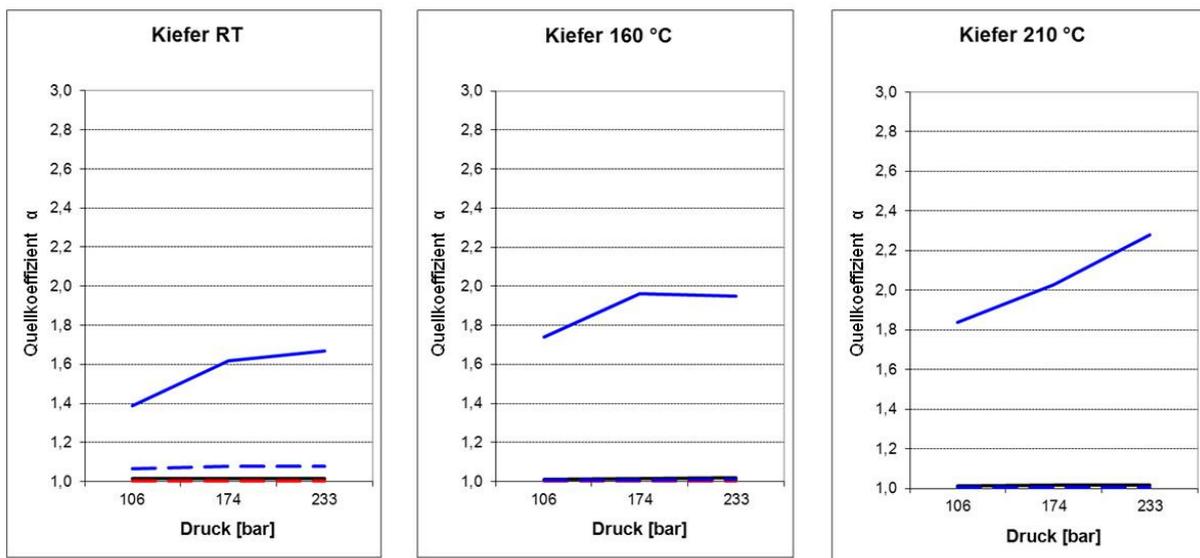


Abb. 34 Zusammenfassende Darstellung der Quellversuche an Kieferproben

Die Beurteilung des Quellverhaltens von Kieferproben in tangentialer Richtung ist aus dem unter Punkt 4.1.1 erläuterten Grund nicht möglich. In axialer und radialer Richtung treten dieselben Effekte wie bei Fichte auf. Der Quellkoeffizient der Kieferproben bei feuchter Lagerung in radialer Richtung und maximalen Versuchsparametern während der Kompression beträgt 2,27. Er fällt im Vergleich zu den Fichteproben geringer aus. Hier beträgt der Dimensionsfaktor in radialer Richtung des Probensatzes aus dem gleichen Parameterfeld 2,69.

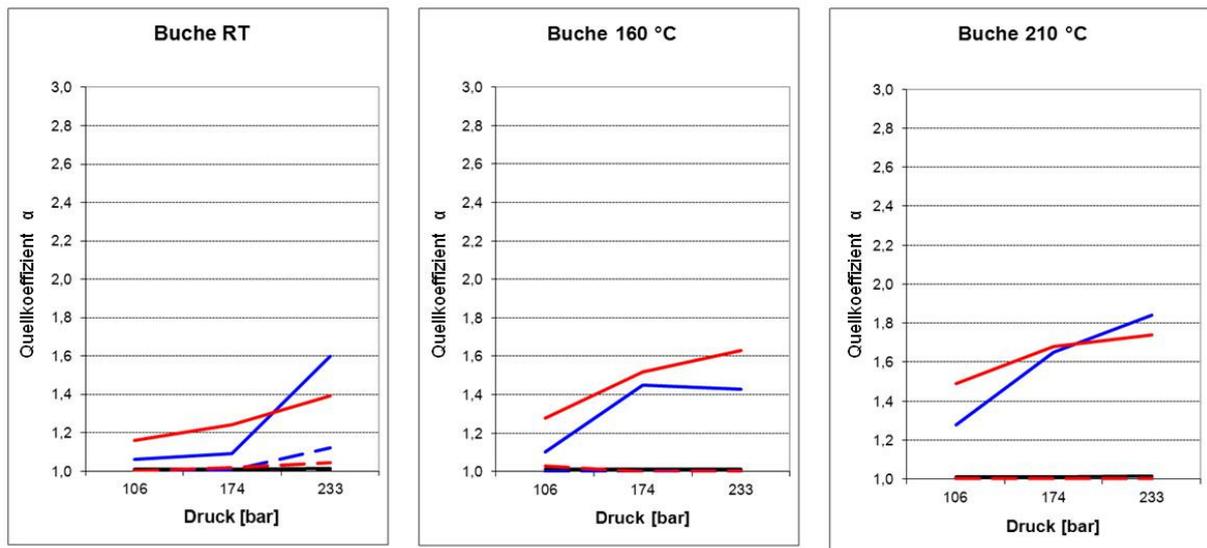


Abb. 35 Zusammenfassende Darstellung der Quellversuche an Bucheprobe

Aufgrund der geringeren Komprimierung der Bucheprobe im Vergleich zu den Nadelholzproben während des Pressversuches sind die Quellkoeffizienten entsprechend geringer. Die charakteristische Zunahme der Werteunterschied mit steigender Temperatur- und Druckbeaufschlagung ist ebenfalls deutlich zu erkennen.

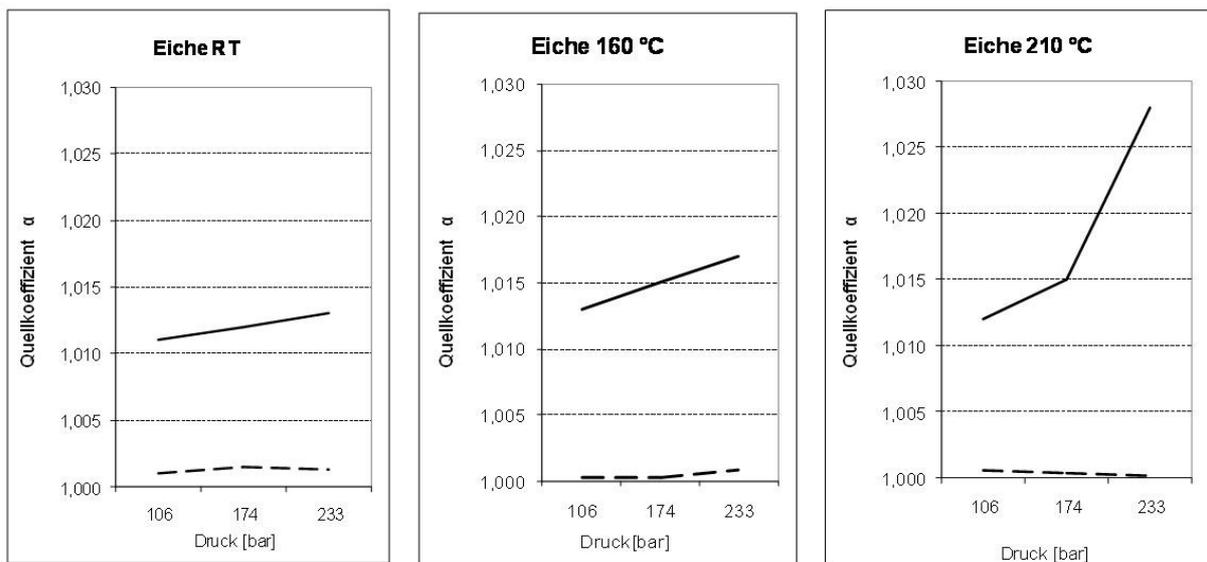


Abb. 36 Zusammenfassende Darstellung der Quellversuche an Eichenproben

Das Quellverhalten von Eiche kann nur in axialer Richtung beurteilt werden, da die Prüfkörper in radialer sowie in tangentialer Belastungsrichtung während der Kompressionsversuche vollständig zerstört wurden. Das dargestellte Rückstellverhalten von Eichenproben in axialer Richtung ist mit denen der anderen Holzarten vergleichbar.

Für alle im Quellversuch verwendeten Materialproben (Holzwürfel, Holzmehlproben, WPC-Probekörper) wurde die Gewichtszunahme zur Bestimmung der Materialfeuchte dokumentiert. Als Beispiel zeigt Abb. 37 die Feuchtezunahme von Fichtenholzproben (Kompressionsparameter: 210 °C, 233bar) in Abhängigkeit des Lagerzeitraums.

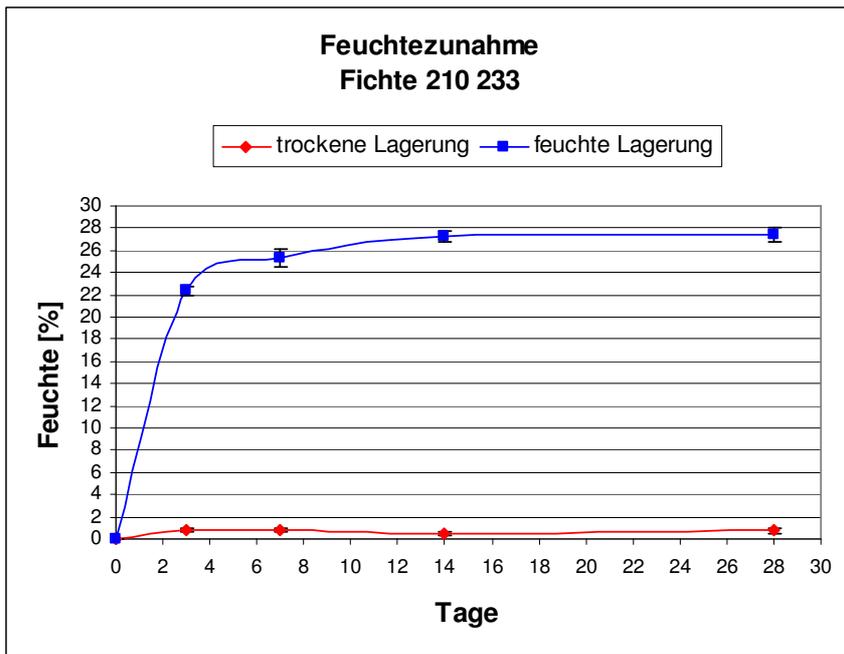


Abb. 37 Feuchtezunahme Fichtenholzproben

Es wird deutlich, dass das Material bei feuchter Lagerung bereits nach 14 Tagen nahezu das Maximum der Feuchteaufnahme erreicht. Hierbei weisen die erreichten Werte von ca. 27% auf eine Fasersättigung hin. Dieses Verhalten konnte bei allen eingelagerten Holzwürfelproben beobachtet werden. Die Feuchteaufnahme der Proben im Exsikkator fiel erwartungsgemäß sehr gering aus.

#### 4.1.5 Ergebnisse der Quellmessung an Holzmehl

Analog zur dem vorherigen Diagramm der Feuchtaufnahme einer Fichtenholzprobecharge ist in Abb. 38 die Holzfeuchte von Fichtenmehl (Kompressionsparameter: 210 °C, 233bar) der Spanfraktion kleiner 400 µm dargestellt. Auch hier zeigt sich ein starker Anstieg der Holzfeuchte in den ersten 7 Tagen der feuchten Lagerung. Die erreichten Feuchtwerte nach 28 Tagen (feuchte Lagerung) lassen sich mit denen der Holzwürfelproben vergleichen.

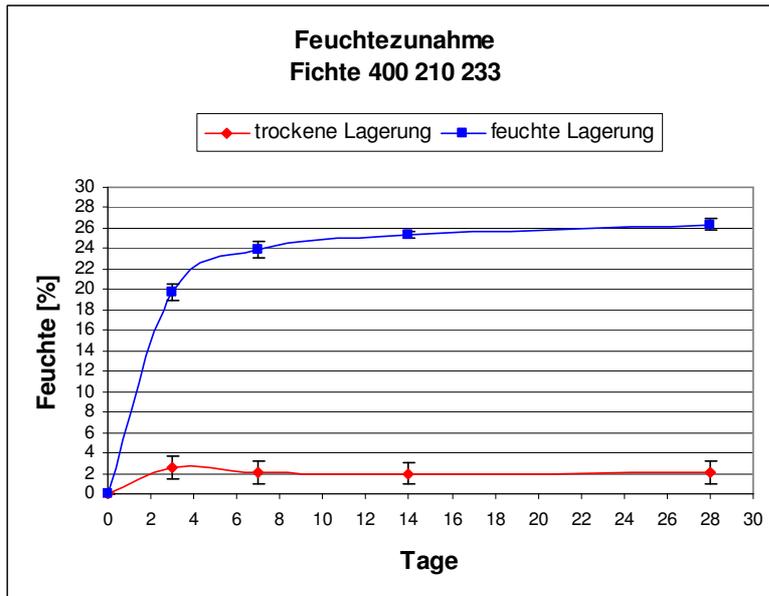


Abb. 38 Feuchtezunahme Fichtenmehlproben

Für Quellversuch an Holzmehlen konnten zum einen nur die Materialien untersucht werden bei denen aus dem Kompressionsversuch ein mechanisch stabiler Probekörper resultierte und zum anderen die während der feuchten Lagerung aufgrund der Quellung nicht zerstört wurden. Folgende Holzmehle bzw. Parameterfelder erfüllten diese Anforderungen:

- Fichtenmehl bis 400 µm (106, 174, 233 bar bei 160 und 210 °C)
- Fichtenmehl von 400 bis 850 µm (174 und 233 bar bei 210 °C)
- Kiefernmehl bis 425 µm (106, 174, 233 bar bei 210 °C)
- Kiefernmehl von 425 bis 600 µm (106, 174, 233 bar bei 210 °C)

In Abb. 39 ist das Quellverhalten von Fichtenmehl der Spanfraktion bis 400 µm dargestellt. Diagrammbetrachtung der Parameterfelder von 160 und 210 °C sowie 106 und 233 bar. Die Auswertung der Quellung bei Raumtemperatur entfällt, da bei der Kompression keine Probekörper resultierten.

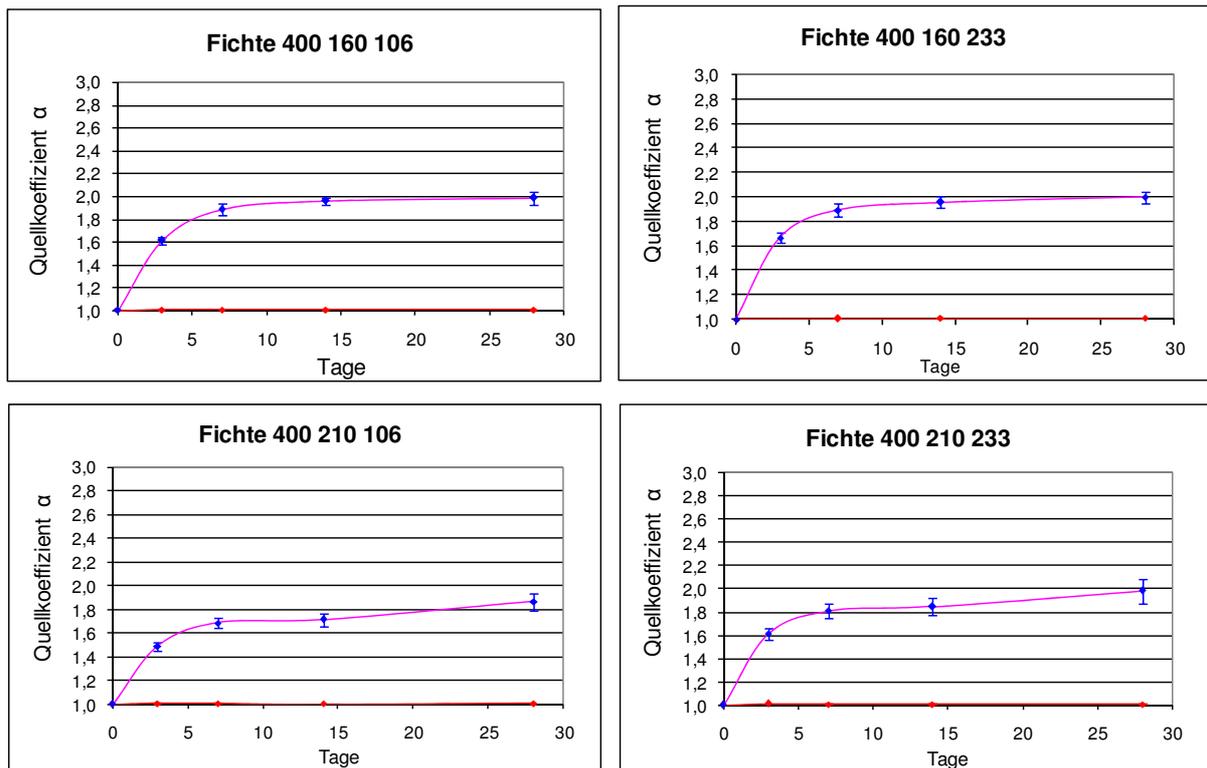


Abb. 39 Quellkoeffizient-Zeit-Diagramme von Fichtenmehl-Quellung

Die ermittelten Quellkoeffizienten der 28 Tage in feuchter Umgebung gelagerten Fichtenmehlproben mit nachweislich erreichter Ausgleichsfeuchte liegen, unabhängig der Temperatur- und Druckparameter des vorangegangenen Kompressionsversuches, im Streunungsbereich bei ca. 2. Die im Exsikkator (trocken Lagerung) eingelagerten Proben weisen kein Rückstellverhalten auf. Dies gilt für alle untersuchten Holzmehlarten und WPC-Mischungen. Daher wird in der weiten Auswertung das Rückstellverhalten bei trockener Lagerung nicht berücksichtigt.

In Abb. 40 und Abb. 41 ist das Quellverhalten von Fichten- und Kiefermehlproben dargestellt. Buchenmehlproben sowie in den Diagrammen nicht enthaltenen Werte der Parameterfelder mit 160 °C waren bei der feuchten Lagerung mechanisch nicht belastbar und daher nicht messbar. Die Diagramme beinhalten die Quellkoeffizienten in Abhängigkeit der Versuchsdrücke. Hierfür wurden die Mittelwerte nach 28 Tagen Lagerung verwendet.

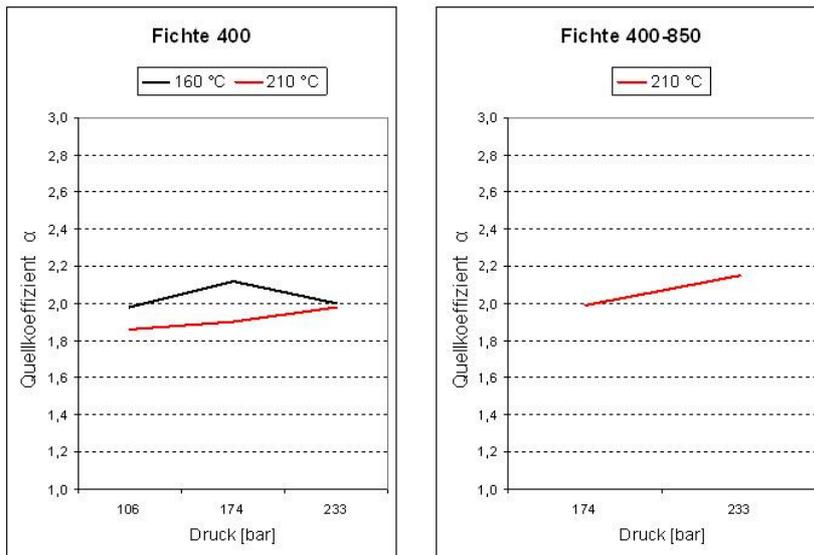


Abb. 40 Zusammenfassende Darstellung der Quellversuche an Fichtenmehlmehl 400 µm/400-850 µm

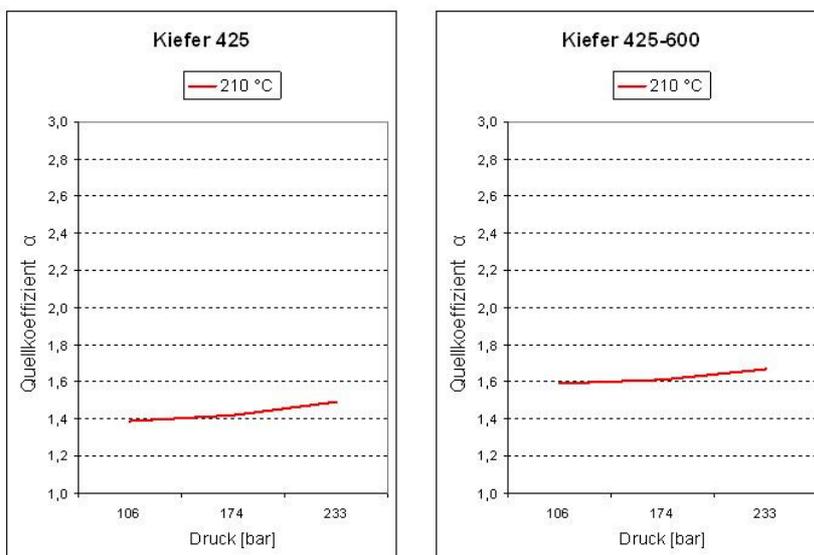


Abb. 41 Zusammenfassende Darstellung der Quellversuche an Kiefermehl 425 µm/425-600 µm

Bei der Einzelbetrachtung der Diagramme wird der Anstieg der Dimensionsfaktoren in Abhängigkeit der Erhöhung des Versuchsdruckes bei beiden Holzmehlarten deutlich. Fichtenmehl weist im Gegensatz zu Kiefernmehl ein wesentlich größeres Quellvermögen auf. Bei einer ganzheitlichen Betrachtungsweise der Diagramme wird deutlich, dass grobe Holzmehlfractionen, trotz der aufgezeigten geringeren Kompression und somit geringeren Dichte des Probekörpers, ein größeres Rückstellvermögen als feinere Spanfraktionen besitzen.

#### 4.1.6 Ergebnisse der Quellmessungen an WPC-Mischungen

Durch die Gewichtsbestimmung der Proben während der Lagerung konnte auch für WPC-Mischungen die Feuchtezunahme bestimmt werden. Im Bezug auf den Holzvolumenanteil der jeweiligen WPC-Mischung konnte festgestellt werden, dass nach 28 Tagen feuchter Lagerung ebenfalls nahezu Fasersättigung erreicht wurde. Diese Feuchtaufnahme ist beispielhaft an einem Fichten-WPC-Material (Knetermischung: Fichte mit einer Spannfraction kleiner 400  $\mu\text{m}$ / PP 35 (70/30) verpresst bei 210°C und 233bar) in Abb. 42 gezeigt.

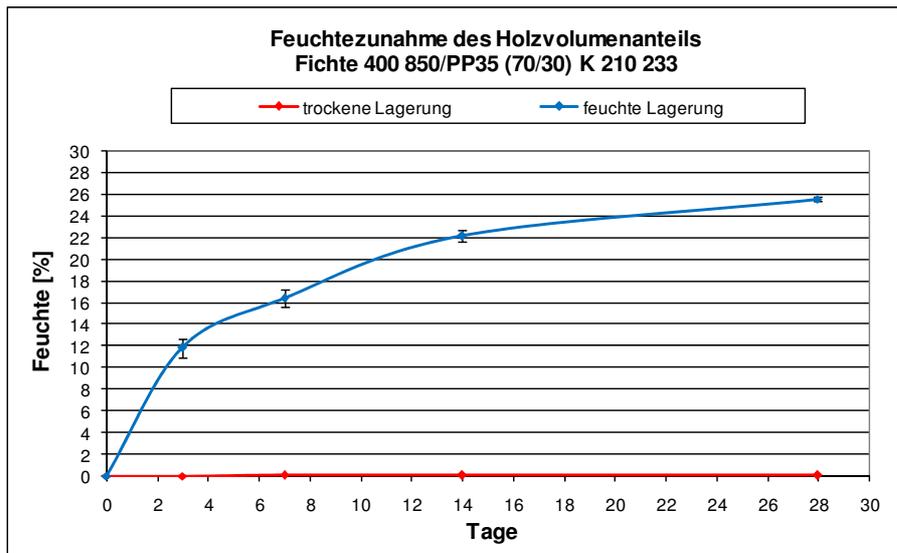


Abb. 42 Feuchtaufnahme Fichte-WPC (Holzvolumenanteil)

Es wird deutlich, dass die Feuchtaufnahme innerhalb des Lagerzeitraumes im Vergleich zu Holz- bzw. Holzmehl-Proben verlangsamt ist. Als Grund hierfür ist die Einbettung und somit Abschirmung der Holzbestandteile innerhalb der Polypropylen-Matrix zu nennen.

In Abb. 43 und Abb. 44 sind die Quellergebnisse von Fichten-, Kiefer- und Buche-WPC-Knetermischungen nach 28 Tagen feuchter Lagerung zusammengefasst. Analog zu dem Verhalten der reinen Holzmehlproben, konnte kein Quellverhalten der WPC-Proben bei trockener Lagerung ermittelt werden.

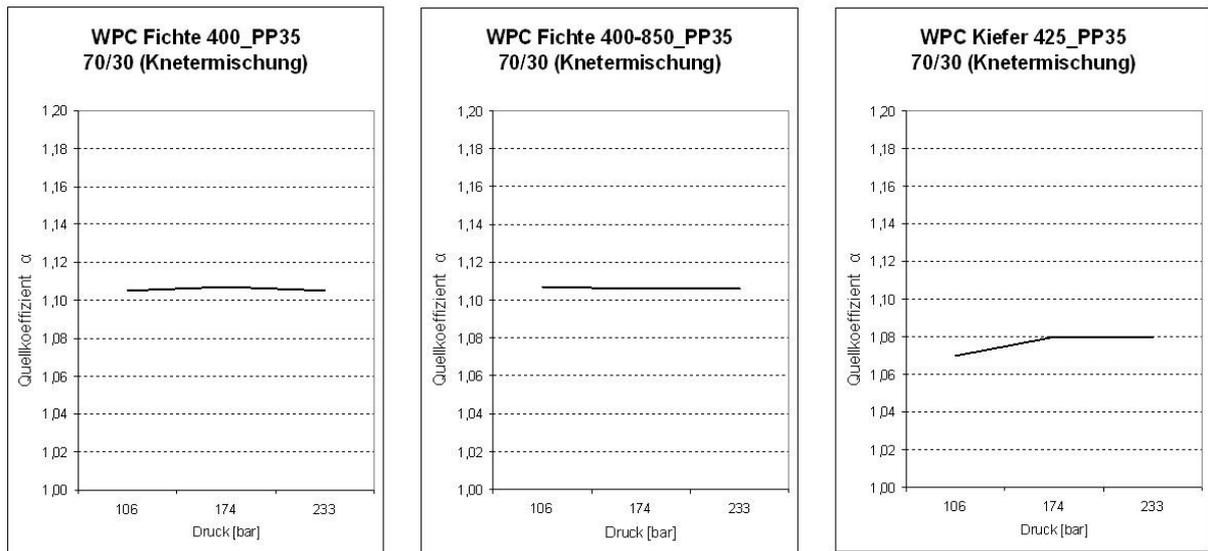


Abb. 43 Zusammenfassende Darstellung der Quellversuche an Fichte- und Kiefer-WPC (gepresst bei 210°C/233bar)

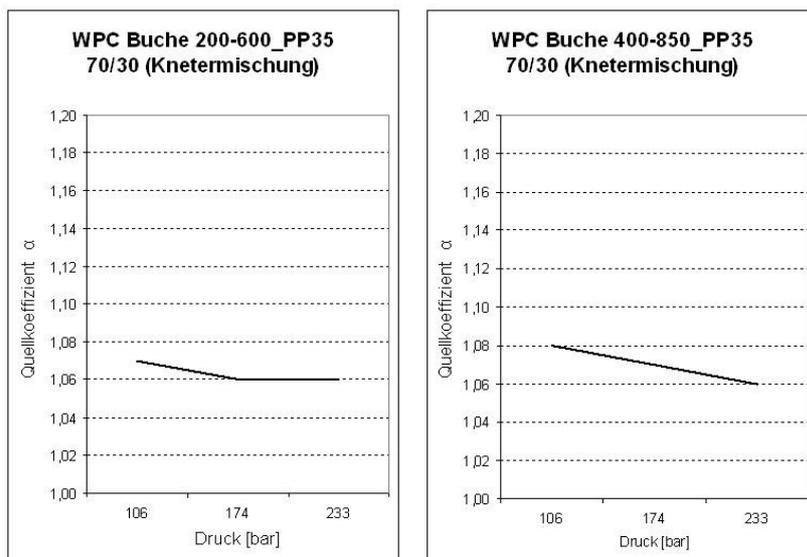


Abb. 44 Zusammenfassende Darstellung der Quellversuche an Buche-WPC (gepresst bei 210°C/233bar)

Die dargestellten Diagramme beinhalten die Quellkoeffizienten in Abhängigkeit der Versuchsdrücke. Hierfür wurden das Ausgangsmaterialien bei 210°C verpresst und die Mittelwerte nach 28 Tagen feuchter Lagerung verwendet. Bei einer ganzheitlichen Betrachtungsweise der Diagramme wird deutlich, dass WPC-Proben mit Fichtenmehl im Gegensatz zu Kiefer- und Buchenmehl einen größeren Dimensionsfaktor aufweisen. Hierbei erreichen WPC-Fichtenmehlproben Werte bis zu 1,105. Im Vergleich zu den ermittelten Quellkoeffizienten von Vollholz- (max. 2,7) und Holzmehlproben (max. 2,15) fallen die Werte aller untersuchten WPC-Proben wesentlich geringer aus.

Weiterführend wurden Quellversuche an WPC-Knetermischungen durchgeführt, bei denen die Polymerkomponente variiert wurde. Hier für wurden Knetermaterialien aus BK 4090 mit 70% als Holzkomponente und Polypropylen (PP35) sowie Polyethylen (HDPE) jeweils 30% hergestellt. die Ergebnisse sind in Abb. 45 zusammenfassend dargestellt.

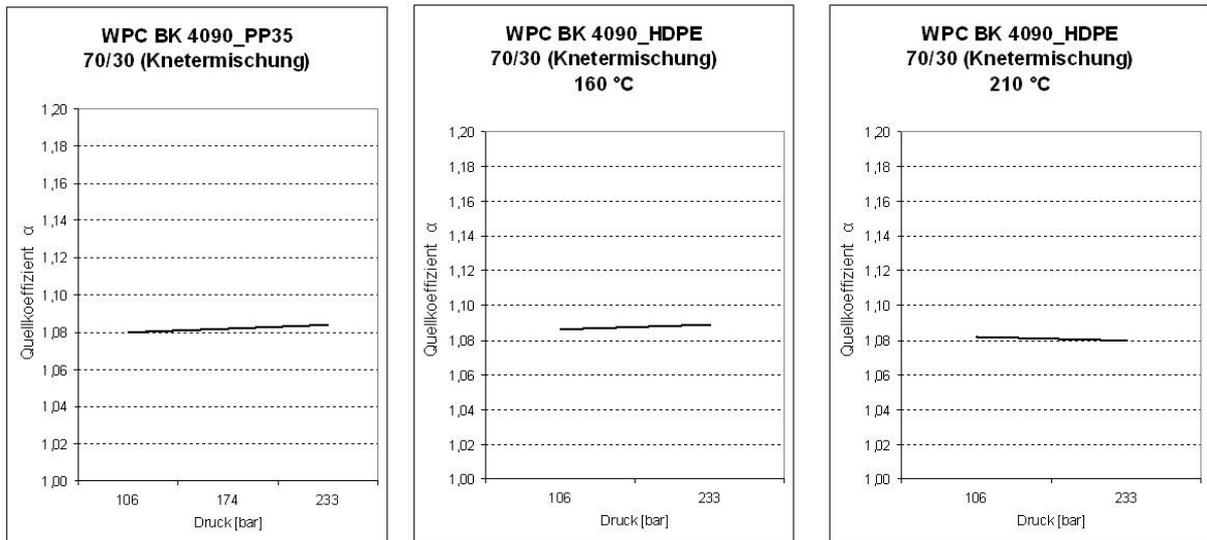


Abb. 45 Zusammenfassende Darstellung der Quellversuche an BK 4090-WPC mit unterschiedlichen Polymeren

Es zeigten sich keinen nennenswerten unterschiede auf das Quellverhalten bei der Variation der Polymermatrix.

Der Einfluss des Herstellungsverfahrens auf das Quellungsverhalten von WPC-Proben wird in Abb. 46 deutlich

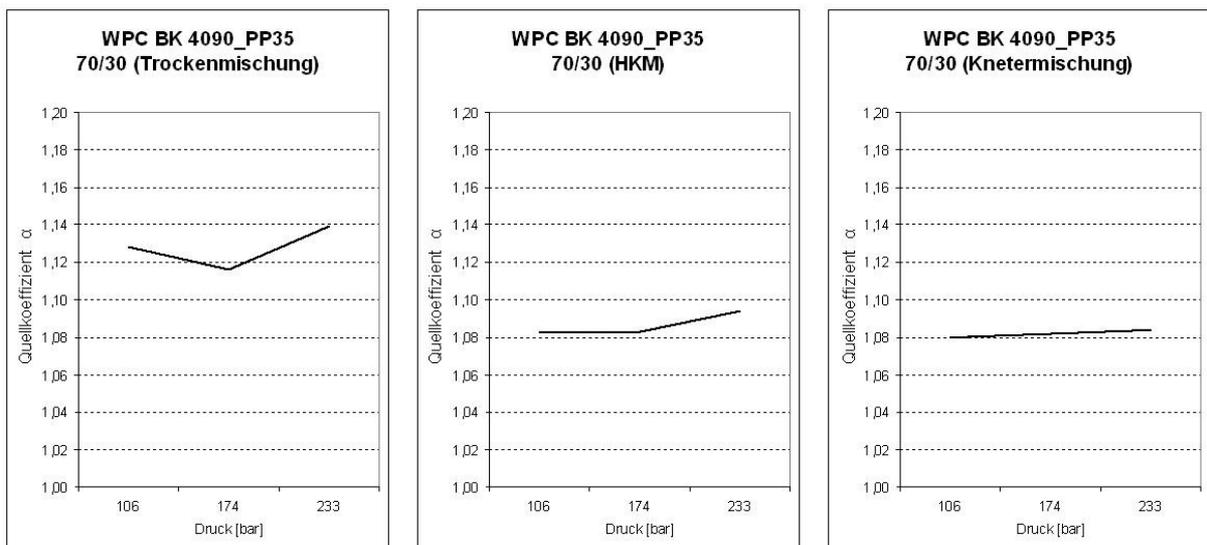


Abb. 46 Quellversuche an WPC (BK 4090-PP [70/30] unterschiedliche Herstellungsverfahren)

Die Probekörper der Trockenmischungen weisen größer Quellkoeffizienten auf. Als Grund hierfür ist die inhomogene Verteilung der vorliegenden Polymer- sowie Holzbestandteile innerhalb der Probe zu nennen.

## 4.2 Quelldruckbestimmung bei Feuchtigkeitsaufnahme

In den folgenden Abbildungen werden die Ergebnisse der Quelldruckmessungen mittels Almemo-Datenlogger graphisch dargestellt.

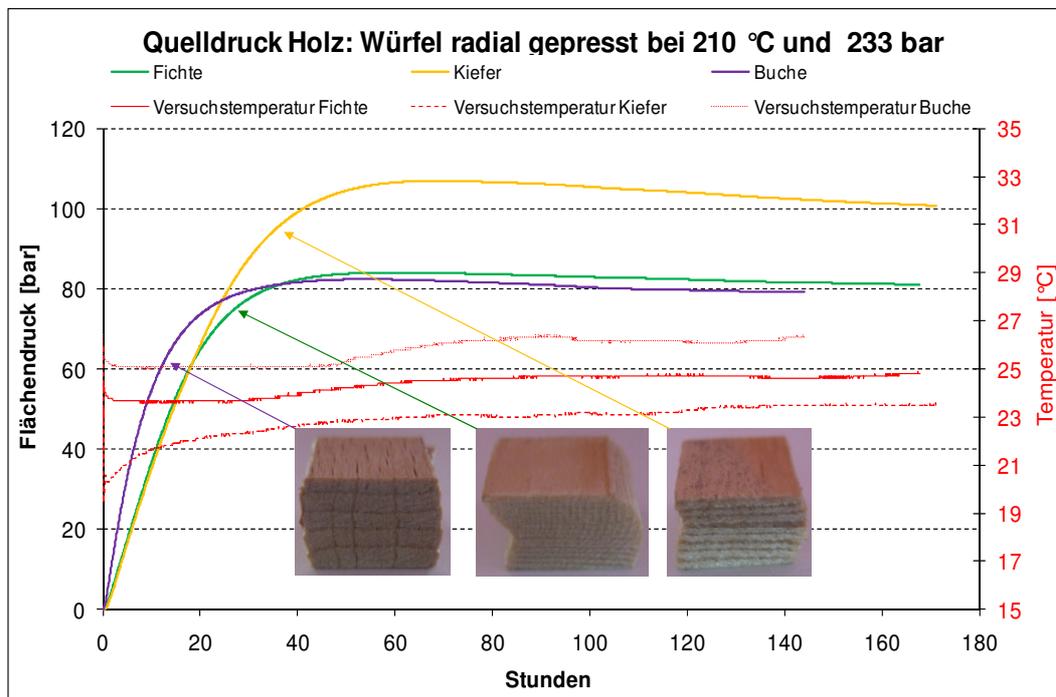


Abb. 47 Zeitabhängige Kurvenverläufe zur Entwicklung des Quelldruckes in radial verpressten Holzwürfeln aus unterschiedlichen Holzarten

Durch die Restriktion in radialer Quellrichtung werden in Buche- und Fichteproben Drücke nach etwa 50 h erreicht, die mit jeweils ca. 83 bar auf gleichem Niveau liegen. Deutlich höher liegt der Quelldruck, der durch die Kieferprobe erreicht wird: 107 bar nach knapp 68 h

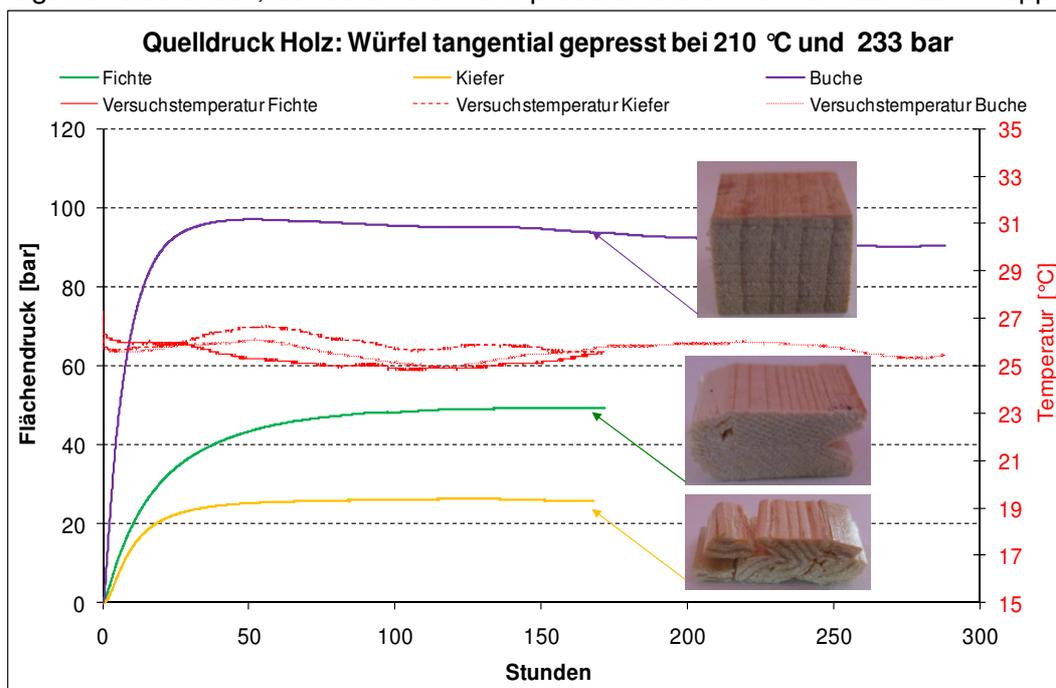


Abb. 48 Zeitabhängige Kurvenverläufe zur Entwicklung des Quelldruckes in tangential verpressten Holzwürfeln aus unterschiedlichen Baumarten

In tangentialer Richtung erreicht Buche bereits nach 47 h das Maximum von 97 bar, während der Quelldruck in Würfeln aus Fichte und Kiefer mit 49,3 bar bzw. 26,3 bar deutlich tiefer liegt und erst nach knapp 159 h bzw. 120 h erreicht wird. Als Folge des Verpressens in tangentialer Richtung kam es zum Bruch der Jahresringstruktur in Fichte- und Kieferholzproben, während der Zellverbund in Würfeln aus Buche erhalten blieb. Durch die weitestgehend intakte Holzstruktur in Buche kann somit ein höherer Quelldruck aufgebaut werden.

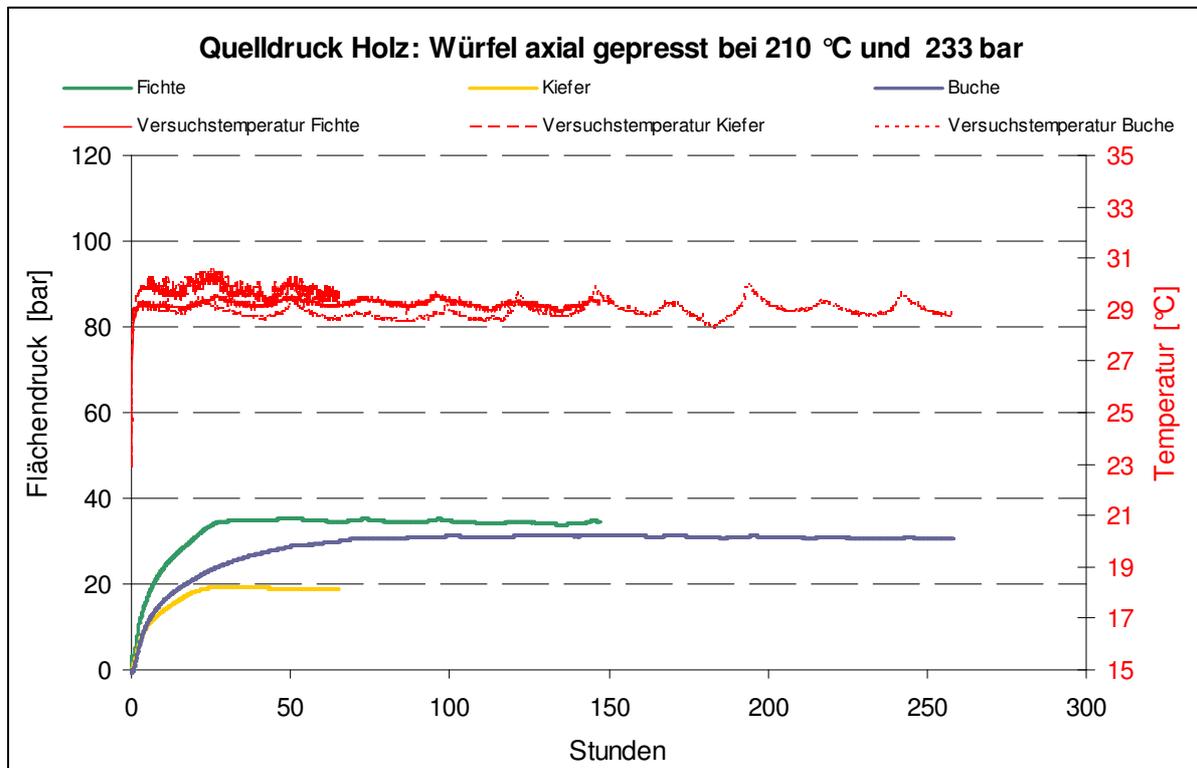


Abb. 49 Zeitabhängige Kurvenverläufe zur Entwicklung des Quelldruckes in axial verpressten Holzwürfeln aus unterschiedlichen Baumarten

Die Quelldrücke in axialer Richtung fallen für die jeweilige Holzart im Vergleich zu den anderen Belastungsrichtungen geringer aus.

Bei allen untersuchten Holzwürfelproben kann festgestellt werden, dass die Relaxationsphase nach Erreichen des Maximaldruckes nur sehr zögerlich einsetzt. Es ist absehbar, dass eine tiefergehende Untersuchung des Bereiches der Relaxation sehr zeitintensiv und wenig zielführend sein würde; aus diesem Grund wurde auf eine umfangreiche Datenaufzeichnung zum Relaxationsverhalten unter restriktierten Quellbedingungen verzichtet. Der Verlauf der Versuchstemperaturen während der Messungen weist auf stabile Bedingungen hin, die geringfügigen Schwankungen liegen in einer Bandbreite von etwa 1,5 °C. Die aufgezeichneten Werte zu den Quelldrücken ergeben einen stetigen Kurvenverlauf.

In einem weiteren Versuch wurde eine in radialer Richtung (210 °C/233 bar) verpresste Fichte-Probe so in dem Messsystem platziert, dass eine Quellung von 10% (10% von Ausgangshöhe der komprimierten Probe) vor der Quellkraftmessung möglich war.

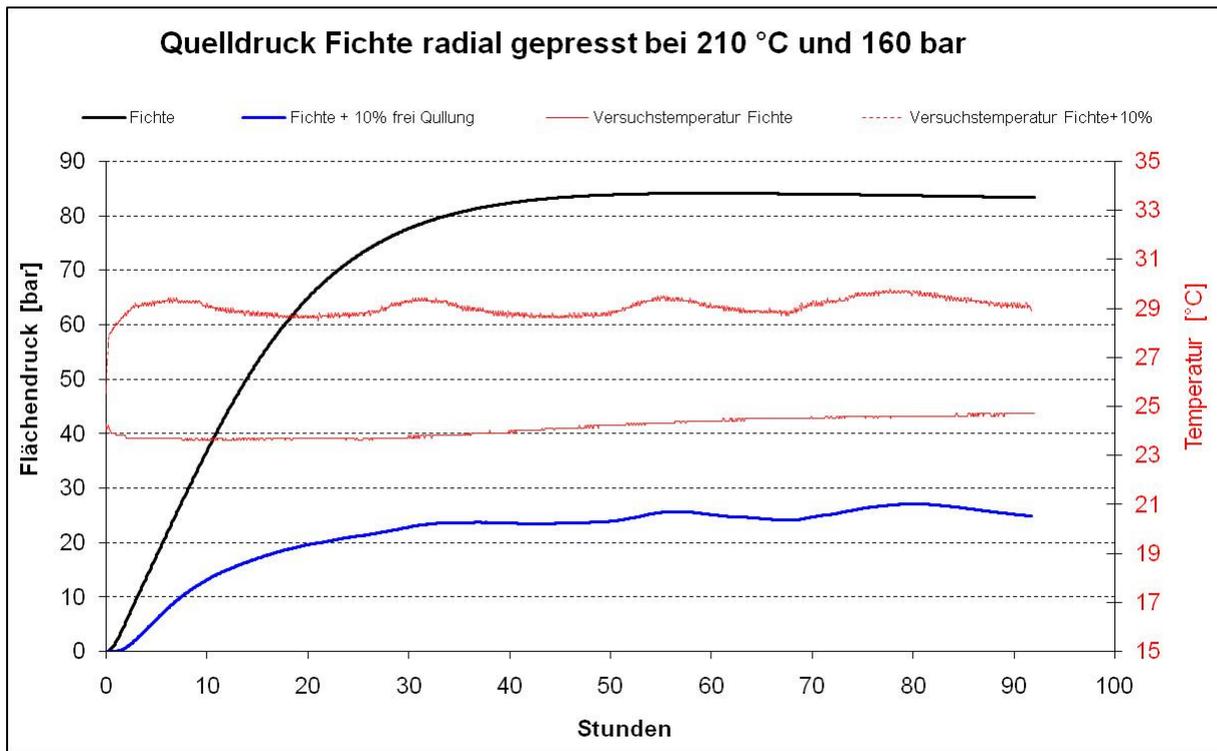


Abb. 50 Zeitabhängige Kurvenverläufe zur Entwicklung des Quelldruckes in radial verpressten Holzwürfeln mit/ohne freier Quellung

Im Vergleich zur restriktierten Fichten-Probe (84 bar), weist die mit 10% freier Quellung einen wesentlich geringeren Flächendruck von 27 bar auf.

Weiterführen wurden Quellkraftmessungen an Fichte-Holzmehlen durchgeführt.

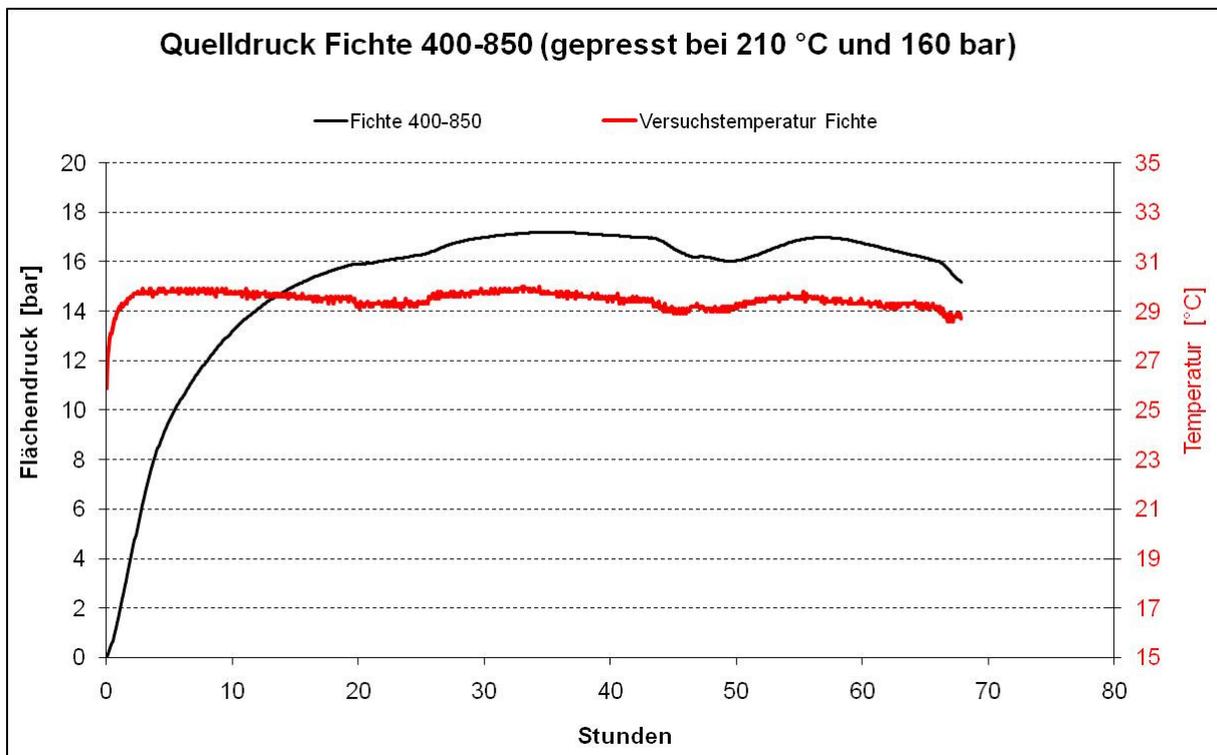


Abb. 51 Quelldruck: Fichtenmehl von 400 bis 850  $\mu\text{m}$

Für diese Versuche an Holzmehlen wurden die komprimierten Materialproben in einem porösen Formkörper eingebracht, um die Mantelfläche der zylinderförmigen Probe zu stützen und somit ein Zerbrechen in Folge der Querquellung zu verhindern. Die Porosität gewährleistet hierbei die zur Quellung notwendige Feuchtaufnahme. Im Ergebnis (Abb. 51) wird ein maximaler Quelldruck von 17,2 bar erstmals nach 34 Stunden erreicht.

Die Ergebnisse der Quelldruckmessungen an einem WPC-Knetmaterial sind im nachfolgenden Diagramm dargestellt.

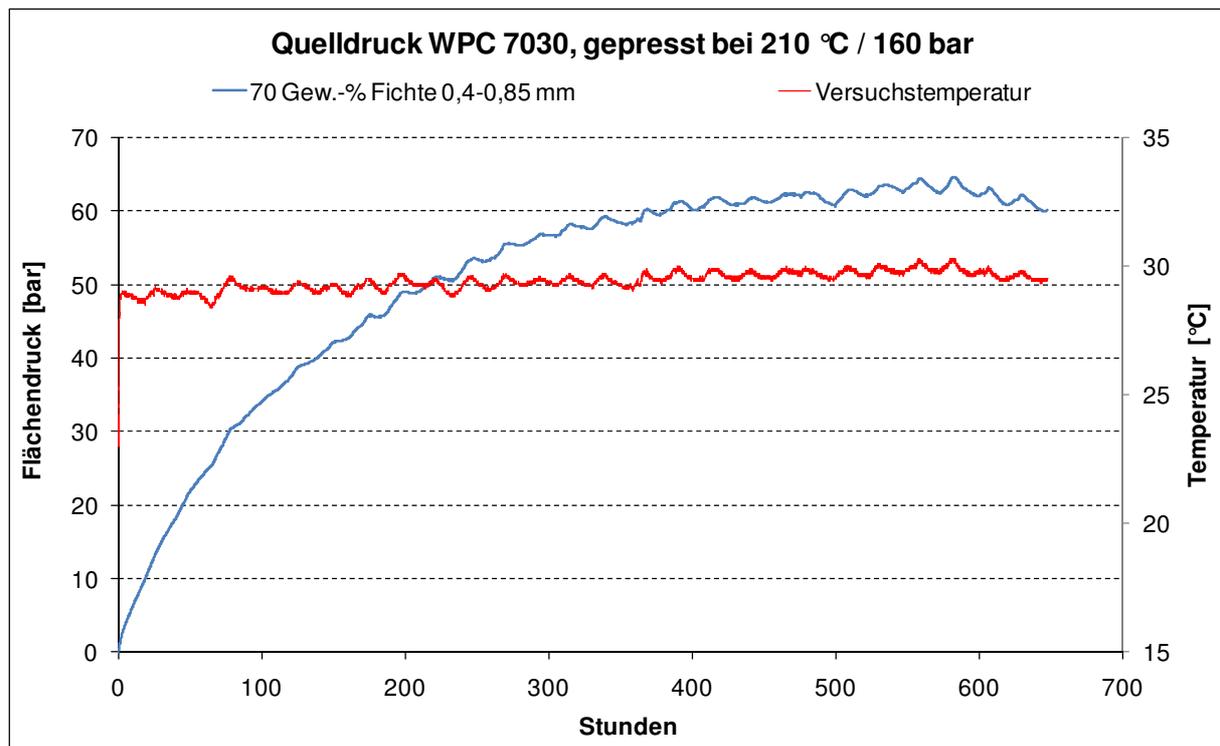


Abb. 52 Zeitabhängige Kurvenverläufe zur Entwicklung des Quelldruckes in WPC 7030

Demgegenüber verhält sich die Kennlinie des WPC-Quelldruckes andersartig: Hier ist, insbesondere im abflachenden Teil des Kurvenanstiegs, ein modulierender Verlauf zu erkennen, der augenscheinlich den Schwankungen der Versuchstemperatur folgt. Im Ergebnis wird durch die WPC-Probe ein Maximalwert von 64 bar nach ca. 560 h erreicht, der betragsmäßig etwa zwischen den Quelldruckwerten von Fichte-tangential und Fichte-/Buche-radial liegt, jedoch entlang der Zeitachse um ein Vielfaches gedehnt ist. Dieser Umstand könnte durch den Polymeranteil im WPC verursacht werden.

## 4.3 Analyse der VOC's

### 4.3.1 Thermodesorption von Kiefenmehl

Die Thermodesorption bei 130 °C und 5 min lieferte 44 identifizierte Substanzen bzw. Stoffklassen. Proben von ca. 0,5 mg wurden bei Temperaturen von bis zu 230 °C für 1 min im Py-GC/MS thermodesorbiert und führten im Ergebnis zu 53 identifizierten Substanzen bzw. Stoffklassen. Die gefundenen Substanzen lassen sich hauptsächlich als Terpene/ Diterpene, Abietinsäure-Derivate und bekannte kohlenhydratstämmige/ ligninstämmige Abbauprodukte des Holzes identifizieren.

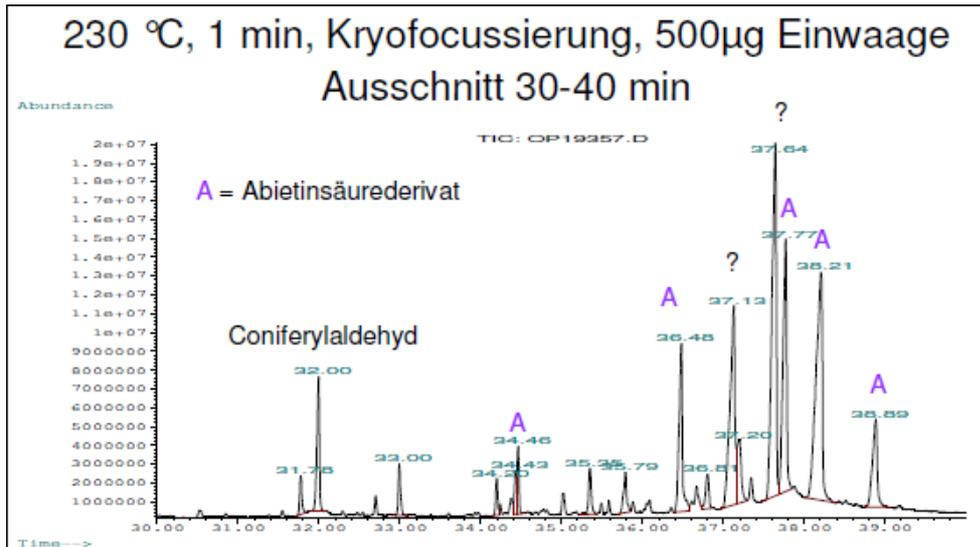


Abb. 53 Messdaten-Darstellung und Substanzzuordnung am Beispiel der Thermodesorption von Kiefenmehl mit dem Pyrolyse-GC/MS-System von Frontier Laboratories Ltd.

### 4.3.2 Evolved Gas Analysis (EGA) von Kiefernmehl

Aus den EGA-Spektrogrammen wurden die 18 am meisten vorkommenden Massenspuren extrahiert und graphisch über die anliegende Temperatur dargestellt.

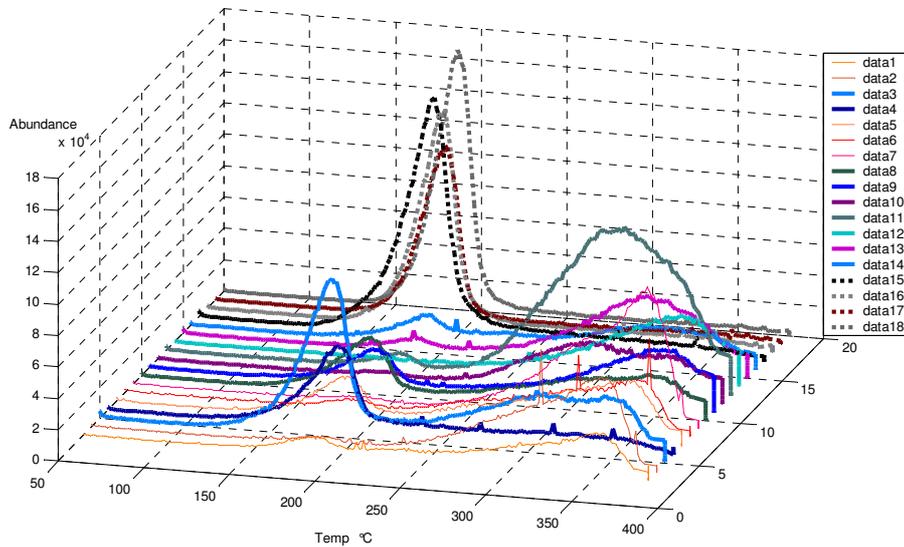


Abb. 54 Massenspuren aus der Evolved Gas Analysis (EGA); es wird vermutet, dass rot schattierte Substanzen (feine Linien) kohlenhydratstämmig und blau schattierte phenolischen Ursprungs (Lignin) sind, während grau-schwarze Spuren (gepunktet) auf Abietinsäure-Derivate hindeuten könnten.

Eine eindeutige Zuordnung wird durch das gleichzeitige Auftreten aller Komponenten, die bei der jeweiligen Temperatur aus dem Holz desorbieren, erschwert. Die Zuordnung einzelner Massenspuren zu Substanzklassen ist daher entsprechend unsicher. Bei Temperaturen von etwa 170 °C desorbieren Abietinsäure-Derivate, bei höheren Temperaturen scheint es zum Abbau von Holzkomponenten zu kommen.

#### 4.3.3 Analyse von TMAH (TetraMethylAmmoniumHydroxid) -Extrakten aus Kiefernmehl

Aus den TMAH-Untersuchungen konnten insgesamt 43 Substanzen benannt werden, die sich vor allem zu Abietinsäure-Derivaten, Fettsäuren (z. T. mehrfach ungesättigt) sowie Disäuren gruppieren lassen.

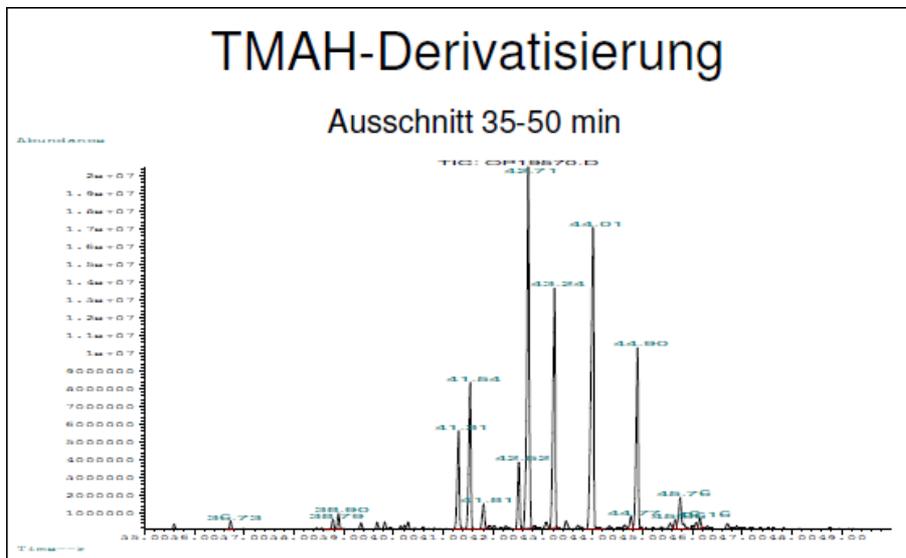


Abb. 55 Py-GC/MS-Messung im Rahmen der TMAH-Analyse von Kiefernmehl

#### 4.3.4 Thermodesorption von Laub- und Nadelholz

Auf Basis der im Zwischenbericht 2009 (Punkt 2.1.4.5) gegenübergestellten Massenspektrogramme von Substanzen aus Splint- und Kernholz der untersuchten Laub- und Nadelhölzer konnten folgende Aussagen getroffen werden.

Sowohl in den Splint- wie in den Kernholzproben finden sich bei höheren Temperaturen größtenteils Holzabbauprodukte. Aus der Vielzahl der möglichen Substanzen wurden Essigsäure, Propensäuremethylester sowie Hexanal detektiert und quantifiziert. In den beiden Holzarten Buche und Eiche lassen sich unterschiedliche Massenkonzentrationen (Anteil in der Holzprobe) dieser Substanzen feststellen (Tab. 9).

Tab. 9 Massenanteil einer Auswahl von Substanzen in Buche und Eiche

	Essigsäure		Propensäuremethylester		Hexanal	
	Substanz/Holz	Anteil	Substanz/Holz	Anteil	Substanz/Holz	Anteil
Buche-Splint						
230 °C	4974 ng/mg	0,497 %	1855 ng/mg	0,186 %	44 ng/mg	0,004 %
210 °C	3124 ng/mg	0,312 %	1053 ng/mg	0,105 %	55 ng/mg	0,006 %
190 °C	2616 ng/mg	0,262 %	424 ng/mg	0,042 %	41 ng/mg	0,004 %
170 °C	954 ng/mg	0,095 %	19 ng/mg	0,002 %	37 ng/mg	0,004 %
150 °C	---	---	---	---	33 ng/mg	0,003 %
Buche-Kern						
230 °C	6548 ng/mg	0,655 %	2320 ng/mg	0,232 %	22 ng/mg	0,002 %
210 °C	4395 ng/mg	0,440 %	842 ng/mg	0,084 %	21 ng/mg	0,002 %
190 °C	2401 ng/mg	0,240 %	36 ng/mg	0,004 %	12 ng/mg	0,001 %
170 °C	1435 ng/mg	0,144 %	---	---	9 ng/mg	0,001 %
150 °C	576 ng/mg	0,058 %	---	---	11 ng/mg	0,001 %
Eiche-Splint						
230 °C	9365 ng/mg	0,937 %	379 ng/mg	0,038 %	---	---
210 °C	6049 ng/mg	0,605 %	170 ng/mg	0,017 %	---	---
190 °C	2772 ng/mg	0,277 %	---	---	---	---
170 °C	794 ng/mg	0,079 %	---	---	---	---
150 °C	---	---	---	---	---	---

	Essigsäure		Propensäuremethylester		Hexanal	
	Substanz/Holz	Anteil	Substanz/Holz	Anteil	Substanz/Holz	Anteil
Eiche-Kern						
230 °C	28001 ng/mg	2,800 %	---	---	---	---
210 °C	25796 ng/mg	2,580 %	---	---	---	---
190 °C	23014 ng/mg	2,301 %	---	---	---	---
170 °C	17406 ng/mg	1,741 %	---	---	---	---
150 °C	12620 ng/mg	1,262 %	---	---	---	---

Unter den 3 Substanzen aus der Tabelle besitzt Essigsäure den höchsten Massenanteil, der grundsätzlich, wie auch Propensäuremethylester, mit steigender Temperatur zunimmt. Hexanal lässt sich nur in sehr geringer Konzentration in Buche nachweisen und zeigt nicht die besagte Temperaturabhängigkeit. Mit Ausnahme der Kiefer-Kernholzprobe finden sich auch in den untersuchten Nadelhölzern Holzabbauprodukte bei höheren Temperaturen, darüber hinaus zeigen sich bei Fichte (Splint und Kern) und im Kiefer-Kernholz zwischen 31 und 40 min ausgeprägte Signale, die auf Harzsäuren bzw. deren Derivate hindeuten. Diese Signalläufe sind hinsichtlich ihrer Intensitäten augenscheinlich weit weniger temperaturabhängig und besitzen vor allem bei den Kernholzproben einen jeweils ansteigenden Basislinienverlauf, der eine Quantifizierung erschwert. Es wurde versucht, den Gehalt an Harzsäuren mittels verschiedener Kalibrier-Substanzen (Hexansäure, Nonanal, Benzaldehyd) in Form entsprechender Äquivalente abzuschätzen (Tab. 9). Dies wurde am Beispiel einer Kernholzprobe aus Kiefer durchgeführt, ein vergrößerter Ausschnitt des Bereichs mit Harzsäuren-Signalen ist in Abbildung 31 zu sehen.

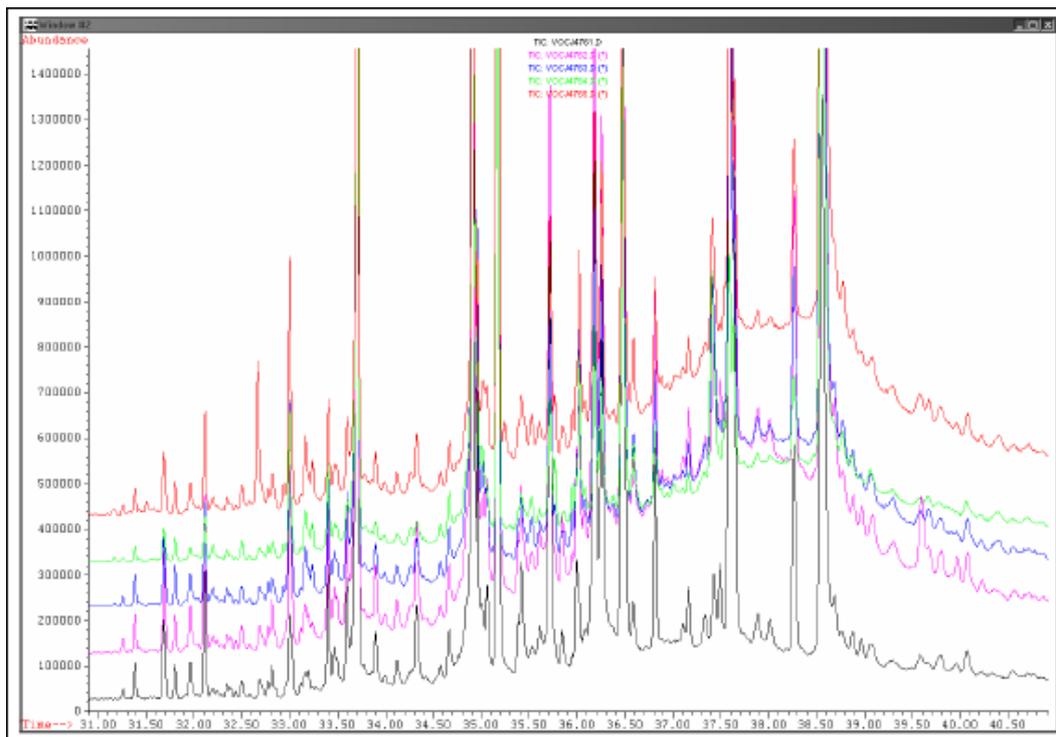


Abb. 56 Massenspektrogramm von Substanzen aus Kiefer-Kernholz im Bereich 31 bis 40 min

Die bereits bei der unteren Grenzwert-Temperatur deutlich ausgeprägten Signalintensitäten lassen die Vermutung zu, dass Harzsäuren bereits bei 150 °C nahezu vollständig thermodesorbieren. Während sich Hinweise auf Harzsäuren bei Fichte sowohl im Splint- als auch im Kernholz finden, kann die Existenz dieser Substanzklasse im Kiefer-Splintholz an Hand der durchgeführten Analyse nicht verifiziert werden.

Zur Äquivalent-Abschätzung werden Kalibriersubstanzen mit jeweils bekannten MS-Signalverläufen, die entlang der Zeitachse im Bereich von Signalen unbekannter Herkunft liegen (sog. „Fingerprint“-Bereich) in definierten und abgestuften Konzentrationen dem Analysensystem, hier also dem GC/MS, injiziert. Die Fläche zwischen Basislinie und Einzelsignal (Peakfläche) entspricht dabei einer bestimmten, bekannten Konzentration. Im Idealfall ist die Zunahme der Peakfläche proportional zur Konzentration (Kalibriergerade). Eine unbekannte Substanz, deren Peak nahezu zeitgleich zur Kalibriersubstanz erscheint, kann mengenmäßig auf Grund seiner Peakfläche äquivalent abgeschätzt werden, mit namentlichem Bezug zur Kalibriersubstanz wird von „Kalibriersubstanz“-Äquivalenten gesprochen.

Tab. 10 Äquivalent-Abschätzung des Harzsäuregehaltes in Kiefer-Kernholz mittels verschiedener Kalibrier-Substanzen

	Kalibriersubstanz					
	Hexansäure		Nonanal		Benzaldehyd	
	Substanz/Holz	Anteil	Substanz/Holz	Anteil	Substanz/Holz	Anteil
230 °C	589 g/kg	58,9 %	39 g/kg	3,9 %	166 g/kg	16,6 %
210 °C	328 g/kg	32,8 %	22 g/kg	2,2 %	93 g/kg	9,3 %
190 °C	472 g/kg	47,2 %	32 g/kg	3,2 %	133 g/kg	13,3 %
170 °C	332 g/kg	33,2 %	22 g/kg	2,2 %	93 g/kg	9,3 %
150 °C	173 g/kg	17,3 %	12 g/kg	1,2 %	49 g/kg	4,9 %

Die Werte aus Tabelle 10 verdeutlichen, dass die Kalibrierung mit Hexansäure keine sinnvollen Ergebnisse liefert. Die Nonanal-Äquivalente bewegen sich im Bereich von ca. 1% bis ca. 4%, Benzaldehyd-Äquivalente von ca. 5% bis ca. 17%, wobei der jeweils tiefste bzw. höchste Wert dem analogen Temperaturwert zuzuordnen ist. Aus Literaturangaben geht hervor, dass der Gehalt an Harzsäuren im Kernholz von Kiefer bis zu 9% betragen kann (15). Vor diesem Hintergrund sind die Nonanal-Äquivalente zu niedrig, die Benzaldehyd-Äquivalente entsprechen eher den Werten aus der Literatur.

Substanzen im Zeitintervall 7 – 22 min aus der Kiefer-Kernholzprobe (Abb. 56) wurden allgemein als Terpene identifiziert und als Substanzfamilie quantifiziert (Tab. 11). Eine temperaturunabhängige Konzentration weist der Hexanal-Peak bei ca. 7,5 min in der Kiefer-Splintholzprobe auf (Tab. 11).

Tab. 11 Terpenegehalt im Kiefer-Kernholz / Hexanalgehalt im Kiefer-Splintholz

	Substanz/Holz	Anteil		Substanz/Holz	Anteil
230 °C	3984 ng/mg	0,398 %	230 °C	199 ng/mg	0,020 %
210 °C	1648 ng/mg	0,165 %	210 °C	184 ng/mg	0,018 %
190 °C	1972 ng/mg	0,197 %	190 °C	198 ng/mg	0,020 %
170 °C	1653 ng/mg	0,165 %	170 °C	281 ng/mg	0,028 %
150 °C	1013 ng/mg	0,101 %	150 °C	220 ng/mg	0,022 %

## 4.4 Synthese von WPC mit VOC-Ersatzstoffen

### 4.4.1 Weiterführend Vorversuche

Im Rahmen von ergänzenden Vorversuchen, auf Basis der bereits gewonnenen Ergebnisse zu dieser Thematik (Zwischenbericht 2010), sollte zunächst der Einfluss des Knetverfahrens sowie der VOC-Trägermaterialien auf die OIT-Werte genauer charakterisiert werden. Hierfür wurde zu Beginn der Untersuchungen das pulverförmige Material PP 35 (Moplen HF 500 N) im Hinblick auf eine gemutmaßte gut Mischbarkeit zur Herstellung von homogenen „Kaltmischungen“ (verworfenene Probenherstellung) als Ausgangsmatrixmaterial ausgewählt.

PP 35 wurde in der ersten Versuchsreihe mit 15% und 30% (Gewichtsprozent bezogen auf Gesamteinwaage 45g) Mikrokristalline Cellulose (MCC) compoundingiert und zu Miniatur-Prüfkörpern verarbeitet. Die Ergebnisse der OIT-Messungen sind in Abb. 57 dargestellt.

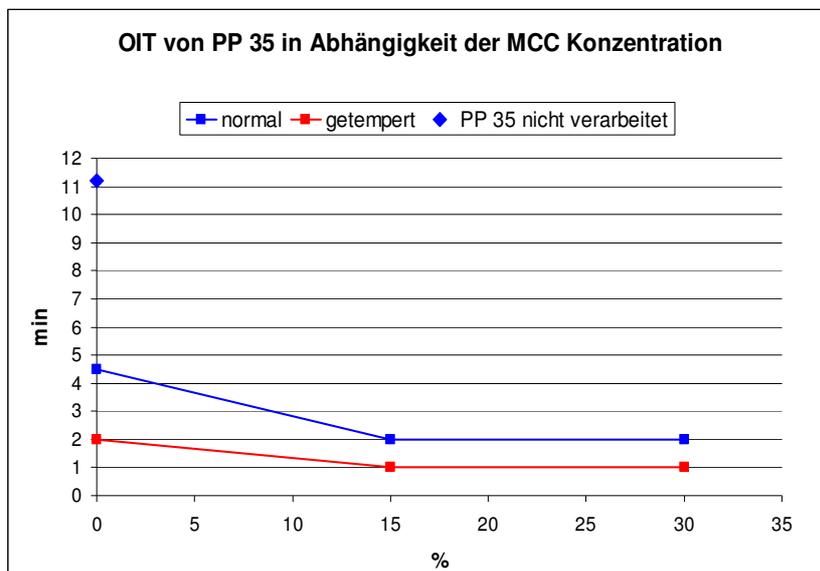


Abb. 57 OIT (PP35) in Abhängigkeit der MCC-Gewichtskonzentration

Nicht verarbeitetes PP35 Pulver (Blindprobe) hat eine OIT von ca. 11 min. Der Vergleich mit verarbeiteten Material (blaue Kurve: OIT-Wert mit 0% MCC [4,5 min]) verdeutlicht, dass durch den Compoundingprozess mit anschließendem Probekörperspritzguss das Material thermisch geschädigt wird. Durch das Tempern der Materialproben wird die OIT (rote Kurve: OIT-Wert mit 0% MMC [2 min]) zusätzlich verringert. Des Weiteren zeigt sich ein signifikanter Einfluss auf die Messergebnisse durch das Zudosieren von MCC (Reduzierung der OIT-Werte um ca. 50%). Offensichtlich verhält sich MCC nicht in dem Maße chemisch inert, dass MCC als Adsorptionsmittel für VOC-Ersatzsubstanzen als geeignet betrachtet werden kann. Aus diesem Grund wurde ein zweiter Vorversuch durchgeführt, bei dem das technische Holzmehl BK 4090 als Adsorptionsmittel-Variante eingesetzt wurde. Die Ergebnisse dieser Versuch sind in Abb. 58 dargestellt.

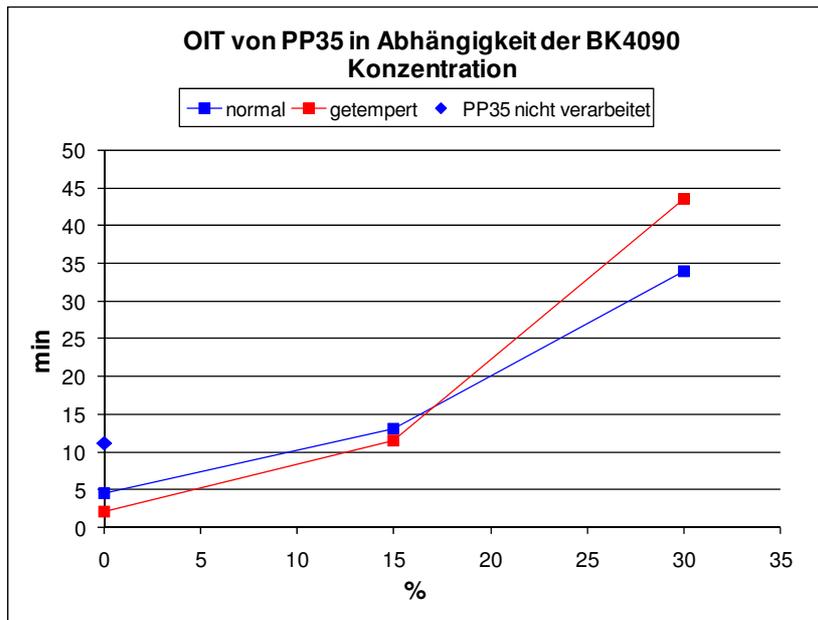


Abb. 58 OIT (PP35) in Abhängigkeit der BK4090-Gewichtskonzentration

Die dargestellten OIT-Ergebnisse zeigten eine deutliche stabilisierende Wirkung von BK4090 auf PP35. Bei einer ganzheitlichen Betrachtung der Ergebnisse aus Abb. 57 und Abb. 58 wird deutlich, dass die ermittelten OIT-Werte unter Einsatz von PP 35 sehr gering (kurz) ausfallen. Der Nachweis einer OIT reduzierenden VOC-Wirkung ist mit PP 35 daher nur bedingt möglich. Für weitere Untersuchungen wurde daher das Polypropylen PP 4 Borealis HC 205 TF ausgewählt.

Auf Basis der durch die Vorversuche erarbeiteten Erkenntnisse wurden zwei nachfolgende Versuchsreihen bearbeitet.

1. PP4 / BK4090 mit VOC-Ersatzstoffen (Dotierung der VOC nach Molarität)
2. PP4 / MCC mit VOC-Ersatzstoffen (Dotierung der VOC mit real gemessenen Konzentrationen)

#### 4.4.2 Versuchsreihe 1

In der Versuchsreihe 1 wurden die ausgewählten Chemikalien (VOC-Ersatzstoffe) mit einem zur PP-Matrix konstanten Verhältnis von 0,25 mol/mg<sub>PP</sub> (siehe Zwischenbericht 2010) zugegeben, um die Wirkung der gleichen Anzahl von Molekülen vergleichen zu können. Der prozentuale Gewichtsanteil des als Adsorptionsmittel eingesetzten BK4090 wird hierbei einsprechend der Chemikalienkonzentration reduziert. Neben der OIT-Analyse dieser Materialien wurden Biegeversuche durchgeführt sowie die Schlagzähigkeit bestimmt.

An nicht getemperten Referenz-Materialproben aus BK4090/PP4 konnte aus diesen Versuchen keine OIT aufgrund der stabilisierenden Wirkung von BK4090 ermittelt werden. D.h. nach einer Verweilzeit von über 70 min konnte keine oxidative Abbaureaktion bei den Materialien ohne VOC-Ersatzstoff durch die DSC-Analyse mit einer Haltetemperatur von 170°C festgestellt werden. Hierbei zeigte sich jedoch signifikante OIT-Werte bei den mit VOC dotierten Materialmischungen: Stearinsäure (OIT: 3,5 min), Hexanal (OIT: 33,5 min) Durch die Erhöhung der Haltetemperatur auf 175°C konnten in einem zweiten DSC

Analysedurchlauf Referenz-OIT-Werte ermittelt werden. Diese Ergebnisse sind in der nachfolgenden Abbildung zusammengefasst.

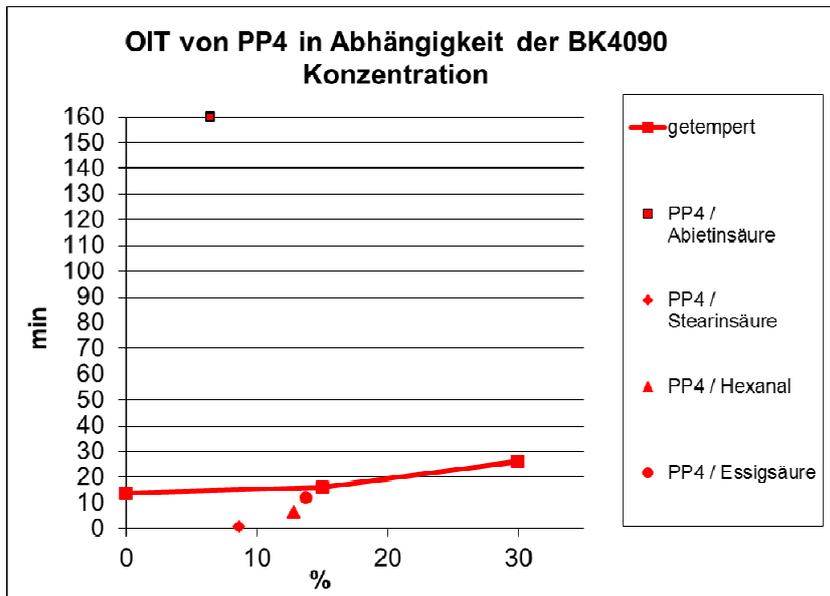


Abb. 59 OIT-Ergebnisse von getemperten Materialproben aus Versuchsreihe 1

Die rote Kurve entspricht hierbei den OIT-Werten des Referenzmaterials ohne VOC-Ersatzstoffe. Es wird deutlich das hauptsächlich Stearinsäure, aber auch Hexanal und Essigsäure die OIT verringern. Eine oxidative Abbaureaktion wurde bei den mit Stearinsäure zugesetzten Material direkt nach der Zuschaltung von Sauerstoff ermittelt. Im Gegensatz dazu bewirkt Abietinsäure eine starke Erhöhung auf 160 min. Auch bei den Versuch zur den mechanischen Materialeigenschaften konnten signifikante Einflüsse durch Stearinsäure ermittelt werden. Als Beispiel hierfür sind in Abb. 60 die ermittelten Biegefestigkeiten mit den jeweiligen Standartabweichungen der Versuchschargen (n=5) der unterschiedlichen Materialmischungen dargestellt.

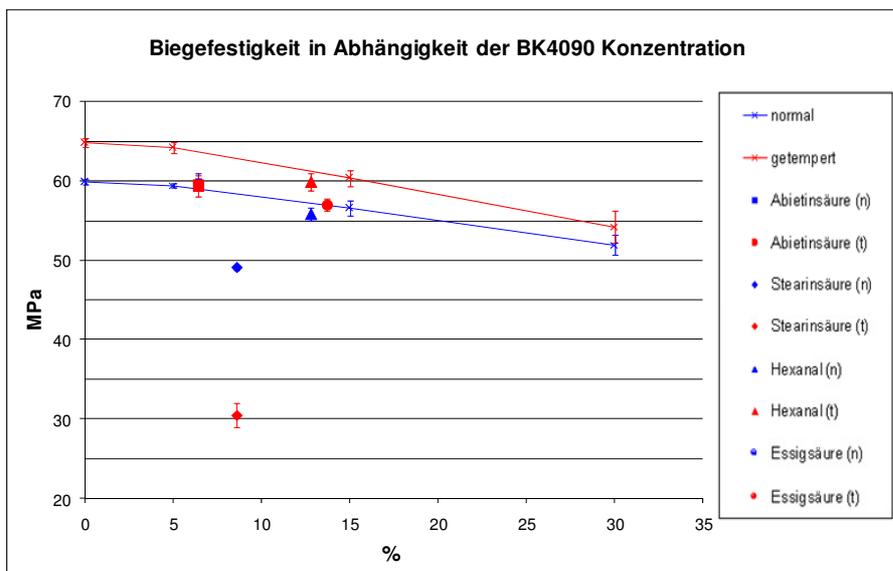


Abb. 60 Biegefestigkeit: Versuchsreihe 1

Auch hier einsprächen die dargestellten Kurven (Blau: nicht getempert / Rot: Getempert) dem Referenzmaterial ohne VOC-Ersatzstoffe. Die Biegefestigkeit des mit BK4090 gefüllten Polypropylens wird durch Zugabe von Stearinsäure von erwartungsgemäßen ca. 58 MPa auf 49 MPa reduziert. Durch das Tempern wird die Biegefestigkeit der Referenzmaterialien, vermutlich hervorgerufen durch eine Rekristallisation der PP-Matrix, gesteigert. Bei den Materialproben mit Stearinsäure werden diese hohen Werte um mehr als 50% reduziert, welches als eine gravierende Eigenschaftverschlechterung zu beurteilen ist. Noch eindeutiger fallen die Ergebnisse der Schlagzähigkeit (Abb. 61) aus.

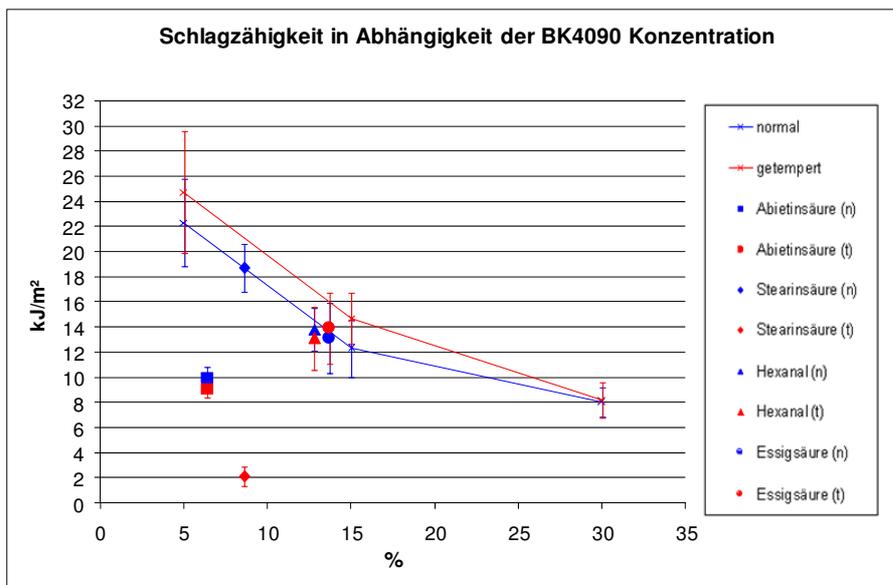


Abb. 61 Schlagzähigkeit: Versuchsreihe 1

Neben Stearinsäure (nur die getemperten Proben) lassen sich auch durch Abietinsäure Effekte beobachten, die die Werte der Schlagzähigkeit im Vergleich zur Referenz herab setzen. Da die starke Reduzierung der Schlagzähigkeit durch Zugabe von Stearinsäure nur bei getemperten (also einer künstlichen Alterung unterzogen) Materialproben nachgewiesen werden konnte, kann vermutet werden dass dieser Effekt auf eine Abbaureaktion der PP-Matrix zurückzuführen ist.

#### 4.4.3 Versuchsreihe 2

Im Gegensatz zur Versuchsreihe 1 (Chem.-Dotierung nach Molarität) wurden in der Versuchsreihe 2 die VOC-Ersatzstoffe mit realen Konzentrationen, wie sie aus der Py-GC/MS-Messung bestimmt wurden, den PP4 zugesetzt. Als Chemikalienträgermaterial wurde zunächst 60% MCC verwendet, welches neben einer homogenen Verteilung der Chemikalien in der Polymer-Matrix auch als Zusatzkomponente zur Simulation eines hochgefüllten WPC-Materials fungiert. Anhand der dargestellten Analysen zur Bestimmung der VOC wurden folgende Chemikalienkonzentrationen festgelegt:

- Essigsäure: 0,42% und 1,68%
- Hexanal: 0,24%
- Abietinsäure: 5,4%
- Stearinsäure: 1,2% und 3%

Um das Zusammenwirken der unterschiedlichen Chemikalien und einen eventuellen Einfluss auf die Polymer-Matrix zu charakterisieren wurde zusätzlich eine Chemikalienmischung

untersucht. Hierfür wurden alle Chemikalien mit den angegebenen (maximal) Konzentration zusammen dem PP4-MCC-Gemisch zugesetzt. In den nachfolgenden Darstellungen hat dieses Material die Bezeichnung „PP4/MCC viel Chem.“ Weiterhin wurde zur Entwicklung von Rezepturen zur Verbesserung des OIT, wie in den Arbeitspaketen beschrieben, die Wirkungen von Haftvermittler mit 2%, Antioxidant mit 1% sowie, häufig als Gleitmittelzusatz in der WPC-Extrusion verwendetes, Zinkstearat mit 1,34% und 3,36% untersucht. Die herangezogenen Konzentrationen für Zinkstearat beziehen sich auf den Stearinsäure Anteil in der Chemikalie und entsprechen gemäß der Molekülmasse den festgelegten Konzentrationen der reinen Stearinsäure. Die einzelnen Stoffe werden mit den angegebenen Gewichtsprozenten einer konstanten 40/60 Mischung aus PP4 und MCC zugegeben. Die Ergebnisse der OIT-Messungen mit einer Haltetemperatur von 170°C sind in Abb. 62 zusammengefasst. Für die Materialien mit Haftvermittler sowie Antioxdant konnte keine OIT ermittelt werden.

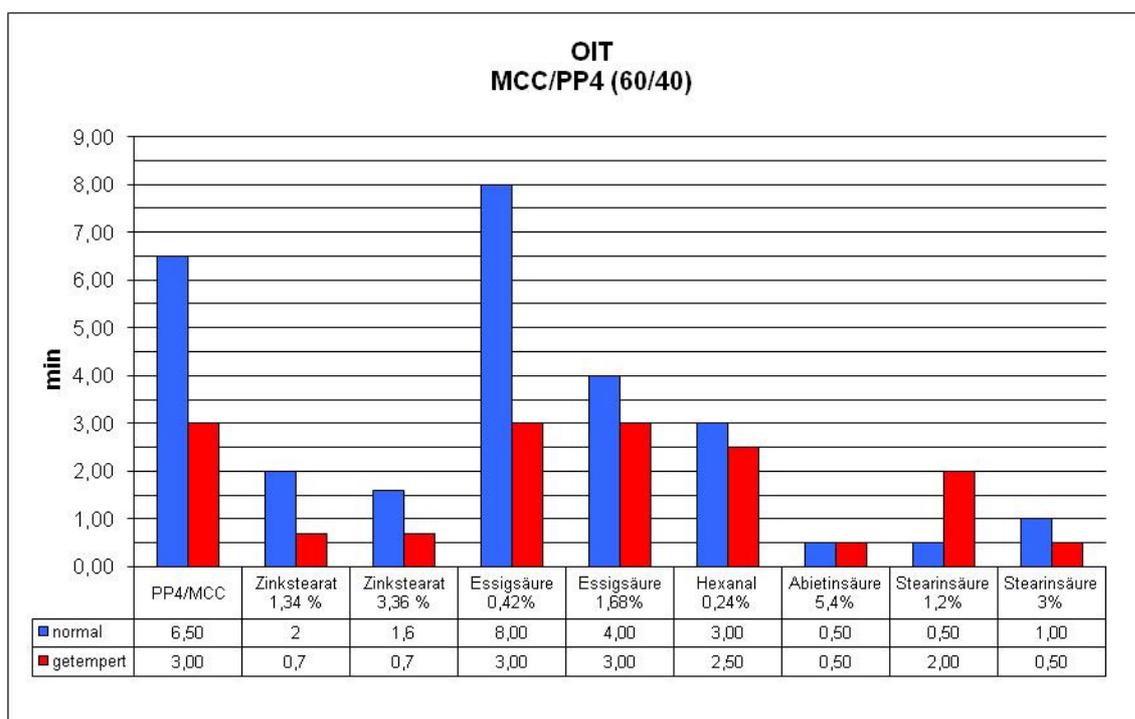


Abb. 62 OIT Versuchsreihe 2

Wie zu erwarten zeigen auch in dieser Versuchsreihe die Materialien mit Stearinsäure aber auch Abietinsäure eine deutliche Reduzierung der ermittelten OIT-Werte. Nicht zu erwarten waren allerdings die sehr geringen OIT der getemperten Proben mit Zinkstearat. Anhand dieser Ergebnisse kann gezeigt werden, dass unter Zugabe von Zinkstearat, als Prozessadditiv zur Optimierung der WPC-Extrusion, eine Schädigung der Polymer-Matrix während der Verarbeitung bzw. im Zuge umweltbedingter Alterung durch erhöhte oxiditive Abbaureaktionen nicht auszuschließen ist. Auf der anderen Seite zeigen die Materialanalysen (ohne ermittelbare OIT) mit Haftvermittler und Antioxdant, dass diese Additive einen sehr stark positiven Effekt aufweisen. Die Auswertung der mechanischen Materialprüfungen ist in Abb. 63, Abb. 64 und Abb. 65 zusammengefasst.

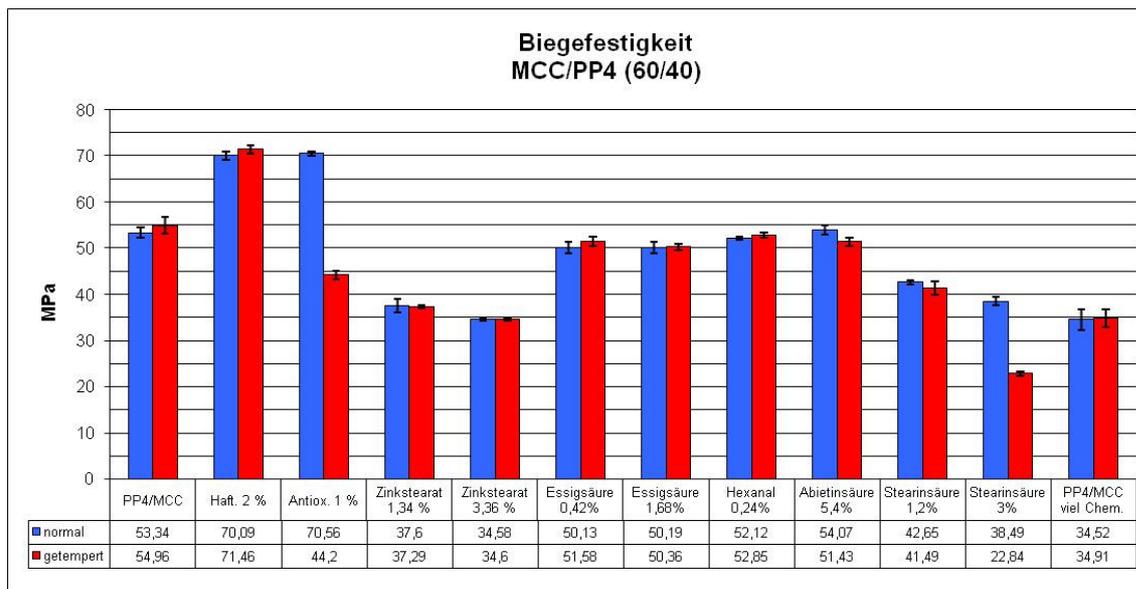


Abb. 63 Biegefestigkeit: Versuchsreihe 2

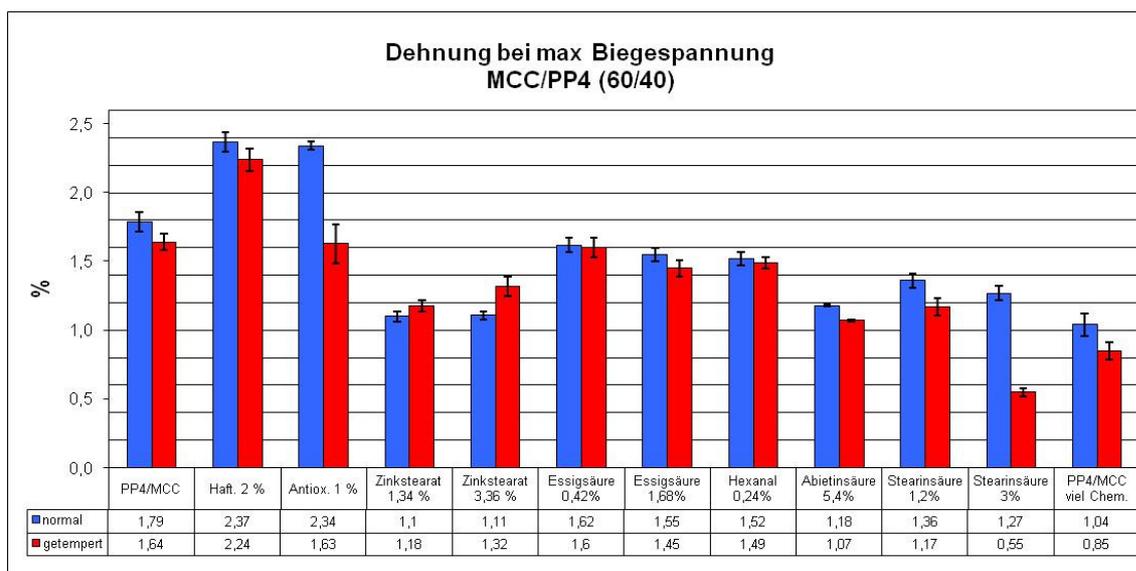


Abb. 64 Biegedehnung: Versuchsreihe 2

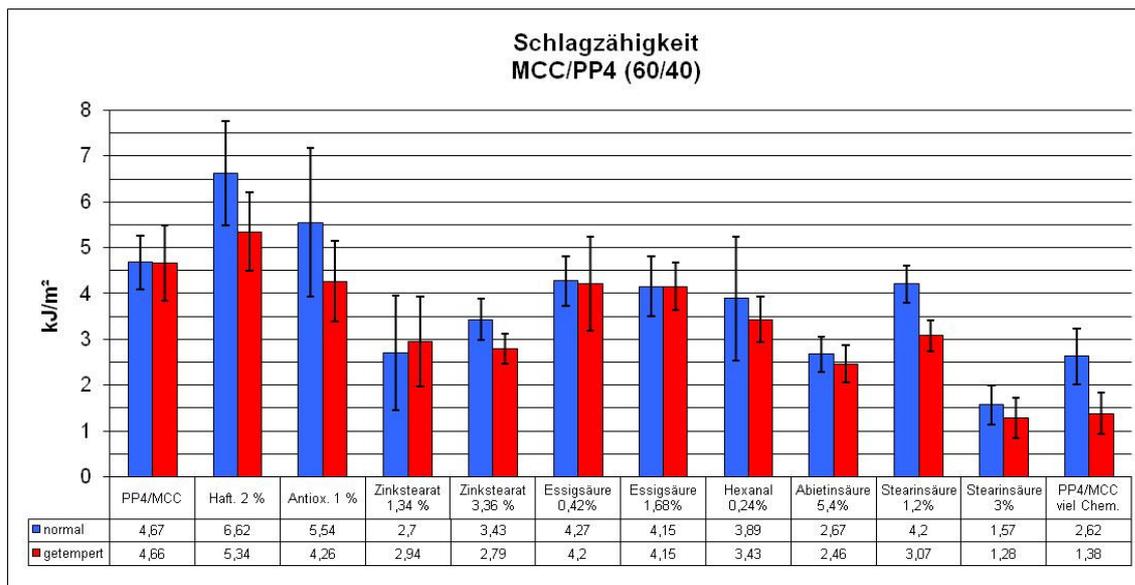


Abb. 65 Schlagzähigkeit: Versuchsreihe 2

Wie zu erwarten wird die Biegefestigkeit, Biegedehnung und Schlagzähigkeit durch den Einsatz von Haftvermittler als auch durch Antioxidant (nicht getempert) im Vergleich zum Referenzmaterial erhöht. Weiterhin zeigt sich bei einer ganzheitlichen Betrachtung der ermittelten Werte auch hier ein signifikanter Einfluss durch Stearinsäure und Zinkstearat. Getemperte Materialproben mit 3% Stearinsäure zeigen im Vergleich zum Referenzmaterial eine Reduzierung der Biegefestigkeit um 58%, der Biegedehnung um 66% und der Schlagzähigkeit um 73%. Bezogen auf einen realen WPC-Verarbeitungsprozess mit frischem Holzmehl (mit hohem Gehalt an flüchtigen Holzbestandteilen) unter Einsatz von Zinkstearat als Gleitmittelzusatz könnten die mechanischen Eigenschaften des erzeugten WPC-Produktes so stark reduziert werden, dass es im Einsatz zu Reklamationen kommt. Ebenfalls kann nachgewiesen werden, dass Abietinsäure wie in Versuchsreihe 1 sich vorwiegend negativ auf die Schlagzähigkeit auswirkt.

Analog zu dieser Versuchsreihe 2 auf Basis einer 60/40-Mischung MCC/PP wurden weiterführend die untersuchten Chemikalien und Additive mit den festgelegten Konzentrationen in eine 60/40-Mischung BK4090/PP eingebracht und ebenfalls hinsichtlich ihrer Wirkungen auf den OIT und mechanischen Eigenschaften untersucht. Anhand der hierbei gewonnenen Ergebnisse lassen sich keine zusätzlich neuen Erkenntnisse treffen. Sie sind in ihrer Aussage mit dem bereits dargestellten Erkenntnissen identisch und werden daher an dieser Stelle nicht ausführlich dargestellt.

#### 4.5 Modellrechnung

Neben den dargestellten negativen Wechselwirkungen, einiger der als VOC-Ersatzstoffe ausgewählten Substanzen, mit der WPC-Polymermatrix ist die materialimmanente Spannungssituation zu berücksichtigen, die sich durch das Quellverhalten der Holzbestandteile ergeben. Zum einen wird bei der Extrusion von WPC das Holz sehr weit, auf Werte meist kleiner 1 % Feuchtigkeit, heruntergetrocknet, zum anderen wird das Holz stark verdichtet. Es ist daher davon auszugehen, dass durch Quellung der Holzpartikel im Extrudat (fertigen WPC-Produkt) die umschließende Polymermatrix auf Zug belastet wird und damit anhaltend unter Spannung gesetzt wird. Als Ansatz für eine theoretische Erarbeitung dieser Arbeitshypothese dient das folgende Model. (Abb. 66)

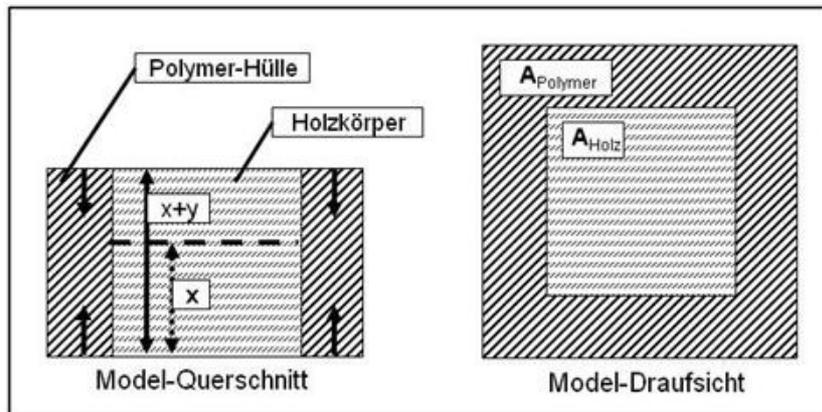


Abb. 66 Schema des Modelansatzes

Der Modelansatz beinhaltet einen vereinfachten einachsigen Spannungszustand eines Holzkörpers, welcher mit Polymer ummantelt ist (ideal haftend). Infolge der Holzkörper-Quellung, aufgrund von Feuchteaufnahme, wird die Ausgangshöhe  $x$  (darrtrocken) um einen Wert  $y$  erhöht. Dem, durch einen Quelldruck der Fläche ( $A_{\text{Holz}} = 1 \text{ mm}^2$ ) induzierten, Verformungspotential des Holzkörpers steht die Fläche  $A_{\text{Polymer}}$  mit den elastisch (/plastischen) Materialeigenschaften des Polymers entgegen. Das sich einstellende Spannungsgleichgewicht der beiden Materialkomponenten hat eine Dehnung in der Polymer-Hülle unter konstanter Zugspannung zufolge. Um diesen materialimmanenten Stress auf das Polymer abschätzen zu können, wurden auf Basis dieser Arbeitshypothese die umfangreichen Kompressions- und Quelluntersuchungen an unter WPC-Prozess ähnlichen Bedingungen behandelten Holz-, Holzmehl- und WPC-Proben vorgenommen. Am Beispiel von Fichtenholz wenden nachfolgend theoretische Ansätze zu dieser Thematik dargestellt.

Um eine Vergleichbarkeit der Quellbedingungen herzustellen, kann zunächst die Holzdicke herangezogen werden. In radialer und tangentialer Richtung bei  $210^\circ\text{C}$  und  $233 \text{ bar}$  komprimierten Fichten-Würfelproben weisen direkt nach den Kompressionsversuchen eine Dichte von ca.  $1,1 \text{ g/cm}^3$  auf. Der Holzvolumenanteil in den untersuchten Fichte-WPC-Material (Knetermaterialien) hat nach der Kompression mit gleichen Versuchsparametern eine Dichte von  $1,25 \text{ g/cm}^3$ . Es wird deutlich, dass die Holzstrukturen in den Würfelproben sowie im WPC-Material ähnlich stark komprimiert sind. Dies belegen auch Mikroskop-Aufnahmen der Materialproben.

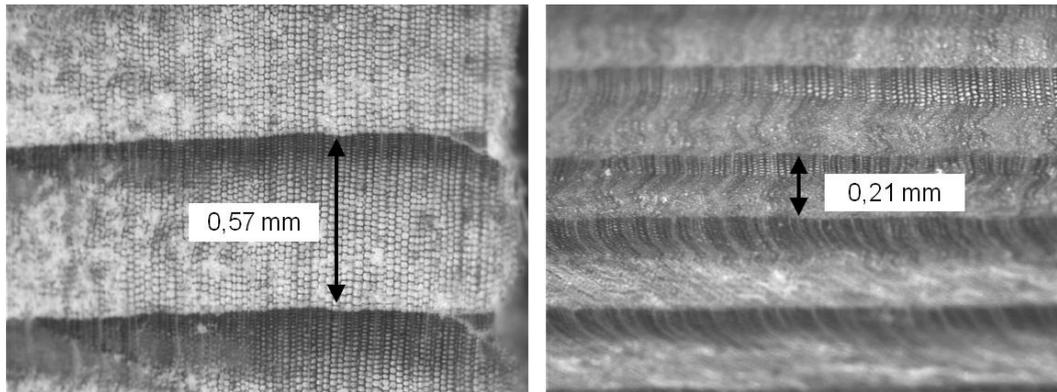


Abb. 67 Fichte-Holzprobe vor (links) und nach Kompressionsversuch (rechts) radial 210°C /233bar

Die Kompression eines Jahrringes entspricht hierbei der Gesamtstauchung der Probe um 63%, d.h. entspricht den ermittelten Stauchgrad von 37%. Es zeigt sich eine starke Kompression der Fühholzstrukturen, hingegen die Spätholzbereich nur wenig bzw. nicht komprimiert wird. Analog dazu zeigen sich in Abb. 68 ähnliche komprimierte Zellwandstrukturen der Holzbestandteile in der umgebenden PP4-Matrix. Auch hier können ausschließlich intakte Spätholzstrukturen festgestellt werden.

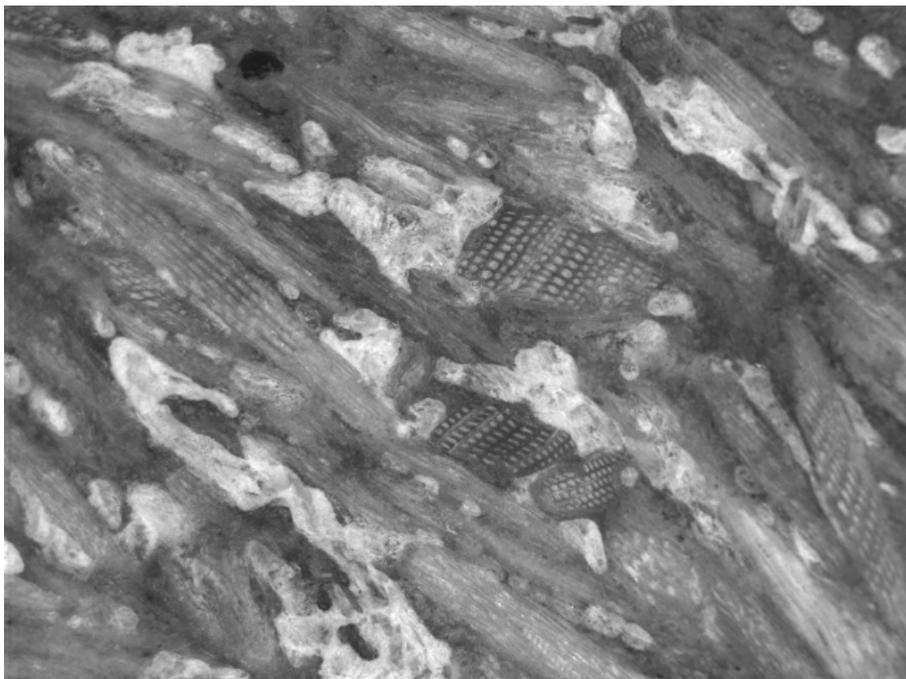


Abb. 68 WPC-Knetermischung: Fichtemehl (400-850µm) / PP4

Anhand der ermittelten Holzdichten sowie der optische Vergleich der komprimierten Holzstrukturen kann von einer prinzipiell gleichen Ausgangssituation für das Quellen ausgegangen werden. Bei dieser Aussage werden eventuelle Einflüsse durch zerstörte Frühholzstrukturen und mit Polymer gefüllte Lumina vernachlässigt. Auch die ermittelte Holzfeuchte nach 28 Tagen feuchter Lagerung ist nahezu identisch. Die ermittelten Dichten der komprimierten Fichtenholzmehlproben (ca. 0,62 g/cm<sup>3</sup> bei 210°C und 233 bar) sind aufgrund keiner bevorzugten Faserrichtung (stabilisierender bzw. stützender Einfluss der Faserrichtung axial während der Kompression) wesentlich geringer.

## Beispielrechnungen zum Modelansatz

1. Der resultierende Quelldruck einer in radialer Richtung komprimierten Fichtenprobe ist durch die Querkraftmessung bekannt und beträgt 84 Bar ( $8,4 \text{ MPa} = 8,4 \text{ N/mm}^2$ ). Im ersten Beispiel soll die Polymerfläche ermittelt werden, welche benötigt wird um diese Spannung, ohne die durch das verwendete PP4 (Zug-E-Modul:  $1750 \text{ MPa}$ ) gegebenen Streckdehnung von 8% zu überschreiten, aufzunehmen. Es gilt das Hooksche Gesetz unter einachsiger Zugbelastung entlang der x-Achse mit:

$$\sigma_x = E * \varepsilon_x$$

Mit der Spannung

$$\sigma_x = \frac{F_x}{A}$$

ergibt sich aus der gegebenen Querspannung

$$F_x = \frac{\sigma_Q}{A_{Holz}} = \frac{8,4 \text{ N/mm}^2}{1 \text{ mm}^2} = 8,4 \text{ N}$$

Daraus ergibt sich die benötigte Polymerfläche mit

$$\frac{F_x}{A_{Polymer}} = E * \varepsilon_x \quad \rightarrow \quad A_{Polymer} = \frac{F_x}{E * \varepsilon_x} = \frac{8,4 \text{ N}}{(1750 \text{ MPa} * 0,08)} = 0,06 \text{ mm}^2$$

Auf die Gesamtfläche (Model-Draufsicht:  $A_{Holz} + A_{Polymer}$ ) bezogen bedeutet das, dass 5,66% Polymer ausreichen um die Querspannung des Holzkörpers ohne Überschreitung der 8% Streckdehnung aufzunehmen.

Die Auslegung von Kunststoffteilen wird meist auf Basis von Spannungsberechnungen durchgeführt. Es zeigen sich allerdings Vorteile für Kunststoffkonstruktionen die Dehnung als Auslegungskriterium bei kritischen Verformungen heranzuziehen. Diese dehnungsbezogene Auslegung geht davon aus, dass das Erreichen eines bestimmten Dehnungswertes im Material einen Versagensmechanismus auslöst, den es zu vermeiden gilt. (16)

Hierbei wird folgende Verformungsbedingung festgelegt:

$$\varepsilon_{max} = \max(\varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3) \leq \varepsilon_{zul.}$$

In der Literatur werden für gefüllte teilkristalline Thermoplasten zulässige Dehnungen von 1-3% angegeben.

2. In dieser zweiten Beispielrechnung wird auf Basis der dehnungsbezogene Auslegung eine maximal zulässige Polymerdehnung von 2% für den Modelansatz festgelegt.

Aus

$$\frac{F_x}{A_{Polymer}} = E * \varepsilon_x \quad \rightarrow \quad A_{Polymer} = \frac{F_x}{E * \varepsilon_x} = \frac{8,4 \text{ N}}{(1750 \text{ MPa} * 0,02)} = 0,24 \text{ mm}^2$$

ergibt sich eine benötigte Polymerfläche von  $0,24 \text{ mm}^2$ .

Es wird deutlich, dass mit einer als werkstoffmechanische Versagensgröße definierten zulässigen Polymer-Dehnung von 2% die zur Quellspannungsaufnahme benötigte Polymerfläche größer werden muss. Im Bezug auf die Gesamtfläche (Model-Draufsicht:  $A_{\text{Holz}} + A_{\text{Polymer}}$ ) werden jetzt 19,4% Polymerfläche benötigt, um ein langfristiges Materialversagen zu verhindern. Bezogen auf ein reales WPC-Material müssten daher ca. 20 % (Volumenprozent) eingesetzt werden.

Bei den Quelluntersuchungen an WPC (Knetermischung: Fichte 400-850 $\mu\text{m}$  / PP4 (70/30Gew.%) konnte ein maximale Quellkoeffizient von 1,105 ermittelt werden, was einer Quelldehnung von 10,5% entspricht. In den untersuchten komprimierten Materialproben hatte das Polymer eine Volumenkonzentration von 37%. Demnach müsste die resultierende Quelldehnung der Probe auf Basis des vereinfachten Modelansatzes wesentlich geringer ausfallen. Auf der anderen Seite entspricht das untersuchte WPC-Material ohne Haftvermittler nicht den in der Praxis verwendenden Materialien, bei den Quellungen von maximal 4% angegeben werden.

Die Ergebnisse der Beispielrechnungen verdeutlichen die kritische Dehn- bzw. Spannungssituation der Polymermatrix innerhalb der WPC-Materialien. Eine Überschreitung einer für die Langzeitstabilität notwendigen zulässigen Dehnung der Polymermatrix, kann als eine Ursache für aufgetretene Reklamationen angenommen werden. Weiterhin konnte eine drastische Reduzierung der mechanischen Polymereigenschaften durch aus den Holzbestandteilen emittierenden Substanzen festgestellt werden, welche zusätzlich als potenzielle Ursache für ein werkstoffmechanisches Versagen einzuordnen ist. Mit diesem Ursachenwissen können Rohstoffe und Verfahren so aufeinander abgestimmt werden, dass das Risiko negativer Beeinflussung reduziert und damit ein späteres Produktversagen vermieden werden kann.

## **5. Diskussion**

Nach dem Prinzip einer Soll-Ist-Bilanz kann von einer guten Korrelation zwischen dem ausgearbeitetem Arbeitspaket-Gerüst und der realisierten Umsetzung gesprochen werden. Die Ergebnisse besitzen einen guten inhaltlichen Bezug, waren hinsichtlich der Erfolgsaussichten zielführend.

## **6. Öffentlichkeitsarbeit**

Die Ergebnisse zum Quellverhalten von Holz in WPC werden auf dem 4. Deutschen WPC-Kongress, 13.-14.12.2011, Köln, präsentiert. Der Einfluss von Holzinhaltsstoffen auf die Festigkeit von PP soll auf einer der WPC-Konferenzen 2012 präsentiert werden. Parallel dazu ist eine Veröffentlichung in einer Fachzeitschrift wie z.B. "Holztechnologie" vorgesehen.

## **7. Fazit**

Produkte aus Holz-Polymer-Verbundwerkstoffen (WPC) werden vornehmlich als Terrassendielen eingesetzt und ersetzen vor allem tropische Harthölzer, wie z.B. Bangkirai. Die Herstellung von WPC erfolgt zu deutlich mehr als 50 % aus Holz, meist Spänen der Holzverarbeitenden Industrie, also aus Nebenprodukten, die häufig direkt zur thermischen Energiegewinnung eingesetzt werden. Eine stoffliche Nutzung dieser Späne erhöht dadurch den klimanotwendigen CO<sub>2</sub>-Speicher, durch die Speicherung von CO<sub>2</sub> im Produkt, die sonst durch Verbrennung direkt der Atmosphäre zugeführt würde. Diese CO<sub>2</sub>-Speicherung ist um so effektiver, je höher die Lebensdauer des Produktes ist. Die Untersuchung von chemischen Prozessen während der Verarbeitung, die Einfluss auf die Dauerhaftigkeit der WPC-Produkten nehmen kann, ermöglicht negative Effekte zu bekämpfen und damit die Lebensdauer der Produkte wesentlich zu erhöhen was den Ressourceneinsatz für Material und Energie reduziert. Die Arbeitshypothese, dass durch die thermische Behandlung von Holz im Extrusionsprozess Substanzen freigesetzt werden, die die Kunststoffmatrix schädigen können, wurde bestätigt. Vor allem Stearinsäure und seine technische relevanten Verbindungen, wie z.B. Zn-Stearat haben einen bedeutenden Einfluss auf die Polymerschädigung. Das Quellvolumen und die Quellkraft von Holz sind selbst in Pulverform noch erheblich. Auch wenn per Modellrechnung gezeigt werden kann, dass der Kunststoff das Holzpulver am Quellen weitgehend hindert, müsste WPC wesentlich stärker quellen, als es das im Versuch tut. Die Ursache dafür ist noch nicht bekannt.

## 8. Literatur

- (1) Vogt D., Karus M., Ortmann S., Schmidt C., Gahle C.: Studie „Wood Plastic Composites“ Holz-Kunststoff-Verbundwerkstoffe, Schriftenreihe „Nachwachsende Rohstoffe“ Band 28, Landwirtschaftsverlag GmbH, Münster, 2006.
- (2) Defosse M.: Wood composites are expanding among sectors, Modern Plastics, January 2003, p. 30-33.
- (3) Klyosov A.: Oxidative degradation and lifetime of composite building materials, Progress in Woodfibre-Plastic Composites Conference 2006, 1.-2. May, Toronto, Canada.
- (4) Howard J. B.: A Review of Stress cracking in Polyethylene, SPE J, 1959, 15:397.
- (5) Lustiger A.: Understanding environmental stress cracking in polyethylene, MPB, Jul 1996, p. 12.
- (6) Patzelt M., Stingl R.: Thermische Modifizierung – Holzschutz ohne Chemie?, Holz-Zentralblatt Nr. 135, 2001, S. 1699.
- (7) Rapp A. O., Sailer M.: Heat treatment in Germany – state of the art, Nordic Wood, Nordic Wood Seminar om varnmebehandelte tre, Scandic Hotel Triaden, Lorenskog 22.11.2000, 81 -95.
- (8) Fengel D., Wegener G.: Wood – Chemistry, Ultrastructure, Reactions, Walter De Gruyter Berlin, New York 1984.
- (9) Leithoff H., Thermisch behandeltes Holz – Verfahrensübersicht und Anwendungsmöglichkeiten, Seminar für die Holzindustrie, Berner Fachhochschule, Biel, 16. – 17. März 2001
- (10) Landmann J.: Thermoplastisch gebundene Werkstoffe – aktuelle Problemstellung und Stand der Technik. Flexible Fertigung – effektiv und kundenorientiert; Perspektiven für die Holz- und Möbelindustrie, 12. Braunschweiger Holztechnisches Kolloquium 1. – 3. März 2004, Schriftenreihe des IWF, Vulkan Verlag, Essen Ruhr.
- (11) Lohmann U.: Holz Handbuch, S. 20, 5. Aufl., DRW-Verlag Weinbrenner, Stuttgart, 1998.
- (12) Gnatowski M.: Water Absorption by Wood-Plastic Composites in Exterior Exposure, 8th International Conference on Woodfiber-Plastic Composites, Madison WI, USA, May 23-25, 2005
- (13) Egner K., Graf O. zitiert in Kollmann F.: Technologie des Holzes und der Holzwerkstoffe, 2. Aufl., Band 2, S. 381, Springer-Verlag, Berlin-Göttingen-Heidelberg, 1955.
- (14) Blomberg J., Persson B.: Swelling pressure of semi-isostatically densified wood under different mechanical restraints, Wood Science and Technology Journal, published online 21 November 2006, 10.1007/s00226-006-0118-1.
- (15) Lange, W.; Kubel, H.; Weißmann, G.: Die Verteilung der Extraktstoffe im Stammholz von Pinus sylvestris L. In: Holz als Roh- und Werkstoff 47 (1989) 487-489. Springer 1989.
- (16) Kunz, J.: Ein Plädoyer für die dehnungsbezogene Auslegung: Kunststoffe 4/2011, Carl Hanser Verlag, München