

gefördert durch



www.dbu.de

Abschlussbericht zum Projekt:

„Polymerblends zur Erschließung neuer Anwendungen von WPC“

Teilband 1: Untersuchungen des Fraunhofer-Instituts für Holzforschung WKI

Förderung:	Deutsche Bundesstiftung Umwelt (DBU)
Laufzeit:	01.11.2010 – 31.10.2013
Aktenzeichen:	28234-31
Datum der Einreichung des Abschlussberichtes:	31.01.2014
Durchführung:	Fraunhofer-Institut für Holzforschung, Wilhelm-Klauditz-Institut, WKI Gewotech GmbH (Gewotech) Kosche Profilmantelung GmbH Abteilung Kovalex (Kosche) IFEU-Institut für Energie- und Umweltforschung Heidelberg gGmbH (IFEU)
Berichtersteller:	Dr. Frauke Cornelius mit Ergänzungen von Dr. Arne Schirp (Fraunhofer WKI)

Inhaltsverzeichnis

1	Zusammenfassung	7
2	Anlass des Projektes und Arbeitsschritte	9
2.1	Anlass und Zielsetzung des Projektes	9
2.2	Arbeitsschritte	10
3	Aktuelle Problemstellung und Stand des Wissens und der Technik	11
4	Untersuchungen in Arbeitsphase 1 (Monate 1-12)	13
4.1	Festlegung der zu untersuchenden Polymerblends	13
4.2	Vorversuche zur Herstellung von Polymerblends im Messknetzer und Charakterisierung	14
4.2.1	Durchführung	15
4.2.2	PE / PET – Blends	15
4.2.3	PP / PET-Blends	18
4.2.4	PP / PMMA-Blends	21
4.2.5	PE / POM-Blends	24
4.2.6	Fazit	25
4.3	Vorversuche zur WPC-Herstellung mit einer Polymerblendmatrix im Messknetzer und Charakterisierung	25
4.3.1	Durchführung	25
4.3.2	WPC mit PE / PET-Blends	26
4.3.3	WPC mit PP / PET-Blends	31
4.3.4	WPC mit PP/PMMA-Blends	32
4.3.5	Fazit zu Polymerblends aus AP 1	34
4.4	Arbeitsphase 1 (Monate 1-12): Compoundieren ausgewählter Formulierungen	34
4.4.1	Durchführung	34
4.4.2	PE / PET –Blend als Matrix für WPC	34
4.4.3	Fazit der ersten Compoundierversuche im AP 1	37
5	Überprüfung der Komponenten von Meilenstein 1	38
6	Untersuchungen in Arbeitsphase 2 (Monate 13-24)	38
6.1	WPC-Herstellung mit Polymerblendmatrix im Messknetzer und Charakterisierung der Eigenschaften	39
6.1.1	WPC mit PE/PET-Blends	39
6.1.2	WPC mit PP-PET-Blends	45
6.1.3	WPC mit PP/PMMA-Blends	46
6.1.4	WPC mit PP/ABS-Blends	48
6.1.5	Fazit	49
6.2	DMA-Messungen zur Abschätzung der Interphasenhaftung	49
6.3	Compoundieren und Extrusion ausgewählter Formulierungen am WKI	55
6.3.1	Durchführung	55
6.3.2	PE und rPE als Matrix für WPC	56
6.3.3	PP/PE-Blend als Matrix für WPC	57
6.3.4	PA 6 als Matrix für WPC	58
6.3.5	Fazit	59
7	Untersuchungen in Arbeitsphase 3 (Monate 25-36)	59
7.1	Up-scaling-Versuche bei Gewotech und Kosche	59
7.2	Finale Rezepturoptimierung am WKI	63
8	Fazit und Ausblick	72
9	Literatur	74

Abbildungs- und Tabellenverzeichnis

Abb. 4-1: Ergebnisse der mechanischen Prüfungen hergestellter PE / PET-Blends.	16
Abb. 4-2: DSC-Messungen von PE/rPET_3-Blend und des eingesetzten PE's und rPET's; 1. Abkühlphase	17
Abb. 4-3: DSC-Messungen von PE/rPET_3-Blend und des eingesetzten PE's und rPET's; 2. Aufheizphase	17
Abb. 4-4: Ergebnisse der mechanischen Prüfungen der PP/rPET-Blends.	19
Abb. 4-5: DSC-Messungen von PP/rPET_2-Blend und des eingesetzten PP's und rPET's; 1. Abkühlphase	20
Abb. 4-6: DSC-Messungen von PP/rPET_2-Blend und des eingesetzten PP's und rPET's; 2. Aufheizphase	20
Abb. 4-4: Ergebnisse der mechanischen Prüfungen der PP / PMMA-Blends	22
Abb. 4-5: DSC-Messungen von PP/PMMA_2-Blend und des eingesetzten PP's und PMMA's; 1. Abkühlphase	23
Abb. 4-6: DSC-Messungen von PP/PMMA_2-Blend und des eingesetzten PP's und PMMA's; 2. Aufheizphase	23
Abb. 4-7: Ergebnisse der mechanischen Prüfungen der PE/POM-Blends	24
Abb. 4-8: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und mechanischen Prüfungen der PE- und PET-WPC	27
Abb. 4-9: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und mechanischen Prüfungen der PE/PET-WPC	29
Abb. 4-10: DSC-Messungen von PE/rPET_3 WPC B, PE/rPET_3 WPC C, PET-WPC B und des eingesetzten PE/rPET_3-Blends; 1. Abkühlphase	30
Abb. 4-11: DSC-Messungen von PE/rPET_3 WPC B, PE/rPET_3 WPC C, PET-WPC B und des eingesetzten PE/rPET_3-Blends; 2. Aufheizphase	30
Abb. 4-12: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und der Biegeprüfungen der WPC mit PP/PET-Blends als Matrix	32
Abb. 4-13: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und der Biegeprüfungen von WPC mit PP/PMMA-Matrix	33
Abb. 4-14: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und der Biegeprüfungen der im Compounder hergestellten PE/PET-Blends und WPC mit einer PE/PET-Matrix	37
Abb. 6-1: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und mechanischen Prüfungen der PE/PET-WPC	40
Abb. 6-2: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und mechanischen Prüfungen der PE/rPET-WPC	41
Abb. 6-3: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und mechanischen Prüfungen der rPE/rPET-WPC	43
Abb. 6-4: Vergleich der mechanischen und hygri-schen Eigenschaften von WPC mit neuen Kunststoffen und Recyclaten	44
Abb. 6-5: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und der Biegeprüfungen der WPC mit PP/PET-Blends als Matrix	46
Abb. 6-6: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und der Biegeprüfungen von WPC mit PP/PMMA-Matrix	47
Abb. 6-7: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und der Biegeprüfungen von WPC mit ABS- und PP/ABS-Matrix	49
Abb. 6-8: Bei 1 Hz gemessenes Speichermodul und $\tan \delta$ von WPC-Prüfkörpern mit einer PE- bzw. PET-Matrix	51
Abb. 6-9: Verlustmodul gemessen bei 1 Hz von WPC-Proben mit PE- bzw. PET-Matrix	52
Abb. 6-10: Bei 1 Hz gemessenes Speichermodul und $\tan \delta$ von PE/rPET-Blends	53
Abb. 6-11: Bei 1 Hz gemessenes Speichermodul und $\tan \delta$ von WPC mit PE/PET-Matrix	54
Abb. 6-12: Bei 1 Hz gemessenes Speichermodul und $\tan \delta$ von WPC mit PE/rPET-Matrix	55
Abb. 6-13: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und der Biegeprüfungen von WPC mit PE- und rPE-Matrix	56
Abb. 6-14: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und der Biegeprüfungen von WPC mit PP/PE-Matrix	57
Abb. 6-15: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und der Biegeprüfungen von WPC mit PA 6-Matrix	58
Abb. 7-1: Wasseraufnahme der Rezepturen 1-5.	60
Abb. 7-2: Mechanische Eigenschaften der Rezepturen 1-5.	61
Abb. 7-3: Biegefestigkeiten, Biege-E-Modul und Bruchlast der Rezepturen 6 und 7. Die Durchbiegung bei 500 N betrug 1,2 mm bei rPE-rPET und 1,1 mm bei PE-rPET (nicht gezeigt).	62
Abb. 7-4: Wasseraufnahme und Quellung der Rezepturen 6 und 7.	62
Abb. 7-5: DSC des Blends Nr. 1.	63

Abb. 7-6: DSC des Blends Nr. 2.	64
Abb. 7-7: DSC des Blends Nr. 3.	64
Abb. 7-8: DSC des Blends Nr. 4.	64
Abb. 7-9: DSC des HDPE (Lupolen 5261 Z)	65
Abb. 7-10: DSC des PET-Pulvers nach Aufmahlen im Palltruder.	65
Abb. 7-11: Zugfestigkeiten der spritzgegossenen Prüfkörper und Biegefestigkeiten der extrudierten Profile.	67
Abb. 7-12: Zug-E-Module der spritzgegossenen Prüfkörper und Biege-E-Module der extrudierten Profile.	67
Abb. 7-13: Charpy-Schlagzähigkeiten der spritzgegossenen bzw. extrudierten Prüfkörper.	68
Abb. 7-14: Wasseraufnahme der spritzgegossenen Prüfkörper nach 28 Tagen Kaltwasserlagerung.	68
Abb. 7-15: Wasseraufnahme der extrudierten Prüfkörper nach 28 Tagen Kaltwasserlagerung.	69
Abb. 7-16: Quellung der spritzgegossenen Prüfkörper nach 28 Tagen Kaltwasserlagerung.	69
Abb. 7-17: Quellung der extrudierten Prüfkörper nach 28 Tagen Kaltwasserlagerung.	70
Abb. 7-18: Wasseraufnahme der spritzgegossenen Prüfkörper nach 28 und 35 Tagen Kaltwasserlagerung.	70
Abb. 7-19: Wasseraufnahme der extrudierten Prüfkörper nach 28 und 35 Tagen Kaltwasserlagerung.	71
Tab. 3-1: Preise von Standard-Thermoplasten, technischen Thermoplasten u. Regranulaten, Stand Okt. 2009.	12
Tab. 4-1: Eigenschaften verschiedener Polymere	14
Tab. 4-2: Zusammensetzungen der untersuchten PE / PET-Blends	15
Tab. 4-3: Zusammensetzungen der untersuchten PP / rPET-Blends	18
Tab. 4-4: Zusammensetzung der untersuchten PP/PMMA-Blends	21
Tab. 4-5: Zusammensetzung des PE/POM-Blends	24
Tab. 4-6: Zusammensetzungen der PE- und PET-WPC	26
Tab. 4-7: Zusammensetzungen der WPC mit zuvor hergestellten Blends	28
Tab. 4-8: Zusammensetzung der WPC ohne vorherige Blendherstellung	28
Tab. 4-9: Zusammensetzung der mit einer PP/PET-Matrix hergestellten WPC's	31
Tab. 4-2: WPC-Zusammensetzungen mit PP/PMMA-Blends	33
Tab. 4-3: Zusammensetzung der im Compounder hergestellten Compounds	35
Tab. 6-4: Zusammensetzungen der WPC-Mischungen mit einem PE/PET-Blend	40
Tab. 6-2: Zusammensetzungen der WPC-Mischungen mit einem PE/rPET-Blend	41
Tab. 6-3: Zusammensetzungen der WPC-Mischungen mit einem rPE/rPET-Blend	42
Tab. 6-4: Zusammensetzungen der WPC-Mischungen mit frischen und recycelten PE bzw. PET	44
Tab. 6-5: Zusammensetzung der mit einer PP/PET-Matrix hergestellten WPC's	45
Tab. 6-6: WPC-Zusammensetzungen mit PP/PMMA-Blends	47
Tab. 6-7: WPC-Zusammensetzung mit ABS und PP/ABS-Blend	48
Tab. 6-8: WPC-Zusammensetzung der gemessenen DMA-Prüfkörper mit einer PE-Matrix und einer PET-Matrix	50
Tab. 6-9: Zusammensetzung der im Compounder hergestellten PE-WPC-Compounds	56
Tab. 6-10: WPC-Zusammensetzung mit einem PP/PE-Blend	57
Tab. 6-1: WPC-Zusammensetzung mit einer PA 6-Matrix	58
Tab. 7-1: Rezepturen für ersten Up-scaling-Versuch bei Gewotech und Kosche.	60
Tab. 7-2: Rezepturen für den zweiten Up-scaling-Versuch bei Gewotech und Kosche.	61
Tab. 7-3: Blends auf Basis von PE, rPET und Admer SF730E (Haftvermittler).	63
Tab. 7-4: WPC-Rezepturen mit PE-r-PET-Blends.	66
Tab. 7-5: Ergebnisse der Xenon-Bewitterung (300 h).	72
Tab. 7-6: Abschliessende Bewertung der finalen Rezepturen (WKI).	72

Abkürzungsverzeichnis

%	Prozent
µm	Mikrometer
ABS	Acrylnitril-Butadien-Styrol-Copolymer
cm	Zentimeter
DMA	Dynamisch-mechanische-Analyse
E _a	Aktivierungsenergie
g	Gramm
h	Stunde
HALS	Hindered amine light stabilizers
HDPE	High Density Polyethylen
Hz	Hertz
kg	Kilogramm
kJ	Kilo Joule
m ³	Kubikmeter
MAPE	Maleinsäureanhydrid-modifiziertes Polyethylen
MAPP	Maleinsäureanhydrid-modifiziertes Polypropylen
min	Minute
mm	Millimeter
mm ²	Quadratmillimeter
N	Newton
PA 6	Polyamid 6
PE	Polyethylen
PET	Polyethylenterephthalat
PMMA	Polymethylmethacrylat
PP	Polypropylen
PVC	Polyvinylchlorid
rPE	Recyceltes Polyethylen
rPET	Recyceltes Polyethylenterephthalat
t/a	Tonnen pro Jahr
T _g	Glasübergangstemperatur
UV	Ultraviolettstrahlung
WPC	Wood-Polymer Composite

1 Zusammenfassung

Zurzeit werden Holz-Polymer-Werkstoffe (Wood-Polymer Composites bzw. Wood-Plastic Composites, WPC) überwiegend mit einer Matrix aus Polyolefinen (Polyethylen, Polypropylen) oder Polyvinylchlorid (PVC) hergestellt. Dadurch sind bisher keine konstruktiven Anwendungen z. B. im Baubereich möglich. Die Verwendung technischer Kunststoffe ist aufgrund der hohen Schmelzpunkte solcher Polymere häufig ausgeschlossen. Ziel des Projektes war es daher, Polymerblends auf Basis von Polyolefinen und technischen Kunststoffen zu entwickeln, mit denen die Anwendungsbereiche für WPC erweitert werden können. Es wurde angenommen, dass durch die Blendherstellung die Schmelzpunkte so weit herabgesetzt werden können, dass eine Verarbeitung zusammen mit Holzmehl oder Naturfasern ermöglicht wird. Hierbei wurden die folgenden Blends untersucht: PE-rPET; rPE-rPET; PP-PET; PP-PMMA; PE-POM und PP-ABS. Die Rezepturenentwicklung erfolgte zunächst in einem Messkneteter. Die geknetete Compoundmasse wurde anschließend im Minispritzguss zu Prüfkörpern weiterverarbeitet. Anschließend wurden die erfolgreichsten Rezepturen auf einem gleichlaufenden Doppelschneckenextruder (20 mm Schneckendurchmesser) compounding und wiederum im Minispritzguss weiterverarbeitet oder zu Hohlkammerprofilen extrudiert. Es wurden Biege- bzw. Zugfestigkeiten, Biege- bzw. Zug-E-Module und Wasseraufnahme und Quellung der Prüfkörper ermittelt. Die Untersuchung der Blends erfolgte mittels dynamischer Differenzkalorimetrie (Differential Scanning Calorimetry, DSC) und dynamisch-mechanischer Analyse (DMA).

Ein Schwerpunkt im Rahmen des Projektes lag auf der Entwicklung und Verwendung von PE-PET-Blends. Vier Blends auf Basis von PE, rPET und einem Haftvermittler wurden auf einem gleichlaufenden Doppelschneckenextruder (20 mm Schneckendurchmesser) hergestellt. Die Blends setzten sich folgendermaßen zusammen (PE-rPET-Haftvermittler): 74-24-2; 73-23-4; 49-49-2; 48-48-4. Mittels DSC wurden die Schmelzpunkte der Blends ermittelt. Zum Vergleich wurden auch die Schmelzpunkte des PE und rPET ermittelt. Bei allen Blends war zu erkennen, dass der Hauptschmelzpunkt bei 132°C und damit in einem Bereich lag, der eine Verarbeitung in Kombination mit Holzmehl ermöglicht. Es war jeweils ein zusätzlicher kleiner Peak bei 242°C bzw. 245°C erkennbar, der auf den rPET-Anteil zurückzuführen ist. Je höher der rPET-Anteil, desto stärker war dieser zweite Peak ausgeprägt.

Anschließend wurden die Blends gemeinsam mit den weiteren Rezepturkomponenten (60% Holzmehl aus Fichte/Tanne bzw. Thermoholzmehl aus Buche; 2% MAPE; 1% Gleitmittel; 2% Farbpigment) in einem gleichlaufenden Doppelschneckenextruder compounding. Als Referenzen dienten Rezepturen mit HDPE als Polymer, bei denen eine Additivierung mit Antioxidans, UV-Absorber und HALS vorgenommen wurde. Es wurde davon ausgegangen, dass eine solche Additivierung bei HDPE erforderlich ist, während das PET von vornherein eine höhere Witterungsstabilität aufweist. Die Compounds wurden im Mini-Spritzguss weiterverarbeitet bzw. zu Hohlkammerprofilen extrudiert (drei Hohlkammern, 70 mm Gesamtbreite, 4 mm Wandstärke). An den spritzgegossenen Prüfkörpern wurden Zugfestigkeit und Zug-E-Modul gemäß DIN EN ISO 527-4/1B/2 ermittelt. An den extrudierten Profilen wurden Biegefestigkeit und Biege-E-Modul gemäß DIN EN 310 mit einer Stützweite von 340 mm ermittelt. Sowohl an den spritzgegossenen Prüfkörpern als auch an den extrudierten Profilen wurde die Charpy-Schlagzähigkeit (DIN EN ISO 179-1/1f) ermittelt. Im Fall der extrudierten Prüfkörper wurde die Außenseite der Profile dem Pendelschlag ausgesetzt. Außerdem wurde bei beiden Prüfkörpertypen (Extrusion, Spritzguss) eine 28tägige Kaltwasserlagerung gemäß prEN 15534-1 (2013) durchgeführt. Weiterhin wurde eine Xenon-Schnellbewitterung über 300 h gemäß prEN 15534-1 (2013) durchgeführt.

Hinsichtlich der Festigkeiten wurde festgestellt, dass die Biegefestigkeiten der Profile erwartungsgemäß höher sind als die Zugfestigkeiten der kleinen spritzgegossenen Prüfkörper, dass jedoch die Tendenzen innerhalb der Versuchsserien identisch sind. Die Rezepturenentwicklung für WPC-Profil extrusion mithilfe des Minispritzgusses ist somit eine geeignete Methode. Bei Verwendung von 49% PE und 49%rPET bzw. 48% PE und 48% rPET wurden relativ hohe Biege-E-Module bei den extrudierten Profilen erzielt. Bei

den Schlagzähigkeiten fiel, wie schon bei den Biege- bzw. Zugfestigkeiten, eine recht gute Übereinstimmung der Tendenzen bei den Prüfkörpern, die mittels Spritzguss bzw. Extrusion hergestellt wurden, auf. Insgesamt wurden für die extrudierten Profile höhere Schlagzähigkeiten erreicht. Bei den Rezepturen mit Blends ist festzustellen, dass mit einer Erhöhung des Anteils an PE eine deutliche Erhöhung der Schlagzähigkeit verbunden ist. Besonders hervorzuheben sind die hohen Schlagzähigkeiten der Rezepturen mit PE-rPET-Blends und Thermoholz. Auch hinsichtlich der Wasseraufnahme und Quellung wurden sehr gute Ergebnisse erzielt, wenn Thermoholz eingesetzt wurde. Bei den Rezepturen ohne Thermoholz wurde festgestellt, dass die Wasseraufnahme und Quellung mit steigendem Anteil an rPET drastisch ansteigt.

Das beste Ergebnis bei der Xenon-Schnellbewitterung wurde mit der Referenz auf Basis von Fichtenholzmehl und HDPE erzielt. Bei den Rezepturen mit Fichtenholzmehl und Blends wurden überwiegend ebenfalls gute bis sehr gute Ergebnisse in der Xenon-Bewitterung erzielt. Die ΔE -Werte der Rezepturen mit Thermoholzanteil waren dagegen relativ hoch.

Ein weiteres Projektziel bestand darin, eine Ökobilanz zu erstellen, in der verschiedene Arten von WPC in ihrer Anwendung als Terrassendielen mit Massivholzalternativen vergleichend untersucht werden sollten. Besonderer Fokus der Studie lag auf den potenziellen Umweltauswirkungen, die an unterschiedliche WPC-Zusammensetzungen geknüpft sind. Zu diesem Zweck wurden sowohl verschiedene Polymere, wie z.B. PE, PVC, PP, PET und Sekundär-PE als auch verschiedene Polymeranteile an den WPC untersucht.

Ein weiterer Schwerpunkt der Studie wurde auf die Herkunft der Materialien gelegt. Als Massivholzalternativen wurden daher nicht nur Laub- und Nadelholz aus Deutschland betrachtet – einschließlich Thermoholz – sondern auch Tropenholz aus Südostasien. Ebenso wurden die Auswirkungen eines Imports nicht zertifizierter WPC-Pellets aus China für die weitere Verarbeitung in Deutschland untersucht.

Um die Problematik von illegalem Holzeinschlag zur Gewinnung von Tropenholz mit den daran geknüpften immensen Folgeschäden zu adressieren, wurde je ein Szenario mit Holz aus illegalem Kahlschlag sowie aus nachhaltiger Forstwirtschaft untersucht (z.B. FSC zertifiziertes Holz). In dieser Studie wurde – neben Klimawandelpotenzial (Treibhauseffekt), kumuliertem fossilen Energieaufwand (KEA fossil), Versauerung, Eutrophierung und Humantoxizität (Kanzerogenität und Feinstaub PM10), zum ersten Mal Landnutzung bzw. Naturraumbeanspruchung als Umweltwirkungskategorie betrachtet.

Besonderer Fokus der Ökobilanz lag auf den potenziellen Umweltauswirkungen, die an unterschiedliche WPC-Zusammensetzungen geknüpft sind. Zu diesem Zweck wurden sowohl unterschiedliche Polymere, wie z. B. PE, PVC, PP, PET und Sekundär-PE, als auch verschiedene Polymeranteile in den WPC untersucht. Im Rahmen der Ökobilanz-Studie wurde weiterhin die Herkunft der Materialien berücksichtigt. Als Massivholzalternativen wurden daher nicht nur Laub- und Nadelholz aus Deutschland betrachtet – einschließlich Thermoholz – sondern auch Tropenholz aus Südostasien. Ebenso wurden die Auswirkungen eines Imports nicht zertifizierter WPC-Pellets aus China für die weitere Verarbeitung in Deutschland untersucht. Um die Problematik von illegalem Holzeinschlag zur Gewinnung von Tropenholz mit den daran geknüpften immensen Folgeschäden zu adressieren, wurde je ein Szenario mit Holz aus illegalem Kahlschlag sowie aus nachhaltiger Forstwirtschaft untersucht (z.B. FSC zertifiziertes Holz). In dieser Studie wurde – neben Klimawandelpotenzial, kumuliertem fossilen Energiebedarf, Versauerung, Eutrophierung und Humantoxizität (Kanzerogenität und Feinstaubbildungspotenzial), zum ersten Mal Landnutzung als Umweltwirkungskategorie betrachtet.

In den meisten Wirkungskategorien stellte sich Thermoholz als die umweltfreundlichste Alternative dar, gefolgt von deutschem Laubholz. Danach kam WPC, welches geringfügig besser als das Nadelholz aus Deutschland war. WPC zeigte tendenziell hohe Werte für das Klimawandelpotenzial und den kumulierten Energieaufwand, erwies sich jedoch als vorteilhaft gegenüber den Massivholzalternativen in den Kategorien der Landnutzung und der Aquatischen Eutrophierung. Die Alternative mit den höchsten Um-

weltauswirkungen war Tropenholz aus illegalem Kahlschlag. Dieses emittiert durch die Freisetzung von Kohlenstoff aus der Bodenoberfläche deutlich mehr Treibhausgase.

Als die wichtigsten Faktoren bei der ökologischen Bewertung der untersuchten Optionen erwiesen sich zum einen die Lebenslänge der Terrassendielen und zum anderen der Polymeranteil im WPC, welcher je geringer desto umweltfreundlicher gewertet werden kann. Die Verwendung von sekundären Materialien war in jedem Fall vorteilhaft.

2 Anlass des Projektes und Arbeitsschritte

2.1 Anlass und Zielsetzung des Projektes

Wood-Polymer-Composites (WPC) bestehen aus unterschiedlichen Anteilen lignocellulosehaltiger Partikel und thermoplastischer Kunststoffe. Sie sind mittels Extrusion, Spritzguss und Presstechniken thermoplastisch verarbeitbar und haben sich bislang nur bei nicht-tragenden Anwendungen etabliert. Hergestellt werden vor allem Terrassendielen, daneben auch Fassadenelemente und Zäune, Möbel und Autoinnenraumteile. Ein wesentlicher Vorteil von WPC gegenüber Vollholz ist die durch die Verfahrenstechnik bedingte hohe dreidimensionale Formenvielfalt und das damit nicht erforderliche Zerspanen (vgl. Herstellung von Produkten aus Faserplattenmaterial). Dadurch werden Abfälle bei der Verarbeitung minimiert und der Energieaufwand reduziert. Zum anderen ist die Wasseraufnahme von WPC gering und eine Behandlung wie z.B. Lackieren und Imprägnieren in der Regel nicht notwendig. Ferner macht der Kunststoffanteil von WPC das Produkt widerstandsfähiger gegen Witterungseinflüsse und Pilz- und Insektenbefall. Zusätzlich ist eine Kaskadennutzung für eine effiziente Nutzung sowohl des nachwachsenden Rohstoffs als auch des eingesetzten Polymers durch werkstoffliches Recycling möglich.

Auf dem Markt erhältliche WPC werden zum größten Teil aus den Polymeren Polypropylen (PP) und Polyethylen (PE) hergestellt. Vorteil dieser Polymere ist zum einen der niedrige Preis und zum anderen der niedrige Schmelzpunkt, so dass sie leicht mit Holzpartikeln verarbeitet werden können. Dieser niedrige Schmelzpunkt hat aber den Nachteil, dass das WPC keine hohe Wärmeformbeständigkeit aufweist. Zum anderen neigen PP und PE zum Kriechen, einer Eigenschaft, die besonders bei tragenden Elementen nicht erwünscht ist.

Um dennoch WPC mit signifikant verbesserten mechanischen Eigenschaften zu einem akzeptablen Preis anbieten zu können, sollten in diesem Projekt Polymerblends entwickelt und als Matrix eingesetzt werden. Um zunächst die Eigenschaften dieser Polymerblends zu erfassen, sollten im Labormaßstab diese entwickelt werden, geeignete Haftvermittler eingesetzt werden und dann als Matrix im WPC eingesetzt werden. Aus diesen Voruntersuchungen wurden dann zur Weiterentwicklung geeignete Polymerblends identifiziert und in industrienahen Versuchen eingesetzt. Erst dann sollte die Optimierung der Rezepturen erfolgen, um mögliche Anwendungen zu identifizieren. Auch Kunststoffrecyclate wurden eingesetzt und deren Eigenschaften mit den neuen Kunststoffen verglichen. Ziel sollte es auch sein, einen möglichst hohen Anteil an recycelten Kunststoffen einzusetzen.

Gleichzeitig sollte eine ökologische Bewertung der neu entwickelten WPC auf Basis von Polymerblends mit Hilfe der Methode der Ökobilanz im Vergleich zu herkömmlichen alternativen bzw. üblichen WPC durchgeführt werden. Die Ergebnisse der Ökobilanz sollten in die Optimierung und Weiterentwicklung anwendungsrelevanter Eigenschaften der WPC auf Basis von Polymerblends in

Form von neuen und recycelten Kunststoffen einfließen. Hierzu zählen die Witterungsbeständigkeit, Wärmeformbeständigkeit und evtl. der Brandschutz. In Zusammenarbeit mit Additivherstellern sollte eine optimale Zusammensetzung der WPC-Formulierungen entwickelt werden. Die Witterungsbeständigkeit sollte mittels Kurzzeit- und Langzeitwitterung geprüft werden. Gegebenenfalls sollte mit Hilfe ausgewählter Brandversuche die Entflammbarkeit der WPC-Proben bestimmt werden.

Folgende Aspekte sollten bei der Entwicklung von WPC für neue Anwendungen verfolgt werden:

1. Verbesserung der mechanischen Eigenschaften (Zug- und Biegeeigenschaften; gegebenenfalls Schlagzähigkeit, wenn aufgrund der Anwendung erforderlich) und Kriecheigenschaften sowie Erhöhung der Wärmeformbeständigkeit durch Einsatz von Polymerblends (neue und recycelte Kunststoffe)
2. Verringerung der Wasseraufnahme durch eine verbesserte Interphasenhaftung
3. Einsatz von recycelten Kunststoffen und Vergleichbarkeit zu neuen Kunststoffen überprüfen
4. Ökologische Bewertung und Optimierung der Produktalternativen
5. Verbesserung der Witterungsbeständigkeit durch Verwendung von Additiven
6. evtl. Brandschutz für spezielle Anwendungen

2.2 Arbeitsschritte

In der Arbeitsphase 1 sollten zunächst am WKI Polymerblends entwickelt und im Labormaßstab WPC mit Polymerblends hergestellt werden. Mechanische Prüfungen aber auch thermische Analysen geben Auskunft über die Eigenschaften dieser Polymerblends und WPC mit einer Polymerblendmatrix. Recycelte Kunststoffe wurden eingesetzt, um die mögliche Substitution neuer Kunststoffe durch Regranulate zu prüfen. Es erfolgte dann die Herstellung von Polymerblends und WPC auf Basis dieser in einem größeren Maßstab. Gleichzeitig sollte ein „Goal and Scope-Papier“ durch das IFEU-Institut erstellt werden.

In der Arbeitsphase 2 folgte dann die Compoundierung und Extrusion ausgewählter Systeme im Industriemaßstab bei der Firma Gewotech. Neue Anwendungen für mögliche WPC mit Polymerblends wurden identifiziert und es erfolgte eine Rezepturoptimierung. Weitere anwendungsnahe Eigenschaften wurden identifiziert. Weiterhin wurde vom IFEU-Institut eine vergleichende Ökobilanz von WPC auf Basis von PE, PP und PVC erstellt.

In der Arbeitsphase 3 fand eine ökologische Bewertung und Optimierung der Produktalternativen durch das IFEU-Institut statt. Gleichzeitig erfolgte eine Prozessoptimierung und Rezepturoptimierung auch im Hinblick auf Witterungsstabilität und Dauerhaftigkeit, die für die neue Anwendung relevant sind.

3 Aktuelle Problemstellung und Stand des Wissens und der Technik

WPC stellen eine relativ neue Klasse hybrider Werkstoffe dar, die im vergangenen Jahrzehnt in den USA einen beachtlichen Marktanteil erzielen konnten, vor allem als Substitut für semi-konstruktive Bauteile aus imprägniertem Vollholz und Verkleidungen (Wolcott 2001, Clemons 2002). Auch der chinesische WPC-Markt entwickelt sich rasant. Im Jahr 2006 betrug die Produktionsmenge in

China 75.000 t mit einem jährlichem Wachstum zwischen 15-30% (Eder 2008). Durch die Olympiabauten stieg die chinesische Produktionsmenge sogar auf 150.000 t im Jahre 2007 (AVK 2008). Anwendung findet hier das WPC bei Paletten, Fenstern, Türen, Möbeln, Terrassendielen und in der Automobilindustrie. Nachteilig wirken sich derzeit noch technologische und logistische Rückstände der chinesischen Produzenten aus. Dagegen werden WPC erst allmählich auf dem europäischen Markt eingeführt. Mit einer Produktionsmenge von ca. 170.000 t/Jahr sind WPC aber die wichtigsten und erfolgreichsten neuen Biowerkstoffe in Europa. Davon werden 26.000 t/Jahr in Deutschland produziert mit einem Wachstum von 78% (Nova 2009). Die deutschen WPC-Hersteller wie z.B. Novo-Tech GmbH & Co. KG, die Kosche-Gruppe oder auch Reinü-Fefa investierten in den letzten Jahren in weitere Extrusionskapazitäten (EUWID 2009). Dies zeigt, dass der WPC-Markt in Deutschland eine zunehmend wichtige Rolle einnimmt.

WPC bestehen in der Regel aus einem Füllstoff auf der Basis nachwachsender Rohstoffe (in der Regel Holz, aber auch alternative Lignocellulosen wie Stroh, Hanf oder Sisal) und einer thermoplastischen Kunststoffmatrix (Polyethylen (PE), Polypropylen (PP) oder Polyvinylchlorid (PVC)). Aufgrund der limitierten thermischen Stabilität von Holz können nur Thermoplaste eingesetzt werden, die unterhalb von 200°C schmelzen und bearbeitet werden können (Wolcott 2001). Derzeit werden die meisten WPC in Nordamerika für die Außenanwendung mit Polyethylen, z. T. aus Recyclingbeständen, hergestellt. Der Einsatz von Holzpartikeln oder Verstärkungsfasern bewirkt mit Ausnahme der Schlagzähigkeit überwiegend eine Verbesserung der mechanischen Materialeigenschaften des Verbundwerkstoffes. Zusätzlich zu den Hauptkomponenten Holz und Kunststoff werden den Formulierungen in der Regel kleinere Mengen von Additiven zugesetzt, die die Bearbeitbarkeit und Leistungsfähigkeit des Werkstoffes verbessern, z.B. Kopplungsreagenzien (Haftvermittler, coupling agents), UV-Stabilisatoren, Pigmente, Gleitmittel, Fungizide und Schaumbildner. Die am häufigsten eingesetzten Haftvermittler sind Maleinsäureanhydrid-modifiziertes Polyethylen (MAPE) und Maleinsäureanhydrid-modifiziertes Polypropylen (MAPP). WPC werden meist im Extrusions- oder Spritzgussverfahren sowie neuerdings auch im Plattenpressverfahren hergestellt. WPC auf Basis von thermoplastischen Kunststoffen können recycelt werden. Untersuchungen ergaben, dass eine Wiederverwertung möglich ist, die mechanischen Eigenschaften aber leicht abnehmen, da zum einen die Holzpartikel durch die wiederholte Beanspruchung beschädigt werden. Zum anderen konnte gezeigt werden, dass die Polymerketten durch die thermische Beanspruchung teilweise abgebaut werden. Hierdurch wird aber die Kristallinität des Polymers erhöht, was eine höhere thermische Stabilität des Composites zur Folge hat (Beg, Pickering 2008). Es ist ferner bekannt, dass auch Polymerblends recyclingfähig sind. Untersuchungen an einem PP/PA6-Blend ergaben, dass durch die wiederholte Verarbeitung die mechanischen Eigenschaften sogar verbessert werden konnten (Mantia und Capizzi 2001).

Die Entwicklung von WPC für tragende Anwendungen ist aufgrund der hohen Schmelzpunkte zahlreicher Hochleistungspolymere und deren Preise gehemmt. Um nun WPC mit signifikant verbesserten Eigenschaften für tragende Elemente zu entwickeln, die zum einen eine gute Recyclingfähigkeit aufweisen und preislich attraktiv bleiben, sind Polymerblends aus thermoplastischen Polymeren der Weg zum Ziel. Hierbei können die Eigenschaften von unterschiedlichen Polymeren vereint werden, um die Anwendungen von WPC zu erweitern. Diese Polymerblends können in einem Doppelschneckencompounder hergestellt werden.

Wie bereits angesprochen, sind technische Polymere teurer als Standard-Polymere. In der folgenden Tabelle 3-1 sind die aktuellen Preise von ausgewählten Polymeren dargestellt.

Tab. 3-1: Preise von Standard-Thermoplasten und von technischen Thermoplasten und Regranulaten, Stand Oktober 2009. Quelle: Kunststoff Informationen 9. November 2009

<i>Polymer</i>	<i>Preise in Euro/t</i>	<i>Regranulat Preise in Euro/t</i>
PE-HD	1.050 – 1.100	550 - 720
PP	1.030 – 1.060	560 - 670
ABS	1.410 – 1.540	1.100 – 1.200
PC	2.480 – 2.840	1.800 – 2.040
PA 6	2.170 – 2.600	1.730 – 2.080
PMMA	2.460 – 2.890	800
POM	2.100 – 2.600	1.250 – 1.400

Wenn man berücksichtigt, dass Blends auf Basis der preisgünstigeren Polymere (PE, PP) entwickelt und verwendet werden sollen, wird deutlich, dass eine kosteneffiziente Herstellung von WPC auf Basis von Polymerblends realisierbar ist. Noch wirtschaftlicher wäre der Einsatz von recycelten Kunststoffen, deren Preis sehr viel niedriger ist als der der neuen Kunststoffe. Hierbei muss aber zum einen geprüft werden, ob die recycelten Kunststoffe sortenrein und kontinuierlich geliefert werden können. Zum anderen muss untersucht werden, ob im Vergleich zu neuen Kunststoffen vergleichbare Eigenschaften mit diesen recycelten Kunststoffen erreicht werden können. Hierzu gibt es zahlreiche Untersuchungen, die zeigen, dass die Eigenschaften von WPC auf Basis von z.B. HDPE- und PP-Regranulaten ähnlich oder zum Teil auch besser sind im Vergleich zu neuen Kunststoffen (Adhikary et al. 2008, Najafi et al. 2006).

Im Hinblick auf die Anwendungsbereiche von WPC auf Basis von Polymerblends ist der Ersatz von tragenden Elementen aus Vollholz oder Holzverbundwerkstoffen beim Hausbau denkbar. Ein Vorteil wäre zum einen die Formgebungsmöglichkeit von WPC, wodurch im Gegensatz zu Vollholz bei der Verarbeitung keine Abfälle entstehen. Ein weiterer Vorteil ist auch die Verrottungs- und Insektenresistenz von WPC, wodurch die Lebensdauer länger sein sollte als von Holz. Fertigteilhausbau-Unternehmen könnten Reste, die bei der Verarbeitung von Vollholz- oder Verbundwerkstoffteilen entstehen, beim Herstellen von WPC wiederverwerten. Der Ansatz, Fertighäuser aus WPC zu bauen, ist von der Firma Tech-Wood Int. Ltd. (Kent) aufgenommen worden. Tragende Teile aus WPC werden hier aber noch mit einem Metallkern stabilisiert. Eine Umfrage vom Kompetenzzentrum Holz unter Holz- und Fertigteilhausbau-Unternehmen im deutschsprachigen Raum ergab, dass sich die Mehrzahl der Hersteller den Einsatz von WPC im Baubereich für eine Reihe von Anwendungsmöglichkeiten vorstellen kann. Bislang wurde dies noch nicht umgesetzt, da ein großes Informationsdefizit festgestellt wurde.

Um die Eigenschaften von WPC auf Polymerblend-Basis zu optimieren, sollten zum einen Additive eingesetzt werden, die eine thermische Oxidation während der Produktion herabsetzen. Für spezielle Anwendungen von WPC muss zum anderen die Dauerhaftigkeit von WPC auf Polymerblend-Basis optimiert werden. Dies kann durch Additive erreicht werden, die die Witterungsbeständigkeit erhöhen, wie z.B. UV-Stabilisatoren, sterisch gehinderte Amine (HALS) oder auch Pigmente. Im Bereich von Häusern wäre auch eine Zugabe von flammhemmenden Additiven denkbar.

Eine immer wichtiger werdende Frage ist der ökologische Aspekt von WPC in bestimmten Anwendungsbereichen. Hierzu existieren Ökobilanzen, die glasfaserverstärkte Kunststoffe mit WPC besonders im Automobilbereich vergleichen (Wötzel et al. 1999, Corbière-Nicollier et al. 2001, Oksman Niska 2008). Die Ergebnisse zeigen, dass durch Substitution der Glasfasern durch Naturfasern die Umweltbelastung verringert werden kann. Allgemein kann davon ausgegangen werden, dass durch Substitution von fossilen Kunststoffen durch lignocellulosehaltige Materialien die Ökobilanz verbessert werden kann. Neben den Naturfasern wird die Ökobilanz auch vom eingesetzten Polymer beeinflusst. Hierzu wurden PP, PE und PVC verglichen, die keine signifikanten Unterschiede zeigten (Oksman Niska 2008). Daneben wurde auch der Einfluss von recyceltem Material untersucht, der sich positiv auswirkte.

Bei Anwendung von WPC im Decking- oder Bau-Bereich werden häufig tropische Hölzer oder dauerhafte einheimische Hölzer ersetzt. Hierzu sind keine vergleichenden Ökobilanzen bekannt. Werden nun neue Anwendungen von WPC erschlossen, ist es bei der Entwicklung wichtig, dass sie einer ökobilanziellen Betrachtung unterzogen werden, um aus ökologischer Sicht die bestmögliche Anwendung zu identifizieren.

4 Untersuchungen in Arbeitsphase 1 (Monate 1-12)

4.1 Festlegung der zu untersuchenden Polymerblends

Zu Beginn des Projektes erfolgte zusammen mit Gewotech eine Festlegung der zu untersuchenden Polymerblends. Hierbei wurden folgende Punkte berücksichtigt:

- Basis sollte aus einem Polyolefin bestehen, da Polyethylen (PE) bzw. Polypropylen (PP) üblicherweise als Matrix eingesetzt werden.
- Zweites Polymer sollte bessere mechanische Eigenschaften aufweisen (technisches Polymer).
- Die Schmelztemperatur des zweiten Polymers kann auch über 200°C liegen.
- Die eingesetzten Polymere sollten als Regranulat verfügbar sein.

Nach diesen Punkten wurden mögliche Polymere ausgewählt und die Eigenschaften miteinander verglichen. In der Tab. 4-1 sind die Eigenschaften und die Preise der Polymere aufgelistet.

Tab. 4-1: Eigenschaften verschiedener Polymere

<i>Polymer</i>	<i>Zug-E-Modul [MPa]</i>	<i>Zug-Kriech- modul [MPa]</i>	<i>Biege-festigkeit [MPa]</i>	<i>Charpy [kJ/m²]</i>	<i>max. Gebrauchs- temp. [°C]</i>	<i>Tm [°C]</i>	<i>Tg [°C]</i>	<i>Preis [€/kg]</i>
----------------	------------------------------	--	-----------------------------------	--------------------------------------	---------------------------------------	----------------	----------------	---------------------

Polymer	Zug-E-Modul [MPa]	Zug-Kriech-modul [MPa]	Biege-festigkeit [MPa]	Charpy [kJ/m ²]	max. Gebrauchs-temp. [°C]	Tm [°C]	Tg [°C]	Preis [€/kg]
PP	1450	500	45	5	125	163		1,03-1,06 Regranulat: 0,56-0,67
PE-HD	1350	400	30		105	135		1,05-1,1 Regranulat: 0,55-0,72
POM	3100	1700	82	9	130	164-167		3,01-3,31 Regranulat: 1,80-1,95 2,27-2,43
ABS	2300	1500	75	22	92		110	Regranulat: 1,50-1,75
PMMA	3200	2200	130	2	65-95		110	3,11-3,34
PET	2800	2000			100	255		1,35
PS	3200	2600	100	5	70		100	
TPU	15						-60	5,0-7,0
PA6	3000	700	125	5	160	220		3,25-3,47 Regranulat: 2,75-3,10

Kunststoff Information, 10. Oktober 2011

Aus diesen denkbaren Polymeren sollten zunächst folgende Blends hergestellt werden:

- PE bzw. PP / ABS (Acrylnitril-Butadien-Styrol)
- PE bzw. PP / PMMA (Polymethylmethacrylat)
- PE bzw. PP / PET (Polyethylenterephthalat)
- PE bzw. PP / POM (Polyoxymethylen)

4.2 Vorversuche zur Herstellung von Polymerblends im Messknetzer und Charakterisierung

Für die Entwicklung der Polymerblends wurden am WKI zunächst Versuche im Labormaßstab durchgeführt. Neben mechanischen Prüfungen wurden auch analytische Untersuchungen durchgeführt, um die Qualität der Blends abschätzen zu können. Um die Eigenschaften der Blends mit denen der reinen Kunststoffe vergleichen zu können, wurden auch Prüfkörper aus den eingesetzten Kunststoffen hergestellt und geprüft.

Einige ausgewählte Polymere sind nicht miteinander mischbar, so dass Haftvermittler zur Verbesserung der Mischbarkeit eingesetzt wurden. Da von verschiedenen Herstellern unterschiedliche Haftvermittler für verschiedene Blends empfohlen wurden, wurden diese in den Vorversuchen eingesetzt, um den Haftvermittler mit der besten Wirkung zu identifizieren.

4.2.1 Durchführung

Die ersten Untersuchungen fürs Screening wurden in einem Messknetzer der Firma Thermo Scientific HAAKE, dem PolyLab QC, durchgeführt. Die Ansatzmenge beträgt ca. 200 g, so dass die Materialmenge für die Vorversuche minimiert werden konnte. Um Prüfungen zur Biegefestigkeit, Wasseraufnahme oder auch zur Schlagzähigkeit durchführen zu können, wurden mittels Spritzguss (Thermo Scientific HAAKE Minijet II) Biegeprüfkörper (80 x 10 x 4 mm) hergestellt.

Die DSC (Differential scanning calorimetry)-Messungen wurden mit einer Mettler Toledo DSC822 unter Stickstoffatmosphäre durchgeführt.

4.2.2 PE / PET - Blends

Für die Entwicklung von PE / PET –Blends wurde ein Polyethylen (PE) (Lupolen 5261 Z von Basell), Polyethylenterephthalat (PET) (Terez PET 3200 von Ter Hell Plastic GmbH), recyceltes PE (rPE) (Planolen H00509 von Remondis) und recyceltes PET (rPET) (Meister-Flakes) verwendet. Zusätzlich standen uns zwei Haftvermittler zur Verfügung. Zum einen wurde ein Haftvermittler basierend auf einem Ethylencopolymer, gefraftet mit einem Anhydrid, das sehr gute Haftung zu PET und PE aufweist (**Admer SF730E**), eingesetzt. Daneben wurde ein mit Maleinsäureanhydrid funktionalisiertes LDPE, Scona **TSPE 1112 GALL** (MSA-Gehalt 2%), eingesetzt. Folgende Blendzusammensetzungen wurden untersucht (Tab. 4-2):

Tab. 4-2: Zusammensetzungen der untersuchten PE / PET-Blends

Probe	PE		PET		Haftvermittler	
		%		%		%
PE/rPET_1	Lupolen 5261 Z	48	Meister-Flakes MR-001	48	Admer SF730E	4
PE/rPET_2	Lupolen 5261 Z	47	Meister-Flakes MR-001	47	Admer SF730E	6
PE/rPET_3	Lupolen 5261 Z	49	Meister-Flakes MR-001	49	TSPE 1112 GALL	2
PE/rPET_4	Lupolen 5261 Z	48	Meister-Flakes MR-001	48	TSPE 1112 GALL	4
rPE/rPET_1	Planolen H00509	49	Meister-Flakes MR-001	49	TSPE 1112 GALL	2
PE/PET_1	Lupolen 5261 Z	48	Terez PET 3200	48	Admer SF730E	4
PE/PET_2	Lupolen 5261 Z	49	Terez PET 3200	49	TSPE 1112 GALL	2

Die Mischungen wurden im Messknetzer bei einer Temperatur von 260-280°C 20 min vermischt, abgekühlt und aus der Knetmasse mittels Spritzguss Biegeprüfkörper mit einer Zylindertemperatur von 270°C und einem Einspritzdruck von 400 bar hergestellt. Die Rohdichte der Prüfkörper lag bei 1000 kg/m³. Die Ergebnisse der mechanischen Prüfungen sind in Abb. 4-1 dargestellt.

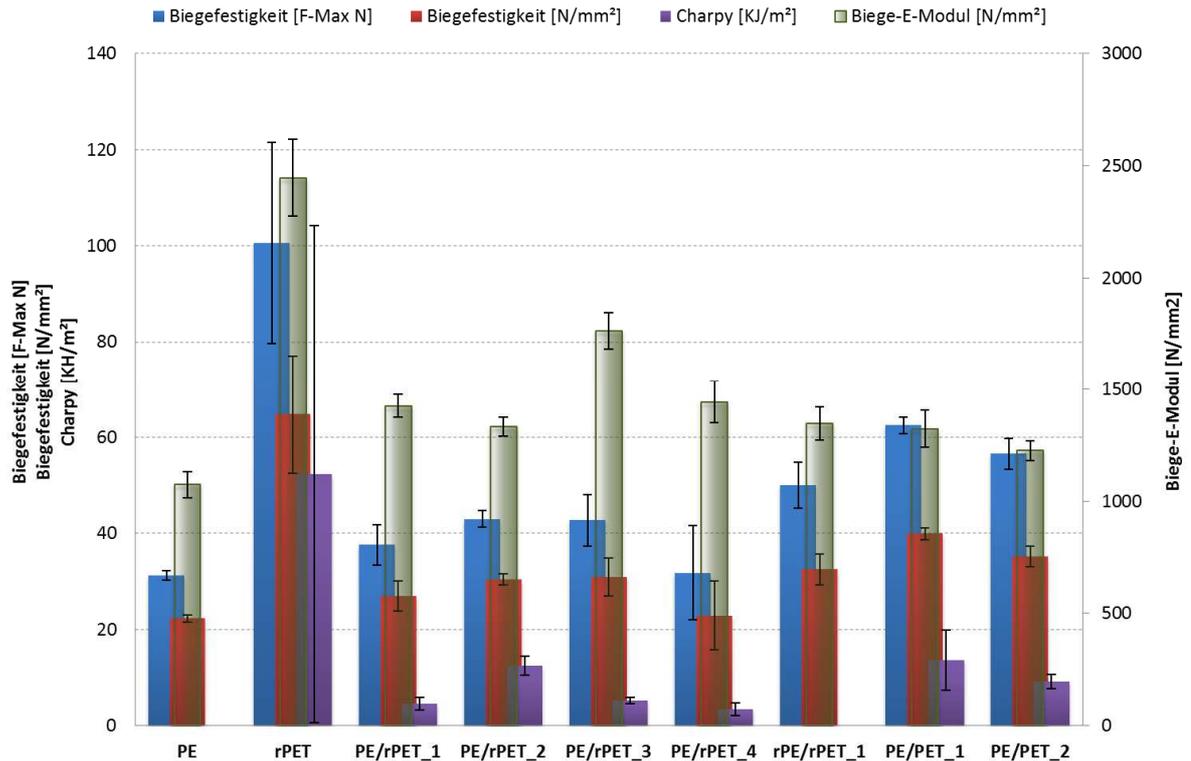


Abb. 4-1: Ergebnisse der mechanischen Prüfungen hergestellter PE / PET-Blends.

Zunächst wurden verschiedene Haftvermittler und unterschiedliche Mengen an Haftvermittlern in einem PE / rPET-Blend genauer untersucht. Die Ergebnisse zeigen, dass nicht nur die Art des Haftvermittlers, sondern auch die Menge des Haftvermittlers Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften hat. Prinzipiell ist zu erkennen, dass die Werte der mechanischen Eigenschaften von PE / rPET-Blends zwischen denen von PE und dem recycelten PET liegen und damit gezeigt wird, dass in einem Blend die spezifischen Eigenschaften der eingesetzten Polymere kombiniert werden können. Besonders hohe Werte wurden mit einem Maleinsäureanhydrid funktionalisierten LDPE (TSPE 1112) erhalten (PE/rPET_3), wobei die Konzentration nicht über 2% liegen sollte. Die Schlagzähigkeit wird durch den Admer SF730E-Haftvermittler verbessert (PE/rPET_2). Setzt man statt des PE ein recyceltes PE ein, so wird die Biegefestigkeit nicht merklich verändert, aber das E-Modul sinkt ein wenig (rPE/rPET_1). Vergleicht man dies mit einem Blend, das aus PE und PET besteht (PE/PET_1), erhöht sich die Biegefestigkeit, aber das E-Modul bleibt fast konstant. Dies zeigt, dass recycelte Polymere, wie in diesem Fall PE und PET, eingesetzt werden können, ohne die mechanischen Eigenschaften merklich zu reduzieren.

Um die Veränderungen und die Qualität des Blends zu überprüfen, wurden ferner DSC-Messungen durchgeführt. Bei einer erfolgreichen Blendherstellung, d.h. durch bestehende Wechselwirkungen zwischen den beiden Polymeren, sollten sich die Schmelztemperaturen der einzelnen Polymere verändern, ferner auch der Kristallisationsgrad.

Folgendes Temperaturprogramm wurde gewählt: In der 1. Aufheizphase wurde eine Aufheizrate von 10 K/min gewählt, in der 1. Abkühlphase 5 K/min und in der 2. Aufheizphase 5 K/min. Eingewogen wurden ca. 10 mg der Proben.

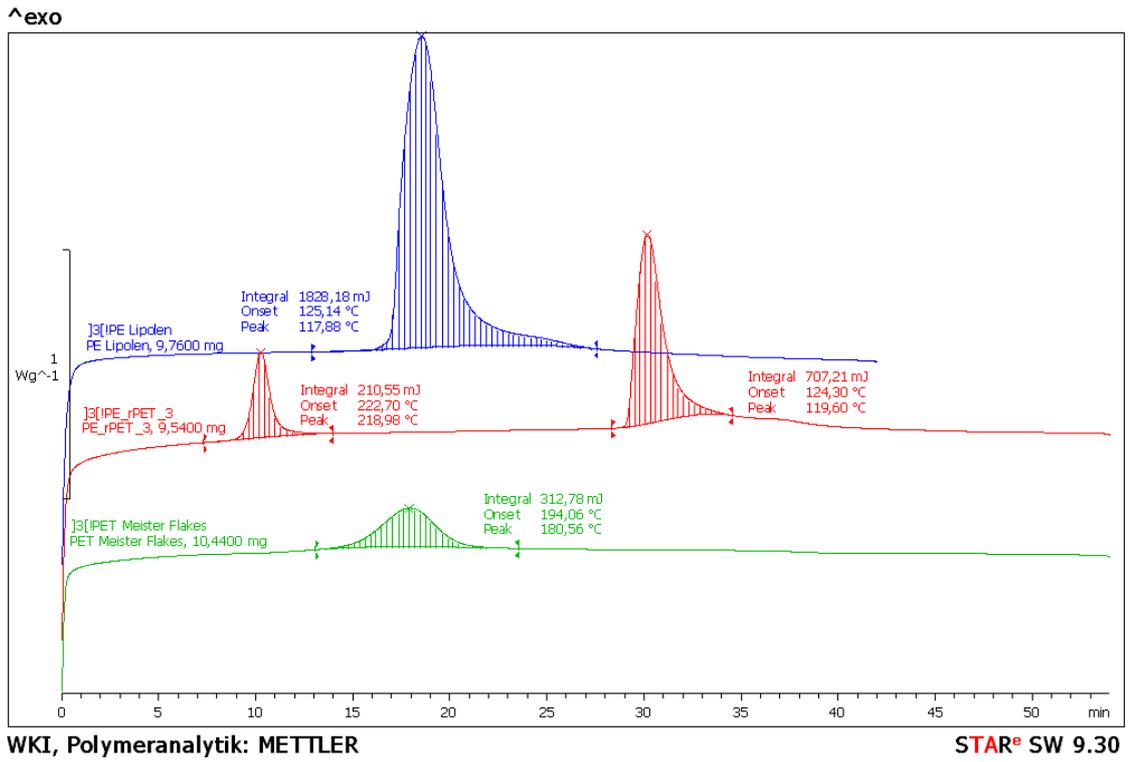


Abb. 4-2: DSC-Messungen von PE/rPET_3-Blend und des eingesetzten PE's und rPET's; 1. Abkühlphase

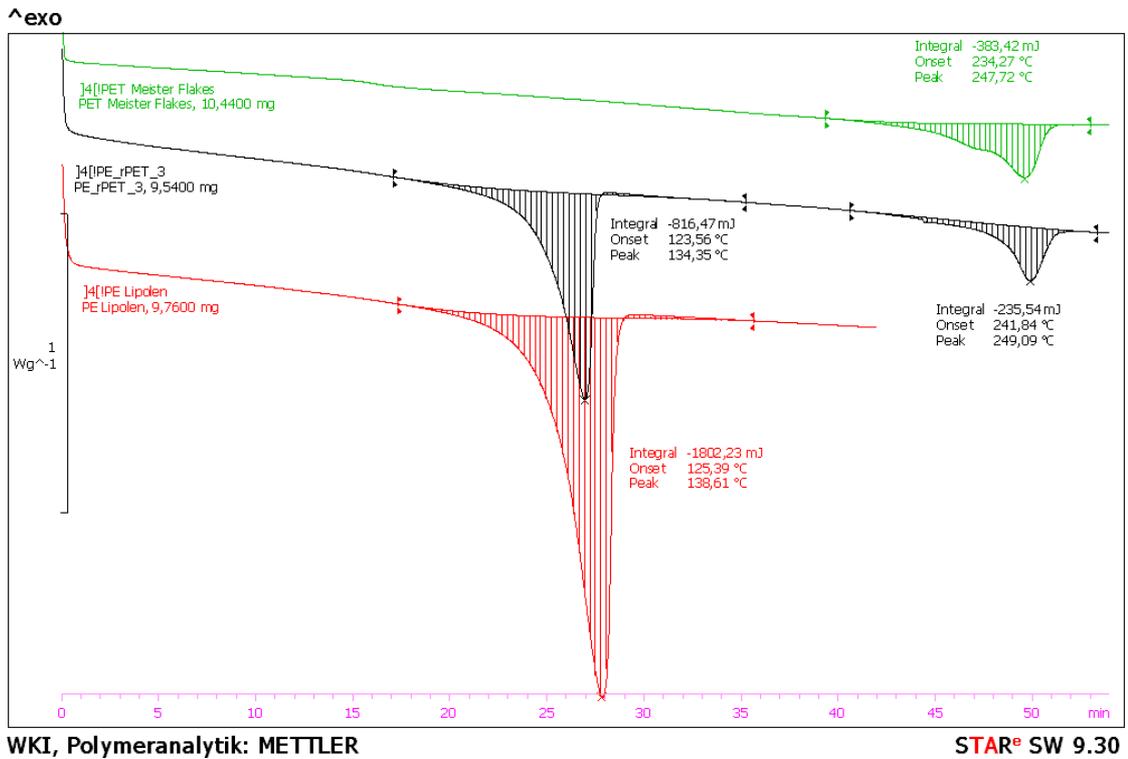


Abb. 4-3: DSC-Messungen von PE/rPET_3-Blend und des eingesetzten PE's und rPET's; 2. Aufheizphase

Bei dem Blend PE/rPET_3 zeigten sich bei der Kristallisationstemperatur und Schmelztemperatur von PE keine Veränderungen (Abb. 4-2, Abb. 4-3). Eine Verschiebung zu höheren Temperaturen ist hingegen beim recycelten PET zu erkennen. Der Kristallisationsgrad hat sich bei beiden Polymeren nicht verändert, erkennbar durch die nicht veränderten Peakflächen. Somit scheint es zunächst, dass der Haftvermittler keine große Wirkung auf das Blend hat. Dennoch sind leichte Verbesserungen in den mechanischen Eigenschaften im Vergleich zu reinem PE zu erkennen. Daher wurde später dynamisch-mechanische Analyse durchgeführt, um die Wechselwirkungen zwischen den Polymeren und dem Haftvermittler genauer untersuchen zu können.

4.2.3 PP / PET-Blends

Für die Entwicklung von PP / PET-Blends wurde von Sabic das Polypropylen 510 A (PP) zur Verfügung gestellt und auch hier wieder das recycelte PET von Meister Flakes (rPET) und das PET Terez PET 3200 von Ter Hell Plastic GmbH (PET) eingesetzt. Als Haftvermittler erhielten wir von der Firma Byk-Kometra ein mit Maleinsäureanhydrid hochfunktionalisiertes PP-Copolymer (MSA-Gehalt 0,9 – 1,3 %) (TPPP 2003GB), das auch gleichzeitig als Schlagzähmodifikator eingesetzt werden kann. In Tab. 4-3 sind die eingesetzten Zusammensetzungen zusammengestellt.

Tab. 4-3: Zusammensetzungen der untersuchten PP / rPET-Blends

Probe	PP		PET		Haftvermittler	
		%		%		%
PP/rPET_1	Sabic 510 A	49	Meister-Flakes MR-001	49	TPPP 2003GB	2
PP/rPET_2	Sabic 510 A	48	Meister-Flakes MR-001	48	TPPP 2003GB	4
PP/PET_1	Sabic 510 A	48	Terez PET 3200	48	TPPP 2003GB	4

Die Mischungen wurden im Messknetter bei einer Temperatur von 260-280°C 20 min vermischt, abgekühlt und aus der Knetmasse mittels Spritzguss Biegeprüfkörper mit einer Zylindertemperatur von 270°C und einem Einspritzdruck von 200-300 bar hergestellt. Die Rohdichten der Prüfkörper lagen bei 1000 kg/m³. Die Ergebnisse der mechanischen Prüfungen sind in Abb. 4-4 gezeigt.

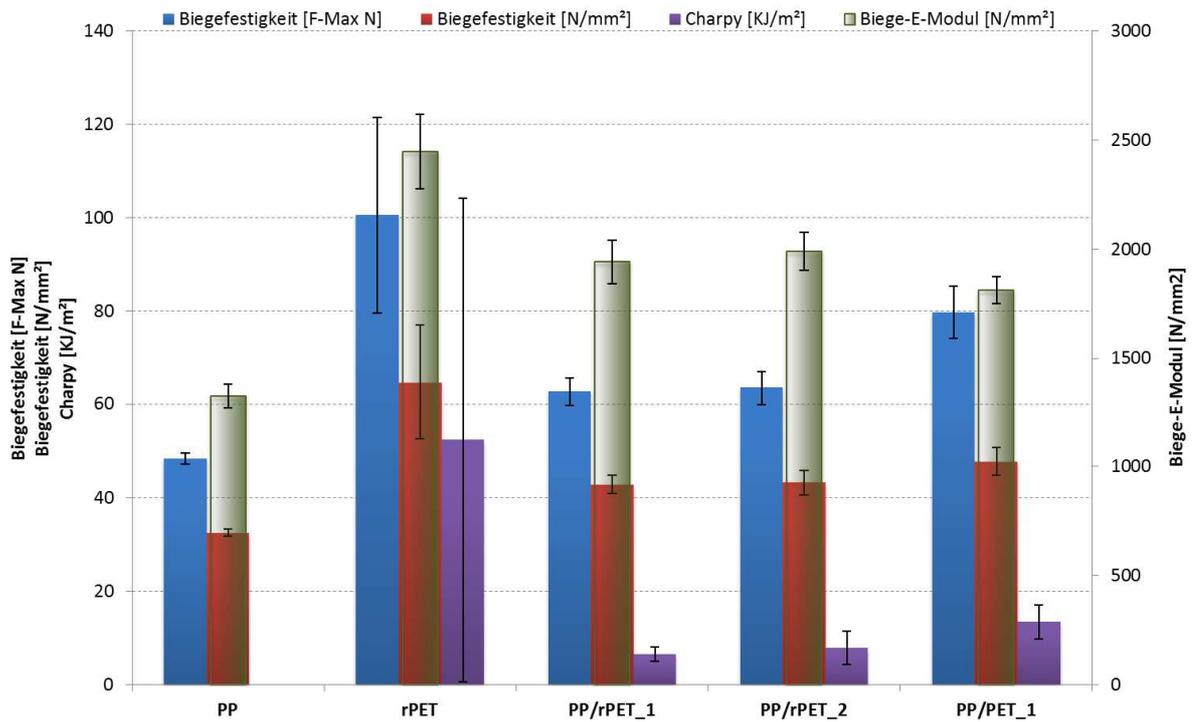


Abb. 4-4: Ergebnisse der mechanischen Prüfungen der PP/rPET-Blends.

Die Biegefestigkeiten und auch das Biege-E-Modul zeigen bei den Blends Werte, die auch hier wieder zwischen dem reinen PP und den reinen PET liegen. Eine Zugabe von 4% des Haftvermittlers (PP/rPET_2) scheint hier besser zu funktionieren als eine Zugabe von nur 2% (PP/rPET_1). Auch die Schlagzähigkeit wird verbessert. Auch hier zeigt der Vergleich zwischen eingesetztem PET und recyceltem PET, dass recyceltes PET ohne Verlust der mechanischen Eigenschaften eingesetzt werden kann.

Das PP / rPET_2 wurde mittels DSC genauer analysiert. In der 1. Aufheizphase wurde eine Aufheizrate von 10 K/min gewählt, in der 1. Abkühlphase 5 K/min und in der 2. Aufheizphase 5 K/min. Eingewogen wurden ca. 10 mg der Proben.

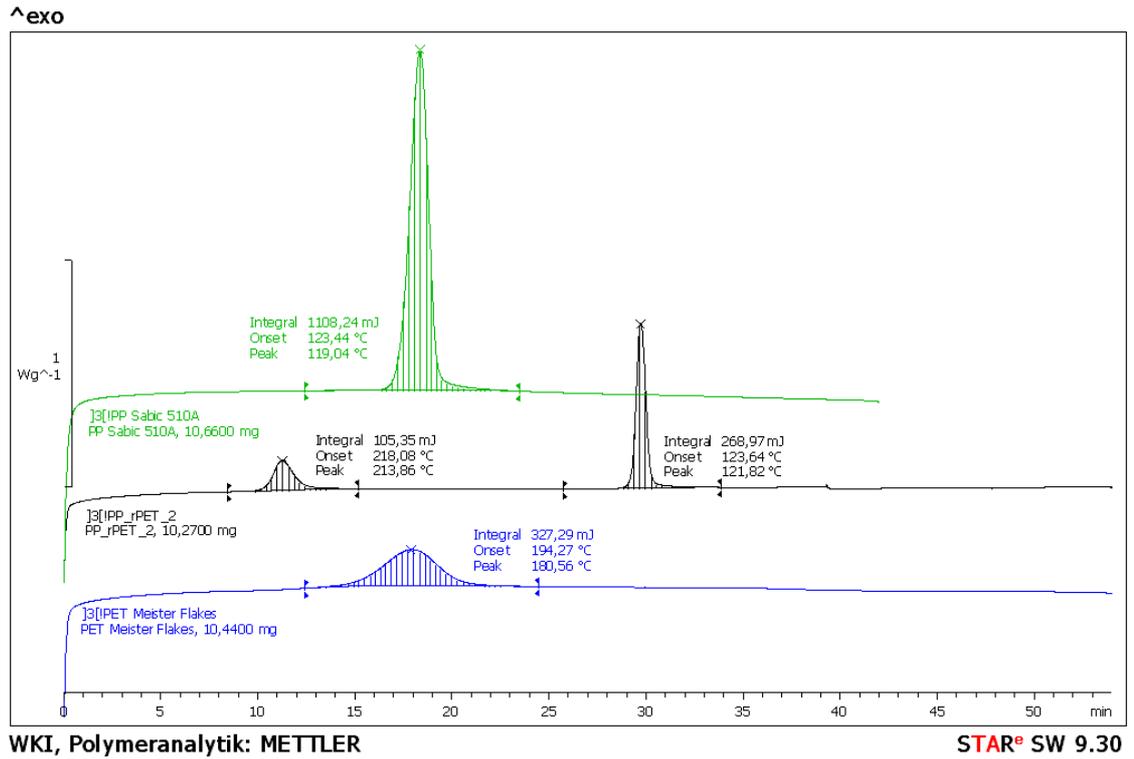


Abb. 4-5: DSC-Messungen von PP/rPET_2-Blend und des eingesetzten PP's und rPET's; 1. Abkühlphase

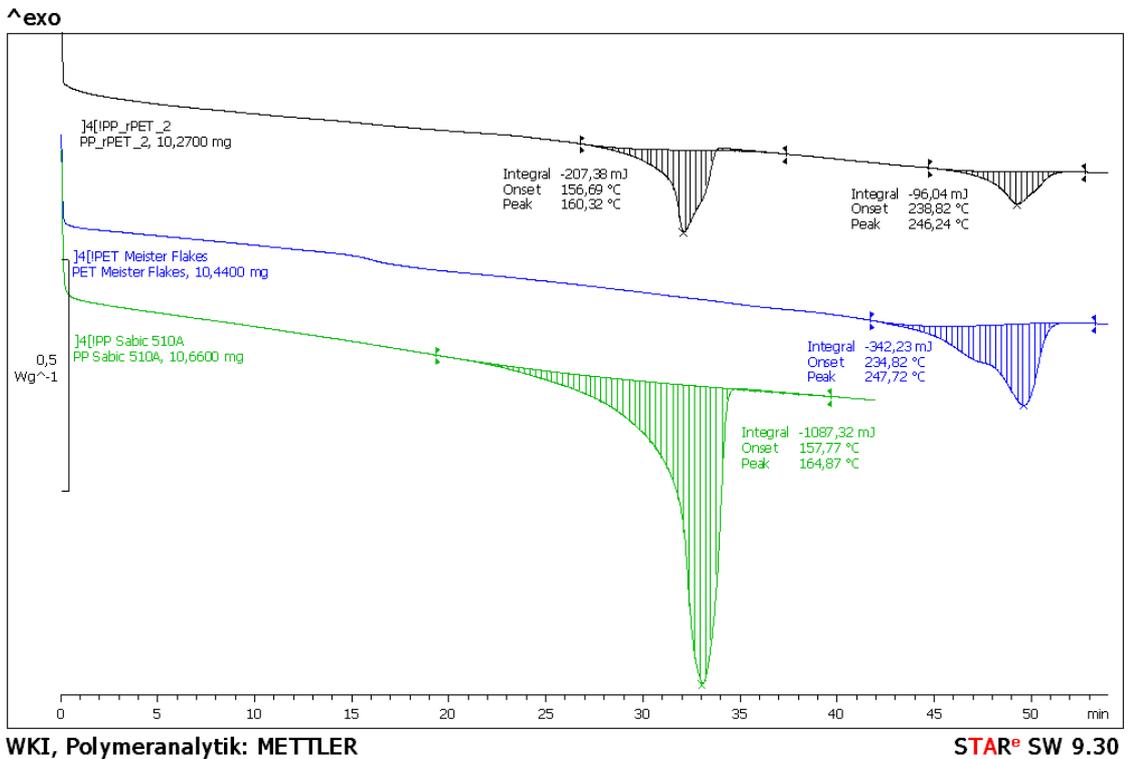


Abb. 4-6: DSC-Messungen von PP/rPET_2-Blend und des eingesetzten PP's und rPET's; 2. Aufheizphase

In den Abb. 4-5 und Abb. 4-6 zeigen sich bei den Schmelztemperaturen keine Veränderungen, aber die Kristallisationstemperaturen von rPET im Blend sind deutlich höher als die des reinen rPET. Auch hier scheint es Wechselwirkungen zwischen dem Haftvermittler und dem rPET zu geben. Deutlich reduziert sind die Kristallisationsgrade der Polymere im Blend. Anhand der Peakflächen kann ausgesagt werden, dass der Kristallisationsgrad beider Polymere nur halb so groß ist wie der der reinen Polymere. Dies könnte darauf hinweisen, dass die Wirkung des eingesetzten Haftvermittlers relativ gut ist.

4.2.4 PP / PMMA-Blends

Eine weitere interessante Kombination von Polymeren ist das PP / PMMA-Blend. Polymethylmethacrylat (PMMA) hat sehr gute mechanische Eigenschaften. Von der Firma Evonik erhielten wir zwei verschiedene PMMA-Typen. Das PMMA 7H hat sehr gute mechanische Eigenschaften, eine hohe Wärmeformbeständigkeit und eine gute Schmelzestandfestigkeit. Das PMMA zk5HF ist schlagzähmodifiziert und hat demzufolge eine sehr gute Bruchfestigkeit und Schlagzähigkeit mit hervorragender Fließfähigkeit. Diese beiden PMMA-Typen wurden mit einem mit Methylnmethacrylat-gepfropftem PP, dem TPPP 2507 Fa von der Firma Byk-Kometra (TPPP 2507 FA) (MMA-Gehalt 11%), als Haftvermittler eingesetzt. Hierbei wurde erneut das Polypropylen 510 A von Sabic eingesetzt. In Tab. 4-4 sind die Zusammensetzungen der Blends dargestellt.

Tab. 4-4: Zusammensetzung der untersuchten PP/PMMA-Blends

<i>Probe</i>	<i>PP</i>		<i>PMMA</i>		<i>Haftvermittler</i>	
		%		%		%
PP/PMMA_1	Sabic 510 A	48	PMMA 7H	48	TPPP 2507 FA	4
PP/PMMA_2	Sabic 510 A	48	PMMA zk5HF	48	TPPP 2507 FA	4

Die Mischungen wurden im Messkneteter bei einer Temperatur von 190-200°C 20 min vermischt, abgekühlt und aus der Knetmasse mittels Spritzguss Biegeprüfkörper mit einer Zylindertemperatur von 200°C und einem Einspritzdruck von 400 bar hergestellt. Die Rohdichten der Prüfkörper lagen auch hier bei 1000 kg/m³. Die Ergebnisse der mechanischen Prüfungen sind in Abb. 4-7 abgebildet.

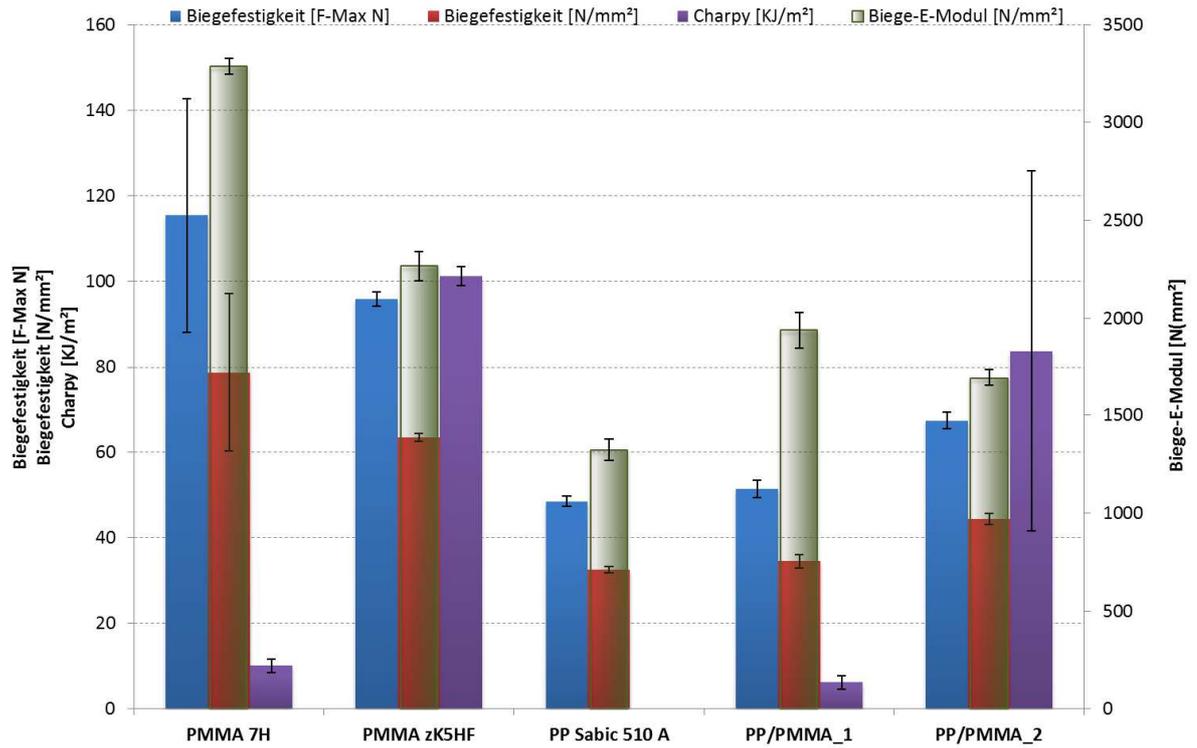


Abb. 4-7: Ergebnisse der mechanischen Prüfungen der PP / PMMA-Blends

Die Ergebnisse der mechanischen Prüfungen der PP / PMMA-Blends zeigen, dass ein Blend aus dem PP und dem PMMA 7H (PP/PMMA_1) keine merklichen Verbesserungen in den mechanischen Eigenschaften im Vergleich zu reinem PP zeigt. Nur eine Verbesserung des Biege-E-Moduls ist zu verzeichnen. Erstaunlicherweise bewirkt aber das PMMA zK5HF in einem PP / PMMA-Blend (PP/PMMA_2) eine Verbesserung der Biegefestigkeit und des Biege-E-Moduls, und auch die hohe Schlagzähigkeit des PMMA kann mit in das Blend übertragen werden. Das PMMA zK5HF scheint besser mit dem PP zu harmonieren als das PMMA 7H.

Das PP / PMMA_2-Blend wurde mittels DSC genauer analysiert. In der 1. Aufheizphase wurde eine Aufheizrate von 10 K/min gewählt, in der 1. Abkühlphase 5 K/min und in der 2. Aufheizphase 5 K/min. Eingewogen wurden ca. 10 mg der Proben.

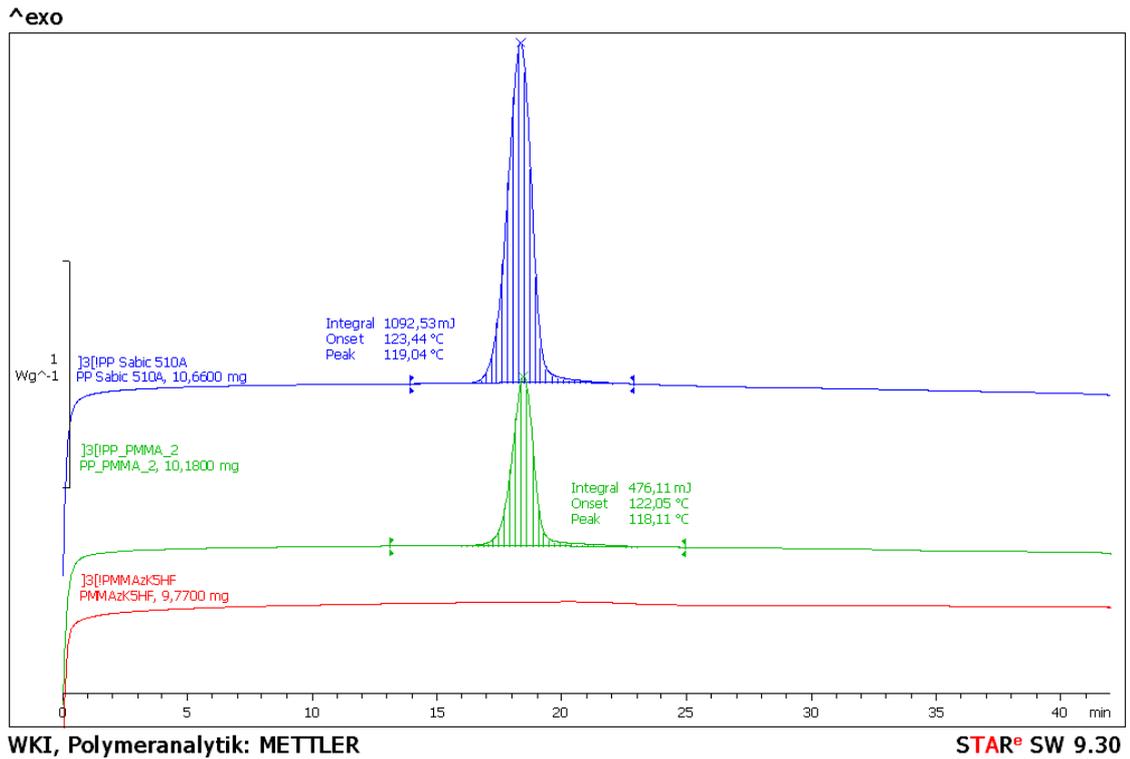


Abb. 4-8: DSC-Messungen von PP/PMMA_2-Blend und des eingesetzten PP's und PMMA's; 1. Abkühlphase

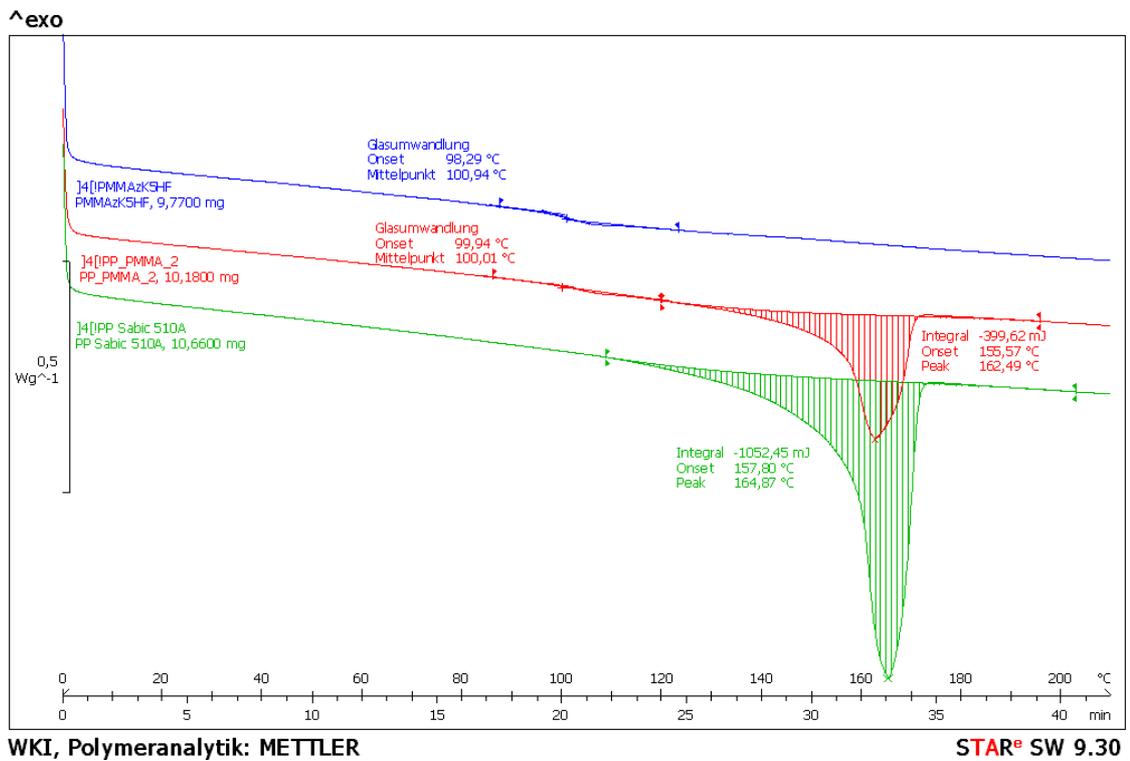


Abb. 4-9: DSC-Messungen von PP/PMMA_2-Blend und des eingesetzten PP's und PMMA's; 2. Aufheizphase

Die DSC-Messungen von PP/PMMA_2 (Abb. 4-8, Abb. 4-9) zeigen keine Veränderungen in den Schmelz- und Kristallisationstemperaturen, aber der Kristallisationsgrad des PP hat ein wenig abgenommen. Dies ist ein Anzeichen dafür, dass der Haftvermittler mit dem PP Wechselwirkungen eingeht.

4.2.5 PE / POM-Blends

Neben PET und PMMA wurde auch ein Polyoxymethylen (POM), das Ultraform N2320003 der Firma BASF, als Blendpartner ausgewählt, da es gute mechanische Eigenschaften aufweist und einen niedrigen Schmelzpunkt von 160°C hat. Es wurde hier wiederum das Polyethylen (PE) Lupolen 5261 Z von Basell eingesetzt. Für ein PE / POM-Blend ist zunächst kein Haftvermittler notwendig, da sich diese beiden Polymere aufgrund der Struktur teilweise mischen lassen. In Tab. 4-5 ist die Zusammensetzung des PE / POM-Blends dargestellt.

Tab. 4-5: Zusammensetzung des PE/POM-Blends

Probe	PE		POM		Haftvermittler	
		%		%		%
PE/POM_1	Lupolen 5261 Z	50	Ultraform N2320003	50	kein	0

Die Mischung wurde im Messkneteter bei einer Temperatur von 190°C 20 min vermischt, abgekühlt und aus der Knetmasse mittels Spritzguss Biegeprüfkörper mit einer Zylindertemperatur von 250°C und einem Einspritzdruck von 300 bar hergestellt. Die Rohdichten der Prüfkörper lagen bei 1000 kg/m³. Die Ergebnisse der mechanischen Prüfungen sind in Abb. 4-10 abgebildet.

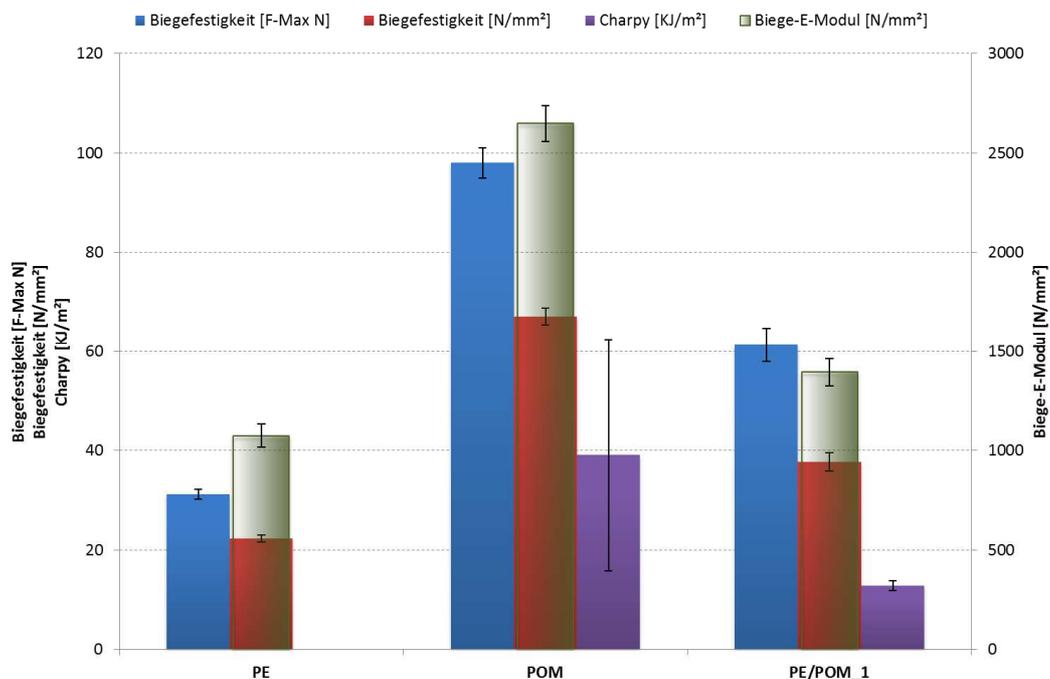


Abb.

4-10: Ergebnisse der mechanischen Prüfungen der PE/POM-Blends

Die Ergebnisse der mechanischen Prüfungen zeigen, dass auch ohne Zugabe eines Haftvermittlers die Eigenschaften eines PE / POM-Blends zwischen dem von PE und POM liegen und somit eine Verbesserung durch Zugabe von POM gegenüber PE erreichbar ist.

4.2.6 *Fazit*

Die Untersuchungen im Rahmen der Blendentwicklung zeigten, dass die mechanischen Eigenschaften durch Mischen zweier Polymere im Vergleich zu einem PE oder PP verbessert werden können. Dabei spielt die Wahl des richtigen Haftvermittlers und der Anteil des Haftvermittlers eine entscheidende Rolle. Des Weiteren konnte gezeigt werden, dass auch recycelte Polymere ohne größeren Verlust an mechanischen Eigenschaften eingesetzt werden können. Zu diesem Zeitpunkt war es noch nicht möglich, recyceltes PP, PMMA und POM zu erhalten.

Ein weiteres Blendsystem, das PP-ABS, wurde im Zuge einer Diplomarbeit intensiv untersucht (Thomas Meinert: Einsatz von Polypropylen/Acrylnitril-Butadien-Styrol-Polymerblends als Matrix in Wood-Polymer Compounds; Fachhochschule Hannover, Fachbereich Bioverfahrenstechnik, Studiengang Technologie nachwachsender Rohstoffe; 2011).

Aus diesen Vorversuchen wurden die Blendzusammenstellungen mit dem größten Potential für die Entwicklung von WPC mit Polymerblends ausgewählt.

4.3 Vorversuche zur WPC-Herstellung mit einer Polymerblendmatrix im Messknetzer und Charakterisierung

Die entwickelten Polymerblends wurden im nächsten Schritt bei der Herstellung von WPC eingesetzt. Es wurden hierbei verschiedene Ansätze zur WPC-Herstellung mit Polymerblends als Matrix verfolgt. Der erste Ansatz beinhaltete die Herstellung des Polymerblends mit geeigneten Haftvermittlern vor der Zugabe der Holzkomponente und eines weiteren Haftvermittlers zur Verbesserung der Interphasenhaftung zwischen Polymerblend und Holz. Aus Kostengründen sollte versucht werden, die Herstellung von WPC mit Polymerblends in so wenigen Schritten wie möglich zu realisieren. Daher wurde im zweiten Ansatz auf die Herstellung der Polymerblends verzichtet und alle Kunststoffkomponenten mit der Holzkomponente zusammen hinzugegeben und vermischt.

Da zu den Polymerblends eine weitere Komponente, das Holz, in der Schmelze hinzugegeben wird, kann davon ausgegangen werden, dass sich im WPC die hergestellten Blends wieder anders verhalten und sich die mechanischen Eigenschaften verändern können. Des Weiteren muss auch ein zusätzlicher Haftvermittler hinzugegeben werden, um die Anbindung der Polymere ans Holz zu gewährleisten. Dieser zweite Haftvermittler kann auch hier wieder Einfluss auf das Polymerblend ausüben.

4.3.1 *Durchführung*

Die ersten Untersuchungen fürs Screening wurden in einem Messknetzer der Firma Thermo Scientific HAAKE, dem PolyLab QC, durchgeführt. Die Ansatzmenge beträgt ca. 200 g, so dass die Materialmenge für die Vorversuche minimiert werden konnte. Um Prüfungen zur Biegefestigkeit, Wasseraufnahme oder auch zur Schlagzähigkeit durchführen zu können, wurden mittels Spritzguss (Thermo Scientific HAAKE Minijet II) Biegeprüfkörper (80 x 10 x 4 mm) hergestellt.

Die Biegeprüfungen wurden in Anlehnung an ISO 178 und die Charpy-Schlagzähigkeitsprüfungen in Anlehnung an DIN EN ISO 179-1/1f durchgeführt. Die Wasseraufnahme wurde nach einer 5 h Kochquellung in Anlehnung an EN 1087-1 ermittelt.

Die DSC (Differential scanning calorimetry)-Messungen wurden mit einer Mettler Toledo DSC822 unter Stickstoffatmosphäre durchgeführt.

4.3.2 WPC mit PE / PET-Blends

Zunächst wurden als Referenz WPC mit den reinen Kunststoffen Polyethylen (PE), recyceltes PE (rPE), Polyethylenterephthalat (PET) und recyceltem PET (rPET) hergestellt. Es wurde das Holzmehl Lignocel BK 40/90 der Firma Rettenmaier mit einer Partikelgröße von 300-500 µm eingesetzt. Ferner wurde Buchenthermoholzmehl eingesetzt. Zur Verbesserung der Interphasenhaftung zwischen Polymer und Holz wurde ein mit Maleinsäureanhydrid funktionalisiertes Polyethylen, das TPPE 1102 GALL der Firma Byk-Kometra, und als Gleitmittel ein PE-Wachs, das Licolub H12 der Firma Clariant, eingesetzt.

Bei der Herstellung von WPC mit PET müssen aufgrund des hohen Schmelzpunktes des PET hohe Temperaturen von 250°C eingestellt werden. Da diese Temperatur über der Zersetzungstemperatur von Holz liegt, wurden die Proben relativ dunkel. Da Thermoholz temperaturstabiler ist, wurde ferner versucht, WPC mit Thermoholz und PET herzustellen. Die hergestellten Rezepturen sind in Tab. 4-6 dargestellt.

Tab. 4-6: Zusammensetzungen der PE- und PET-WPC

Probe	Polymermatrix	Holzmehl		Gleitmittel		Haftvermittler	
		%	%	%	%		
PE-WPC A	Lupolen 5261 Z	27	70	1	TPPE 1102 GALL	2	
rPE-WPC A	Planolen H00509	27	70	1	TPPE 1102 GALL	2	
rPET-WPC A	Meister-Flakes MR-001	29	70	1	kein	0	
PET-WPC A	Terez PET 3200	29	70	1	kein	0	
PET-WPC B	Terez PET 3200	29	70	(Thermoholz)	1	kein	0

Die Mischungen wurden im Messknetzer bei einer Temperatur von 190°C (PE) bzw. 250°C (PET) 10 min vermischt, abgekühlt und aus der Knetmasse mittels Spritzguss Biegeprüfkörper mit einer Zylindertemperatur von 190°C (PE) bzw. 250°C und einem Einspritzdruck von 700 bar hergestellt. Die Rohdichte der Prüfkörper betrug 1200 kg/m³. Die Ergebnisse der Kochquellung und der mechanischen Prüfungen sind in Abb. 4-4 dargestellt.

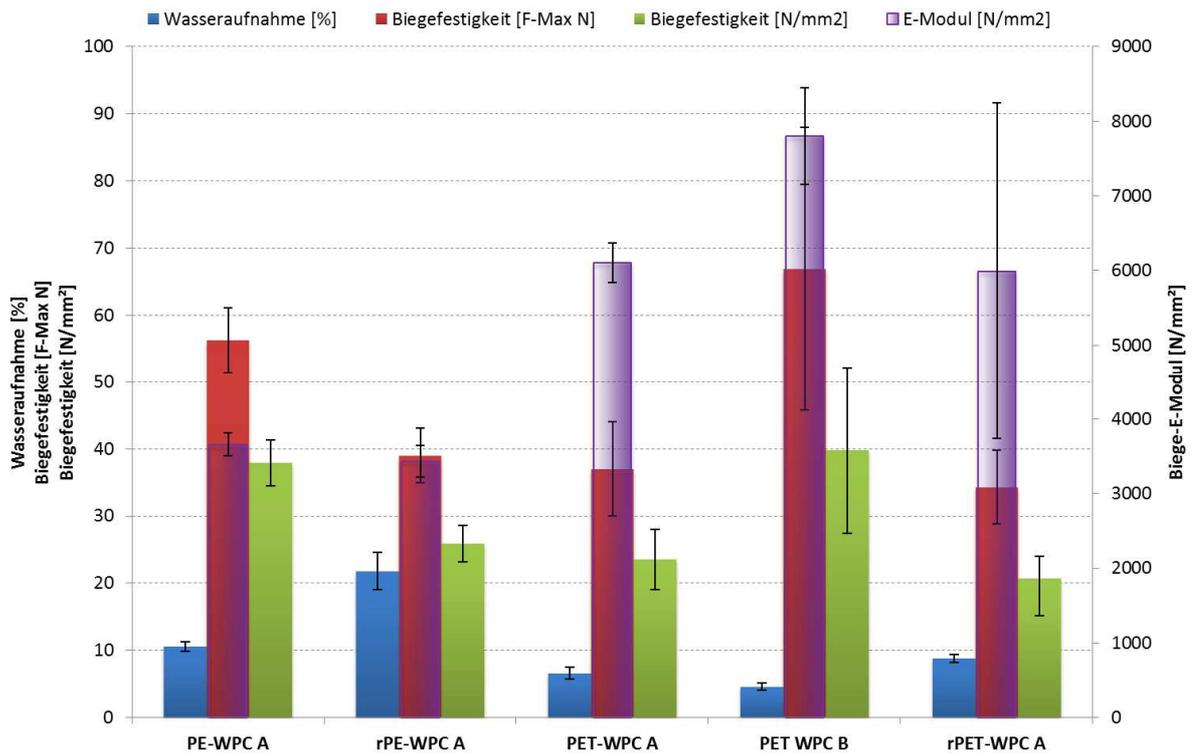


Abb. 4-4: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und mechanischen Prüfungen der PE- und PET-WPC

Das PE- und das rPE-WPC wurde mit Zusatz eines mit Maleinsäureanhydrid modifiziertem Polyethylen als Haftvermittler hergestellt. Der Vergleich zwischen neuem (PE-WPC A) und recyceltem PE (rPE-WPC A) zeigt, dass die Wasseraufnahme mit einem recyceltem PE zweimal so hoch ist wie mit einem neuen PE. Überdies nimmt die Biegefestigkeit ein wenig ab, das Biege-E-Modul bleibt aber konstant. Verwendet man ein PET als Matrix, müssen hohe Temperaturen von ca. 250°C eingestellt werden und damit ist die thermische Belastung des Holzes sehr hoch. Nach einer Mischzeit von 10 min hat sich das Holz stark verfärbt. Kürzere Mischzeiten hätten aber zur Folge, dass keine optimale Durchmischung erreicht wird. Es ist anzunehmen, dass die Schädigung des Holzes die mechanischen Eigenschaften und die Wasseraufnahme negativ beeinflusst. Die Ergebnisse von PET-WPC A und rPET-WPC A zeigen, dass die Biegefestigkeit tatsächlich niedriger ist als die des PE-WPC A. Die Biege-E-Module sind hingegen sehr viel höher. Positiv zu erwähnen ist die sehr niedrige Wasseraufnahme der Proben, obwohl kein Haftvermittler eingesetzt wurde. Der Vergleich zwischen neuem PET und recyceltem PET zeigt, dass nur minimale Verschlechterungen mit dem recyceltem PET zu beobachten sind. Wird nun statt des gewöhnlichen Holzmehls Thermoholz eingesetzt, das thermisch stabiler ist und aufgrund der Vorbehandlung weniger Wasser aufnimmt (PET-WPC B), zeigen sich sehr viel höhere Biegefestigkeiten und Biege-E-Module und weiterhin ist die Wasseraufnahme sehr viel niedriger. Auch hier ist kein Haftvermittler notwendig. Dies zeigt somit, dass zum einen recycelte Kunststoffe wie PE und PET ohne höhere Festigkeitsverluste eingesetzt werden können, dass aber auch PET als Matrix verwendet werden kann, wenn man Thermoholz einsetzt und dadurch sehr viel bessere Eigenschaften generiert werden können. Vor allem die niedrige Wasseraufnahme ist hier positiv zu bewerten.

Ziel des Projektes war es, durch eine Mischung aus zwei Polymeren die Verarbeitungstemperatur und den Preis zu reduzieren. Daher wurden ferner PE / PET-Blends als Matrix für WPC eingesetzt. Hierbei wird wieder darauf hingewiesen, dass zwei verschiedene Herstellungsverfahren verfolgt wurden. Zum einen wurde das Blend vor dem Mischen mit Holzmehl hergestellt und zum anderen

wurden alle Komponenten ohne vorherige Blendherstellung mit Holzmehl vermisch. Das zweite Herstellungsverfahren diente zum einen zur Reduzierung der Produktionschritte, zum anderen wurde beobachtet, dass durch das zweite Aufheizen des zuvor hergestellten Blends durch die thermische Belastung wahrscheinlich die Kunststoffe etwas geschädigt werden.

In der Tab. 4-7 sind die Zusammensetzungen der WPC mit zuvor hergestellten Polymerblends aufgelistet und in Tab. 4-8 die WPC-Zusammensetzungen, die durch einfache Mischung der Kunststoffkomponenten und Holz hergestellt wurden.

Tab. 4-7: Zusammensetzungen der WPC mit zuvor hergestellten Blends

Probe	Blend						Anteil Blend im WPC		Holzmehl	Haft-vermittler	Gleitmittel
	PE	%	PET	%	Haft-vermittler	%	%	%			
PE/rPET_3 WPC A	Lupolen 5261 Z	49	Meister- Flakes MR- 001	49	TSPE 1112	2	29	70	Nein	0	1
PE/rPET_3 WPC B	Lupolen 5261 Z	49	Meister- Flakes MR- 001	49	TSPE 1112	2	28	70	TPPPE 1102	1	1
PE/PET_1 WPC A	Lupolen 5261 Z	48	Terez PET 3200	48	Admer	4	29	70	Nein	0	1

Tab. 4-8: Zusammensetzung der WPC ohne vorherige Blendherstellung

Probe	PE	%	PET	%	Haft-vermittler	%	Holz-mehl [%]	Haft-vermittler	%	Gleitmittel [%]
rPE/rPET_1 WPC A	Planolen H00509	14,21	Meister-Flakes MR-001	14,21	TSPE 1112	0,58	70	Nein	0	1
rPE/rPET_1 WPC B	Planolen H00509	13,72	Meister-Flakes MR-001	13,72	TSPE 1112	0,56	70	TPPE 1102	1	1
PE/rPET_3 WPC C	Lupolen 5261 Z	13,72	Meister-Flakes MR-001	13,72	TSPE 1112	0,56	70	TSPE 1112	1	1
PE/rPET WPC D	Lupolen 5261 Z	13,5	Meister-Flakes MR-001	13,5	TPPE 1102	1	70	TPPE 1102	1	1

Die Mischungen wurden im Messknetzer bei einer Temperatur von 250°C 10 min vermischt, abgekühlt und aus der Knetmasse mittels Spritzguss Biegeprüfkörper mit einer Zylindertemperatur von 270°C und einem Einspritzdruck von 500 bar hergestellt. Die Rohdichte der Prüfkörper betrug ca. 1200 kg/m³. Die Ergebnisse der Kochquellung und der mechanischen Prüfungen sind in Abb. 4-5 dargestellt.

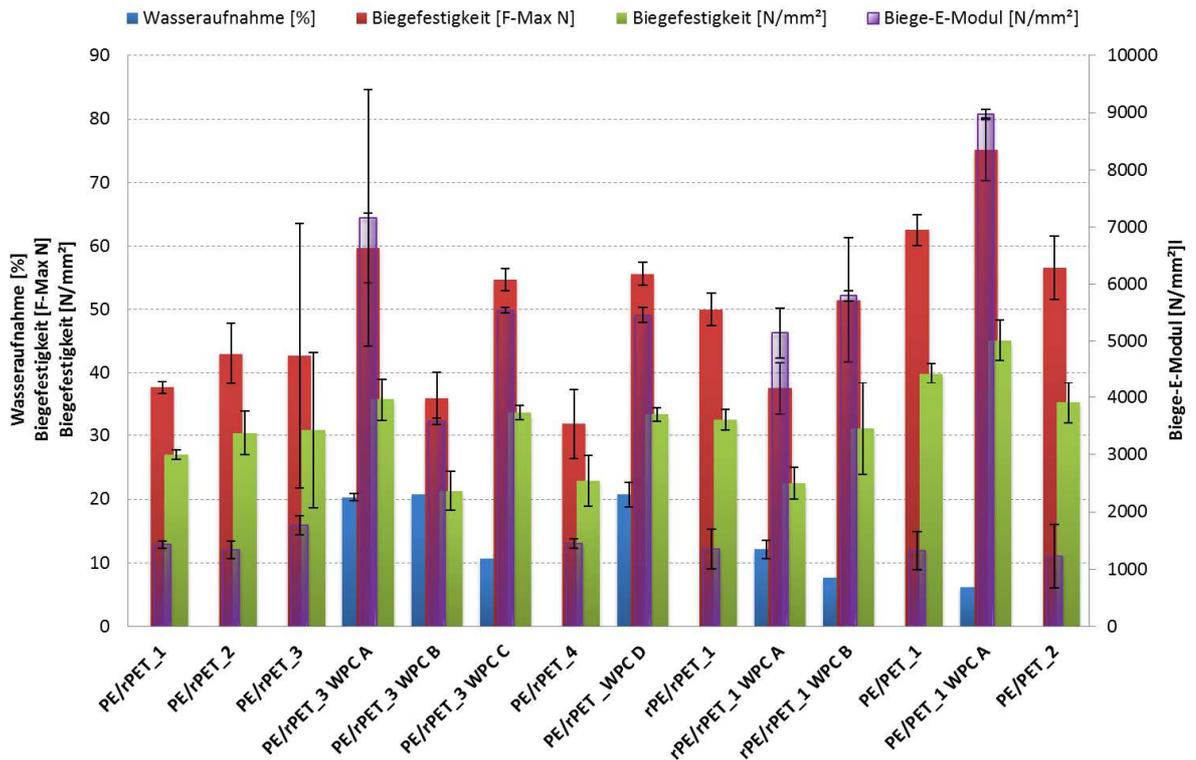


Abb. 4-5: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und mechanischen Prüfungen der PE/PET-WPC

Vergleicht man zunächst ein WPC mit einem zuvor hergestellten Blend, das das TSPE 1112 als Haftvermittler beinhaltet, einmal ohne Zugabe eines zusätzlichen Haftvermittlers für die Anbindung des Blends ans Holz (PE/rPET_3 WPC A) mit einem WPC mit Zugabe eines für ein PE-WPC üblichen Haftvermittlers (PE/rPET_3 WPC B), so zeigt sich, dass der zusätzliche Haftvermittler negative Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften ausübt. Die Biegefestigkeit und das Biege-E-Modul sinken leicht ab. Auf die Wasseraufnahme hat der zusätzliche Haftvermittler keinen Einfluss, obwohl die Wasseraufnahme durch diesen Haftvermittler, der die Interphasenhaftung zwischen Polymerblend und Holz verbessern sollte, reduziert werden sollte. Die Zugabe eines Haftvermittlers zur Anbindung der Polymere ans Holz erweist sich dagegen als sinnvoll, wenn das WPC ohne vorherige Blendherstellung hergestellt wird. Die Wasseraufnahme wird dabei um die Hälfte reduziert und die mechanischen Eigenschaften stark verbessert (Vergleich rPE/rPET_1 WPC A und rPE/rPET_1 WPC B). Da die hergestellten WPC mit einer PET-Matrix auch geringe Wasseraufnahmen und gute mechanische Eigenschaften zeigten, ist anzunehmen, dass zur besseren Interphasenhaftung zwischen Holz und PET kein Haftvermittler notwendig ist, sondern nur zur besseren Interphasenhaftung zwischen PE und Holz und PE und PET. Die Ausbildung der verschiedenen Interphasenhaftungen scheint demnach besser zu funktionieren, wenn keine vorherige Blendherstellung erfolgt. Folglich ist eine vorherige Blendherstellung nicht notwendig. Somit ist es denkbar, den Schritt der Blendherstellung bei der Herstellung von WPC mit Polymergemischen einzusparen, was zeitsparender und kostengünstiger wäre.

Bei den Blends zeigt sich daneben auch, dass Blends aus neuen Polymeren und Einsatz in einem WPC (PE/rPET_1 WPC A) insgesamt deutlich bessere mechanische Eigenschaften und vor allem sehr viel niedrigere Wasseraufnahmen hervorbringt.

Die PE/rPET_3 WPC B und PE/rPET_3 WPC C wurden mittels DSC genauer analysiert. In der 1. Aufheizphase wurde eine Aufheizrate von 10 K/min gewählt, in der 1. Abkühlphase 5 K/min und in der 2. Aufheizphase 5 K/min. Eingewogen wurden ca. 10-20 mg der Proben. Als Vergleich sind in Abb. 4-6 und Abb. 4-7 nochmals das PE/rPET_3-Blend und das rPET WBC B gezeigt.

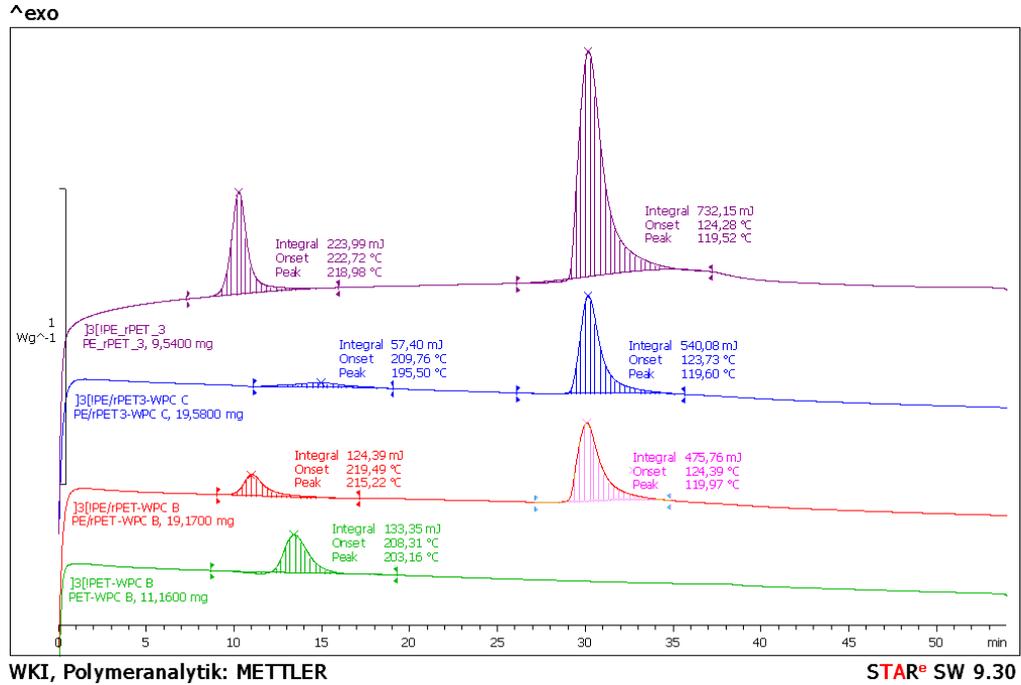


Abb. 4-6: DSC-Messungen von PE/rPET_3 WPC B, PE/rPET_3 WPC C, PET-WPC B und des eingesetzten PE/rPET_3-Blends; 1. Abkühlphase

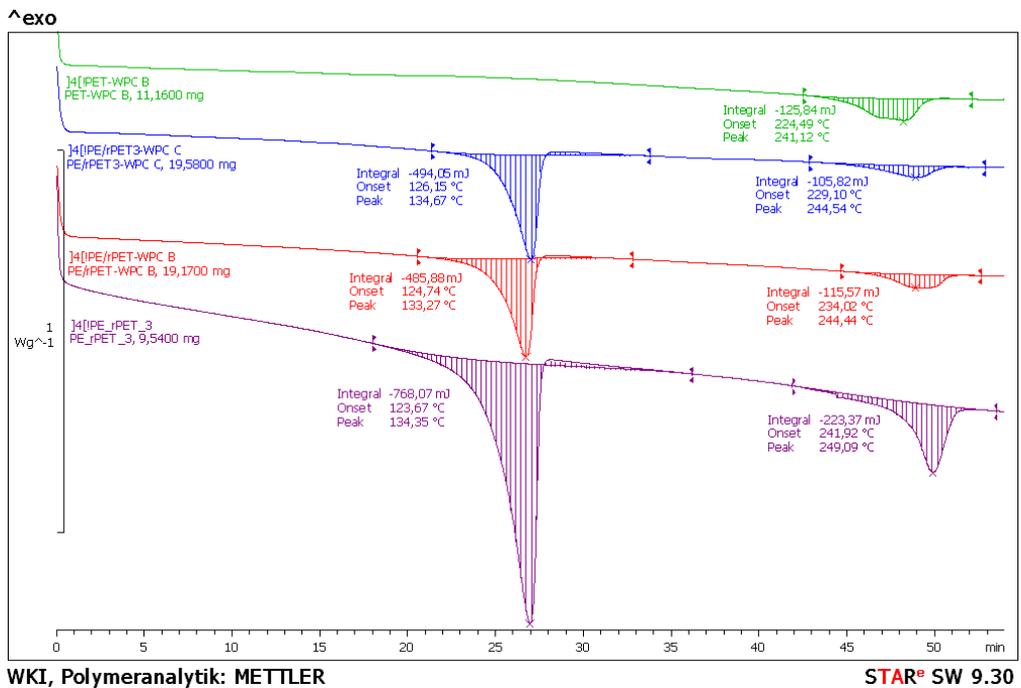


Abb. 4-7: DSC-Messungen von PE/rPET_3 WPC B, PE/rPET_3 WPC C, PET-WPC B und des eingesetzten PE/rPET_3-Blends; 2. Aufheizphase

Die Auswertung der DSC-Messungen zeigt, dass sich die Schmelztemperaturen von PE und rPET im WPC nicht ändern (Abb. 4-7). Eine Zugabe verschiedener Haftvermittler scheint zunächst keinen Einfluss auf die Wechselwirkungen zwischen den Polymeren und dem Holz zu haben. Bei Betrachtung der Abkühlphase sind wiederum Unterschiede zu erkennen (Abb. 4-6). Die Kristallisationstemperatur von rPET im PE/rPET_3 WPC C, das ohne vorherige Blendherstellung gefertigt wurde, liegt ca. 10°C unter der Kristallisationstemperatur des rPET im Blend und im PE/rPET_3 WPC B, das mit vorheriger Blendherstellung hergestellt wurde. Ferner ist der Kristallisationsgrad weitaus geringer. Dies zeigt eine vorhandene Wechselwirkung mit dem Haftvermittler und/oder mit dem Holz. Dies würde auch die guten Ergebnisse aus der Kochquellung und der mechanischen Prüfungen untermauern.

4.3.3 WPC mit PP / PET-Blends

Neben den PE/PET-Blends wurden auch PP/PET-Blends als Matrix für WPC eingesetzt. Es wurde das Holzmehl Lignocel BK 40/90 der Firma Rettenmaier mit einer Partikelgröße von 300-500 µm eingesetzt. Zur Verbesserung der Interphasenhaftung zwischen Polymer und Holz wurde ein mit Maleinsäureanhydrid funktionalisiertes Polypropylen, das TPPP 8112 FA der Firma Byk-Kometra, eingesetzt. Als Gleitmittel wurde ein PE-Wachs, das Licolub H12 der Firma Clariant, verwendet.

Da die Ergebnisse der WPC mit PE/PET-Blends zeigten, dass eine vorherige Blendherstellung für bessere Eigenschaften nicht erforderlich ist, wurden die WPC mit PP/PET-Blends ohne vorherige Blendherstellung gefertigt. Die Zusammensetzungen der mit einer PP/PET-Matrix hergestellten WPC sind in Tab. 4-9 dargestellt.

Tab. 4-9: Zusammensetzung der mit einer PP/PET-Matrix hergestellten WPC's

Probe	PE	%	PET	%	Haft-vermittler	%	Holz-mehl [%]	Haft-vermittler	%	Gleit-mittel [%]
PP/rPET_2	Sabic 510 A	48	Meister-Flakes MR-001	48	TPPP 2003GB	4				
PP/rPET_2 WPC A	Sabic 510 A	13,92	Meister-Flakes MR-001	13,92	TPPP 2003 GB	1,16	70	nein	0	1
PP/rPET_2 WPC B	Sabic 510 A	13,44	Meister-Flakes MR-001	13,44	TPPP 2003 GB	1,12	70	TPPP 8112 FA	1	1
PP/PET_1	Sabic 510 A	48	Terez PET 3200	48	TPPP 2003GB	4				
PP/PET_1 WPC A	Sabic 510 A	13,92	Terez PET 3200	13,92	TPPP 2003GB	1,16	70	nein	0	1
PP/PET_1 WPC B	Sabic 510 A	13,44	Terez PET	13,44	TPPP 2003 GB	1,12	70	TPPP 8112 FA	1	1
PP-WPC A	Sabic 510 A	27					70	TPPP 8112 FA	2	1

Die Mischungen wurden im Messknetzer bei einer Temperatur von 270°C 10 min vermischt, abgekühlt und aus der Knetmasse mittels Spritzguss Biegeprüfkörper mit einer Zylindertemperatur von 270°C und einem Einspritzdruck von 500 bar hergestellt. Dadurch

ergaben sich Rohdichten von 1200 kg/m^3 . Die Ergebnisse der 5h Kochquellung und der Biegeprüfungen sind in Abb. 4-8 dargestellt.

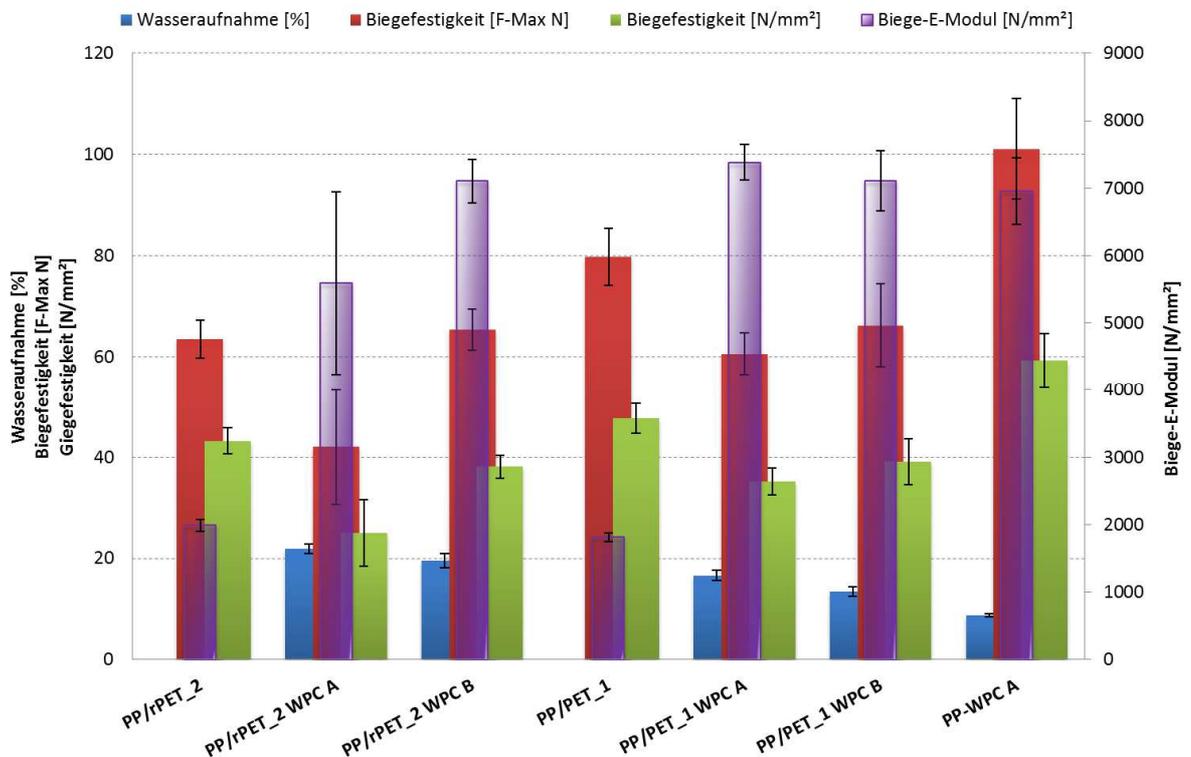


Abb. 4-8: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und der Biegeprüfungen der WPC mit PP/PET-Blends als Matrix

Die Ergebnisse der mechanischen Prüfungen für ein WPC mit einem PP/PET-Blend zeigen verglichen mit einem WPC mit PP (PP-WPC A) keine Verbesserungen. Ein PP/PET-Blend hatte gegenüber einem PP bessere mechanische Eigenschaften, diese konnten bislang aber nicht auf ein WPC übertragen werden. Aus den Ergebnissen kann aber abgeleitet werden, dass recyceltes PET ohne Verlust an Eigenschaften eingesetzt werden kann. Die Anbindung ans Holz scheint aber in den untersuchten Formulierungen nicht gut genug zu sein, um insgesamt gute Eigenschaften zu generieren. Eine Verbesserung könnte eventuell durch eine vorherige Blendherstellung gewährleistet werden. Dies sollte in den nächsten Versuchen nochmals überprüft werden.

4.3.4 WPC mit PP/PMMA-Blends

Da das PP/PMMA_2-Blend gute mechanische Eigenschaften und vor allem eine hohe Schlagzähigkeit aufwies, wurde dieses Blend als Matrix bei der WPC-Herstellung verwendet. Es wurde das Holzmehl Lignocel BK 40/90 der Firma Rettenmaier mit einer Partikelgröße von $300\text{-}500 \mu\text{m}$ eingesetzt. Zur Verbesserung der Interphasenhaftung zwischen Polymer und Holz wurde ein mit Maleinsäureanhydrid funktionalisiertes Polyethylen, das TPPE 1102 GALL der Firma Byk-Kometra, und als Gleitmittel wurde ein PE-Wachs, das Licolub H12 der Firma Clariant, verwendet.

Hier wurde nochmals der Vergleich in Betracht gezogen zwischen zuvor hergestellter Blendmatrix und Zugabe der einzelnen Blendkomponenten bei der WPC-Herstellung. Ferner wurde die Zugabe eines weiteren Haftvermittlers zur Verbesserung der Inter-

phasenhaftung zwischen Blend und Holz betrachtet. Hierzu wurde ein mit Maleinsäureanhydrid funktionalisiertes PP, das TPPP 8112 FA der Firma Byk-Kometra, eingesetzt. Die Zusammensetzungen der WPC-Proben sind in Tab. 4-10 aufgelistet.

Tab. 4-10: WPC-Zusammensetzungen mit PP/PMMA-Blends

Probe	PP	%	PMMA	%	Haft- vermittler	%	vorherige Blend- herstellung	Anteil Blend im WPC [%]	Holz-mehl [%]	Haft-vermittler	%	Gleit- mittel [%]
PMMA WPC A			PMMA zk5HF	29	nein	0						
PP WPC A	Sabic 510 A	27							70	TPPP 8112 FA	2	1
PP/PMMA_2 A	Sabic 510 A	48	PMMA zk5HF	48	TPPP 2507 FA	4						
PP/PMMA_2 WPC A	Sabic 510 A	48	PMMA zk5HF	48	TPPP 2507 FA	4	ja	29	70	nein	0	1
PP/PMMA_2 WPC C	Sabic 510 A	13,4 4	PMMA zk5HF	13,44	TPPP 2507 FA	1,12	nein		70	TPPP 8112 FA	1	1

Die Mischungen wurden im Messknetter bei einer Temperatur von 190°C 10 min vermischt, abgekühlt und aus der Knetmasse mittels Spritzguss Biegeprüfkörper mit einer Zylindertemperatur von 200°C und einem Einspritzdruck von 700 bar hergestellt. Dadurch ergaben sich Rohdichten von 1200 kg/m³. Die Ergebnisse der 5h Kochquellung und der Biegeprüfungen sind in Abb. 4-9 dargestellt.

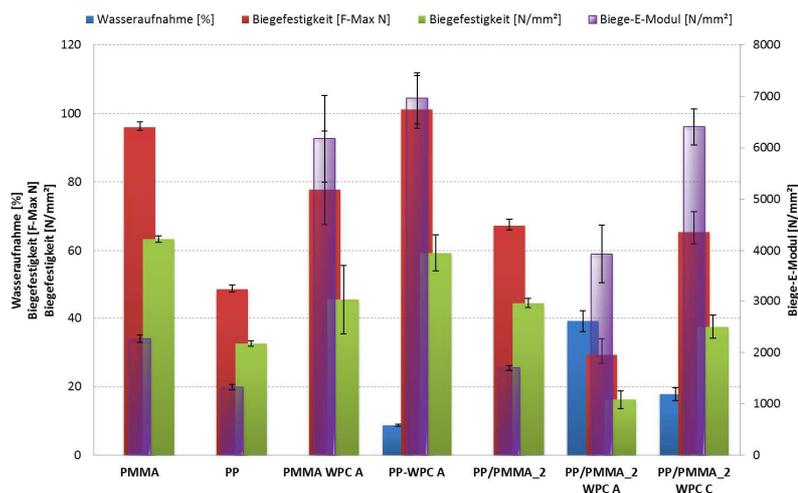


Abb. 4-9: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und der Biegeprüfungen von WPC mit PP/PMMA-Matrix

Die Eigenschaften eines WPC mit einer PP/PMMA-Matrix zeigen keine Verbesserungen zu einem WPC mit einer PP-Matrix. Zu erkennen ist aber auch hier, dass eine vorhergehende Blendherstellung nicht notwendig ist, sondern dass die Eigenschaften durch die Vermischung der einzelnen Komponenten verbessert werden (Vergleich PP/PMMA_2 WPC A mit Blendherstellung zu PP/PMMA_2 WPC C ohne Blendherstellung).

4.3.5 *Fazit zu Polymerblends aus AP 1*

Es konnte gezeigt werden, dass bestimmte Polymerblends ein hohes Potential für die Herstellung von WPC aufweisen. Hierbei sind vor allem die PE/PET-Blends hervorzuheben, da mit diesen Blends sehr gute mechanische Eigenschaften erzielt werden können, aber auch die Wasseraufnahme sehr gering ist. Recycelte Polymere sind potentiell einsetzbar, ohne die Eigenschaften stark zu beeinträchtigen.

Positiv ist auch zu sehen, dass eine Blendherstellung und somit ein zusätzlicher Schritt bei der Herstellung von WPC mit Polymerblends nicht notwendig ist und damit der Herstellungsprozess nicht verändert werden müsste, wenn Polymerblends als Matrix eingesetzt werden würden.

4.4 Arbeitsphase 1 (Monate 1-12): Compoundieren ausgewählter Formulierungen

4.4.1 *Durchführung*

Erste Untersuchungen zur Durchführbarkeit der Herstellung von WPC mit einer Blend-Matrix wurden an einem Compounder vom Typ TSK 20/40D durchgeführt. Der eingesetzte Compounder ist ein gleichsinnig drehender Doppelschneckenextruder mit einem Schneckendurchmesser von 20 mm und einer Schneckenlänge von 800 mm. Um Prüfungen zur Biegefestigkeit, Wasseraufnahme oder auch zur Schlagzähigkeit durchführen zu können, wurden mittels Spritzguss (Thermo Scientific HAAKE Minijet II) Biegeprüfkörper (80 x 10 x 4 mm) aus den hergestellten Compounds gefertigt.

Die Biegeprüfungen wurden in Anlehnung an ISO 178 und die Charpy-Schlagzähigkeitsprüfungen in Anlehnung an DIN EN ISO 179-1/1f durchgeführt. Die Wasseraufnahme wurde nach einer 5 h Kochquellung in Anlehnung an EN 1087-1 ermittelt.

4.4.2 *PE / PET –Blend als Matrix für WPC*

Um die Ergebnisse der Laboruntersuchungen auf einen größeren Maßstab übertragen zu können, wurden erste Versuche mit einem Compounder durchgeführt. In Tab. 4-11 sind die Zusammensetzungen der im Compounder hergestellten Blends und WPC-Compounds beschrieben.

Tab. 4-11: Zusammensetzung der im Compounder hergestellten Compounds

Probe	PE	%	PET	%	Haft-vermittler	%	vorherige Blend-herstellung	Anteil Blend im WPC [%]	Holz-mehl [%]	Gleit-mittel [%]
PE/rPET_3	Lupolen 5261 Z	49	Meister- Flakes MR- 001	49	TSPE 1112 GALL	2				
PE/rPET_3 Comp	Lupolen 5261 Z	49	Meister Flakes MR-001	49	TSPE 1112 GALL	2				
PE/rPET_3 WPC A	Lupolen 5261 Z	49	Meister Flakes MR-001	49	TSPE 1112 GALL	2	ja	29	70	1
PE/rPET_3 WPC A Comp	Lupolen 5261 Z	49	Meister Flakes MR-001	49	TSPE 1112 GALL	2	ja	29	70	1
PE/rPET_3 WPC B Comp	Lupolen 5261 Z	14	Meister Flakes MR-001	14	TSPE 1112 GALL	1	nein		70	1

Folgende Compounder-Einstellungen wurden gewählt:

Für die Herstellung des Blends PE/rPET_3 Comp:

Temperaturen: Zone 1 270°C
 Zone 2 260°C
 Zone 3 255°C
 Zone 4 250°C

Umdrehung: 400 min⁻¹

Druck: 35 – 60 bar

Durchsatz: 4 kg/h

Für die Herstellung von PE/rPET_3 WPC A Comp:

Temperaturen: Zone 1 270°C
 Zone 2 260°C
 Zone 3 255°C
 Zone 4 250°C

Umdrehung: 700 min⁻¹
Druck: 72 bar
Durchsatz: 17 kg/h

Für die Herstellung von PE/rPET_3 WPC A Comp:

Temperaturen: Zone 1 270°C
 Zone 2 260°C
 Zone 3 255°C
 Zone 4 250°C

Umdrehung: 600 min⁻¹
Druck: 75 bar
Durchsatz: 15 kg/h

Am Beispiel des Blends PE/rPET_3 wurde zunächst das Blend im Compounder hergestellt, dann das WPC mit PE/rPET_3 -Matrix. Die Herstellung des Blends erfolgte relativ problemlos. Bei der WPC-Herstellung mit der PE/rPET_3-Matrix hingegen wurde aufgrund der sehr hohen Temperaturen nur bei sehr hohen Drehzahlen und damit mit einer sehr kurzen Verweilzeit ein verwertbares Compound erhalten.

Die im Compounder hergestellten Compounds wurden zur Herstellung von Prüfkörpern im Spritzguss bei einer Zylindertemperatur von 270°C und einem Einspritzdruck von 500 bar zu Biegeprüfkörper verarbeitet. Die Rohdichte der Prüfkörper lag bei 1200 kg/m³. Die Ergebnisse der Kochquellung und der mechanischen Prüfungen sind in Abb. 4-10 dargestellt.

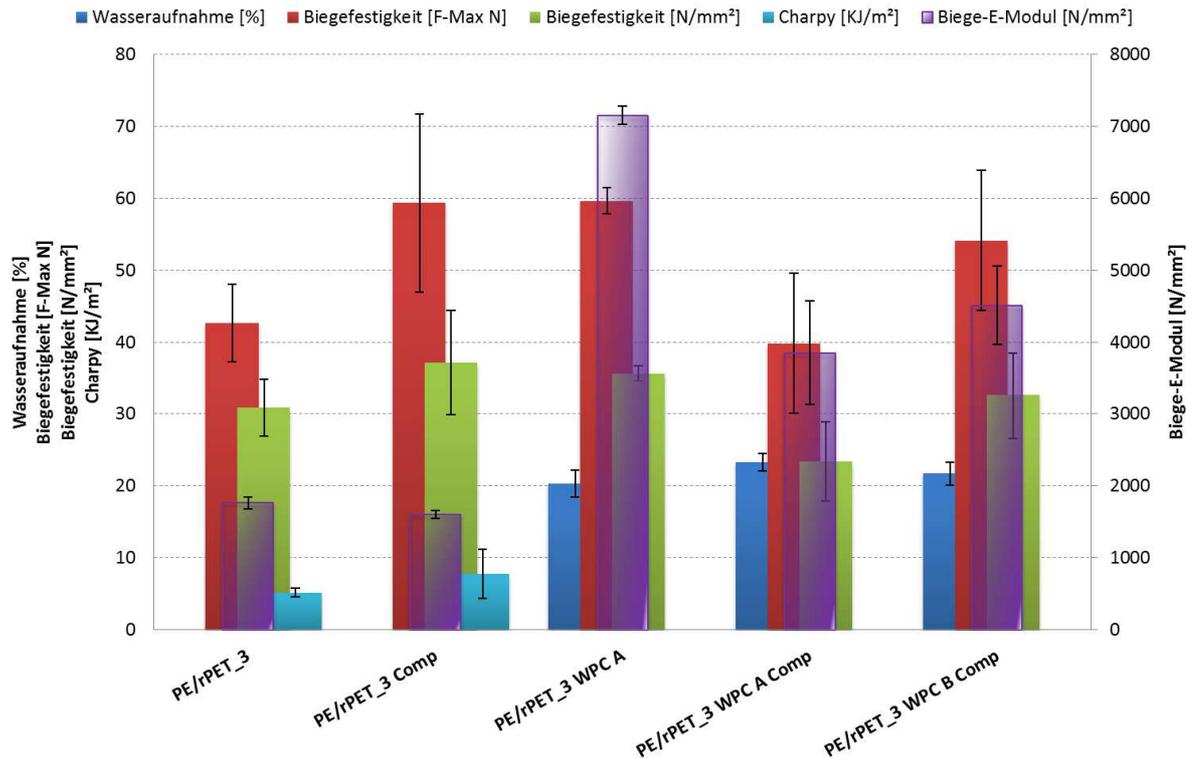


Abb. 4-10: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und der Biegeprüfungen der im Compounder hergestellten PE/PET-Blends und WPC mit einer PE/PET-Matrix

Die Ergebnisse der mechanischen Prüfungen zeigen, dass die Herstellung eines PE/PET-Blends im Compounder durchführbar ist. Die Ergebnisse des Blends PE/rPET_3_Comp zeigen im Vergleich zu einem Blend hergestellt im Messkneten (PE/rPET_3) bessere Werte. Aufgrund der sehr kurzen Verweilzeit und damit einer sehr kurzen Reaktionszeit bei der Herstellung eines WPC-Compounds mit dem PE/PET-Blend (PE/rPET_3 WPC A Comp) werden im Vergleich zu einem PE/PET-WPC, hergestellt im Messkneten (PE/rPET_3 WPC A), niedrigere Biegefestigkeiten und höhere Wasseraufnahmen erhalten. Aber auch der Vergleich der im Compounder hergestellten PE/PET-WPC Compounds PE/rPET_3 WPC A Comp mit Blendherstellung im Vergleich zu PE/rPET_3 WPC B Comp ohne Blendherstellung zeigt, dass eine vorherige Blendherstellung nicht notwendig ist.

Eine Verbesserung der Eigenschaften von im Compounder hergestellten PE/PET-WPC Compounds ist zu erwarten, wenn das Compound zu einem Profil extrudiert wird, da bei diesem Prozess die Masse wieder bis zur Schmelze erwärmt wird und die einzelnen Komponenten Zeit zum Reagieren haben.

4.4.3 Fazit der ersten Compoundierversuche im AP 1

Die ersten Compoundierversuche zeigten, dass es möglich ist, WPC mit Polymerblends herzustellen, auch wenn die Verarbeitungstemperaturen weit über 200°C liegen und damit über der Zersetzungstemperatur des Holzes. Hierbei ist aber zu beachten, dass die Verweilzeit im Compounder so kurz wie möglich einzustellen ist, um ein Verbrennen des Holzes zu vermeiden. Hier könnte der Einsatz von Thermoholz sinnvoll sein, da es thermisch stabiler ist und somit auch längere Verweilzeiten möglich wären. Der Einsatz von Thermoholz sollte daher in den nächsten Versuchen berücksichtigt werden.

5 Überprüfung der Komponenten von Meilenstein 1

Es wurden verschiedene Polymerblends hergestellt und deren mechanische Eigenschaften untersucht. Zusätzlich wurden DSC-Messungen durchgeführt, um auf chemischer Ebene die Polymerblends bewerten zu können. Dynamisch-mechanische Untersuchungen werden in der folgenden Arbeitsphase an ausgewählten Polymerblends durchgeführt, um die Wirkung der Haftvermittler noch genauer zu bestimmen und die Rezepturen optimieren zu können. Im Zuge einer Diplomarbeit wurde ein weiteres Blend, ein PP/ABS-Blend, entwickelt. Auf Basis der Eigenschaften der untersuchten Polymerblends wurde eine Auswahl zur weiteren Verarbeitung getroffen und damit wurden die ersten Komponenten von Meilenstein 1 erreicht. Zusätzlich wurden die eingesetzten neuen Kunststoffe durch recycelte Kunststoffe substituiert, die mechanischen Eigenschaften der damit hergestellten WPC identifiziert und mit den Eigenschaften der WPC auf Basis neuer Kunststoffe verglichen. Dies war eine Komponente von Meilenstein 2, die aufgrund der einfachen und schnellen Herstellung von Probekörpern im Messknetter und Spritzguss vorgezogen wurde. Damit wurde auch gleichzeitig der mögliche Einsatz recycelter Kunststoffe geprüft, um eine noch bessere Grundlage für das Erstellen eines „goal and scope-Papiers“ zu erhalten.

Es wurden WPC-Proben mit den ausgewählten Polymerblends im Labormaßstab mittels Messknetter und Spritzguss hergestellt und die mechanischen Eigenschaften untersucht. Durch Einsetzen verschiedener Haftvermittler zur Verbesserung der Interphasenhaftung wurden einige Rezepturen optimiert, gleichzeitig wurden zwei verschiedene Herstellungsverfahren miteinander verglichen und ein Verfahren mit weniger Prozessschritten für die nächsten Untersuchungen ausgewählt. Damit wurde auch die Komponente der WPC-Herstellung mit Polymerblends im Labormaßstab erfüllt. Auch hier wurden recycelte Kunststoffe eingesetzt und geprüft und damit wiederum eine Komponente von Meilenstein 2 vorgezogen.

Es fanden erste Compoundierversuche statt, um die Verarbeitbarkeit von Polymerblends als Matrix für WPC analysieren zu können. Die Ergebnisse dieser Versuche stellen die Grundlage dar für die ersten Versuche im Industriemaßstab bei der Firma Gewotech.

Ein „goal and scope-Papier“ wurde hier noch nicht erstellt, da zunächst einige mögliche Polymerblends untersucht werden sollten und auf Grundlage der Ergebnisse die Auswahl der Polymere und auch Additive erfolgte.

Da die Vorgehensweise etwas verändert wurde und schon in der Arbeitsphase 1 recycelte Polymere eingesetzt wurden, sind die Voruntersuchungen zu einsetzbaren Polymerblends als Matrix für WPC damit abgeschlossen. Es wurde eine Basis geschaffen, um mit den ersten Ergebnissen Anwendungen für WPC mit Polymerblends zu identifizieren. Da aus der Arbeitsphase 2 die Komponenten zur Untersuchung einsetzbarer recycelter Kunststoffe vorgezogen wurden, wurden die Komponenten der Compoundierung und Extrusion im Industriemaßstab und das Erstellen eines „goal and scope Papieres“ in die 2. Arbeitsphase verschoben.

6 Untersuchungen in Arbeitsphase 2 (Monate 13-24)

Im 1. Bearbeitungszeitraum (1. – 12. Monat) wurden einige geplante Arbeiten aus der 2. Arbeitsphase vorgezogen. Diese Arbeiten beinhalteten die Teilsubstitution bzw. Substitution der eingesetzten neuen Kunststoffe durch recycelte Kunststoffe in den Polymerblends und die Prüfung der hygrischen und mechanischen Eigenschaften.

Aus der Arbeitsphase 1 wurden einige Arbeiten daher zunächst zurückgestellt, wie z.B. die Extrusion der hergestellten Polymerblends mit Holzmehl und die Beurteilung der Interphasenhaftung mittels DMA. Diese Arbeiten wurden im 2. Bearbeitungszeitraum (13. – 24. Monat) nachgeholt. Weiterhin wurden einige zusätzliche Rezepturen aufgrund neuerer Erkenntnisse geprüft. Hierbei wurde vor allem Augenmerk auf das einstufige Verfahren ohne vorherige Blendherstellung gelegt, um diesen Prozess zu optimieren, da es in der Industrie das wirtschaftlichste Verfahren darstellt. Um die Eigenschaften zu optimieren, wurden verschiedene Haftvermittler und auch Kombinationen an Haftvermittler eingesetzt.

6.1 WPC-Herstellung mit Polymerblendmatrix im Messkneteter und Charakterisierung der Eigenschaften

Die Untersuchungen für das Screening wurden weiterhin in einem Messkneteter der Firma Thermo Scientific HAAKE, dem PolyLab QC, durchgeführt. Die Ansatzmenge beträgt ca. 200 g, so dass die Materialmenge für die Vorversuche minimiert werden konnte. Um Prüfungen zur Biegefestigkeit, Wasseraufnahme oder auch zur Schlagzähigkeit durchführen zu können, wurden mittels Spritzguss (Thermo Scientific HAAKE Minijet II) Biegeprüfkörper (80 x 10 x 4 mm) hergestellt.

Die Biegeprüfungen wurden in Anlehnung an ISO 178 und die Charpy-Schlagzähigkeitsprüfungen in Anlehnung an DIN EN ISO 179-1/1f durchgeführt. Die Wasseraufnahme wurde nach einer 5 h Kochquellung in Anlehnung an EN 1087-1 ermittelt.

6.1.1 WPC mit PE/PET-Blends

Es wurden WPC mit PE/PET-Blends, bestehend aus Polyethylen (PE), recyceltem PE (rPE), Polyethylenterephthalat (PET) und recyceltem PET (rPET), hergestellt. Es wurde das Holzmehl Lignocel BK 40/90 der Firma Rettenmaier mit einer Partikelgröße von 300-500 µm eingesetzt. Ferner wurde ein Buchenthermoholz eingesetzt. Zur Verbesserung der Interphasenhaftung zwischen Polymer und Holz wurde ein mit Maleinsäureanhydrid funktionalisiertes Polyethylen, das TPPE 1102 GALL bzw. TSPE 1112 der Firma Byk-Kometra, und ein Haftvermittler basierend auf einem Ethylencopolymer, gegraffet mit einem Anhydrid, das Admer SF730E, und als Gleitmittel ein PE-Wachs, das Licolub H12 der Firma Clariant, eingesetzt.

Neben den bisher in der ersten Arbeitsphase hergestellten WPC mit PE/PET-Blends wurden weitere WPC mit verschiedenen PE/PET-Blends hergestellt, um nochmals einen Vergleich zwischen zwei verschiedenen Herstellungsverfahren zu erhalten. Daher wurden gleiche Rezepturen einmal nach dem einstufigen Prozess und einmal nach dem zweistufigen Prozess verarbeitet.

Ferner wurden verschiedene Haftvermittler zur Optimierung der hygrischen und mechanischen Eigenschaften eingesetzt und miteinander verglichen.

In der Tab. 4-7 sind die Zusammensetzungen der WPC mit einem PE/PET-Blend aufgelistet.

Tab. 6-1: Zusammensetzungen der WPC-Mischungen mit einem PE/PET-Blend

Probe	PE (Lupolen 5261 Z) [%]	PET (Terez PET 3200) [%]	Haft-vermittler	%	vorherige Blend-herstellung	Anteil Blend im WPC [%]	Holz-mehl [%]	Haft-vermittler	%	Gleit-mittel [%]
PE/PET_1 WPC A	48	48	Admer SF730E	4	ja	29	70	kein	0	1
PE/PET_2 WPC A	15,79	15,79	TSPE 1112	0,58	nein		70	kein	0	1
PE/PET_1 WPC B	13,92	13,92	Admer SF730E	1,16	nein		70	kein	0	1
PE/PET_1 WPC C	13,63	13,63	Admer SF730E	1,74	nein		70	kein	0	1
PE/PET_1 WPC D	13,16	13,16	Admer SF730E	1,68	nein		70	TSPE 1112	1	1
PE/PET_1 WPC E	13,16	13,16	Admer SF730E	1,68	nein		70	TPPE 1102	1	1

Die Mischungen wurden im Messknetter bei einer Temperatur von 250°C 10 min vermischt, abgekühlt und aus der Knetmasse mittels Spritzguss Biegeprüfkörper mit einer Zylindertemperatur von 270°C und einem Einspritzdruck von 500 bar hergestellt. Die Rohdichte der Prüfkörper betrug ca. 1200 kg/m³. Die Ergebnisse der Kochquellung und der mechanischen Prüfungen sind in Abbildung 6-1 dargestellt.

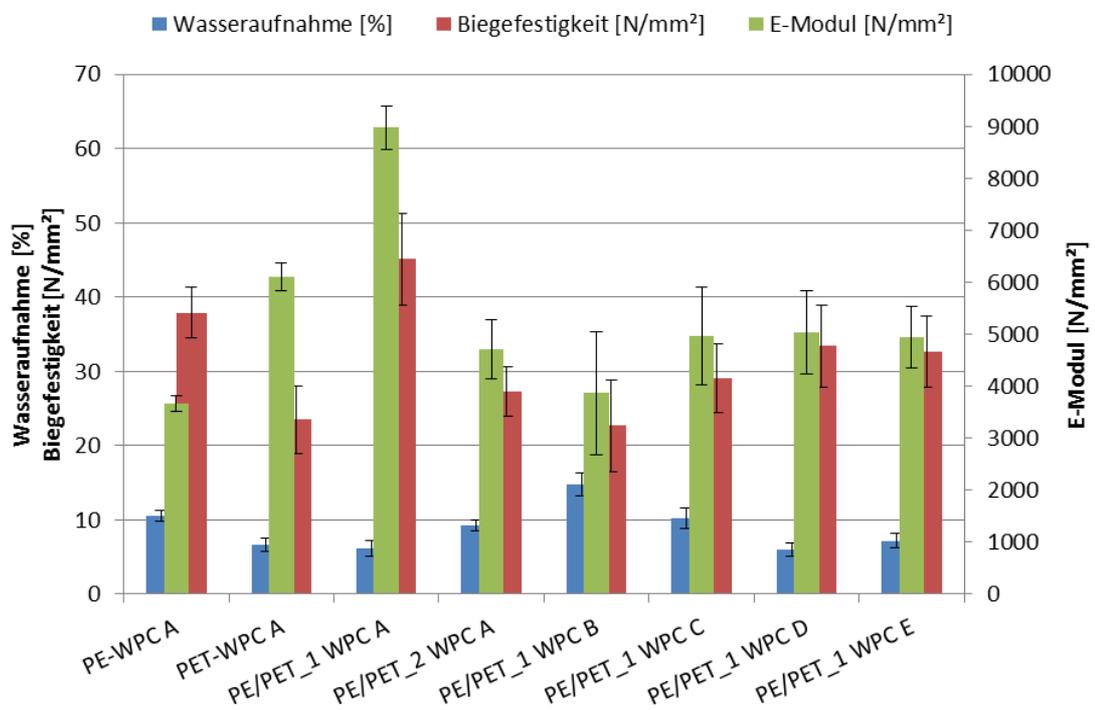


Abbildung 6-1: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und mechanischen Prüfungen der PE/PET-WPC

Besonders niedrige Wasseraufnahmen werden durch eine Kombination an Haftvermittlern erreicht. Dabei erwies sich der Admer-Haftvermittler als wirksam, wenn ein Blend aus PE und PET hergestellt wurde und dieser bei der Herstellung von WPC eingesetzt wurde (PE/PET_1 WPC A). Bei einem einstufigen Prozess muss ein weiterer Haftvermittler hinzugegeben werden, um eine niedrige Wasseraufnahme erreichen zu können (PE/PET_1 WPC D und PE/PET_1 WPC E).

Ferner wurde das PET durch ein PET-Recyclat ersetzt und ein einstufiger Prozess mit einem zweistufigen Prozess verglichen. Die Zusammensetzungen der daraus hergestellten WPC sind in Tabelle 6-2 dargestellt.

Tabelle 6-2: Zusammensetzungen der WPC-Mischungen mit einem PE/rPET-Blend

Probe	PE (Lupolen 5261 Z) [%]	rPET (Meister Flakes MR-001) [%]	Haft-vermittler	%	vorherige Blend-herstellung	Anteil Blend im WPC [%]	Holz-mehl [%]	Haft-vermittler	%	Gleit-mittel [%]
PE/rPET_3 WPC A	49	49	TSPE 1112	2	ja	29	70	kein	0	1
PE/rPET_3 WPC B	49	49	TSPE 1112	2	ja	29	70	TPPE 1102	1	1
PE/rPET_3 WPC E	14,21	14,21	TSPE 1112	0,58	nein		70	kein	0	1
PE/rPET_3 WPC F	13,72	13,72	TSPE 1112	0,56	nein		70	TPPP 1102	1	1

Die Ergebnisse der Kochwasserlagerung und der Biegeprüfungen sind in Abbildung 6-2 graphisch dargestellt.

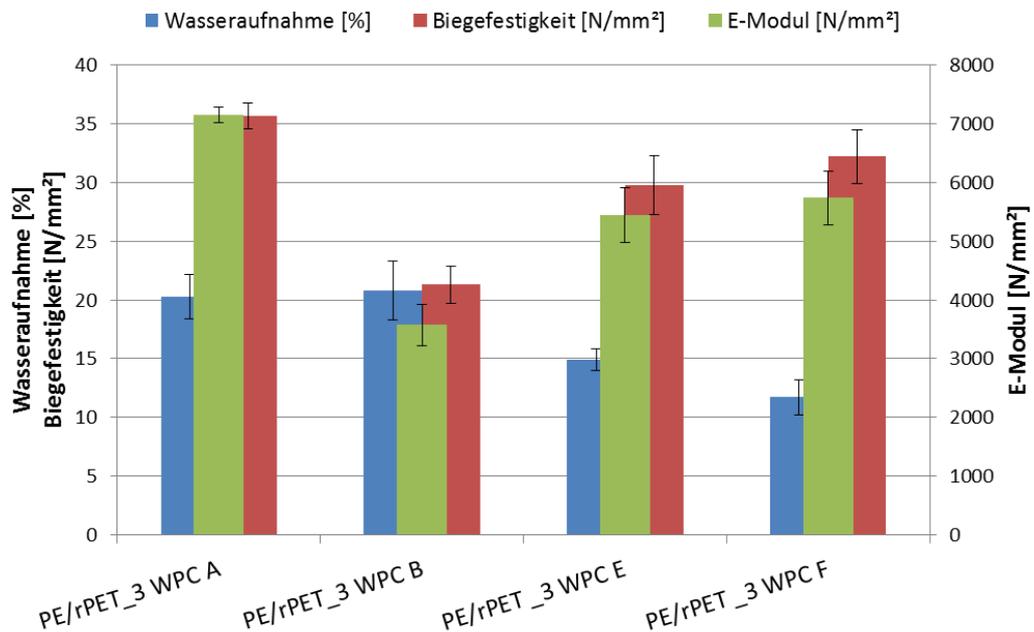


Abbildung 6-2: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und mechanischen Prüfungen der PE/rPET-WPC

Die Ergebnisse zeigen, dass eine vorherige Blendherstellung nicht erforderlich ist. Die Wasseraufnahme kann sogar durch einen einstufigen Herstellungsprozess verbessert werden. Die Zugabe eines weiteren Haftvermittlers (PE/rPET_3 WPC F) führt zu einer Verbesserung der mechanischen Eigenschaften und zu einer Reduzierung der Wasseraufnahme. Somit muss zum einen ein Haftvermittler für die Interphasenhaftung zwischen PE und rPET eingesetzt werden und zum anderen ein Haftvermittler zur Interphasenhaftung zwischen Holz und PE. Die Wasseraufnahme liegt dennoch über 10 %, was wahrscheinlich auf das PET-Recyclat zurück zu führen ist.

Auch ein Vergleich mit reinen Recyclaten wurde durchgeführt. Hierfür wurde zusätzlich das PE durch ein PE-Recyclat substituiert. Die Zusammensetzungen der WPC-Mischungen mit rPE/rPET-Blends sind in Tabelle 6-3 aufgelistet.

Tabelle 6-3: Zusammensetzungen der WPC-Mischungen mit einem rPE/rPET-Blend

<i>Probe</i>	<i>rPE (Planolen H00509) [%]</i>	<i>rPET (Meister Flakes MR-001) [%]</i>	<i>Haft- vermittler</i>	<i>%</i>	<i>vorherige Blend- herstellung</i>	<i>Holz-mehl [%]</i>	<i>Haft-vermittler</i>	<i>%</i>	<i>Gleit- mittel [%]</i>
rPE/rPET_1 WPC A	14,21	14,21	TSPE 1112	0,58	nein	70	kein	0	1
rPE/rPET_1 WPC B	13,72	13,72	TSPE 1112	0,56	nein	70	TPPE 1102	1	1
rPE/rPET_1 WPC C	13,72	13,72	TSPE 1112	1,56	nein	70	kein	0	1
rPE/rPET_1 WPC D	13,63	13,63	Admer SF730E	1,74	nein	70	kein	0	1

Die Ergebnisse der Kochwasserlagerung und der Biegeprüfung sind in Abbildung 6-3 dargestellt.

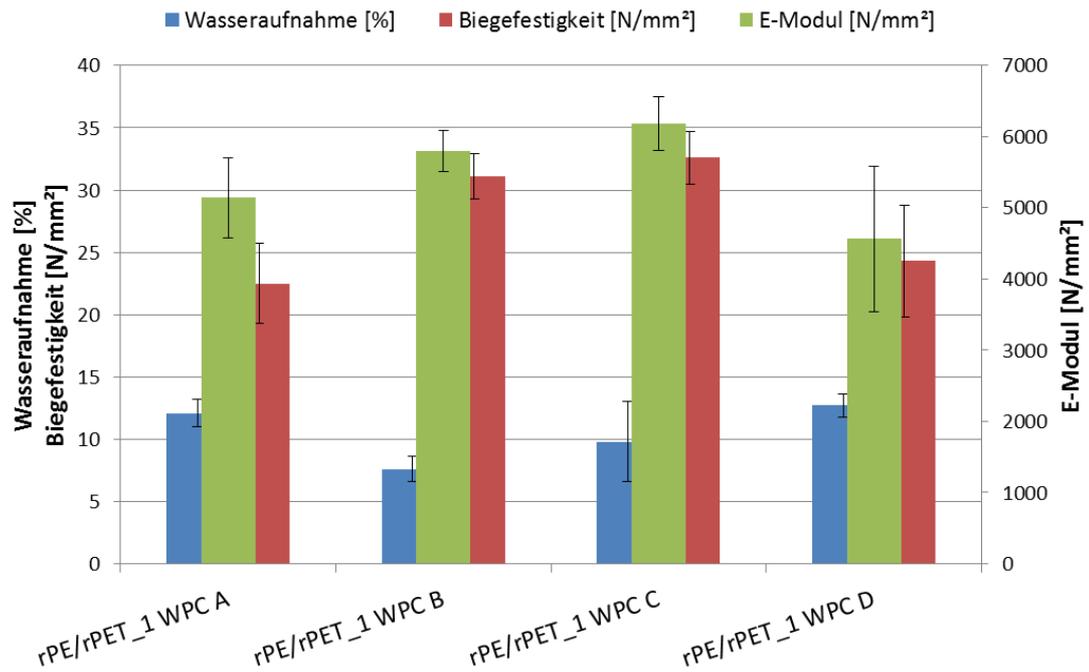


Abbildung 6-3: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und mechanischen Prüfungen der rPE/rPET-WPC

Die Ergebnisse zeigen, dass eine Zugabe des Haftvermittlers TSPE 1112 mit einer höheren Konzentration die besten Ergebnisse aufweist (rPE/rPET_1 WPC C). Mit einer Wasseraufnahme < 10 % und einem E-Modul von 6000 N/mm² werden auch ohne vorherige Blendherstellung sehr gute mechanische und hygrische Eigenschaften erreicht.

Die Ergebnisse zeigen ferner, dass es prinzipiell möglich ist, Kunststoff-Recyclate bei der WPC-Herstellung einzusetzen ohne signifikante Verschlechterungen der Eigenschaften. Um dies nochmals zu verdeutlichen, sind in Abbildung 6-4 die Ergebnisse der Biegeprüfung und der Kochwasserlagerung von WPC's mit frischen und recycelten Kunststoffen dargestellt. Ausgewählt wurden hierbei die besten Ergebnisse der jeweiligen Versuchsreihe.

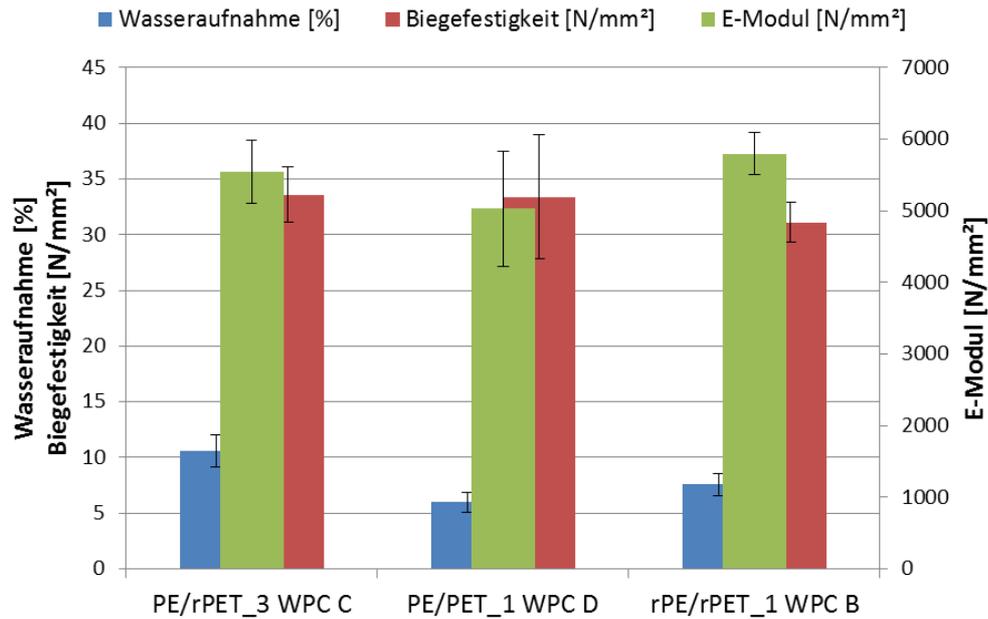


Abbildung 6-4: Vergleich der mechanischen und hygrischen Eigenschaften von WPC mit neuen Kunststoffen und Recyclaten

Der Vergleich zeigt, dass der Einsatz von Kunststoff-Recyclaten bei der Herstellung von WPC möglich ist, wenn der Haftvermittler angepasst wird. Die mechanischen Eigenschaften werden kaum beeinflusst. Die Wasseraufnahme steigt aber aufgrund der durch Abbaumechanismen der Kunststoffe gebildeten hydrophilen Gruppen ein wenig an. Die dabei entstandenen funktionellen hydrophilen Gruppen sind aber wiederum in der Lage, besser mit dem Holz in Wechselwirkung zu treten, so dass gute mechanische Eigenschaften mit Recyclaten erhalten werden können. Die Zusammensetzungen dieser WPC-Mischungen sind in Tabelle 6-4 aufgelistet.

Tabelle 6-4: Zusammensetzungen der WPC-Mischungen mit frischen und recycelten PE bzw. PET

Probe	PE	%	PET	%	Haft-vermittler	%	Holz-mehl [%]	Haft-vermittler	%	Gleit-mittel [%]
PE/rPET_3 WPC C	Lupolen	13,72	Meister-	13,72	TSPE 1112	0,56	70	TSPE 1112	1	1
	5261 Z		Flakes MR-001							
PE/PET_1 WPC D	Lupolen	13,16	Terez PET	13,16	Admer SF730E	1,68	70	TSPE 1112	1	1
	5261 Z		3200							
rPE/rPET_1 WPC B	Planolen	13,72	Meister-Flakes MR-001	13,72	TSPE 1112	0,56	70	TPPE 1102	1	1

6.1.2 WPC mit PP-PET-Blends

Neben den PE/PET-Blends wurden auch PP/PET-Blends als Matrix für WPC eingesetzt, das mit dem Haftvermittler **TPPP 2003 GB** hergestellt wurde. Es wurde das Holzmehl Lignocel BK 40/90 der Firma Rettenmaier mit einer Partikelgröße von 300-500 µm eingesetzt. Zur Verbesserung der Interphasenhaftung zwischen Polymer und Holz wurde ein mit Maleinsäureanhydrid funktionalisiertes Polypropylen, das **TPPP 8112 FA** der Firma Kometra, eingesetzt. Als Gleitmittel wurde ein PE-Wachs, das **Licolub H12** der Firma Clariant, verwendet.

Da die Ergebnisse der WPC's mit PE/PET-Blends zeigten, dass eine vorherige Blendherstellung für bessere Eigenschaften nicht erforderlich ist, wurden die WPC's mit PP/PET-Blends zunächst ohne vorherige Blendherstellung gefertigt. Um diese These zu bestätigen, wurden die gleichen Rezepturen aber auch mit vorheriger Blendherstellung hergestellt. Die Zusammensetzungen der mit einer PP/PET-Matrix hergestellten WPC sind in Tabelle 6-5 dargestellt.

Tabelle 6-5: Zusammensetzung der mit einer PP/PET-Matrix hergestellten WPC's

Probe	PP	%	PET	%	Haft- vermittler	%	vorherige Blend- herstellung	Anteil Blend im WPC [%]	Holz-mehl [%]	Haft-vermittler	%	Gleit- mittel [%]
PP/PET_1 WPC B	Sabic 510	13,44	Terez PET	13,44	TPPP 2003	1,12	nein	70	TPPP 8112 FA	1	1	
	A		3200		GB							
PP/PET_1 WPC C	Sabic 510	48	Terez PET	48	TPPP 2003	4	ja	28	70	TPPP 8112 FA	1	1
	A		3200		GB							
PP/PET_2 WPC B	Sabic 510	13,44	Meister- Flakes MR-	13,44	TPPP 2003	1,12	nein	70	TPPP 8112 FA	1	1	
	A		001		GB							
PP/PET_2 WPC C	Sabic 510	48	Meister- Flakes MR-	48	TPPP 2003	4	ja	28	70	TPPP 8112 FA	1	1
	A		001		GB							

Die Mischungen wurden im Messknetzer bei einer Temperatur von 270°C 10 min vermischt, abgekühlt und aus der Knetmasse mittels Spritzguss Biegeprüfkörper mit einer Zylindertemperatur von 270°C und einem Einspritzdruck von 500 bar hergestellt. Dadurch ergaben sich Rohdichten von 1200 kg/m³. Die Ergebnisse der 5h Kochquellung und der Biegeprüfungen sind in Abbildung 6-5 dargestellt.

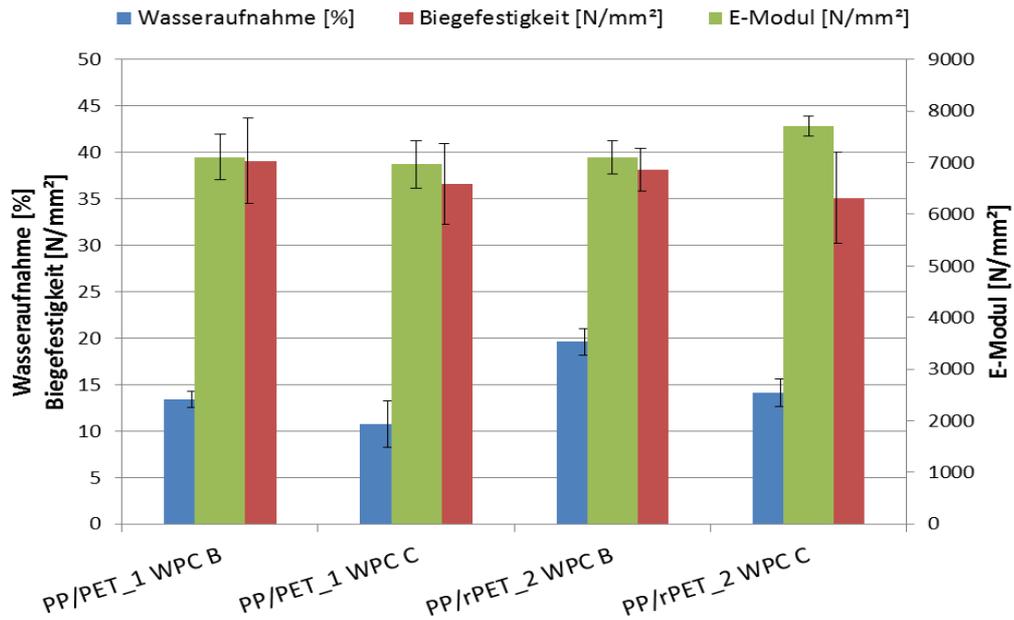


Abbildung 6-5: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und der Biegeprüfungen der WPC mit PP/PET-Blends als Matrix

Der Vergleich zwischen WPC hergestellt aus einem zuvor hergestellten Blend (PP/PET_1 WPC B und PP/rPET_2 WPC B) und aus den reinen Polymerkomponenten (PP/PET_1 WPC C und PP/rPET_2 WPC C) zeigt, dass die Wasseraufnahme durch eine vorherige Blendherstellung etwas reduziert werden kann, die mechanischen Eigenschaften aber nicht merklich verändert werden. Somit kann auch hier gezeigt werden, dass eine vorherige Blendherstellung nicht unbedingt notwendig ist.

6.1.3 WPC mit PP/PMMA-Blends

Da das PP/PMMA_2-Blend, wie im ersten Zwischenbericht beschrieben, gute mechanische Eigenschaften und vor allem eine hohe Schlagzähigkeit aufwies, wurde dieses Blend als Matrix bei der WPC-Herstellung verwendet. Es wurde das Holzmehl Lignocel BK 40/90 der Firma Rettenmaier mit einer Partikelgröße von 300-500 μm eingesetzt. Zur Verbesserung der Interphasenhaftung zwischen Polymer und Holz wurde ein mit Maleinsäureanhydrid funktionalisiertes Polyethylen, das TPPE 1102 GALL der Firma Kometra, und als Gleitmittel wurde ein PE-Wachs, das Licolub H12 der Firma Clariant, verwendet.

Zusätzlich zu den zuvor durchgeführten Untersuchungen, wurde nochmals der Vergleich in Betracht gezogen zwischen zuvor hergestellter Blendmatrix und Zugabe der einzelnen Blendkomponenten bei der WPC-Herstellung. Hierbei wurde die Zugabe eines weiteren Haftvermittlers zur Verbesserung der Interphasenhaftung zwischen Blend und Holz betrachtet. Hierzu wurde ein mit Maleinsäureanhydrid funktionalisiertes PP, das TPPP 8112 FA der Firma Kometra, eingesetzt. Die Zusammensetzungen der WPC-Proben sind in Tab. 4-10 aufgelistet.

Tabelle 6-6: WPC-Zusammensetzungen mit PP/PMMA-Blends

Probe	PP	%	PMMA	%	Haft- vermittler	%	vorherige Blend- herstellung	Anteil Blend im WPC [%]	Holz-mehl [%]	Haft-vermittler	%	Gleit- mittel [%]
PP/PMMA_2 WPC B	Sabic 510 A	48	PMMA zk5HF	48	TPPP 2507 FA	4	ja	29	70	TPPP 8112 FA	1	1
PP/PMMA_2 WPC C	Sabic 510 A	13,44	PMMA zk5HF	13,44	TPPP 2507 FA	1,12	nein		70	TPPP 8112 FA	1	1

Die Mischungen wurden im Messknetzer bei einer Temperatur von 190°C 10 min vermischt, abgekühlt und aus der Knetmasse mittels Spritzguss Biegeprüfkörper mit einer Zylindertemperatur von 200°C und einem Einspritzdruck von 700 bar hergestellt. Dadurch ergaben sich Rohdichten von 1200 kg/m³. Die Ergebnisse der 5h Kochquellung und der Biegeprüfungen sind in Abbildung 6-6 dargestellt.

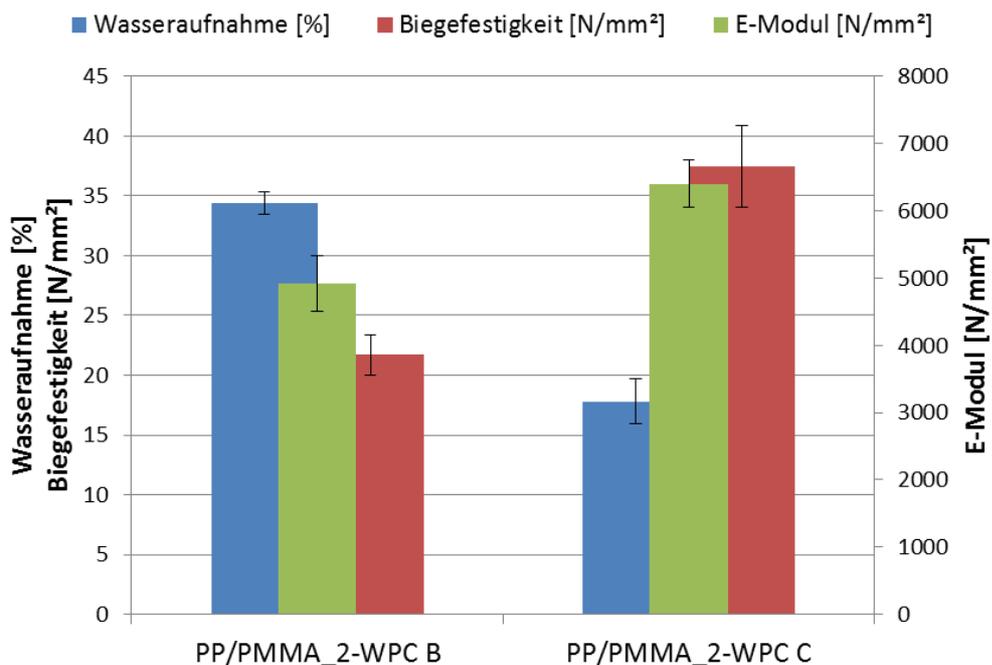


Abbildung 6-6: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und der Biegeprüfungen von WPC mit PP/PMMA-Matrix

Es zeigt sich, dass eine vorhergehende Blendherstellung einen negativen Effekt auf die mechanischen und hygrischen Eigenschaften des daraus hergestellten WPC's hat. Der Vergleich zeigt, dass mit den gleichen Mengen an Haftvermittlern ein WPC hergestellt aus einem PP/PMMA-Blend eine doppelt so hohe Wasseraufnahme vorweist als ein WPC mit einer PP/PMMA-Matrix ohne vorherige Blendherstellung. Biegefestigkeit und E-Modul zeigen sehr viel niedrigere Werte auf. Dies zeigt, dass eine vorherige Blendherstellung nicht notwendig ist bzw. in diesem Falle vermieden werden sollte.

6.1.4 WPC mit PP/ABS-Blends

In einer am WKI durchgeführten Diplomarbeit wurde ein weiteres technisches Polymer als Matrix für WPC eingesetzt, das ABS. Es wurden WPC's hergestellt aus einem Polypropylen (PP), **Sabic 510 A** der Firma Sabic, und einem Acrylnitril-Butadien-Styrol-Copolymer (ABS), **Magnum 3504** der Firma Dow. Es wurde das Holzmehl Lignocel BK 40/90 der Firma Rettenmaier mit einer Partikelgröße von 300-500 µm eingesetzt. Zur Verbesserung der Interphasenhaftung zwischen Polymer und Holz wurde ein mit Maleinsäureanhydrid funktionalisiertes Polypropylen, das **TPPP 8112 FA** der Firma Kometra, und ein Haftvermittler basierend auf einem Ethylencopolymer, gegraftet mit einem Anhydrid, das **Admer SF730E**, das **XIRAN SZ26080** von Polyscope, ein Styrol-Maleinsäureanhydrid-Copolymer, und das **DMN 100** von Lustran-polymers, ein Styrol-Acrylnitril-Copolymer, und als Gleitmittel wurde ein PE-Wachs, das **Licolub H12** der Firma Clariant, verwendet.

In diesem Bericht werden nur die wichtigsten Ergebnisse erläutert. Die WPC-Zusammensetzungen mit ABS als Matrix sind in Tabelle 6-7 aufgelistet:

Tabelle 6-7: WPC-Zusammensetzung mit ABS und PP/ABS-Blend

<i>Probe</i>	<i>PP (Sabic 510 A)</i> [%]	<i>ABS (Magnum 3504)</i> [%]	<i>Haft-vermittler</i>	<i>%</i>	<i>Holz-mehl</i> [%]	<i>Haft-vermittler</i>	<i>%</i>	<i>Gleit-mittel</i> [%]
ABS-WPC A	0	29	kein	0	70	kein	0	1
ABS-WPC B	0	27	kein	0	70	DMN 100	2	1
ABS-WPC C	0	27	kein	0	70	Xiran SZ26080	2	1
PP/ABS_1 WPC A	12,69	12,69	Admer SF730E	1,62	70	TPPP 8112	2	1

Die Ergebnisse der Biegeprüfungen und der Kochwasserlagerung sind in Abbildung 6-7 dargestellt.

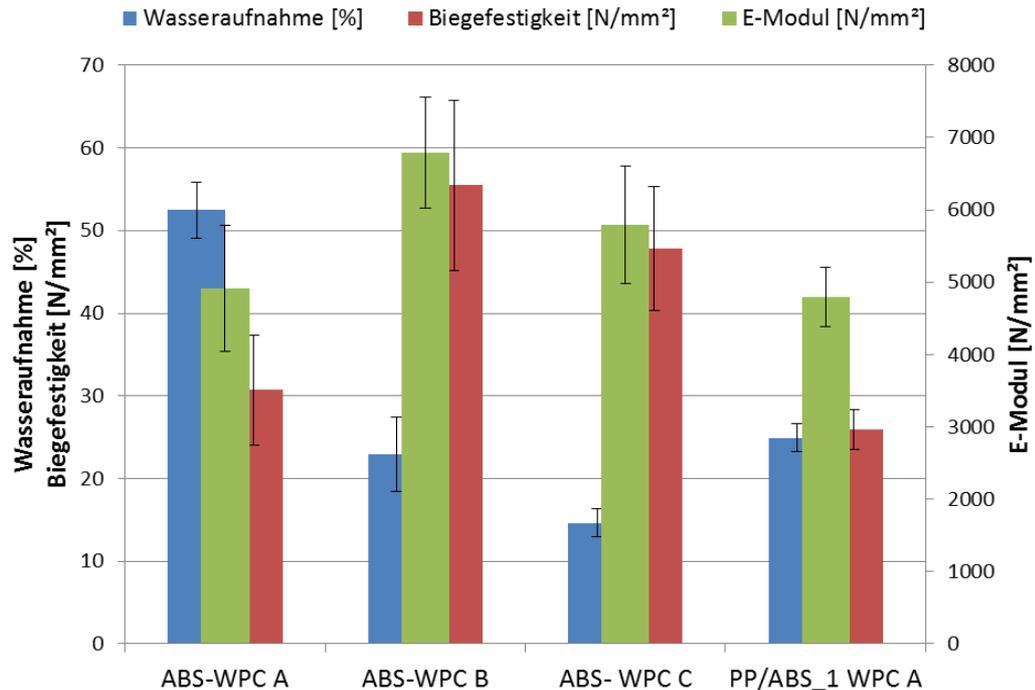


Abbildung 6-7: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und der Biegeprüfungen von WPC mit ABS- und PP/ABS-Matrix

Die Ergebnisse zeigen, dass mit einem passenden Haftvermittler (ABS-WPC C) gute Biegefestigkeiten erreicht werden können, wenn als Matrix ABS eingesetzt wird. Die hohen Wasseraufnahmen zeigen aber, dass ABS als Matrix nur bedingt einsatzfähig ist. Wird nun ein PP/ABS-Blend eingesetzt, werden nur geringe Festigkeiten und eine sehr hohe Wasseraufnahme erhalten. Da auch weitere Versuche und Kombinationen an Haftvermittlern keine Verbesserung zeigten, wurde ABS als technisches Polymer nicht mehr weiter verfolgt.

6.1.5 Fazit

Es konnte gezeigt werden, dass bestimmte Polymerblends ein hohes Potential für die Herstellung von WPC aufweisen. Hierbei sind vor allem die PE/PET-Blends hervor zu heben, da mit diesen Blends sehr gute mechanische Eigenschaften erzielt werden können, aber auch die Wasseraufnahme sehr gering ist. Recycelte Polymere sind potentiell einsetzbar, ohne die Eigenschaften stark zu verschlechtern.

Positiv ist auch zu sehen, dass ein Blendherstellung und somit ein zusätzlicher Schritt bei der Herstellung von WPC mit Polymerblends nicht notwendig ist und damit der Herstellungsprozess nicht verändert werden müsste, wenn Polymerblends als Matrix eingesetzt werden würden.

6.2 DMA-Messungen zur Abschätzung der Interphasenhaftung

Das Material für die dynamisch-mechanische Analyse (DMA) der WPC wurde mit dem Messknetter hergestellt. Prüfkörper mit den Abmessungen 55 mm x 6 mm x 2 mm wurden mittels Mini-Spritzguss hergestellt. Für die Messungen wurde ein Gerät der Fa. Triton verwendet, Typ Tritec 2000 DMA. Das Vermessen der Prüfkörper mit den Maßen 55 mm x 6 mm x 2 mm (Länge x Breite x Dicke)

erfolgte mit Hilfe eines digitalen Messschiebers der Fa. Mitutoyo. Über ein Temperaturprogramm wurden die Prüfkörper bei -40° C bis 180° C mit einer Heizrate von 2 K/min im Dual Cantilever-Modus mit einer Amplitude von 50 µm belastet. Hierbei wurden Speichermodul, Verlustmodul und $\tan \delta$ bei 0,1 Hz, 1 Hz und 10 Hz aufgenommen. Anhand der graphischen Auftragung des Verlustmoduls gegen die Temperatur kann der sog. α -Übergang über das Maximum der Kurve ermittelt werden. Der α -Übergang repräsentiert molekulare Segmentbewegungen des PE in der kristallinen Phase (Kettenrotation). Im Fall von holzgefülltem PE liegt der α -Übergang bei 55°C. Der Glasübergang (γ -Übergang) von WPC auf Basis von PE liegt dagegen bei etwa -115°C und wurde somit hier nicht erfasst. Für die Übergänge sind bestimmte Aktivierungsenergien erforderlich, die mit Hilfe der Arrheniusgleichung ermittelt werden können. Die Aktivierungsenergie ist definiert als die Energie, die erforderlich ist, um eine Reaktion zwischen zwei Molekülen hervorzurufen bzw. die Energie, die erforderlich ist, damit ein Molekül eines Polymers von seiner gegenwärtigen Position in ein in der Nähe befindliches „Loch“ springen kann. Bei Verbundwerkstoffen deutet eine hohe Aktivierungsenergie auf einen hohen Grad an Interaktion zwischen Polymermatrix und Füllstoff hin und kann somit Auskunft über die Güte der Interphasenhaftung und ggf. der Wirkung eines eingesetzten Haftvermittlers geben. Ferner können auch Aussagen über das thermische Verhalten der hergestellten WPC mit unterschiedlichen Polymermatrixes getroffen werden.

Zunächst wurden WPC mit einer PE-Matrix und mit einer PET-Matrix verglichen. Die Zusammensetzungen der WPC-Prüfkörper sind in Tabelle 6-8 aufgelistet.

Tabelle 6-8: WPC-Zusammensetzung der gemessenen DMA-Prüfkörper mit einer PE-Matrix und einer PET-Matrix

<i>Probe</i>	<i>Polymermatrix</i>	<i>Holzmehl</i>		<i>Gleitmittel</i>	<i>Haftvermittler</i>	
		%	%		%	%
PE-WPC A	Lupolen 5261 Z	27	70	1	TPPE 1102 GALL	2
PET-WPC A	Terez PET 3200	29	70	1	kein	0
PET-WPC B	Terez PET 3200	29	70 (Thermoholz)	1	kein	0

Das bei 1 Hz gemessene Speichermodul und $\tan \delta$ dieser Prüfkörper sind in Abbildung 6-8 dargestellt. Die Kurvenverläufe des Speichermoduls von PE-WPC A und PET-WPC A unterscheiden sich nur geringfügig. Die Kurve des PET-WPC A fällt bei einer Temperatur von ca. 50°C etwas stärker ab, was zunächst darauf hindeutet, dass die Festigkeit ab 50°C stärker nachlässt als beim PE-WPC A. Dies war nicht zu erwarten, da PET auch bei höheren Temperaturen seine Festigkeit nicht verliert. Da im PET-WPC A kein Haftvermittler verwendet wurde, könnte eine geringe Interphasenhaftung zwischen PET und Holz oder auch eine geringere Kristallinität des PET's dafür verantwortlich sein.

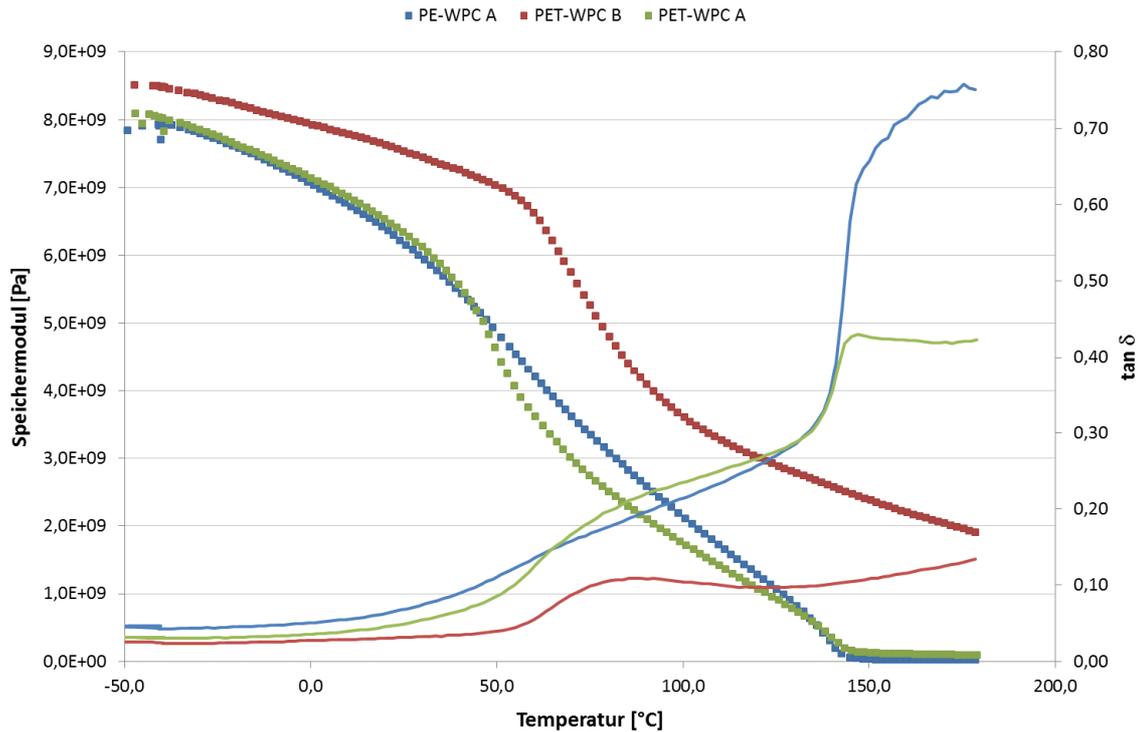


Abbildung 6-8: Bei 1 Hz gemessenes Speichermodul und $\tan \delta$ von WPC-Prüfkörpern mit einer PE- bzw. PET-Matrix

Eine sehr viel bessere thermische Formstabilität zeigt das PET-WPC B, das mit einem Thermoholz hergestellt wurde. Auch bei Temperaturen über 100°C ist ein hoher Speichermodul zu verzeichnen. Auch der flache Kurvenverlauf von $\tan \delta$ zeigt, dass die Probe bei hohen Temperaturen eine hohe Festigkeit aufzeigt. Die erhöhte thermische Formstabilität ist auf den Einsatz von Thermoholz zurückzuführen. Dieses Holz ist thermisch sehr viel stabiler und durch die vorherige thermische Vorbehandlung besteht die Möglichkeit, dass eine bessere Interphasenhaftung zwischen PET und dem Thermoholz vorhanden ist.

Ferner wird auch der Verlustmodul während der DMA-Messung aufgezeichnet. Dieser gibt an, wie viel der bei der Messung zugeführten Energie in der Probe für Veränderungen der Probe verbraucht wird. Weiterhin kann der α -Übergang aus dem Maximum des Kurvenverlaufs bestimmt werden. In der Abbildung 6-9 ist als Beispiel der Verlustmodul der Proben mit PE- bzw. PET-Matrix dargestellt. Die Verläufe zeigen Maxima auf, die sich auch in der Form unterscheiden. Aus den Maxima werden folgende α -Übergangstemperaturen entnommen:

$$\text{PE-WPC A: } T_g = 63,6 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$\text{PET-WPC A: } T_g = 53,5 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$\text{PET-WPC B: } T_g = 71,7 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Die α -Übergangstemperaturen von PET-WPC A und PET-WPC B sind sehr unterschiedlich, obwohl die gleiche Matrix eingesetzt wurde. Die α -Übergangstemperatur wird durch die Interphasenhaftung zwischen Matrix und Holz beeinflusst. Je stärker diese In-

terphasenhaftung ist, umso deutlicher verschiebt sich die α -Übergangstemperatur zu höheren Temperaturen. Die Form der Maxima gibt ferner Auskunft über die Homogenität der Probe. Je homogener und somit je geordneter die Polymerketten vorliegen, umso schmaler ist das Maximum.

Der Einsatz von Thermoholz im PET-WPC B zeigt somit eine Verbesserung der Interphasenhaftung und eine höhere Homogenität der Probe. Damit kann dann auch die höhere Festigkeit auch bei hohen Temperaturen erklärt werden.

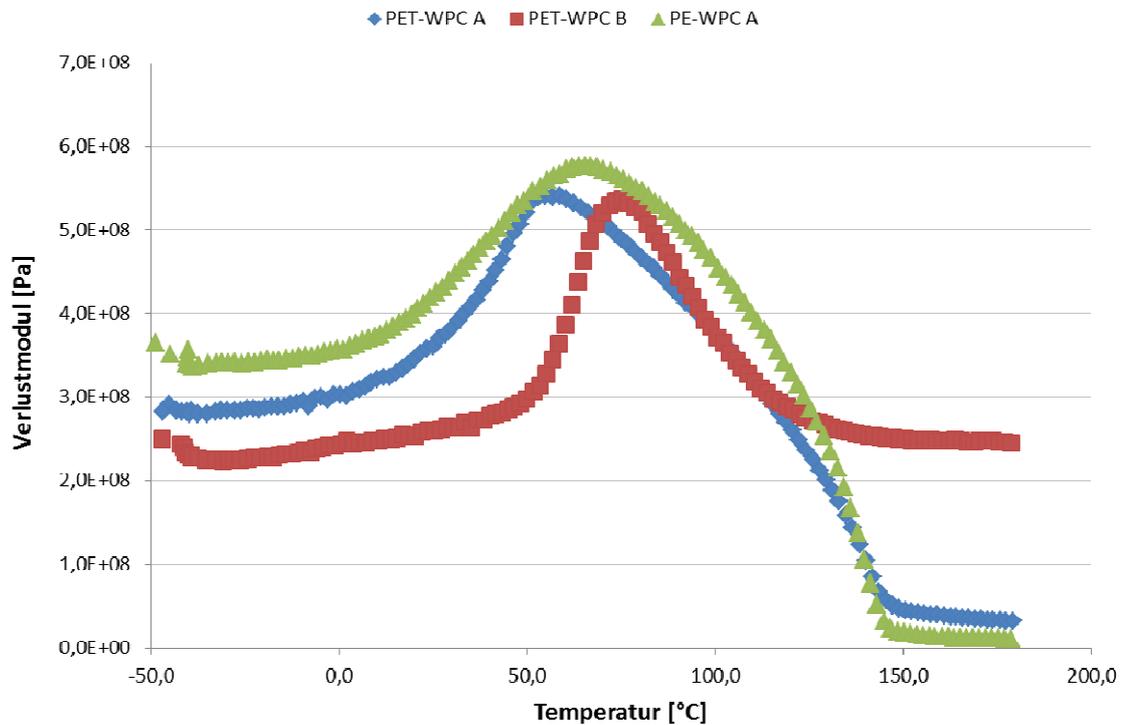


Abbildung 6-9: Verlustmodul gemessen bei 1 Hz von WPC-Proben mit PE- bzw. PET-Matrix

Weiterhin kann die Aktivierungsenergie des α -Überganges bestimmt werden, da die Lage des Maximums von der Frequenz der Messung abhängig ist. Die Aktivierungsenergie wird mit Hilfe der Arrhenius-Gleichung bestimmt.

$$\ln(f) = -\frac{E_A}{R} \cdot \frac{1}{T} + \text{const.}$$

Die über die Auftragung des Logarithmus der Frequenz ($\ln(f)$) gegen den Kehrwert der Temperatur ($1/T$) ermittelte Steigung entspricht der Aktivierungsenergie (E_A) in Abhängigkeit von der Gaskonstanten (R).

Es ergeben sich daraus folgende Aktivierungsenergien:

$$\text{PET-WPC A : } E_a = 239 \pm 69 \text{ kJ/mol}$$

$$\text{PET-WPC B: } E_a = 432 \pm 91 \text{ kJ/mol}$$

Das PET-WPC B, das mit einem Thermoholz hergestellt wurde, zeigt eine deutlich höhere Aktivierungsenergie als das PET-WPC A. Dies unterstreicht nochmals die Annahme, dass die Interphasenhaftung zwischen PET und Thermoholz stärker ausgeprägt ist als zwischen PET und normalem Holzmehl.

Ferner kann die Effektivität eines Haftvermittlers in einem Polymerblend durch DMA-Messungen und der Berechnung der Aktivierungsenergie bewertet werden. In Abbildung 6-10 ist dies am Beispiel zweier PE/rPET-Blends, die mit unterschiedlichen Haftvermittlern hergestellt wurden, dargestellt.

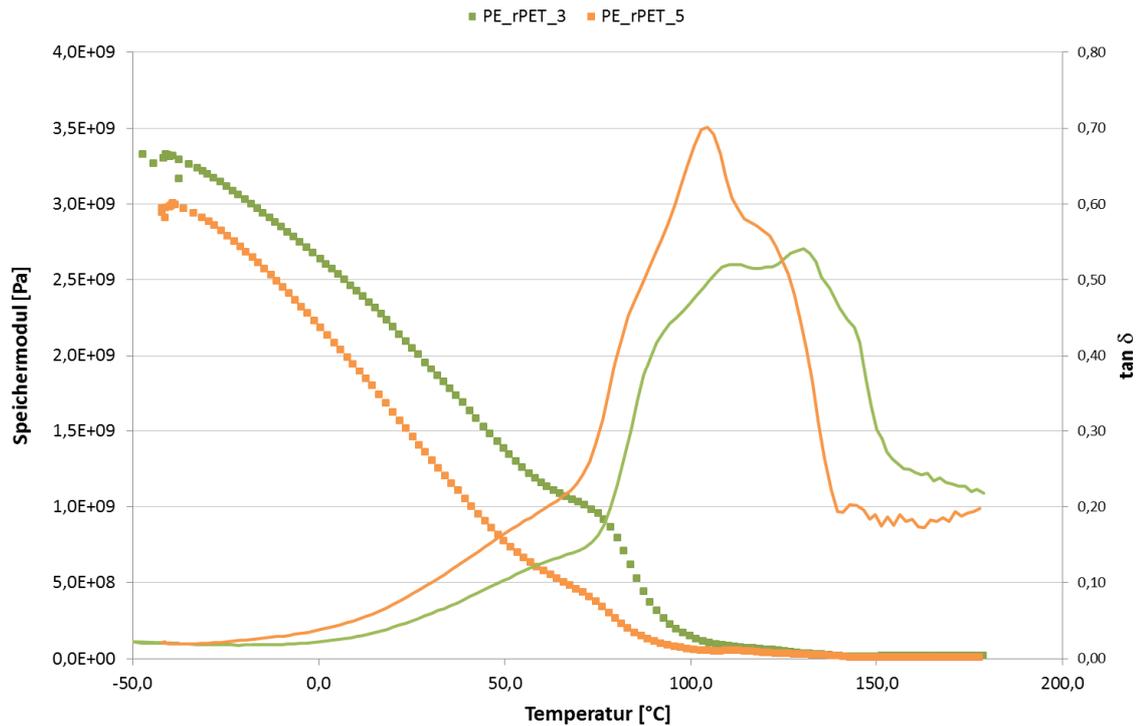


Abbildung 6-10: Bei 1 Hz gemessenes Speichermodul und $\tan \delta$ von PE/rPET-Blends

Die Kurve des Speichermoduls des PE_rPET_3-Blends zeigt einen ähnlichen Verlauf wie das PE_rPET_5, jedoch bei niedrigeren Temperaturen, welches auf eine höhere Festigkeit und ab 50°C auch auf eine etwas bessere thermische Formstabilität zurückzuführen sein kann. Die berechneten Aktivierungsenergien sind ebenfalls sehr unterschiedlich:

$$\text{PE_rPET_3: } E_a = 395 \pm 27 \text{ kJ/mol}$$

$$\text{PE_rPET_5: } E_a = 22 \pm 1 \text{ kJ/mol}$$

Während im PE_rPET_3 aufgrund der hohen Aktivierungsenergie Wechselwirkungen zwischen PE und rPET auftreten, weist die sehr niedrige Aktivierungsenergie von PE_rPET_5 darauf hin, dass das PE die Anordnung der rPET-Ketten stört und eine Inhomogenität im Blend hervorruft. Daher wurde dieses Blend nicht als Matrix für WPC eingesetzt.

Mit einer PE/PET-Matrix sollte die Festigkeit und auch die thermische Formstabilität von WPC verbessert werden. In Abbildung 6-11 sind zwei verschiedene Rezepturen mit einer PE/PET-Matrix dargestellt. Zum Vergleich sind nochmals PE-WPC A und PET-WPC A hinzugefügt worden.

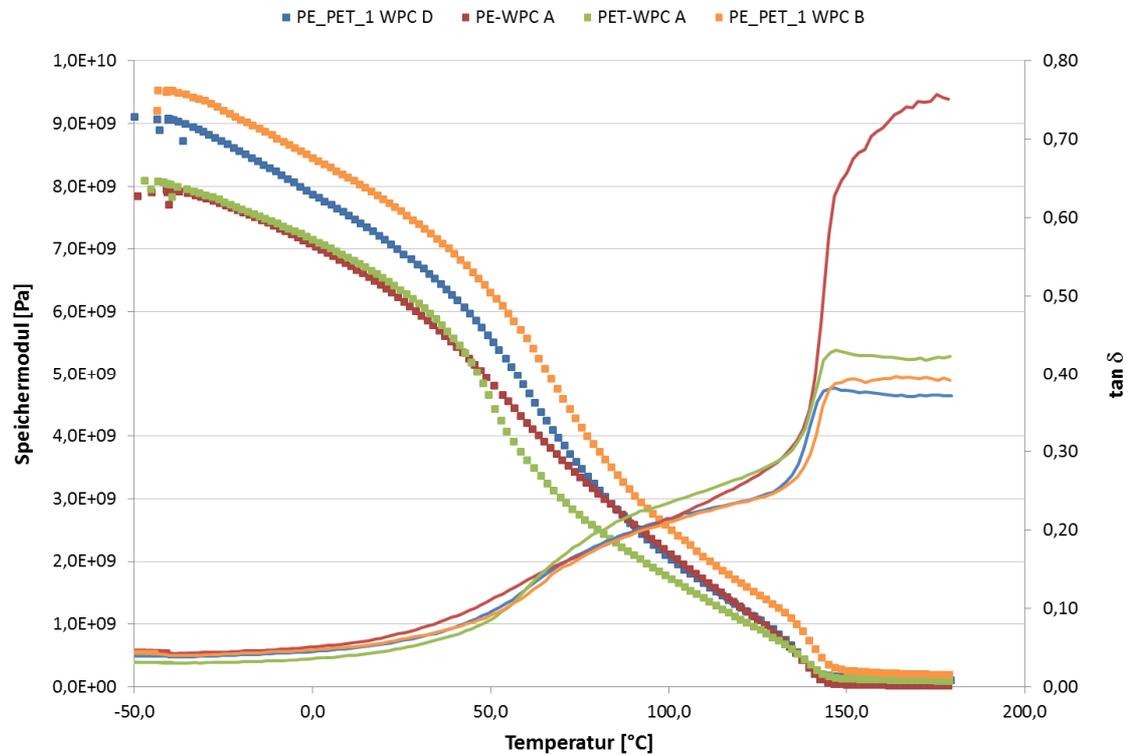


Abbildung 6-11: Bei 1 Hz gemessenes Speichermodul und $\tan \delta$ von WPC mit PE/PET-Matrix

Die Kurvenverläufe vom Speichermodul und $\tan \delta$ unterscheiden sich kaum. Höhere Speichermodule werden mit den PE/PET-Blends erhalten. Höhere thermische Formstabilitäten der WPC's mit PE/PET-Blends sind nicht zu erkennen. Auch die berechneten Aktivierungsenergien zeigen keine großen Unterschiede auf, so dass keine Aussage über die Güte der Interphasenhaftung gemacht werden kann.

In Abbildung 6-12 sind die Kurvenverläufe des Speichermoduls von unterschiedlich hergestellten WPC's mit PE/rPET-Blends dargestellt. Das PE_rPET_3 WPC B wurde aus einem zuvor hergestellten PE_rPET-Blend hergestellt, das PE_rPET_3 WPC C wurde in einem einstufigen Prozess hergestellt. Die Kurvenverläufe weisen zunächst keine größeren Unterschiede auf, aber die berechneten Aktivierungsenergien dieser beiden WPC's sind sehr unterschiedlich:

$$\text{PE_rPET_3 WPC B: } E_a = 99 \pm 42 \text{ kJ/mol}$$

$$\text{PE_rPET_3 WPC C: } E_a = 224 \pm 80 \text{ kJ/mol}$$

Dieses entspricht auch den Ergebnissen der mechanischen und hygrischen Untersuchungen. Die Ergebnisse von PE_rPET_3 WPC C zeigten sehr viel bessere Werte. Aufgrund der sehr viel höheren Aktivierungsenergie kann somit davon ausgegangen werden, dass die bessere Interphasenhaftung ein Grund hierfür ist.

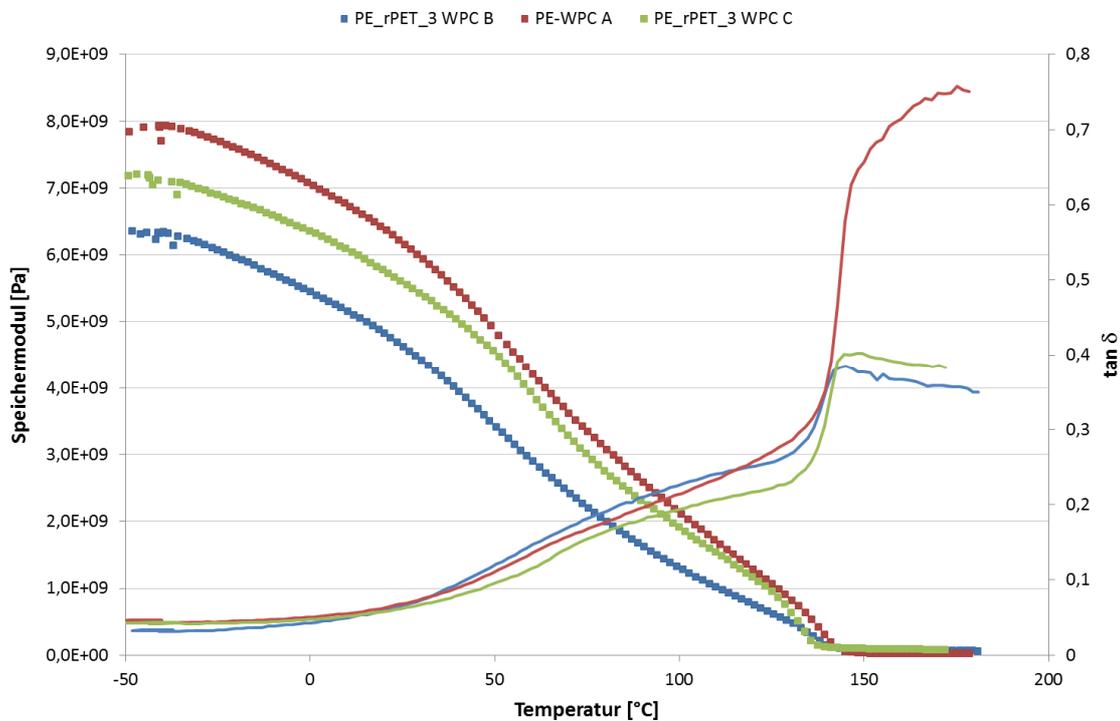


Abbildung 6-12: Bei 1 Hz gemessenes Speichermodul und $\tan \delta$ von WPC mit PE/rPET-Matrix

Die dargestellten Beispiele zur Auswertung von DMA-Messung und die Nutzung dieser Ergebnisse zur Bewertung der Interphasenhaftung im WPC zeigten, dass die erhaltenen Ergebnisse aus der Biegeprüfung und Kochwasserlagerung mit der Güte der Interphasenhaftung korrelieren und die Reaktivität des Haftvermittlers hierdurch bewertet werden kann. Auch eine Bewertung der Polymerblends ist durch Berechnung der Aktivierungsenergien möglich, so dass einige hergestellte Polymerblends zur Verwendung als Matrix im WPC schon vorher ausgeschlossen werden konnten.

6.3 Compoundieren und Extrusion ausgewählter Formulierungen am WKI

6.3.1 Durchführung

Erste Untersuchungen zur Durchführbarkeit der Herstellung von WPC mit einer Blend-Matrix wurden an einem Compounder vom Typ TSK 20/40D durchgeführt. Der eingesetzte Compounder ist ein gleichsinnig drehender Doppelschneckenextruder mit einem Schneckendurchmesser von 20 mm und einer Schneckenlänge von 800 mm. Das Compound wurde dann in einem konischen gegenläufigen Doppelschneckenextruder vom Typ Battenfeld MBEX 2-54 C mit einem Schneckendurchmesser von 54-106 mm und einer Schneckenlänge von 129 cm zu einem Hohlkammerprofil extrudiert.

Die Biegeprüfungen wurden in Anlehnung an EN 310 mit einer Stützweite von 340 mm durchgeführt. Die Wasseraufnahme wurde nach einer 5 h Kochquellung in Anlehnung an EN 1087-1 ermittelt.

6.3.2 PE und rPE als Matrix für WPC

Um die Ergebnisse der Laboruntersuchungen auf einen größeren Maßstab übertragen zu können, wurden erste Versuche mit einem Compounder durchgeführt. Zunächst wurde untersucht, ob ein PE-Recyclat als Matrix eingesetzt werden kann, ohne die Herstellungsbedingungen zu ändern. In Tabelle 6-9 sind die Zusammensetzungen der im Compounder hergestellten Blends und WPC-Compounds beschrieben.

Tabelle 6-9: Zusammensetzung der im Compounder hergestellten PE-WPC-Compounds

Probe	PE	%	Haft-vermittler	%	Holz-mehl [%]	Gleit-mittel [%]
PE-WPC B	Lupolen	27	TSPE 1112	2	70	1
	5261 Z		GALL			
rPE-WPC B	PE-HD 0509	27	TSPE 1112	2	70	1
	E		GALL			

Die Ergebnisse der Biegeprüfung und der Kochwasserlagerung sind in Abbildung 6-13 abgebildet.

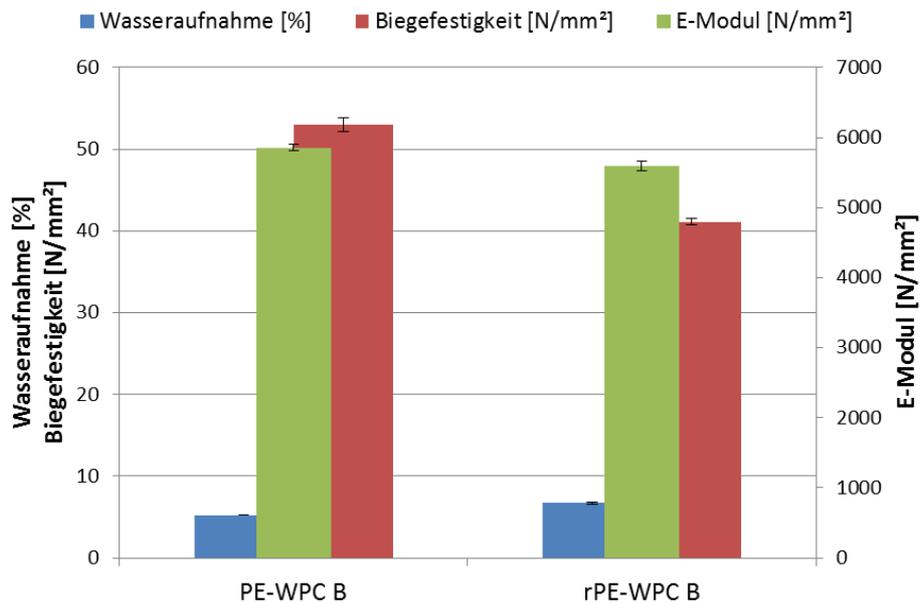


Abbildung 6-13: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und der Biegeprüfungen von WPC mit PE- und rPE-Matrix

Die Ergebnisse zeigen, dass mit einem PE-Recyclat als Matrix ein WPC erhalten wird, dass etwas geringere Festigkeiten und eine etwas höhere Wasseraufnahme zeigt (rPE-WPC B). Da in vorherigen Untersuchungen festgestellt wurde, dass durch die Optimie-

rung des Haftvermittlers bei Einsetzen eines Recyclates ähnlich gute Eigenschaften im Vergleich zu einem frischen Polymer erhalten werden können, besteht auch hier die Möglichkeit der Optimierung.

6.3.3 PP/PE-Blend als Matrix für WPC

Da am WKI nicht die Möglichkeit besteht, ein WPC-Compound mit einem PE/PET-Blend zu extrudieren und dieses beim Projektpartner Gewotech durchgeführt werden soll, wurde am WKI zunächst ein WPC-Compound mit einem PP/PE-Blend extrudiert, um zu untersuchen, ob es auch möglich wäre, ein Recyclat aus einem PP/PE-Gemisch einzusetzen. Die Zusammensetzung dieser Rezeptur ist in Tabelle 6-10 zusammengefasst.

Tabelle 6-10: WPC-Zusammensetzung mit einem PP/PE-Blend

Probe	PP	%	PE	%	Haft-vermittler	%	Holz-mehl [%]	Gleit-mittel [%]
PE-WPC B			Lupolen 5261 Z	27	TSPE 1112 GALL	2	70	1
PP/PE-WPC A	Sabic 510 A	6,75	Lupolen 5261 Z	20,25	TSPE 1112 GALL	2	70	1

Die Ergebnisse der Biegeprüfung und der Kochwasserlagerung sind in Abbildung 6-14 abgebildet und zeigen, dass eine kleine Menge an PP als Verunreinigung in der PE-Matrix die Eigenschaften des WPC's nicht wesentlich beeinflussen (PP/PE-WPC A). Somit ist es möglich, auch ein mit PP verunreinigtes PE-Recyclat einsetzen zu können und somit den Preis des Recyclates noch ein wenig zu reduzieren.

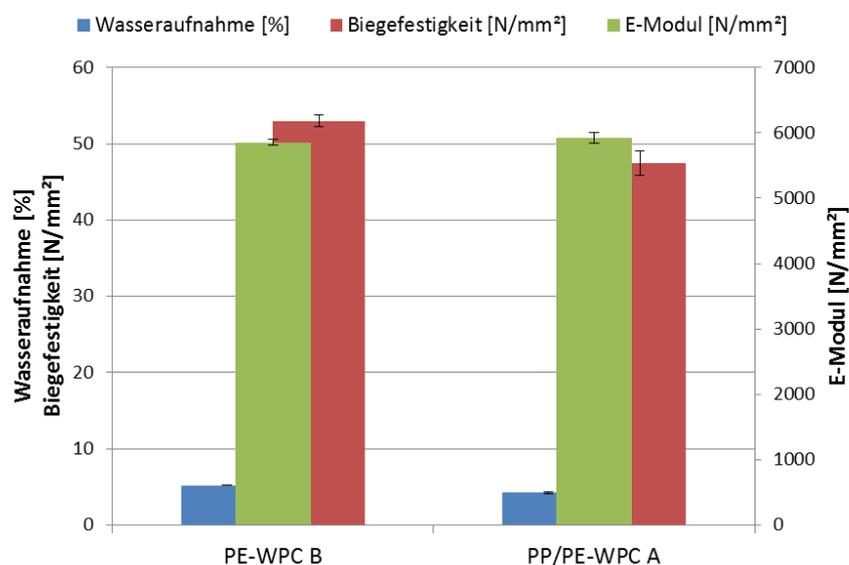


Abbildung 6-14: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und der Biegeprüfungen von WPC mit PP/PE-Matrix

6.3.4 PA 6 als Matrix für WPC

Als weitere Polymermatrix wurde ein PA 6 von Remondis zur Herstellung von WPC eingesetzt. Aufgrund des hohen Schmelzpunktes von PA 6 von ca. 220°C wurde ein Thermoholz eingesetzt, das thermisch stabiler ist. Auch soll damit die Wasseraufnahme etwas reduziert werden, da PA 6 zur Wasseraufnahme neigt. Aufgrund seiner funktionellen Gruppen, wurde auf einen Haftvermittler verzichtet, da davon ausgegangen werden kann, dass das PA 6 mit dem Holz in Wechselwirkung treten kann.

Die Zusammensetzung der WPC-Rezeptur mit einer PA 6-Matrix ist in Tabelle 6-1 zusammengestellt.

Tabelle 6-1: WPC-Zusammensetzung mit einer PA 6-Matrix

Probe	PA	%	PE	%	Haft-vermittler	%	Holz-mehl [%]	Gleit-mittel [%]
PE-WPC B			Lupolen 5261 Z	27	TSPE 1112 GALL	2	70	1
PA-WPC A	PA 0300L	29					70	1

Die Ergebnisse der Biegeprüfung und der Kochwasserlagerung sind in Abbildung 6-15 dargestellt. Sie zeigen, dass mit einer PA 6-Matrix keine Verbesserungen der Festigkeiten erhalten werden. Weiterhin ist die Wasseraufnahme um ein vielfaches höher als mit einer PE-Matrix. Verbesserungen könnten eventuell mit einem geeigneten Haftvermittler erhalten werden. Bis zu diesem Zeitpunkt konnte aber kein geeigneter Haftvermittler identifiziert werden. Weitere Versuche wie das thermische Verhalten sollen zeigen, ob eine Weiterverfolgung eines PA-WPC's dann noch von Interesse wäre.

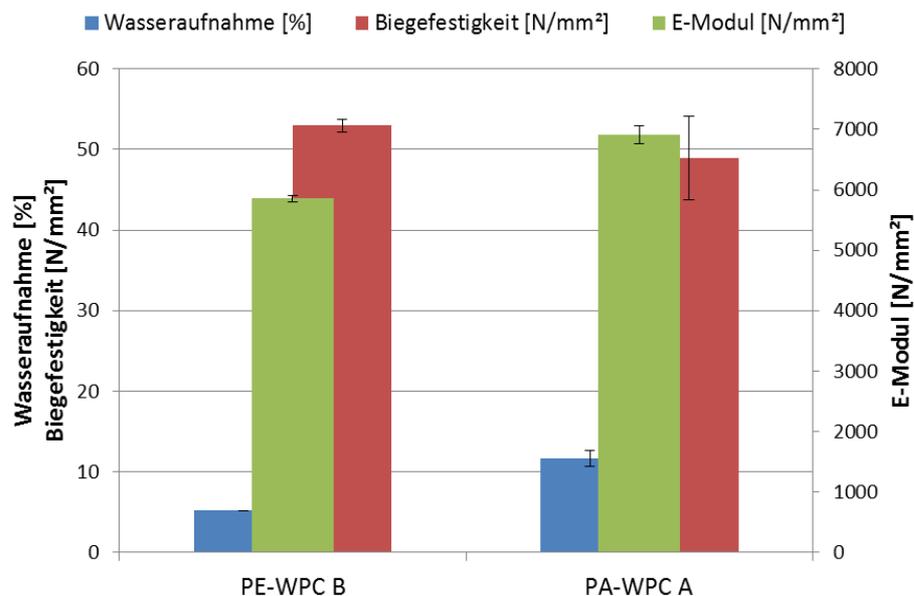


Abbildung 6-15: Ergebnisse der 5 h Kochquellung und der Biegeprüfungen von WPC mit PA 6-Matrix

6.3.5 Fazit

Aus den Extrusionsversuchen geht hervor, dass es prinzipiell möglich ist, ein PE-Recyclat auch zu 100% einzusetzen. Die Festigkeiten verschlechtern sich nur minimal und die Wasseraufnahme steigt nur ein wenig an. Durch Anpassung des Haftvermittlers können aber auch diese Nachteile beseitigt werden.

Weiterhin zeigten Versuche mit einem mit PP verunreinigtem PE, dass ein Anteil von ca. 6 % PP keinen Einfluss auf die Eigenschaften des daraus hergestellten WPC's hat. Somit kann bei der Produktion auch auf minderwertigere PE-Recyclate zurückgegriffen werden, um den Preis nochmals etwas zu reduzieren.

Es konnte auch gezeigt werden, dass ein WPC-Compound mit einer PA 6 Matrix auch bei Temperaturen von 220°C extrudiert werden konnte, wenn ein Thermoholz eingesetzt wird. Die Festigkeiten zeigen aber keine Vorteile gegenüber einer PE-Matrix.

7 Untersuchungen in Arbeitsphase 3 (Monate 25-36)

In Arbeitsphase 3 wurden die folgenden Untersuchungen durchgeführt:

- Erster Up-scaling-Versuch bei Gewotech mit Rezepturen auf Basis von 70% Holzanteil und mit PE, rPE, PP und rPET (Gewotech-Rezepturen 1-5)
- Zweiter Up-scaling-Versuch bei Gewotech mit Rezepturen auf Basis von 70% Holzanteil und mit PE, rPE, rPET (Gewotech-Rezepturen 6-7)
- Finale Rezepturoptimierung am WKI: Herstellung von Polymerblends, Zumischung von Holzmehl zu den Blends und Mischspritzguss bzw. Profilextrusion

7.1 Up-scaling-Versuche bei Gewotech und Kosche

Der Produktionsprozess bei Gewotech ist zurzeit so aufgebaut, dass die in Pulverform vorliegenden Einzelkomponenten zunächst kalt vorgemischt und dann in einem gegenläufigen parallelen Doppelschneckenextruder mit einem Heißabschlag zu Compounds verarbeitet werden. Anschließend erfolgte bei der Firma Kosche die Profilextrusion der Compounds zu Deckings auf einem gegenläufigen parallelen Doppelschneckenextruder.

In der Tabelle 7-1 sind die Rezepturen für den ersten Up-scaling-Versuch aufgelistet.

Tabelle 7-1: Rezepturen für ersten Up-scaling-Versuch bei Gewotech und Kosche. Der Holzanteil betrug 70 Gew.-%.

Rezeptur	PE oder rPE	PP (Moplen HF501N)	rPET (Meister Flakes MR-001)	Haftvermittler / MAPE	Gleitmittel
1	20.25% PE (Lupolen 5261Z)	6.75%	-	2% TSPE 1112	1% Licolub H12
2	6.75% PE (Lupolen 5261Z)	20.25%	-	2% TPPP 8112	1% Licolub H12
3	20.25% rPE (Planolen H00509)	6.75%	-	2% TSPE 1112	1% Licolub H12
4	20.25% rPE (Planolen H00509)	-	6.75%	2% TSPE 1112	1% Licolub H12
5	20.25% PE (Lupolen 5261Z)	-	6.75%	2% TSPE 1112	1% Licolub H12

Die Haftvermittler lagen in Pelletform vor und wurden daher am WKI mit einer Siftmühle fein aufgemahlen. Auch das rPET wurde fein aufgemahlen. Anschließend wurden die Haftvermittler und das rPET zu Gewotech versendet. Dort wurden alle Rezepturbestandteile kalt vorgemischt, compoundiert und zu Profilen extrudiert.

Aus den Profilen wurden Prüfkörper für die folgenden Prüfungen entnommen:

- 5 h Kochquellung gemäß EN 1087-1
- Biegefestigkeit und Biege-E-Modul gemäß EN 310 mit 450 mm Stützweite und grob geriffelter Seite oben (in Biegebeanspruchung)
- Zugfestigkeit gemäß DIN EN ISO 527-4/1B/2 mit Prüfgeschwindigkeit von 2 mm / min.

Die Ergebnisse der Prüfungen sind in Abb. 7-1 und 7-2 dargestellt.

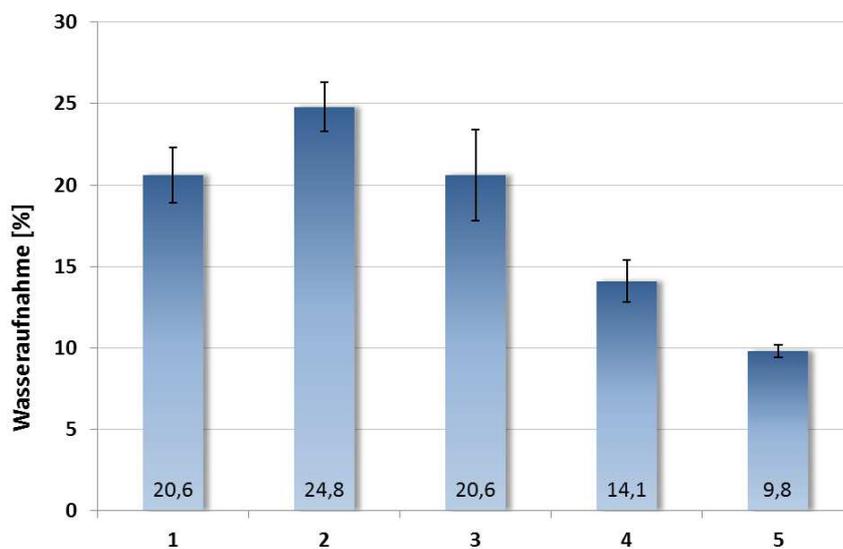


Abb. 7-1: Wasseraufnahme der Rezepturen 1-5.

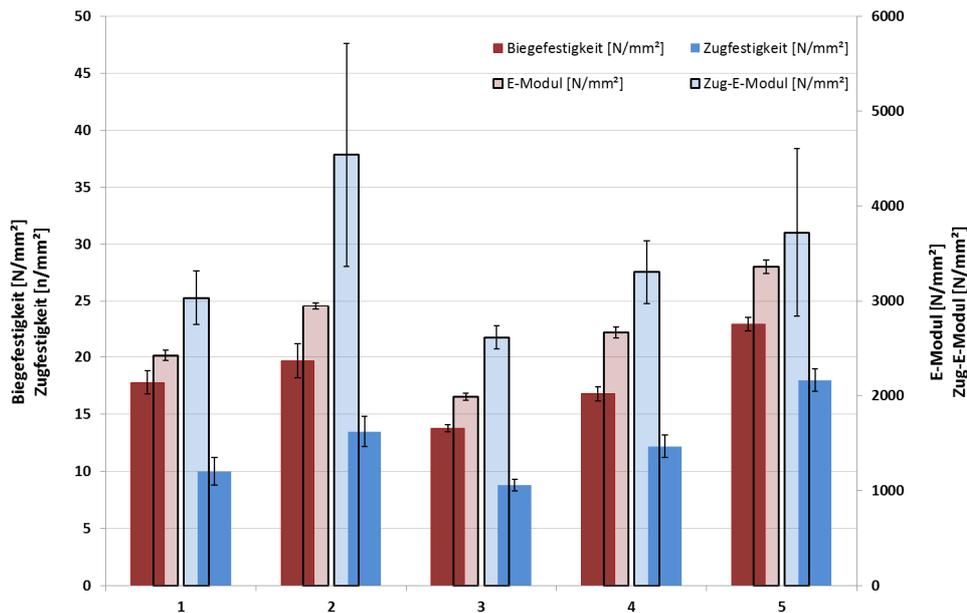


Abb. 7-2: Mechanische Eigenschaften der Rezepturen 1-5.

Die niedrigste Wasseraufnahme (unter 10%) wurde mit Rezeptur 5, also dem PE-rPET-Blend erreicht. Etwas höher (14%) war die Wasseraufnahme mit dem rPE-rPET-Blend. In Bezug auf die Wasseraufnahme der WPC erscheint es unter den Versuchsbedingungen also vorteilhaft, auf rPE zu verzichten und frisches PE einzusetzen. Auch in Bezug auf die Biegeeigenschaften sowie die Zugfestigkeit zeigte die Rezeptur 5 die besten Ergebnisse. Bezüglich des Zug-E-Moduls lassen sich aufgrund der hohen Standardabweichungen keine Aussagen treffen. Es wurde somit beschlossen, in den letzten Upscaling-Versuchen Blends mit PE und rPET zur WPC-Herstellung einzusetzen. Weiterhin wurde festgelegt, auf Gleitmittel zu verzichten und einen alternativen Haftvermittler einzusetzen. Die beiden finalen Rezepturen sind in Tabelle 7-2 aufgelistet.

Tab. 7-2: Rezepturen für den zweiten Up-scaling-Versuch bei Gewotech und Kosche.

Rezeptur	Holzmehl	PE	rPET	Haftvermittler (Pulver)
6	68.65 %	21.26 % rPE (Planolen H00509)	7.09 % (Meister Flakes)	3 %
7	68.65 %	21.26 % PE (Lupolen 5261 Z)	7.09 % (Meister Flakes)	3 %

Zunächst wurde das rPET am WKI mit Hilfe eines Palltruders fein aufgemahlen und anschließend zu Gewotech gesendet. Bei Gewotech wurden anschließend alle Komponenten kalt vorgemischt, compoundiert und zu Profilen extrudiert. In zukünftigen Versuchen könnte das PE bzw. rPE direkt gemeinsam mit dem rPET im Palltruder aufgemahlen werden. Auf diese Weise könnte direkt ein Blend für die weitere Verarbeitung hergestellt werden.

Die Profile mit rPE waren aufgrund des Rezyklats sehr dunkel, die Profile mit Frisch-PE naturfarben.

Mit den Profilen wurden am WKI wiederum Biegeprüfungen und Kochwasserlagerungen durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Abb. 7-3 und 7-4 dargestellt.

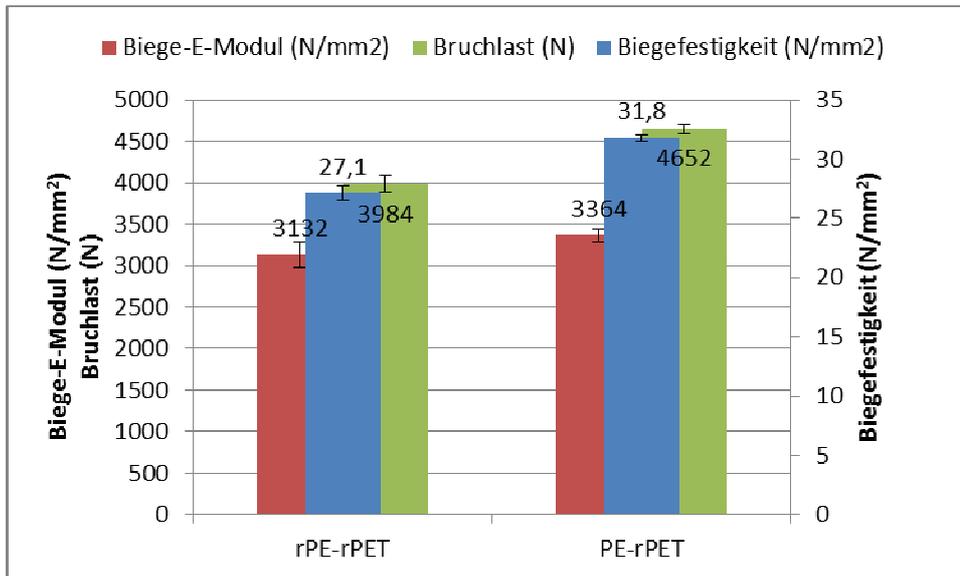


Abb. 7-3: Biegefestigkeiten, Biege-E-Modul und Bruchlast der Rezepturen 6 und 7. Die Durchbiegung bei 500 N betrug 1,2 mm bei rPE-rPET und 1,1 mm bei PE-rPET (nicht gezeigt).

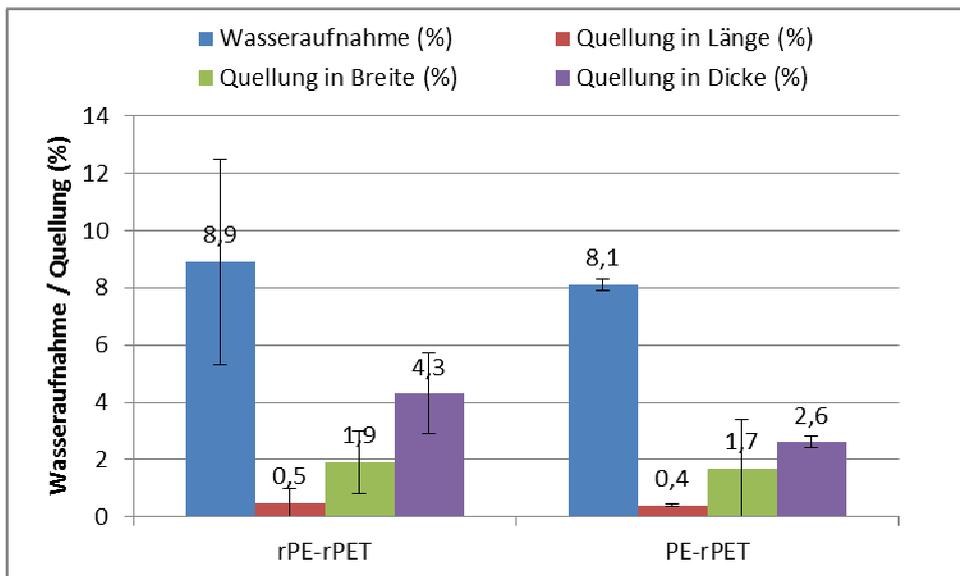


Abb. 7-4: Wasseraufnahme und Quellung der Rezepturen 6 und 7.

Gemäß der Qualitäts- und Prüfbestimmungen zur Produktionskontrolle von Terrassendecks aus Holz-Polymer-Werkstoffen (Qualitätsgemeinschaft Holzwerkstoffe e.V., Gießen) bestehen hinsichtlich der Biegeeigenschaften und Kochwasserlagerung die folgenden Anforderungen:

- Die Bruchlast darf einen Wert von 3200 N nicht unterschreiten.
- Die Durchbiegung bei 500 N Last darf einen Wert von 2,0 mm nicht überschreiten.

- Das Quellmaß darf in der Dicke 4,5%, in der Breite 0,8% und in der Länge 0,5% nicht überschreiten.
- Die Wasseraufnahme darf einen Wert von 8% nicht überschreiten.

Es ist festzustellen, dass beide Rezepturen (Nr. 6 und 7) die Anforderungen bis auf Breitenquellung und Wasseraufnahme erfüllen, wobei die Ergebnisse mit frischem PE insgesamt etwas besser sind und geringeren Schwankungen unterliegen.

7.2 Finale Rezepturoptimierung am WKI

Zunächst wurden vier Blends auf Basis von PE, rPET und Admer SF730E (Haftvermittler) auf einem gleichlaufenden Doppelschneckenextruder hergestellt (Tabelle 7-3) und mittels DSC ihre Schmelzpunkte ermittelt (Abb. 7-5 bis 7-8). Zum Vergleich wurden auch die Schmelzpunkte des PE und rPET ermittelt (Abb. 7-9 und 7-10).

Tabelle 7-3: Blends auf Basis von PE, rPET und Admer SF730E (Haftvermittler).

Nr.	WKI-Nr.	PE (%) (Lupolen 5261Z)	r-PET (%) (MeisterFlakes MR-001)	Coupling agent (%) (Admer SF730E)	Schmelzpunkt
1	130712-A	74	24	2	132°C; zusätzlich kl. Peak bei 245°C (PET)
2	130712-B	73	23	4	132°C; zusätzlich kl. Peak bei 242°C (PET)
3	130712-C	49	49	2	132°C; weiterer Peak bei 245°C (PET)
4	130712-D	48	48	4	132°C; weiterer Peak bei 245°C (PET)

Es ist zu erkennen, dass der Hauptschmelzpunkt der Blends bei 132°C und damit in einem Bereich liegt, der eine Verarbeitung in Kombination mit Holzmehl ermöglicht (Abb. 7-5 bis 7-10). Bei den Blends Nr. 1 und 2 ist jeweils ein zusätzlicher kleiner Peak bei 242°C bzw. 245°C erkennbar, der auf den r-PET-Anteil zurückzuführen ist. Bei den Blends Nr. 3 und 4 mit den jeweils höheren r-PET-Anteilen ist dieser zweite Peak stärker ausgeprägt.

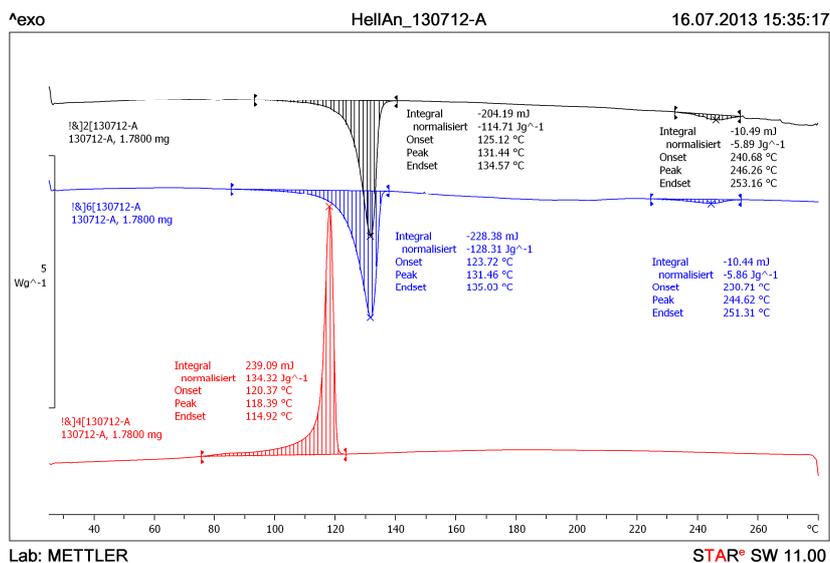


Abb. 7-5: DSC des Blends Nr. 1.

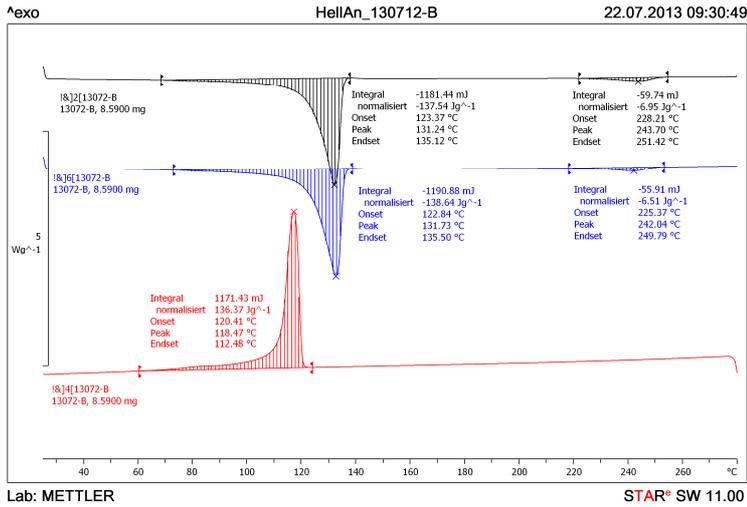


Abb. 7-6: DSC des Blends Nr. 2.

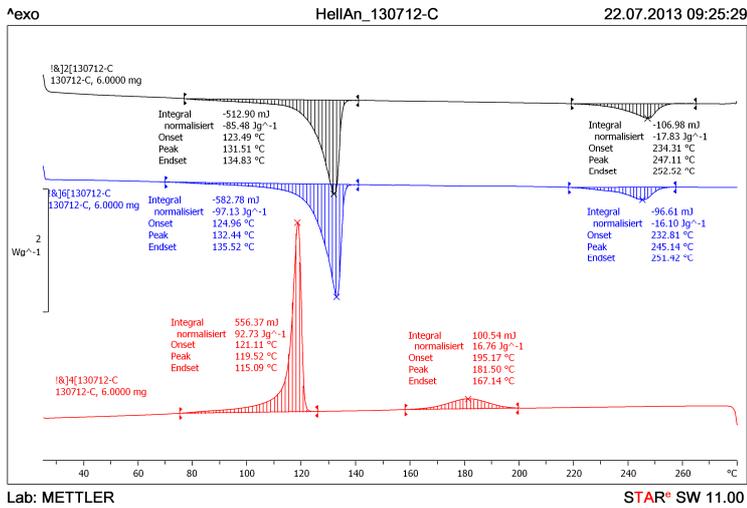


Abb. 7-7: DSC des Blends Nr. 3.

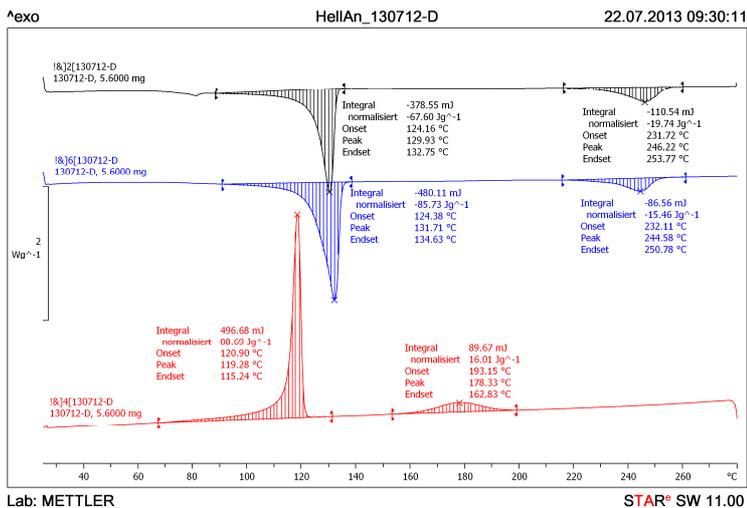


Abb. 7-8: DSC des Blends Nr. 4.

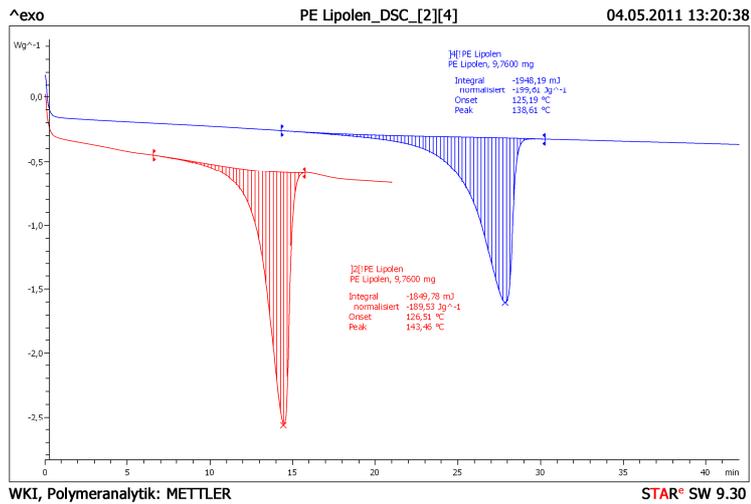


Abb. 7-9: DSC des HDPE (Lupolen 5261 Z).

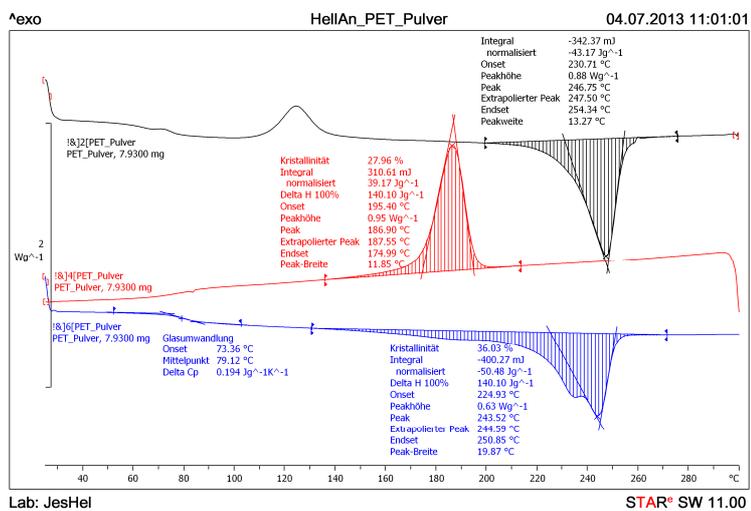


Abb. 7-10: DSC des PET-Pulvers nach Aufmahlen im Palltruder.

Anschließend wurden die Blends gemeinsam mit den weiteren Rezepturkomponenten in einem gleichlaufenden Doppelschneckenextruder (20 mm Schneckendurchmesser) compounding (Tabelle 7-4). Als Referenzen dienen die Rezepturen Nr. 1 und Nr. 6 jeweils mit HDPE als Polymer. Bei diesen Rezepturen wurde eine Additivierung mit Antioxidant, UV-Absorber und HALS durchgeführt, da davon ausgegangen wurde, dass eine solche Additivierung bei HDPE erforderlich ist, während das PET von vornherein eine höhere Witterungsstabilität aufweist, so dass im Falle der Blends auf eine Additivierung verzichtet wurde.

Tabelle 7-4: WPC-Rezepturen mit PE-r-PET-Blends. In allen Rezepturen wurden 60% Holzmehl, 2% MAPE (Scona TSPE 1112 GALL, Byk-Kometra), 1% Gleitmittel (Licolub H12, Clariant) und 2% Farbpigment (Sicoplast-Masterbatch auf PE-Basis, braun, BASF Colour Solutions) verwendet.

Nr.	Holzmehltyp	PE (%) Lupolen 5261Z	Blend (%)	Antioxidant (%)	UV-Absorber (%)	HALS (%)
1	BK 40/90 (Fi/Ta)	32.5	0	0.5	0.2	0.8
2	BK 40/90 (Fi/Ta)	0	34 / Nr. 1	0	0	0
3	BK 40/90 (Fi/Ta)	0	34 / Nr. 2	0	0	0
4	BK 40/90 (Fi/Ta)	0	34 / Nr. 3	0	0	0
5	BK 40/90 (Fi/Ta)	0	34 / Nr. 4	0	0	0
6	Buchen-Thermoholz	32.5	0	0.5	0.2	0.8
7	Buchen-Thermoholz	0	34 / Nr. 1	0	0	0
8	Buchen-Thermoholz	0	34 / Nr. 2	0	0	0

Die Compounds wurden anschließend im Mini-Spritzguss weiterverarbeitet oder zu Hohlkammerprofilen extrudiert (3 Hohlkammern, 70 mm Gesamtbreite, 4 mm Wandstärke). An den spritzgegossenen Prüfkörpern wurden Zugfestigkeit und Zug-E-Modul gemäß DIN EN ISO 527-4/1B/2 ermittelt. An den extrudierten Profilen wurden Biegefestigkeit und Biege-E-Modul gemäß DIN EN 310 mit einer Stützweite von 340 mm ermittelt. Sowohl an den spritzgegossenen Prüfkörpern als auch an den extrudierten Profilen wurde die Charpy-Schlagzähigkeit (DIN EN ISO 179-1/1f) geprüft. Im Fall der extrudierten Prüfkörper wurde die Außenseite der Profile dem Pendelschlag ausgesetzt. Außerdem wurde bei beiden Prüfkörpertypen (Extrusion, Spritzguss) eine 28tägige Kaltwasserlagerung gemäß prEN 15534-1 (2013) durchgeführt. Weiterhin wurde eine Xenon-Schnellbewitterung über 300 h gemäß prEN 15534-1 (2013) durchgeführt.

Die Ergebnisse der Prüfungen sind in den Abb. 7-11 bis 7-19 dargestellt. Hinsichtlich der Festigkeiten ist zu erkennen, dass die Biegefestigkeiten der Profile erwartungsgemäß höher sind als die Zugfestigkeiten der kleinen spritzgegossenen Prüfkörper, dass jedoch die Tendenzen innerhalb der Versuchsserien identisch sind.

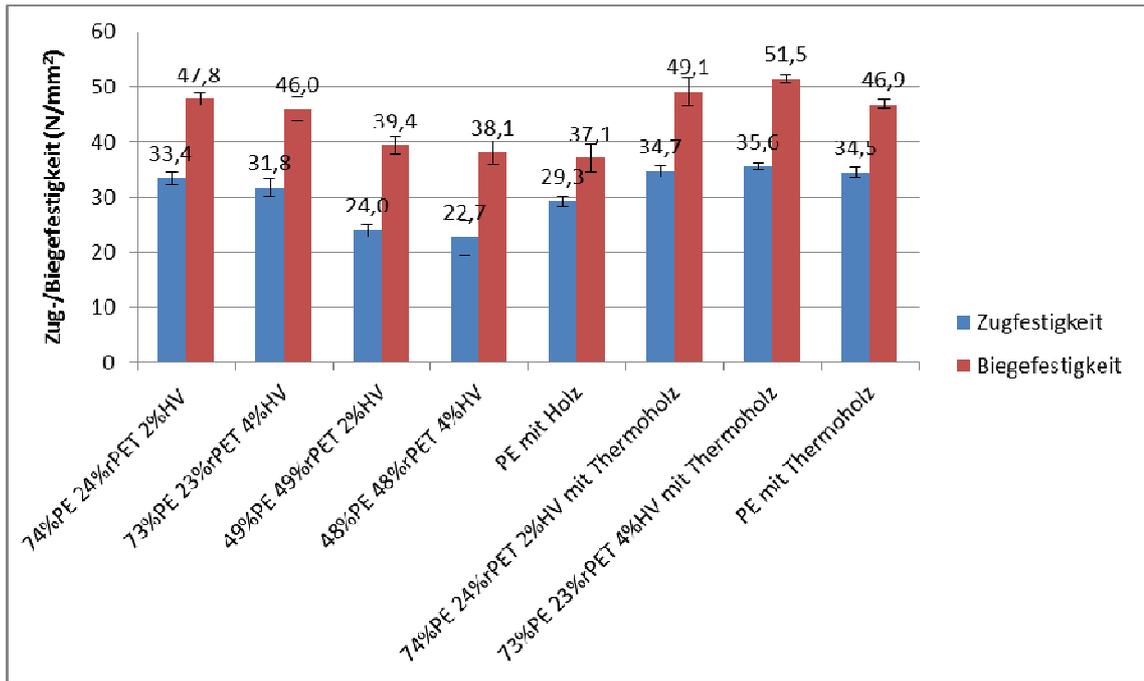


Abb. 7-11: Zugfestigkeiten der spritzgegossenen Prüfkörper und Biegefestigkeiten der extrudierten Profile.

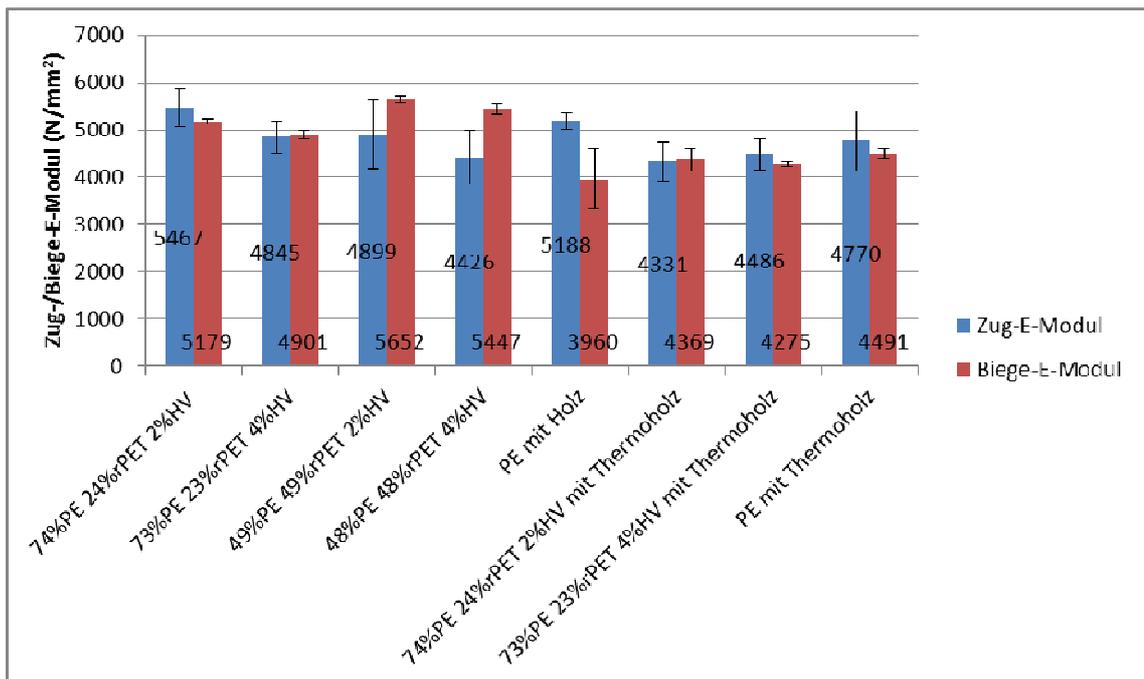


Abb. 7-12: Zug-E-Module der spritzgegossenen Prüfkörper und Biege-E-Module der extrudierten Profile.

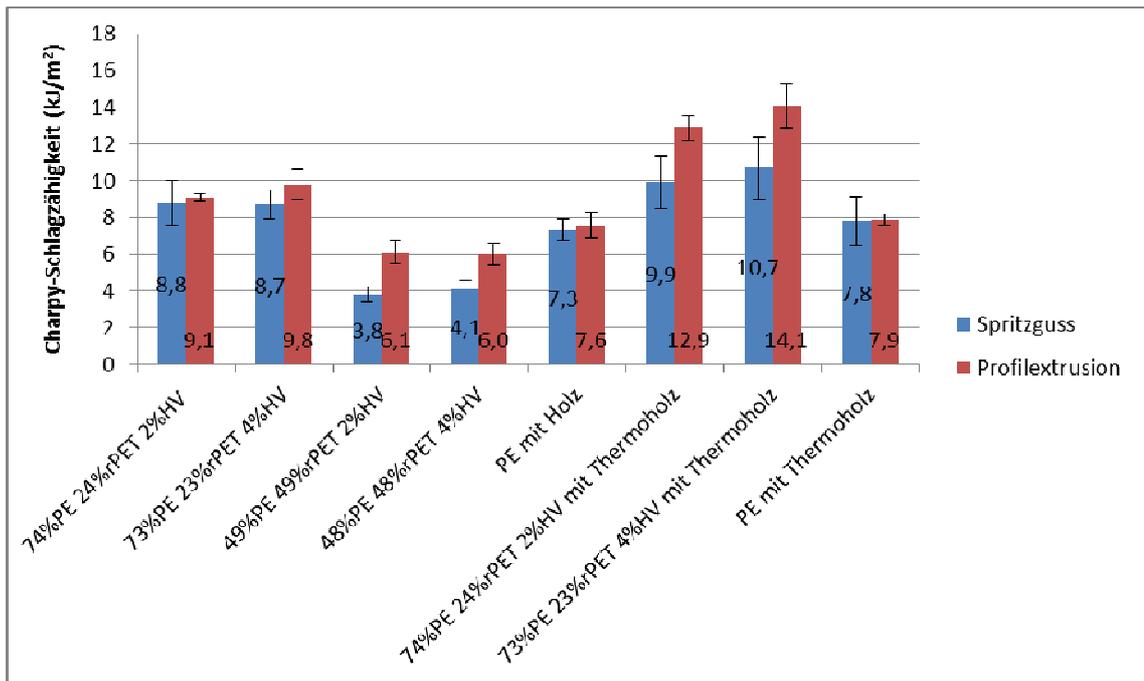


Abb. 7-13: Charpy-Schlagzähigkeiten der spritzgegossenen bzw. extrudierten Prüfkörper.

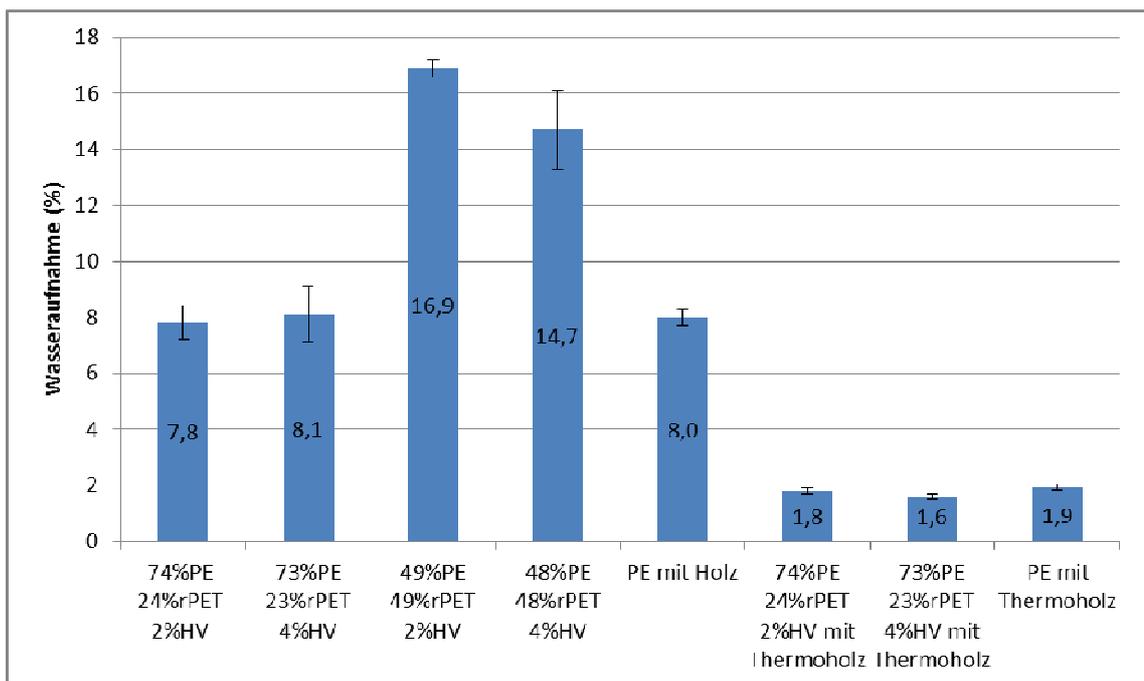


Abb. 7-14: Wasseraufnahme der spritzgegossenen Prüfkörper nach 28 Tagen Kaltwasserlagerung.

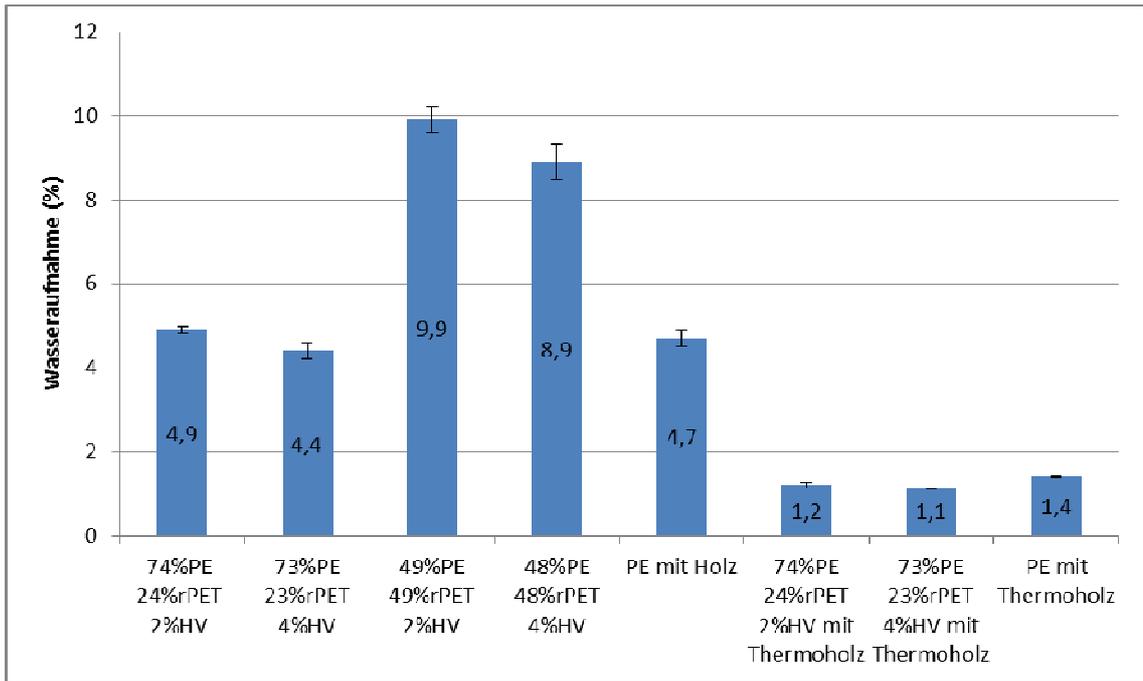


Abb. 7-15: Wasseraufnahme der extrudierten Prüfkörper nach 28 Tagen Kaltwasserlagerung.

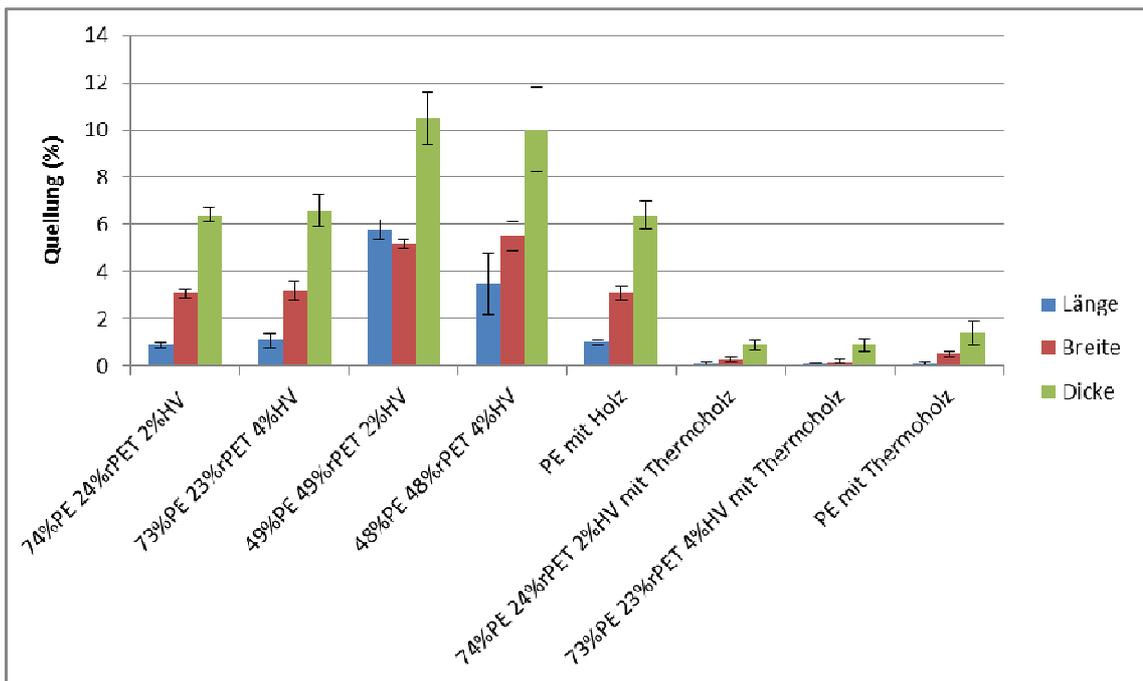


Abb. 7-16: Quellung der spritzgegossenen Prüfkörper nach 28 Tagen Kaltwasserlagerung.

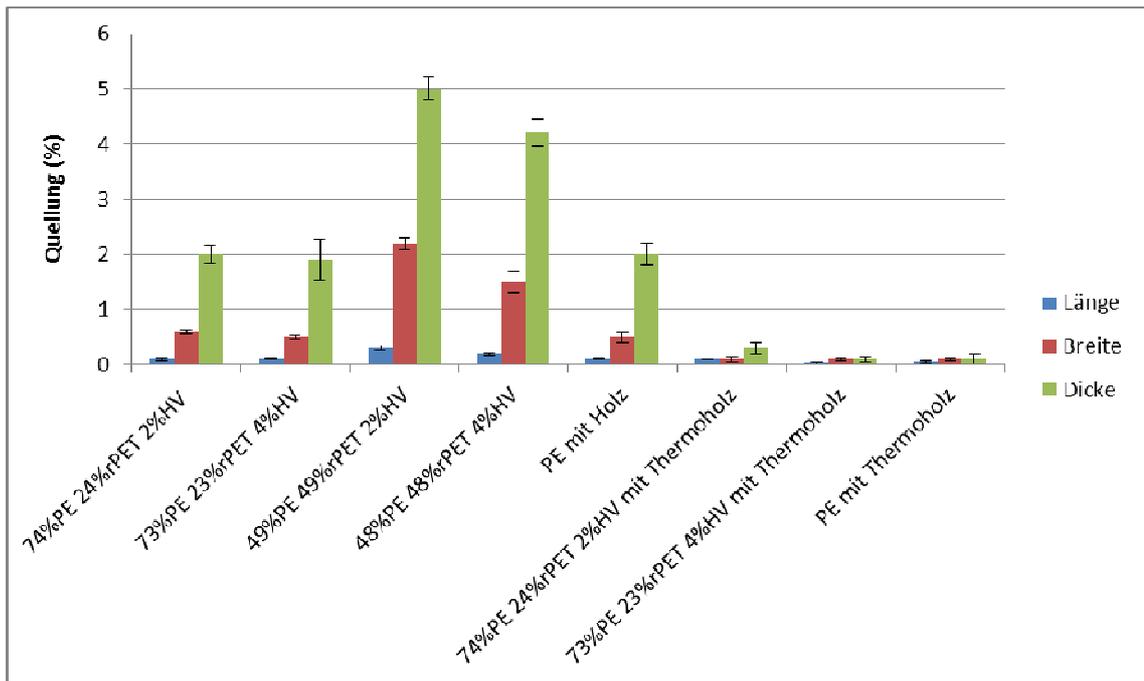


Abb. 7-17: Quellung der extrudierten Prüfkörper nach 28 Tagen Kaltwasserlagerung.

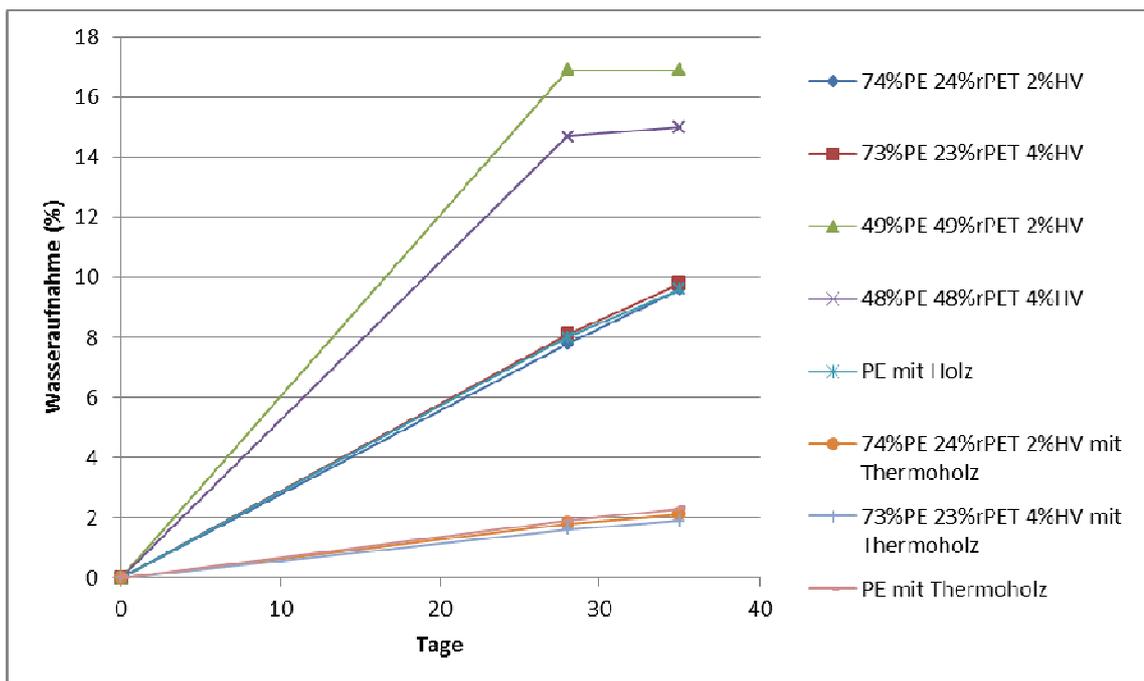


Abb. 7-18: Wasseraufnahme der spritzgegossenen Prüfkörper nach 28 und 35 Tagen Kaltwasserlagerung.

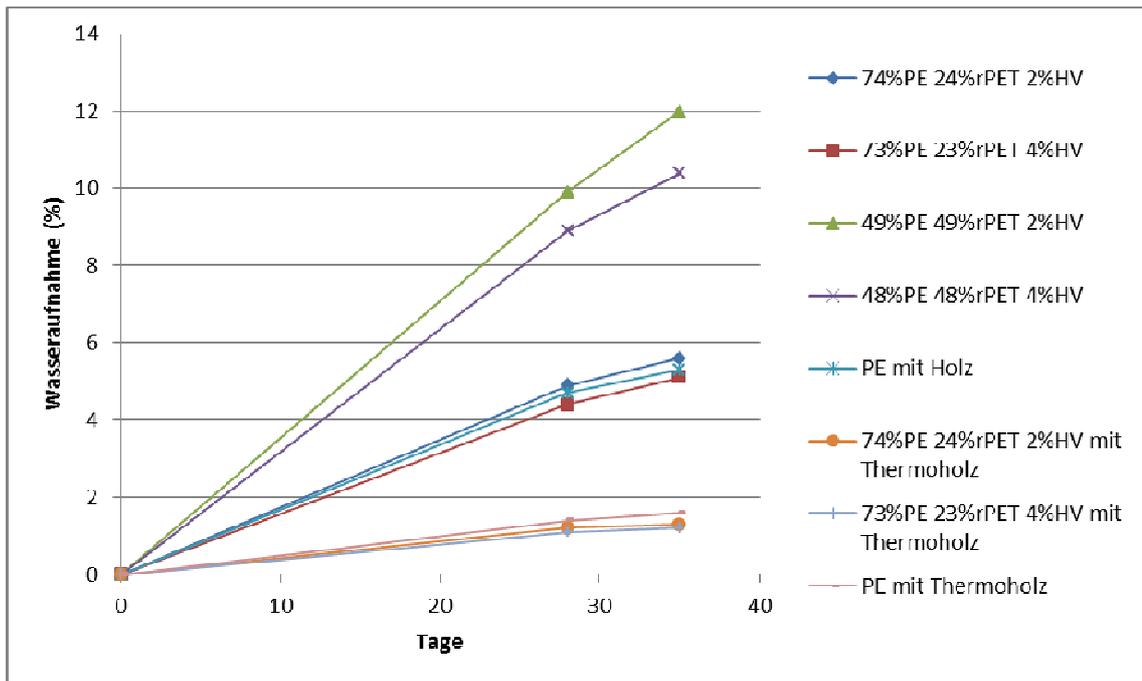


Abb. 7-19: Wasseraufnahme der extrudierten Prüfkörper nach 28 und 35 Tagen Kaltwasserlagerung.

Hinsichtlich der E-Module lassen sich aufgrund der recht hohen Standardabweichungen bei den spritzgegossenen Prüfkörpern keine eindeutigen Tendenzen erkennen. Herausstechend sind lediglich die relativ hohen Biege-E-Module der extrudierten Profile mit 49% PE und 49%rPET bzw. 48% PE und 48% rPET. Bei den Schlagzähigkeiten fällt, ähnlich wie schon bei den Biege- bzw. Zugfestigkeiten, eine recht gute Übereinstimmung der Tendenzen bei den Prüfkörpern, die mittels Spritzguss bzw. Extrusion hergestellt wurden, auf. Insgesamt werden für die extrudierten Profile höhere Schlagzähigkeiten erreicht. Es ist bei den Rezepturen mit Blends festzustellen, dass mit einer Erhöhung des Anteils an PE eine deutliche Erhöhung der Schlagzähigkeit verbunden ist. Besonders hervorzuheben sind die hohen Schlagzähigkeiten der Rezepturen mit PE-rPET-Blends und Thermoholz. Auch hinsichtlich der Wasseraufnahme und Quellung wurden sehr gute Ergebnisse erzielt, wenn Thermoholz eingesetzt wurde. Dabei gab es keine deutlichen Unterschiede im Hinblick auf die drei verschiedenen, mit Thermoholz hergestellten Rezepturen. Bei den Rezepturen ohne Thermoholz ist zu sehen, dass die Wasseraufnahme und Quellung mit steigendem Anteil an rPET drastisch ansteigt. Nach 28 Tagen Kaltwasserlagerung sind Wasseraufnahme und Quellung der Prüfkörper noch nicht abgeschlossen, jedoch scheinen die beiden Rezepturen mit 48% rPET bzw. 49% rPET ein gewisses Plateau zu erreichen.

Das beste Ergebnis bei der Xenon-Schnellbewitterung wurde mit Rezeptur 5 erzielt, also der Referenz mit Fichtenholzmehl und HDPE (Tabelle 7-5). Bei den Rezepturen mit Fichtenholzmehl und Blends wurden ebenfalls gute bis sehr gute Ergebnisse erzielt, mit Ausnahme der Rezeptur Nr. 4, bei der der ΔE -Wert deutlich höher lag als bei den anderen Rezepturen mit Blends (Nr. 1-3). Die ΔE -Werte der Rezepturen Nr. 6-8 waren recht hoch, was auf den Thermoholzanteil zurückgeführt wird.

Tabelle 7-5: Ergebnisse der Xenon-Bewitterung (300 h). CG bedeutet "change of gloss" (Glanzänderung).

Nr.	Rezeptur	ΔL^*	Δa^*	Δb^*	ΔE^*	CG
1	74% PE / 24% rPET / 2% HV	3.97	0.89	0.81	4.15	-5.5
2	73% PE / 23% rPET / 4% HV	4.62	1.02	1.24	4.89	-6.2
3	49% PE / 49% rPET / 2% HV	4.55	1.10	0.56	4.71	-5.2
4	48% PE / 48% rPET / 4% HV	7.44	1.53	1.66	7.78	-4.9
5	HDPE mit BK 40/90 (Fi/Ta)	3.03	0.76	0.73	3.21	2.1
6	74% PE / 24% rPET / 2% HV mit Thermoholz	9.80	1.98	3.14	10.48	-5.4
7	73% PE / 23% rPET / 4% HV mit Thermoholz	9.79	2.40	3.23	10.59	-10.8
8	HDPE mit Thermoholz	9.52	1.77	2.21	9.93	-3.8

Insgesamt kann schlussgefolgert werden, dass mit den Rezepturen Nr. 6 und 7 bis auf Farb- und Glanzänderungen sehr gute Ergebnisse erzielt wurden (Tabelle 7-6). Es wird davon ausgegangen, dass die Farbänderung dieser beiden Rezepturen bei Zugabe entsprechender Additive reduziert werden kann. Die Kombination aus PE-rPET-Blends und Thermoholz stellt eine vielversprechende Rezeptur dar, mit der neue Anwendungen für WPC geschaffen werden können.

Tabelle 7-6: Abschliessende Bewertung der finalen Rezepturen (WKI).

Nr.	Rezeptur	Biege-/ Zugfestigkeit	Biege-E- Modul	Schlag- zähigkeit	Wasseraufnahme u. Quellung	Farb- und Glanzänderung
1	74% PE / 24% rPET / 2% HV	+	+	+	+	+
2	73% PE / 23% rPET / 4% HV	+	+	+	+	+
3	49% PE / 49% rPET / 2% HV	-	++	-	-	+
4	48% PE / 48% rPET / 4% HV	-	++	-	-	-
5	HDPE mit Fichte/Tanne	-	-	-	+	++
6	74%PE/24%rPET/2% HV m. Thermoholz	+	-	++	++	-
7	73%PE/23%rPET/4% HV m. Thermoholz	+	-	++	++	-
8	HDPE mit Thermoholz	+	-	-	++	-

8 Fazit und Ausblick

Im Projekt wurden umfassende Informationen zur Rezepturentwicklung und Verarbeitbarkeit von technischen Kunststoffen in Kombination mit naturbelassenem sowie thermisch modifiziertem Holzmehl gewonnen, die von den beteiligten KMU für ihre zukünftigen Anwendungen genutzt werden können. Die Verarbeitbarkeit betrifft hierbei sowohl einstufige Verfahren, die sich durch ökonomische und technologische Vorteile (geringere Kosten; nur einfache mechanische und thermische Belastung) auszeichnen, als auch zweistufige Verfahren, die aufgrund ihrer weiten Verbreitung und der stabileren Prozessführung ebenfalls Vorteile aufweisen. Besonderes Augenmerk lag im Projekt somit auf dem Vergleich einer einstufigen und zweistufigen Compoundierung. Beim einstufigen

Prozess wurden alle Rezepturbestandteile gleichzeitig vermischt, aufgeschmolzen und zu Granulat verarbeitet, während beim zweistufigen Prozess zunächst das Blend, meist unter Verwendung eines geeigneten Haftvermittlers, hergestellt wurde und dieses anschließend mit Holzpartikeln, dem Haftvermittler (zur Kopplung von Holz und Blend) sowie weiteren Additiven (z. B. Gleitmittel) erneut compounding wurde.

Die Upscaling-Versuche bei den Projektpartnern Gewotech und Kosche wurden genutzt, um die Übertragbarkeit der im Labormaßstab am Fraunhofer WKI entwickelten Rezepturen auf einen industriellen Produktionsprozess zu untersuchen. Insgesamt wurden unter den Versuchsbedingungen die besten Ergebnisse mit PE-PET-Blends erzielt, wobei im Falle des PET auch Rezyklat eingesetzt werden kann.

Das übergeordnete Ziel dieses Projektes war unter anderem, die Einsatzmöglichkeiten von WPC für strukturelle Anwendungen, z.B. als tragende Elemente, zu überprüfen. Zur Erreichung dieses Ziels war es erforderlich, auf Normen zurückzugreifen, mit deren Hilfe die relevanten Anforderungen überprüft werden können. Im April 2014 wurden drei WPC-Normen veröffentlicht: DIN EN 15534-1, DIN EN 15534-4 und DIN EN 15534-5. Im Teil 1 werden die für WPC relevanten Prüfmethoden zusammengefasst, in den Teilen 4 bzw. 5 werden die Anforderungen an Profile und Formteile für Bodenbeläge bzw. für Wandbekleidungen erfasst. Da es derzeit keine tragenden Anwendungen von WPC gibt, wurde das ursprünglich geplante Normungsvorhaben zu den Biegeeigenschaften von WPC für strukturelle Anwendungen (prEN 15534-2) inzwischen eingestellt. Auch im Rahmen dieses Projektes wurde keine strukturelle Anwendung für WPC identifiziert, jedoch wurden Materialien (Rezepturen) entwickelt, die für neue Produkte genutzt werden können. Als Referenz dient die Rezeptur „PE mit Holz“, die eine Zug- bzw. Biegefestigkeit von 29.3 N/mm² bzw. 37.1 N/mm² aufweist (Abb. 7-11). Durch die Zumischung von rPET konnten Zug- bzw. Biegefestigkeit auf 33.4 N/mm² bzw. 47.8 N/mm² erhöht werden. Dies entspricht einer Verbesserung bei der Zugfestigkeit von 9.8% bzw. bei der Biegefestigkeit von 17.7%. Diese Erhöhung der Biegefestigkeit durch anteilige Verwendung von rPET könnte ausreichen, um eine strukturelle Anwendung zu realisieren. Dies müsste jedoch im konkreten Anwendungsfall überprüft werden.

Forschungsarbeiten an der Washington State University (Tichy 2008) haben gezeigt, dass WPC durchaus mechanische Eigenschaften aufweisen können, die denen von Vollholzprodukten entsprechen. Beispielsweise wird für WPC auf Basis von PP eine Biegefestigkeit von 3.0 bis 8.1 MPa angegeben. Zum Vergleich liegt die Biegefestigkeit von Fichte-Kiefer-Tanne ("structural lumber, no. 2 joist and plank") bei 7.2 MPa. In den USA wurden WPC auf Basis von PVC entwickelt, die extreme Lasten (Punktlast von 455 kg; Tichy 2008) tragen können und unter anderem auf Brücken im Einsatz sind.

Auch die Verwendbarkeit von WPC für Anwendung im Möbelbau wurde inzwischen überprüft und realisiert. Der finnische Küchenmöbelhersteller Puustelli Group Oy hat zusammen mit dem Konzern UPM eine Rahmenkonstruktion aus WPC entwickelt, die als Ersatz für Spanplatten als Korpusmaterial dient (Anon. 2013). Dadurch reduziert sich das Gewicht der Küchenmöbel um ca. 50%, wodurch Transportkosten eingespart werden können. Die Rahmen-Bauteile bestehen aus dem Werkstoff UPM ForMi, das als Granulat vermarktet wird und aus Zellulosefasern und PP besteht. Zielsetzung für das entwickelte Küchenmodell war eine Reduzierung der CO₂-Bilanz während der gesamten Lebensdauer der Küche, die auf mindestens 30 Jahre ausgelegt wurde. Es wurde ermittelt, dass die CO₂-Emissionen im Produktionsprozess um 35-45% geringer als bei der Herstellung von Küchenschränken aus Spanplatten sind. Auch sollen die Formaldehydemissionen niedriger ausfallen als bei herkömmlichen Küchen.

Diese Ergebnisse aus den USA und Finnland zeigen, dass die Verwendung von WPC für strukturelle Anwendungen grundsätzlich möglich ist. Um WPC für strukturelle Anwendungen einsetzen zu können, bestehen neben der Rezeptur- bzw. Materialentwicklung vielfältige Möglichkeiten, unter anderem die Optimierung der Profilgeometrie, Verwendung von Verstärkungsfasern sowie im Fall von plattenförmigen Werkstoffen der Einsatz einer Beplankung. Letztlich ist die Leistungsfähigkeit des Produktes relevant und nicht allein die Leistungsfähigkeit des im Produkt verwendeten Materials. Um das Material WPC zukünftig für strukturelle Anwendungen

einsetzen zu können, sind Bemessungsauslegungen einschließlich der sicherheitsrelevanten Kenngrößen durchzuführen. Auf dieser Basis sollten die produktrelevanten Anforderungen erfüllt werden. Die Grundlagen hierfür sind mit der Materialentwicklung von WPC gelegt worden.

Die Ergebnisse der Ökobilanz in diesem Projekt zeigen, dass WPC gegenüber Tropenhölzern in der Terrassendielenanwendung Vorteile bietet, insbesondere gegenüber Tropenholz illegalen bzw. nicht-zertifizierten Ursprungs. Doch auch im Vergleich zu heimischem Nadelholz kann WPC aus Umweltschutzsicht eine gleichwertige Alternative darstellen, falls die deutlich größere Dauerhaftigkeit für die WPC-Terrassendiele in der Praxis gegeben ist. Dieses Potenzial als äquivalente oder umweltfreundlichere Alternative zu Vollholz kann durch die Berücksichtigung spezieller Aspekte bei der WPC-Produktion weiter gesteigert werden.

Als die wichtigsten Faktoren bei der ökologischen Bewertung der untersuchten Optionen erwies sich zum einen die Lebensdauer des verwendeten Materials, welche sich für langlebigere Materialien positiv auf das Gesamtergebnis auswirkt. Dieser Effekt ist jedoch nur dann gegeben, wenn das Nutzerverhalten dem nicht entgegensteht. Den größten Anteil der Umweltwirkungen bei der WPC-Terrassendielen-Produktion trägt indes die Rohstoffbereitstellung. Es empfiehlt sich daher ein möglichst hoher Holzanteil bei der Formulierung von WPC. Während die Umweltauswirkungen in den meisten weiteren Kategorien mit steigendem Holzgehalt geringer werden, zeigt sich jedoch ein gegenläufiger Trend für die Naturraumbeanspruchung. WPC erzielt jedoch vergleichsweise geringe Landnutzungswerte, welche durch den ausschließlichen Bezug von Holzanteilen aus zertifizierten Quellen weiter optimiert werden können.

Der Vergleich zwischen unterschiedlichen Polymeren ergab zudem, dass auch durch die Auswahl des Kunststoffes Einsparungen erzielt werden können. Insbesondere die Verwendung von Rezyklaten, sowohl WPC-Rezyklat als auch der Einsatz von PE-Rezyklat im WPC, zeigte sich durchweg ökologisch vorteilhaft. Der Einsatz von PET in WPC hingegen ist besonders stark mit Umweltwirkungen verbunden. Der Einsatz als Hochleistungskunststoff in geringen Mengen in Polymerblends kann aber dennoch sinnvoll sein, wenn dadurch die Dauerhaftigkeit gesteigert oder neue Anwendungsmöglichkeiten erschlossen werden, die insbesondere den Ersatz von Vollkunststoffprodukten ermöglichen. Der Ersatz von Kunststoffprodukten durch WPC empfiehlt sich, da die Umweltwirkungen besonders stark an den Polymeranteil geknüpft sind, welcher für WPC durch den anteiligen Einsatz von Holz automatisch geringer ist.

9 Literatur

Adhikary, K.B., Pang, S., Staiger, M.P. (2008): Dimensional stability and mechanical behaviour of wood-plastic composites based on recycled and virgin high-density polyethylene (HDPE). *Compos. Pt B* 39, 807-815.

Adhikary, K.B., Pang, S., Staiger, M.P. (2008): Long-term moisture absorption and thickness swelling behaviour of recycled thermoplastics reinforced with *Pinus radiata* sawdust. *Chem. Eng. J.* 142, 190-198.

Anon. (2013): Puustelli will UPM ForMi bei Küchenschränken einsetzen. *Euwid Holz und Holzwerkstoffe* 7: 24.

AVK, Industrievereinigung verstärkter Kunststoffe (2008): Der Composites-Markt in Europa. Pressemitteilung, Nr. 11/08.

Beg, M.D.H., Pickering, K.L. (2008): Reprocessing of wood fibre reinforced polypropylene composites. Part I: Effects on physical and mechanical properties. *Compos. Pt A* 39, 1091-1100.

Clemons, C. (2002): Wood-plastic composites in the United States – the interfacing of two industries. *Forest Products Journal* 52(6): 10-18.

Corbière-Nicollier, T., Gfeller Laban, B., Lundquist, L., Leterrier, Y., Manson, J.-A.E., Jolliet, O. (2001): Life cycle assessment of biofibres replacing glass fibres as reinforcement in plastics. *Recources Conservation Recycl.* 33, 267-287

Eder, A., Gahle, C., Carus, M. (2008): WPC in China – Ein Riese erwacht. *Holz.net – News*.

EUWID Holz (2009): Deutsche WPC-Hersteller investieren in Aufbau weiterer Extrusionskapazitäten. *EUWID Holz*, Nr. 37.

Evonik (2011): PLEXIGLAS® meets wood. A new composite comes up. 4. Deutscher WPC-Kongress, Köln.

Mantia, La F.P., Capizzi, L. (2001): Recycling of compatibilized and uncompatibilized nylon/polypropylene blends. *Polym. Degrad. Stab.* 71, 285-291

Najafi, S.K., Hamidinia, E., Tajvidi, M. (2006): Mechanical Properties of Composites from Sawdust and Recycled Plastics. *J. Appl. Polym. Sci.* 100, 3641-3645.

Niska, K.O., Sain, M. (2008): *Wood-polymer composites*. Woodhead Publishing Limited, Cambridge England

Nova-Institut (2011): Market overview of Wood Plastic Composites and other Bio-Composites, 4. Deutscher WPC-Kongress, Köln.

Nova-Institut (2009): WPC-Boom trotz europaweiter Flaute bei Holzwerkstoffen. www.nachwachsende-rohstoffe.info.

Technamation Technical Europe GmbH (2006): Verfahren zum Herstellen eines Paneelelements sowie ein Paneelelement zur Ausbildung eines Fußboden-, Wand- oder Deckenbelags. DE102006008147A1.

Tichy, R.J. (2008): Performance measurement and construction applications of wood-polymer composites. Kapitel 12 in: Niska, K.O., Sain, M. *Wood-polymer composites*. Woodhead Publishing Limited, Cambridge England.

Wötzel, K., Wirth, R., Flake, M. (1999): Life cycle studies on hemp fibre reinforced components and ABS for automotive parts. *Angew. Macromol. Chem.* 272, 121-127

Wolcott, M. P. (2001): Wood-Plastic Composites. In: K.H.J. Buschow, R.W. Cahn, M.C. Flemings, B. Ilshner, E.J. Kramer, S. Mahajan, eds.: *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. Elsevier, Amsterdam, New York: 9759-9763.

Zitierte Normen:

DIN EN 15534-1 (2014): Verbundwerkstoffe aus cellulosehaltigen Materialien und Thermoplasten (üblicherweise Holz-Polymer-Werkstoffe (WPC) oder Naturfaserverbundwerkstoffe (NFC) genannt) – Teil 1: Prüfverfahren zur Beschreibung von Compounds und Erzeugnissen.

DIN EN 15534-4 (2014): Verbundwerkstoffe aus cellulosehaltigen Materialien und Thermoplasten (üblicherweise Holz-Polymer-Werkstoffe (WPC) oder Naturfaserverbundwerkstoffe (NFC) genannt) – Teil 4: Anforderungen an Profile und Formteile für Bodenbeläge.

DIN EN 15534-5 (2014): Verbundwerkstoffe aus cellulosehaltigen Materialien und Thermoplasten (üblicherweise Holz-Polymer-Werkstoffe (WPC) oder Naturfaserverbundwerkstoffe (NFC) genannt) – Teil 5: Anforderungen an Profile und Formteile für Wandbekleidungen.

DIN EN 310 (1993): Holzwerkstoffe – Bestimmung des Biege-Elastizitätsmoduls und der Biegefestigkeit

DIN EN ISO 178 (2003): Kunststoffe – Bestimmung der Biegeeigenschaften

DIN EN ISO 179 (2006): Kunststoffe – Bestimmung der Charpy-Schlageigenschaften – Teil 1: nicht instrumentierte Schlagzähigkeitsprüfung