

Abschlussbericht | deutsche Bundesstiftung Umwelt



1 Allgemeine Angaben

1.1. Thema

Recycling von Magnetwerkstoffen für die Verwendung in kunststoffgebundenen Dauermagneten

1.2. Fach- und Arbeitsrichtung

Kreislaufführung und effiziente Nutzung von umweltkritischen Metallen und mineralischen Reststoffen

1.3. DBU-Projekt Aktenzeichen

38099/01

1.4. Verfasser

Prof. Dr.-Ing. Dietmar Drummer (LKT, Erlangen)

Dr.-Ing. Uta Rösel (LKT, Erlangen)

1.5. Antragssteller

Antragssteller: Prof. Dr.-Ing. Dietmar Drummer

Geburtsdatum: 03.03.1971

Nationalität: deutsch

Institut/ Lehrstuhl: Lehrstuhl für Kunststofftechnik LKT
Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg
Am Weichselgarten 10
91058 Erlangen-Tennenlohe
Telefon: 09131/ 85-71000
Fax: 09131/ 85-71007
E-Mail: dietmar.drummer@fau.de

1.6. Berichtszeitraum

01.01.2023 bis 31.12.2024

1.7. Förderzeitraum

01.01.2023 bis 31.12.2024

Laufzeit: 24 Monate

1.8. Projektpartner

Magnetworld AG
Buchaerstraße 6
07745 Jena
Herr Dr.-Ing. Minzhi Wu
wu@magnet-world.de

FIT-Umwelttechnik GmbH
Westerstraße 13
38442 Wolfsburg
Herr Andreas Bertram
bertram@fit-umwelttechnik.de

1.9. Projektmitarbeiter/-innen und wissenschaftliche Zusammenarbeit

Prof. Dr.-Ing. Dietmar Drummer (LKT, Erlangen)

Dr.-Ing. Uta Rösel (LKT, Erlangen)

Hong Wang, Dipl.-Ing. (Magnetworld AG, Jena)

Dr.-Ing. Minzhi Wu (Magnetworld AG, Jena)

Andreas Bertram, Dipl.-Ing. (FIT-Umwelttechnik GmbH, Wolfsburg)

Hendrik Mühe, Dipl.-Ing. (FIT-Umwelttechnik GmbH, Wolfsburg)

Vitali Heidt, Dipl.-Ing. (FIT-Umwelttechnik GmbH, Wolfsburg)

Erlangen, den 06.12.2024



Prof. Dr.-Ing. Dietmar Drummer

Inhaltsverzeichnis

1. Allgemeine Angaben [Titelblatt]	1
2. Zusammenfassung	8
3. Arbeits- und Ergebnisbericht	9
3.1 Ausgangsfragen und Zielsetzung	9
3.2 Zeitplan und Projektablauf	9
3.3 Projektergebnisse	12
3.3.1 Analyse des Stoff- und Technologiestroms	12
3.3.2 Rückgewinnung von Bauteilen	15
3.3.3 Rückgewinnung von hartmagnetischen Füllstoffen	21
3.3.4 Wiederverwendung von hartmagnetischen Füllstoffen	25
3.3.5 Bilanz zum wirtschaftlichen und ökologischen Nutzen	52
3.3.6 Entwurf einer zukunftsfähigen Kreislaufwirtschaft	59
3.4 Arbeiten in Publikationsorganen mit einer wissenschaftlichen Qualitätssicherung	62
3.5 Qualifikation des wissenschaftlichen Nachwuchses	62
3.6 Fazit	62

Abbildungsverzeichnis

- Abbildung 1: Übersicht zu Prozessrouten im Rahmen des Projektes (schematisch) [9]
- Abbildung 2: Übersicht zu angepassten Prozessrouten (Ergänzung als gestrichelte Linie) im Rahmen des Projektes (schematisch) und Hervorhebung der bereits betrachteten Strategien (grüne Markierung: Betrachtung der Strategie durchgeführt | rote Markierung: Betrachtung der Strategie nicht durchgeführt) [11]
- Abbildung 3: Überblick zum Vorkommen von Seltenen Erden (Neodym, Samarium, Dysprosium) in 10 Ländern mit mengenmäßiger Skalierung (absolut und relativ) [12]
- Abbildung 4: Überblick zu möglichen Standorten zur Gewinnung von Seltenen Erden (Neodym, Samarium, Dysprosium) durch Minen und Aufbereitungsanlagen [13]
- Abbildung 5: Stoffstrom von hartmagnetischen Füllstoffen (Vorkommen [grau] und Gewinnung [orange]) und die Produktion von [grün] sowie Nutzung in [blau] kunststoffgebundenen Dauermagneten [14]
- Abbildung 6: Probekörpergeometrie des Post-Industrial Produkts für duroplastisch gebundene Magnete [15]
- Abbildung 7: Vergleich der magnetischen Flussdichte an der Oberfläche relativ zu verschiedenen Temperaturstufen (A) und der Remanenz innerhalb des Bauteils relativ zur Entmagnetisierung (B) sowie der magnetischen Flussdichte an der Oberfläche bei einer Entmagnetisierung im Gegenfeld (C) [16]
- Abbildung 8: Vergleich der magnetischen Flussdichte an der Oberfläche relativ zu verschiedenen Temperaturstufen und Prozessabfolgen in der Materialvorbereitung [17]
- Abbildung 9: Änderung der dimensional und magnetischen Eigenschaften relativ zu den Temperaturstufen von 120 und 160 °C und in Abhängigkeit von Zeitintervallen (Material: EP + NdFeB bei 50 Vol.-% Füllstoffanteil) [18]
- Abbildung 10: Probekörpergeometrie des Post-Industrial Produkts für thermoplastisch gebundene Magnete [19]
- Abbildung 11: Änderung der dimensional Eigenschaften relativ zu den Temperaturstufen von 120, 150 und 160 °C (A) und relativ zum Einlagerungsmedium (B) in Abhängigkeit von Zeitintervallen (Material: PA12 + SrFeO bei 50 Vol.-% Füllstoffanteil) [20]
- Abbildung 12: Änderung der magnetischen Eigenschaften relativ zu den Temperaturstufen von 120, 150 und 160 °C (A) und relativ zum Einlagerungsmedium (B) in Abhängigkeit von Zeitintervallen (Material: PA12 + SrFeO bei 50 Vol.-% Füllstoffanteil) [21]
- Abbildung 13: Anteil der Oxidation auf der Oberfläche der hartmagnetischen Füllstoffe (NdFeB) nach der Pyrolyse [quantitativ (A) und qualitativ (B)] [22]
- Abbildung 14: Partikelgrößenverteilung (volumetrisch (A) und numerisch (B)) für den hartmagnetischen Füllstoff NdFeB als Referenzmaterial (ohne Verarbeitung) und nach der Pyrolyse [23]
- Abbildung 15: Anteil der Oxidation auf Oberfläche der hartmagnetischen Füllstoffe (SrFeO) vor und nach der werkstofflichen Recyclingroute [quantitativ (A) und qualitativ (B)] [24]
- Abbildung 16: Partikelgrößenverteilung (volumetrisch (A) und numerisch (B)) für den hartmagnetischen Füllstoffen NdFeB vor und nach der werkstofflichen Recyclingroute [25]
- Abbildung 17: Remanenz relativ zum Füllstoffgehalt für Neuware (Referenz: isotropes NdFeB der Type MQP-B+) sowie rückgewonnenen Füllstoff in der Pyrolyse unter Sauerstoff- und Inertgasatmosphäre (Matrix: EP | Füllstoffgehalt: zwischen 50 und 70 Vol.-%) [26]
- Abbildung 18: Abbild des Granulats (regranuliertes Material | Trägermaterial) im ungemahlene und gemahlene Zustand [27]

- Abbildung 19: Remanenz relativ zum Rezyklatanteil in Abhängigkeit des Trägermaterials, der Temperatur und der Beschaffenheit des Trägermaterials ohne Magnetisierungsschritt [29]
- Abbildung 20: Remanenz relativ zum Rezyklatanteil in Abhängigkeit des Trägermaterials mit Magnetisierungsschritt [30]
- Abbildung 21: Remanenz relativ zur Fertigung des Rezyklats [Pressverfahren | Spritzguss] und der Temperaturstufe beim gerafften Altern [120 | 160 °C] [3142]
- Abbildung 22: Verlauf der DSC Messung entsprechend dem 2. Aufheizen und dem Abkühlen für die beiden hartmagnetischen Füllstoffe SrFeO (A | B) und NdFeB (C | D) relativ zum Anteil des recycelten Materials (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%) [33]
- Abbildung 23: Verlauf der TGA Messung (A: dynamisch | B: isotherm) exemplarisch für den hartmagnetischen Füllstoff NdFeB relativ zum Anteil des recycelten Materials (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%) [34]
- Abbildung 24: Einfluss des Anteils des recycelten Materials auf die komplexe Viskosität η^* für die beiden hartmagnetischen Füllstoffe SrFeO (A) und NdFeB (B) (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%) [35]
- Abbildung 25: Verlauf der Kriechnachgiebigkeit J (A) und des Anteil des viskosen Fließens JV (relativ, normalisiert) (B) in Abhängigkeit des Anteils am recycelten Material exemplarisch für den hartmagnetischen Füllstoff NdFeB (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%) [36]
- Abbildung 26: Übersicht zu der Lage der charakteristischen Polen relativ zum Angussystem am 12 poligen Ringprobekörper [37]
- Abbildung 27: schematische Darstellung des Prüfstandes zur Charakterisierung der magnetischen Eigenschaften an Ringprobekörpern [38]
- Abbildung 28: magnetische Flussdichte relativ zu den charakteristischen Polen je Angussystem (A: 2-facher Punktanguss (Bauteilmitte) | B: 4-facher Punktanguss (Bauteilmitte) | C: 8-facher Punktanguss (Bauteilmitte) | D: Schirmanguss | E: 4-facher Punktanguss (innenliegend)) und in Abhängigkeit des Anteils an recycelten Material für den hartmagnetischen Füllstoff SrFeO (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%) [39]
- Abbildung 29: Abweichung der magnetische Flussdichte relativ zu 0 % recyceltem Material (Neuware) je Angussystem und in Abhängigkeit des Anteils an recycelten Material für den hartmagnetischen Füllstoff SrFeO (A) und NdFeB (B) (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%) [40]
- Abbildung 30: Polgenauigkeit relativ zu den charakteristischen Polen je Angussystem (A: 2-facher Punktanguss (Bauteilmitte) | B: 4-facher Punktanguss (Bauteilmitte) | C: 8-facher Punktanguss (Bauteilmitte) | D: Schirmanguss | E: 4-facher Punktanguss (innenliegend)) und in Abhängigkeit des Anteils an recycelten Material für den hartmagnetischen Füllstoff SrFeO (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%) [42]
- Abbildung 31: Orientierung der hartmagnetischen Füllstoffe relativ zur Position I bis III (am Außendurchmesser | A) und zur Position i bis iv (mittig über Bauteilbreite | B) exemplarisch am 4-fachen Punktanguss (Bauteilmitte) bei 50 % Rezyklatanteil für den hartmagnetischen Füllstoff SrFeO (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%) [44]
- Abbildung 32: Orientierung relativ zum Angussystem (A-C: 2-facher Punktanguss (Bauteilmitte) | D-F: 4-facher Punktanguss (Bauteilmitte) | G-I: Schirmanguss | J-L: 4-facher Punktanguss (innenliegend)) exemplarisch bei 50 % Rezyklatanteil für den hartmagnetischen Füllstoff SrFeO (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%) [45]
- Abbildung 33: Orientierung relativ zum Anteil des recycelten Materials (A-C: 0 % | D-F: 25 % | G-I: 50 % | J-L: 75 %) exemplarisch für einen 4-fachen Punktanguss (innenliegend) für den hartmagnetischen Füllstoff SrFeO (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%) [47]

-
- Abbildung 34: mechanische Eigenschaften (Elastizitätsmodul E_t (A) | Zugspannung σ_m (B) | Bruchdehnung ϵ_m (C)) relativ zum Anteil des recycelten Materials für den hartmagnetischen Füllstoff NdFeB und SrFeO (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%) [48]
- Abbildung 35: REM Aufnahmen zu Bruchflächen relativ zum Anteil des recycelten Materials für den hartmagnetischen Füllstoff SrFeO (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%) [49]
- Abbildung 36: REM Aufnahmen zu Bruchflächen relativ zum Anteil des recycelten Materials für den hartmagnetischen Füllstoff NdFeB (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%) [50]
- Abbildung 37: Remanenz relativ zur Behandlung innerhalb der gerafften Alterung vor und nach Zugabe von Neumaterial und in Bezug zu Ausnutzung des magnetischen Potenzials [51]
- Abbildung 38: relativer Abfall der Remanenz durch Wiederverwendung und im Rezyklat in Abhängigkeit des Matrixmaterials und der Recyclingroute [52]
- Abbildung 39: Energiebedarf und CO2 Emission für die Produktionskette von der Herstellung der Rohstoffe bis zur Produktion von Bauteilen mit dem Schwerpunkt auf möglichst kurze Transportwege [in Bezug auf 1 Tonne Material] [53]
- Abbildung 40: Energiebedarf und CO2 Emission für die Produktionskette von der Herstellung der Rohstoffe bis zur Produktion von Bauteilen mit dem Schwerpunkt auf Standorte mit einer möglichst hohen Verfügbarkeit [in Bezug auf 1 Tonne Material] [54]
- Abbildung 41: Energiebedarf und CO2 Emission für die Produktionskette von der Rückgewinnung der Füllstoffe oder Rohstoffe bis zur Produktion von Bauteilen auf möglichst kurze Transportwege [in Bezug auf 1 Tonne Material] [57]
- Abbildung 42: Entwurf einer zukunftsfähigen Kreislaufwirtschaft für gebundene Dauermagnete [60]
- Abbildung 43: Vergleich der chemischen und werkstofflichen Route [Duroplast | Thermoplast] im Hinblick auf die magnetischen Eigenschaften sowie ökologische und wirtschaftliche Aspekte [61]

Tabellenverzeichnis

- Tabelle 1: Zeitplan inklusive Arbeitspaketen (AP) und Meilensteinen sowie Zusammenarbeit der einzelnen Projektpartner mit Hervorhebung des aktuellen Stands (grüne Markierung: AP erledigt im ersten Berichtszeitraum | orange Markierung: AP erledigt im zweiten Berichtszeitraum) [10]
- Tabelle 2: untersuchte Prozessvarianten in der werkstofflichen Recyclingroute von duroplastisch gebundenen Magneten mit Herstellung im Pressverfahren unter Variation des Trägermaterials, des Anteils an regranulierten Material, der Temperaturstufe und dem Magnetisierungsschritt im Prozess [28]
- Tabelle 3: Prozessparameter für die Fertigung der Ringprobekörper im Spritzguss (Matrix: EP | Füllstofftype: NdFeB | Füllstoffgehalt: 10 Vol.-%) [31]
- Tabelle 4: Prozessparameter für die Fertigung der Ringprobekörper im Spritzguss (Matrix: PA12 | Füllstofftype: SrFeO | NdFeB | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%) [37]
- Tabelle 5: mögliche Konfigurationen in Abhängigkeit des Angusssystems und des Anteils an recyceltem Material unter Berücksichtigung einer Realisierung im Spritzguss (Matrix: PA12 | Füllstofftype: SrFeO | NdFeB | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%) [möglich | nicht möglich] [39]
- Tabelle 6: mögliche Konfigurationen in Abhängigkeit des Angusssystems und des Anteils an recyceltem Material unter Berücksichtigung einer Realisierung im Spritzguss und dem Bewertungskriterium für die magnetische Flussdichte (maximal 20 % Abweichung von Neuware) (Matrix: PA12 | Füllstofftype: SrFeO | NdFeB | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%) [möglich | nicht möglich] [40]
- Tabelle 7: mögliche Konfigurationen in Abhängigkeit des Angusssystems und des Anteils an recyceltem Material unter Berücksichtigung einer Realisierung im Spritzguss und dem Bewertungskriterium für die magnetische Flussdichte (maximal 20 % Abweichung von Neuware) sowie die Polgenauigkeit (maximal 1° Abweichung) (Matrix: PA12 | Füllstofftype: SrFeO | NdFeB | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%) [möglich | nicht möglich] [42]
- Tabelle 8: Probenbezeichnung der Mikroskopie-Aufnahmen zur Bestimmung der Füllstofforientierung [43]

2 Zusammenfassung

Innerhalb der Projektlaufzeit wurden alle maßgeblichen Arbeitspakete entsprechend des Zeitplans (Tabelle 1) eingehalten und die Meilensteine innerhalb des Projektes erreicht. Im Rahmen des Projektes wurde eine umfangreiche Analyse des Stoff- und Technologiestroms durchgeführt, der insbesondere eine Bewertung des wirtschaftlichen und ökologischen Aufwands durch die Abschätzung entsprechender Transportwege ermöglichte. Zudem wurde aufgezeigt, welche Aspekte aktuell als Hemmschwelle für die Etablierung einer Kreislaufwirtschaft an zu sehen sind. Weiterhin erfolgte - maßgeblich durch die Unterstützung des Projektpartners FIT-Umwelttechnik GmbH - eine Bilanzierung des wirtschaftlichen und ökologischen Nutzens, wobei hierzu Daten aus der industriellen Fertigung durch den Projektpartner Magnetworld AG und aus der experimentellen Fertigung im Labormaßstab durch den LKT bereitgestellt wurden. Hierbei wurde die Fertigung von duroplastisch und thermoplastisch gebundenen Magneten separat betrachtet.

Weiterhin wurde die chemische Recyclingroute für duroplastisch gebundene Magnete und die werkstoffliche Recyclingroute für thermoplastisch gebundene Magnete betrachtet. Hierbei erfolgte eine Analyse der rückgewonnenen Füllstoffe, um die möglichen zu erreichenden Eigenschaften im Rezyklat abschätzen zu können. Weiterhin erfolgte eine umfangreiche Materialcharakterisierung im Bereich der thermoplastisch gebundenen Magnete, bei der zusätzlich die Möglichkeiten der magnetischen und mechanischen Eigenschaften auch in Abhängigkeit des Fließverhaltens bewertet wurden. Im Bereich der duroplastisch gebundenen Magnete wurde auf Basis der ersten Erkenntnisse und abweichend vom Projektantrag zusätzlich die werkstoffliche Recyclingroute betrachtet. Auf Basis der verschiedenen Möglichkeiten zur Rückgewinnung der Füllstoffe mit einem Fokus auf eine werkstoffliche Strategie ohne Differenzierung der beiden Matrixmaterialien wurden Rezyklaten vornehmlich im Pressen wieder verarbeitet und die möglichen zu erreichenden magnetischen Eigenschaften charakterisiert. Dies bildete die Grundlage, um die Machbarkeit und die möglichen Anwendungsfelder von gebundenen Dauermagneten auf Basis von Rezyklaten zu definieren und abzugrenzen. Abschließend wurden die Erkenntnisse zu diesen Limitationen zusammen mit der Bilanzierung für einen Entwurf einer möglichen Kreislaufwirtschaft für gebundene Dauermagnete herangezogen.

3 Arbeits- und Ergebnisbericht

3.1 Ausgangsfragen und Zielsetzung

Kunststoffgebundene Dauermagnete werden aktuell vor allem im Bereich der Sensorik und Aktuatorik eingesetzt. Gerade die steigende Nachfrage von Anwendungen im Bereich der Antriebstechnologie, insbesondere im Bereich der Elektromobilität, führt nach aktuellen Hochrechnungen zu einem Defizit von bis zu 48 000 Tonnen NdFeB und damit einer Unterversorgung von etwa 25 Millionen Elektrofahrzeugen. Diese Diskrepanz kann zu einem gewissen Anteil durch den Einsatz von keramischen Materialien kompensiert werden, wobei hier nur etwa ein Drittel der magnetischen Eigenschaften gegenüber den Seltenen Erden erreicht werden. Daher müssen neue Strategien im Hinblick auf den Umgang und die Wiederverwendung von kunststoffgebundenen Dauermagneten gefunden werden, um nicht nur der Unterversorgung durch die begrenzte Ressource der Seltenen Erden entgegen zu wirken, sondern auch die Recyclingfähigkeit von hartmagnetischen Füllstoffen und damit kunststoffgebundenen Dauermagneten zu ermöglichen. Im Fall von keramischen Materialien kann durch eine entsprechende Zuführung der Füllstoffe in eine erneute Nutzung die aufwendige Herstellung vermieden werden, wodurch die Produkte im Hinblick auf die Ökobilanz attraktiver werden.

Ziel des Forschungsvorhabens war die Erschließung von spezifischen und innovativen Konzepten und Technologien für das Recycling von hartmagnetischen Füllstoffen aus kunststoffgebundenen Dauermagneten. Dabei sollten primär duroplastisch gebundene Magnete, die im Pressverfahren hergestellt wurden, als Ausgangswerkstoff herangezogen werden. Im Vergleich sollten auch thermoplastisch gebundene Magnete, die im Spritzgussverfahren gefertigt wurden, einbezogen werden. Im Rahmen des Forschungsvorhabens wurde der Fokus dabei auf Post-Industrial Produkte gelegt. Dabei sollten zwei Prozessrouten betrachtet werden: zum einen sollten duroplastisch gebundene Magnete (Herstellung im Pressen) einer Pyrolyse unterzogen werden, bei der die Oxidation an den Füllstoffen möglichst reduziert werden sollte. Diese Route wird im Folgenden als chemisches Recycling bezeichnet. Zum anderen sollten die thermoplastisch gebundenen Magnete (Herstellung im Spritzguss) regranuliert werden, um das Mahlgut erneut ein zu setzen. Dies wird im Folgenden als werkstoffliche Route klassifiziert. Im Anschluss an die Rückgewinnung der hartmagnetischen Füllstoffe sollten diese sowohl im Pressverfahren, als auch im Spritzguss erneut verarbeitet werden, wobei hier ebenfalls anteilig eine Zugabe von Neumaterial betrachtet werden sollte. Abbildung 1 zeigt schematisch die beiden zu betrachtenden Prozessrouten, die im Rahmen des Projektes geplant waren. Weiterhin sollten die verschiedenen Strategien nach dem wirtschaftlichen und ökologischen Nutzen bewertet und zusätzlich eine Analyse des Stoff- und Technologiestroms durchgeführt werden. Im Anschluss sollte eine zukunftsfähige Kreislaufwirtschaft für kunststoffgebundene Dauermagnete abgeleitet werden, bei der die verschiedenen Prozessrouten und die wirtschaftliche sowie die ökologische Bilanz berücksichtigt werden.

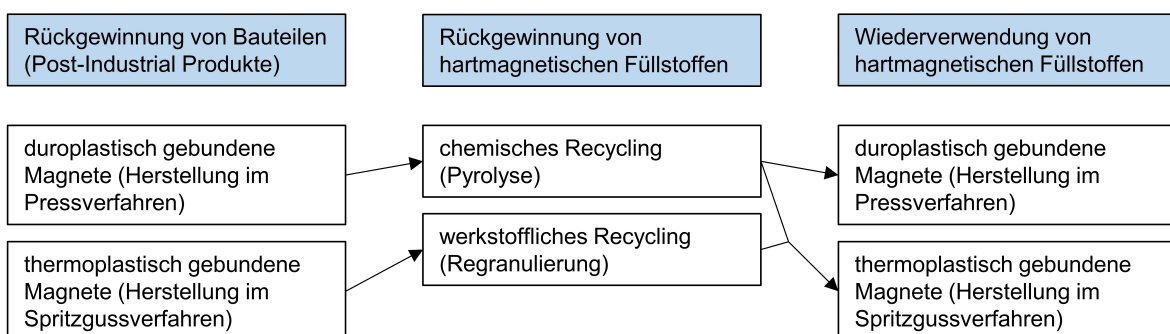


Abbildung 1: Übersicht zu Prozessrouten im Rahmen des Projektes (schematisch)

3.2 Zeitplan und Projektablauf

Tabelle 1 zeigt den Zeitplan gemäß dem Projektantrag, der die Arbeitspakete und die Meilensteine zusammen mit der entsprechenden Zusammenarbeit der einzelnen Projektpartner aufführt. Weiterhin ist der aktuelle Stand innerhalb des Zeitplans und die Erfüllung der Arbeitspakete innerhalb des ersten (01.01.2023 bis

31.12.2023) und zweiten (01.01.2024 bis 31.12.2024) Berichtszeitraums hervorgehoben. Es konnten alle APs, die innerhalb des Berichtszeitraums geplant waren, durchgeführt werden.

Tabelle 1: Zeitplan inklusive Arbeitspaketen (AP) und Meilensteinen sowie Zusammenarbeit der einzelnen Projektpartner mit Hervorhebung des aktuellen Stands (grüne Markierung: AP erledigt im ersten Berichtszeitraum | orange Markierung: AP erledigt im zweiten Berichtszeitraum)

AP	Beschreibung	1. Jahr				2. Jahr				Beteiligte Unternehmen		
		I	II	III	IV	I	II	III	IV	LKT	Magnetworld AG	FIT-Umwelttechnik GmbH
1	Analyse des Stoff- und Technologiestroms	M1										
2	Rückgewinnung von Bauteilen											
2a	Demontage und Analyse von duroplastisch gebundenen Magneten mit Herstellung im Pressverfahren		M1	M1								
2b	Demontage und Analyse von thermoplastisch gebundenen Magneten mit Herstellung im Spritzguss		M1	M1								
3	Rückgewinnung von hartmagnetischen Füllstoffen											
3a	Chemisches Recycling			M2		M2						
3b	Werkstoffliches Recycling und Entmagnetisierung					M3						
4	Wiederverwendung von hartmagnetischen Füllstoffen											
4a	Fertigung und Analyse von duroplastisch gebundenen Magneten mit Herstellung im Pressverfahren					M4		M4				
4b	Fertigung und Analyse von thermoplastisch gebundenen Magneten mit Herstellung im Spritzguss						M5					
5	Bilanz zum wirtschaftlichen und ökologischen Nutzen							M6				
6	Entwurf einer zukunftsfähigen Kreislaufwirtschaftsstruktur								M7			
		Berichtszeitraum										

Weiterhin erfolgte eine Anpassung der betrachteten Prozessrouten innerhalb der Projektlaufzeit. Entsprechend wurden auf Basis der gewonnenen Erkenntnisse im ersten Berichtszeitraum die duroplastisch gebundenen Dauermagnete (Herstellung im Pressverfahren) nicht nur der chemischen, sondern auch der werkstofflichen Recyclingroute zugeführt. Abbildung 2 zeigt hierbei die Anpassung der Prozessrouten (Ergänzung als gestrichelte Linie) im Hinblick auf Abbildung 1 sowie die Hervorhebung der betrachteten Strategien (grüne Markierung: Betrachtung der Strategie durchgeführt | rote Markierung: Betrachtung der Strategie nicht durchgeführt). Dabei wurde der Aufwand für eine Rückgewinnung von hartmagnetischen Füllstoffen auf Basis des chemischen Recyclings als zu umfangreich angesehen, um eine ausreichende Menge für die Nutzung im Spritzguss zu erhalten. Das Projektkonsortium hat daher die Betrachtung dieser Strategie zur Wiederverwendung von hartmagnetischen Füllstoffen nicht verfolgt.

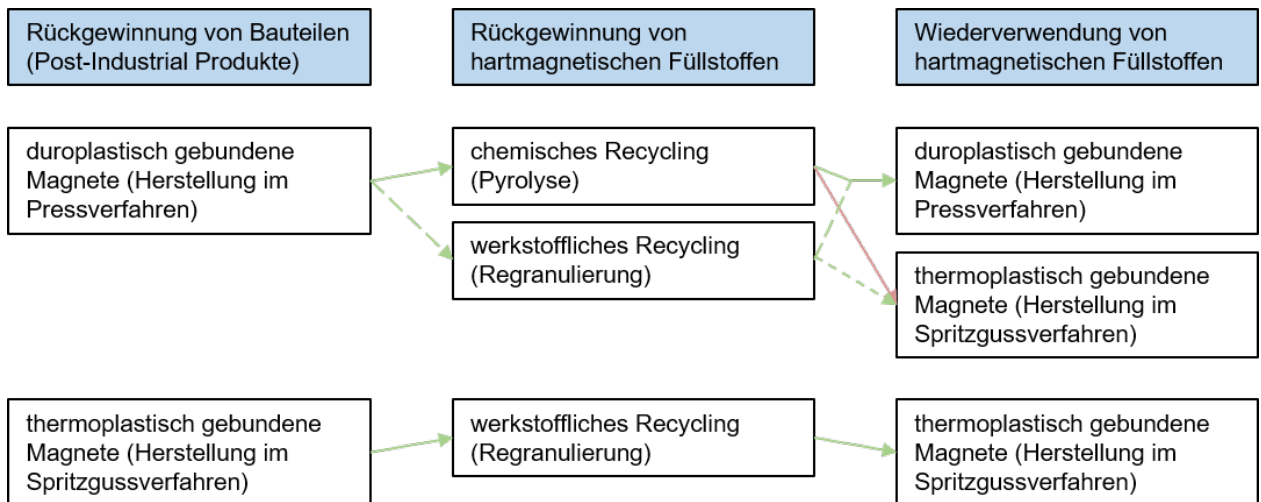


Abbildung 2: Übersicht zu angepassten Prozessrouten (Ergänzung als gestrichelte Linie) im Rahmen des Projektes (schematisch) und Hervorhebung der bereits betrachteten Strategien (grüne Markierung: Betrachtung der Strategie durchgeführt | rote Markierung: Betrachtung der Strategie nicht durchgeführt)

3.3 Projektergebnisse

3.3.1 Analyse des Stoff- und Technologiestroms

Abbildung 3 zeigt einen Überblick über die 10 Länder, in denen vorrangig Seltene Erde, vertreten durch Neodym, Samarium und Dysprosium, vorkommen. Entsprechend der farblichen Skala wird dabei zusätzlich mengenmäßig hinsichtlich der vorhandenen Ressource unterschieden. Zudem ist der Mengenanteil je Land im Verhältnis zum gesamten weltweiten Vorkommen aufgeführt.

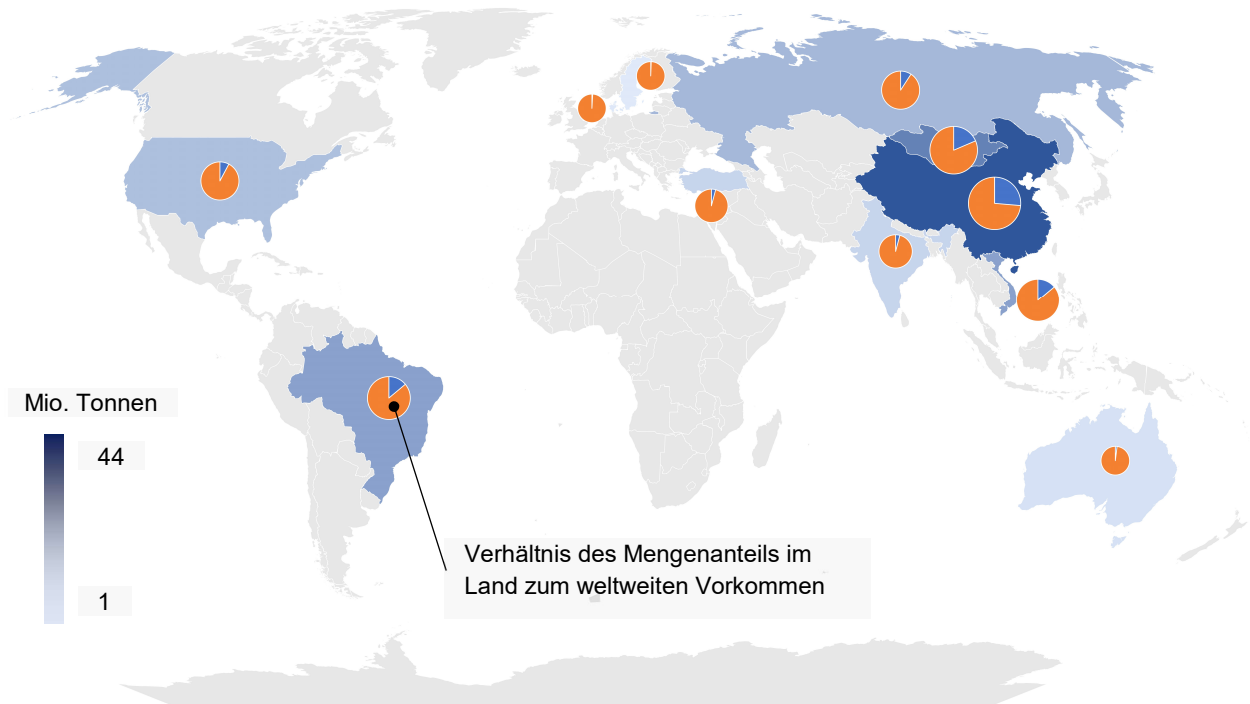


Abbildung 3: Überblick zum Vorkommen von Seltenen Erden (Neodym, Samarium, Dysprosium) in 10 Ländern mit mengenmäßiger Skalierung (absolut und relativ)

Weiterhin zeigt Abbildung 4 die entsprechenden Minen und Aufbereitungsanlagen jeweils relativ zu den Ländern, die für die Gewinnung der hartmagnetischen Füllstoffe notwendig sind. Hierbei wird im Vergleich zu Abbildung 3 deutlich, dass mit Ausnahme einiger weniger Länder, wie Indien, die Vorkommen und die Gewinnung geographisch übereinstimmen, womit ein hoher Anteil der bekannten Vorkommen entsprechend auch durch die vor Ort vorhandene Technologie abgebaut werden kann. China nimmt dabei mit 30 % der Vorkommen von Seltenen Erden den größten Anteil der Vorkommen ein. Unter Berücksichtigung, dass 70 % der Vorkommen der Seltenen Erden in China gewonnen werden, liegt hier ein deutlicher Technologie- und Wissensvorsprung gegenüber den anderen Gewinnungsstätten vor. Neben China wird ein Großteil der Seltenen Erden in Nordamerika gewonnen. Ein Wechsel bzw. eine Erweiterung der Gewinnungsstätten ist mit hohen Investitionskosten verknüpft. Gleichzeitig bedingen die aktuellen Verfahren in der Gewinnung der Rohstoffe einen Einsatz von Chemikalien und große Mengen an Wasser. Gerade die Entsorgung der zum Teil giftigen Abfallprodukte zusammen mit dem hohen Bedarf an Wasser führt zu erheblichen Bedenken der lokalen Bevölkerung soweit neue Gewinnungsstätten etabliert werden sollen. Bis in die 1980er Jahre wurde die Gewinnung von Seltenen Erden durch klassische Bergbautechniker realisiert. Gerade durch die steigende Nachfrage und beginnende Ressourcenknappheit wurden ab 1990 neue Verfahren entwickelt, die zum jetzigen Zeitpunkt unter anderem durch eine In-Situ Laugung oder Abbautechniken am Meeresboden effizientere Fördermöglichkeiten bieten. Auch im Bereich der Verfahren zur Aufbereitung wurden ab den 1990er Jahren neue Verfahren wie die Hochgradienten-Magnetseparation oder die Flüssig-Flüssig Extraktion entwickelt, um einen höheren Reinheitsgrad zusammen mit einer höheren Ausbeute zu erzielen. Weltweit betrug die Produktion von Seltenen Erden 2022 etwa 300 000 Tonnen, was einem Anstieg um 60 % gegenüber 2018 mit einer Produktion von 190 000 Tonnen entspricht. Dabei hat insbesondere die Gewinnung von Neodym und Dysprosium deutlich zugenommen, während Samarium auf einem konstanten Niveau hinsichtlich der Menge der Gewinnung verharret. Ursache hierfür ist, dass Neodym überwiegend in

Elektromotoren und Generatoren eingesetzt wird, deren Nachfrage durch die zunehmende Bedeutung an der Elektromobilität und der Nutzung von erneuerbaren Energien in den vergangenen Jahren angestiegen ist. Im Fall von Dysprosium beruht der wachsende Anteil an der Gewinnung in der steigenden Nachfrage nach Hochleistungsmagneten.

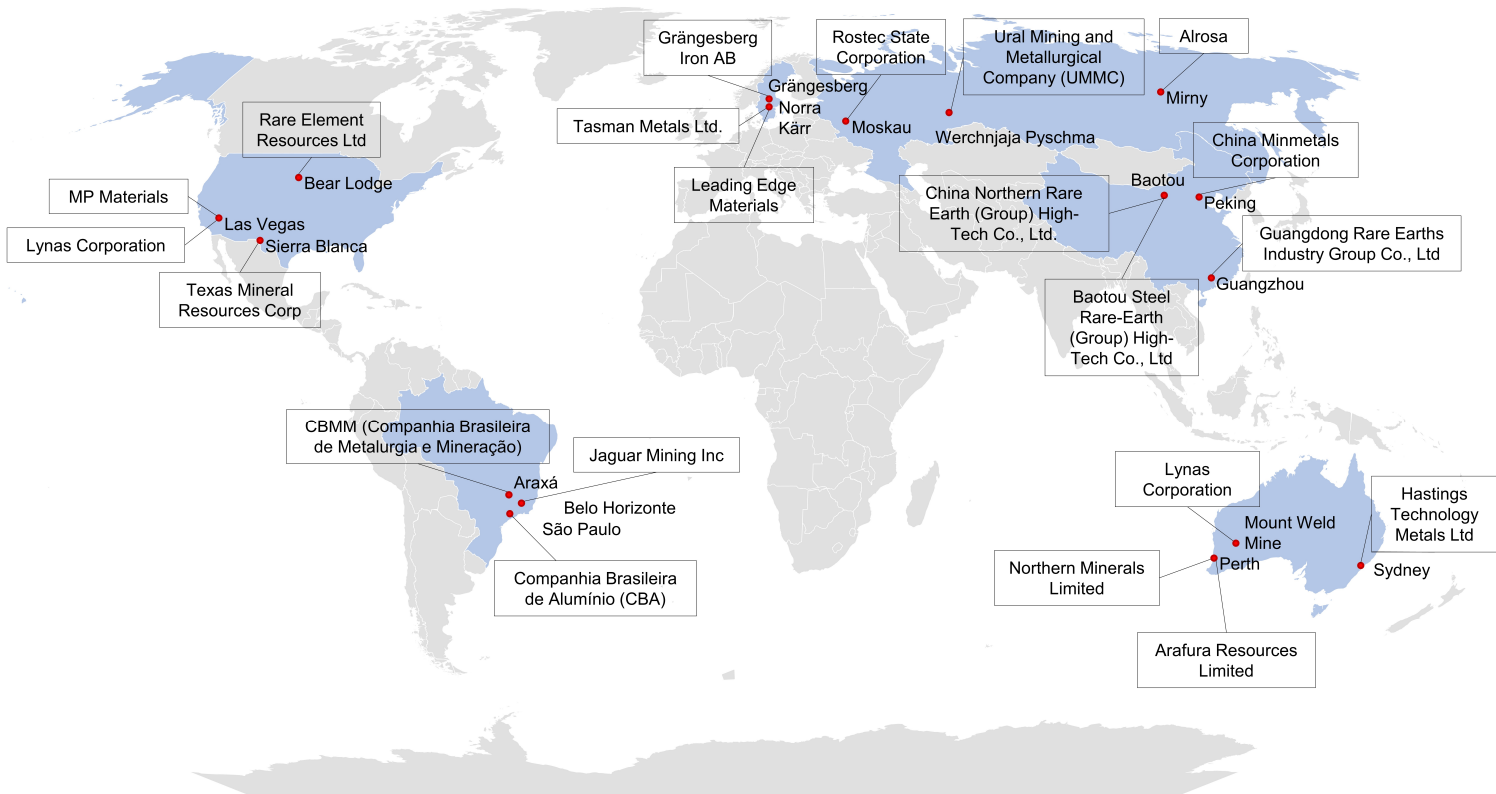


Abbildung 4: Überblick zu möglichen Standorten zur Gewinnung von Seltenen Erden (Neodym, Samarium, Dysprosium) durch Minen und Aufbereitungsanlagen

Die Verarbeitung der hartmagnetischen Füllstoffe erfolgt im Anschluss an die Gewinnung und Aufbereitung, wobei hier in den Ländern China, Nordamerika und Deutschland ein deutlicher Kompetenzschwerpunkt liegt. Im Fall von Deutschland kommt es entsprechend zwingend zu einem Stoffstrom, da innerhalb von Deutschland keine Vorkommen von Seltenen Erden vorliegen. Entsprechend besteht auch eine Abhängigkeit in der Produktion von Bauteilen, die auf hartmagnetischen Füllstoffen beruhen, von Ländern, in denen diese Füllstoffe vorkommen und gewonnen werden können. Abbildung 5 zeigt zusammenfassend den Stoffstrom von dem Vorkommen über die Gewinnung der hartmagnetischen Füllstoffe bis zur Produktion von Bauteilen und deren Nutzung. Dabei bezieht sich die Zuordnung der Länder im Bereich der Nutzung auf Anwendungen der Elektromobilität, wobei dieses Feld als wachsender und zunehmend bedeutender Bereich in der Anwendung von kunststoffgebundenen Dauermagneten gilt. Hierbei wird deutlich, dass die beiden Länder China und Nordamerika die gesamte Wertschöpfungskette von den Rohstoffvorkommen bis zur Nutzung im Land vereinen. Entsprechend können im Hinblick auf die Energiebilanz Transportwege geringgehalten werden. Deutschland gilt als eines der drei größten Produktionsstandorte von kunststoffgebundenen Dauermagneten, muss allerdings die gewonnenen Rohstoffe mindestens aus Schweden, vermehrt aber aus China beziehen. Hierdurch fallen entsprechend lange Transportwege an. Deutschland gilt dabei vornehmlich als Produktionsstandort für die Nutzung von Produkten innerhalb von Europa.

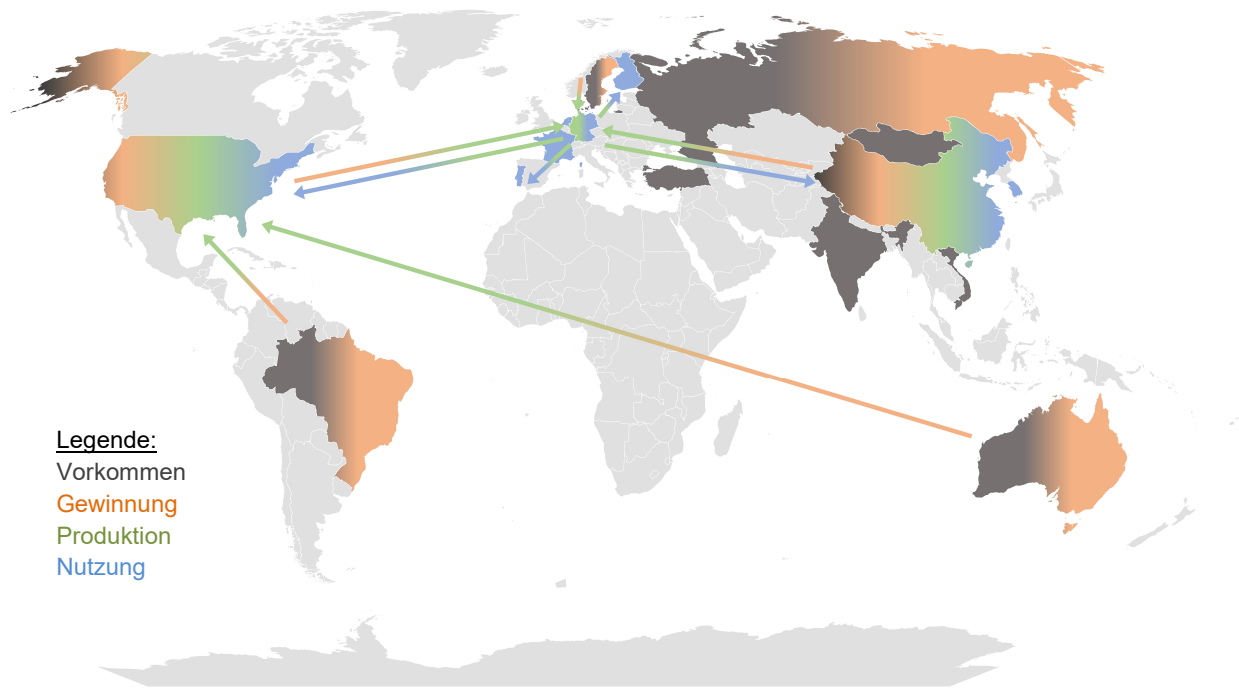


Abbildung 5: Stoffstrom von hartmagnetischen Füllstoffen (Vorkommen [grau] und Gewinnung [orange]) und die Produktion von [grün] sowie Nutzung in [blau] kunststoffgebundenen Dauermagneten

Im Hinblick auf die Elektromobilität werden nach aktuellem Stand der Technik etwa 2 kg Seltener Erde in einem Elektroauto verbaut. Im Hinblick auf eine Abbaumenge von 300 000 Tonnen pro Jahr entspricht dies 150 Millionen Elektrofahrzeugen, die jährlich neu zugelassen werden könnten und auf dem aktuellen Bedarf an Seltenen Erden beruht. Hierbei muss berücksichtigt werden, dass Seltene Erde nicht ausschließlich in Elektrofahrzeugen zum Einsatz kommen und daher die tatsächliche Anzahl an möglichen Elektrofahrzeugen sinkt. 2022 wurden weltweit etwa 28 Millionen Elektrofahrzeuge zu gelassen, womit das theoretische Kontingent nur zu knapp 20 % ausgeschöpft wurde. Allerdings muss berücksichtigt werden, dass zum einen die Zahl der Neuzulassungen im Bereich der Elektromobilität deutlich steigt und zum anderen Seltene Erde eine begrenzte Ressource darstellen, womit die Abbaumenge pro Jahr limitiert ist. Nach aktuellen Hochrechnungen wird von einem Defizit im Bereich der Seltenen Erden innerhalb der Elektromobilität von bis zu 25 Millionen Fahrzeugen bis 2030 ausgegangen. Hierbei ist auch zu berücksichtigen, dass mengenmäßig mit 15 Millionen die meisten Elektrofahrzeuge in China 2022 neu zu gelassen wurden. Eine Betrachtung der Anzahl an Elektrofahrzeugen pro 1000 Einwohner zeigt hier jedoch eine deutliche Verlagerung der Schwerpunkte im Bereich der Elektromobilität hin zu skandinavischen Ländern (z.B. Norwegen: 81 | Island: 36 | Schweden: 20 [Elektrofahrzeuge pro 1000 Einwohner]). Im Vergleich erreicht Deutschland 8, Nordamerika 5 und China 3 Elektrofahrzeuge pro 1000 Einwohner. Gerade ein deutlicher Anstieg in der Nutzung von Elektrofahrzeugen im asiatischen und südamerikanischen Raum kann das Defizit im Bereich der Seltenen Erden zusätzlich beschleunigen.

Um eine entsprechende Kreislaufwirtschaft für kunststoffgebundene Dauermagnete etablieren zu können, wurden durch das Projektkonsortium (unter Berücksichtigung von entsprechenden Kundenrückmeldungen) die folgenden Ansatzpunkte ermittelt: bereits in der Produktion kann durch den Einsatz von Materialien, die sich gut trennen lassen und zudem eindeutig klassifiziert sind, die spätere Rückgewinnung vereinfacht werden. Zudem ist eine Förderung von Rücknahme und Rücklaufprogrammen neben dem Aufbau einer Infrastruktur für das Recycling zwingend notwendig. Hierdurch wird die Zusammenarbeit zwischen Hersteller, Verbraucher und Regierung gestärkt. Auch eine entsprechende Sensibilisierung des Verbrauchers für die Notwendigkeit der Etablierung einer Kreislaufwirtschaft muss verfolgt werden. Gleichzeitig wurden die genannten Ansatzpunkte auch als aktuelle Hemmschwellen für eine erfolgreiche Etablierung einer Kreislaufwirtschaft detektiert. Konkret sieht das Projektkonsortium im Bereich der folgenden vier Technologien eine Entwicklungsnotwendigkeit, um erfolgreich eine Kreislaufwirtschaft im Bereich der kunststoffgebundenen

Dauermagnete zu etablieren: Trenn- und Aufbereitungs- | Rückgewinnungs- | Recycling- | Kennzeichnungs- und Rückverfolgbarkeitstechnologie.

3.3.2 Rückgewinnung von Bauteilen

A. Demontage und Analyse von duroplastisch gebundenen Magneten mit Herstellung im Pressverfahren

Seitens des Projektpartners Magnetworld AG wurden für die duroplastisch gebundenen Magnete Produktionsausschüsse auf Basis des Matrixmaterials Epoxidharz (EP) und des hartmagnetischen Füllstoffes Neodym-Eisen-Bor (NdFeB) in einer Menge von etwa 12 kg zur Verfügung gestellt. Hierbei wurden entsprechend Abbildung 6 Ringmagnete mit einem Außendurchmesser von 15 mm bei einer bipolaren Magnetisierungsstruktur bereitgestellt.

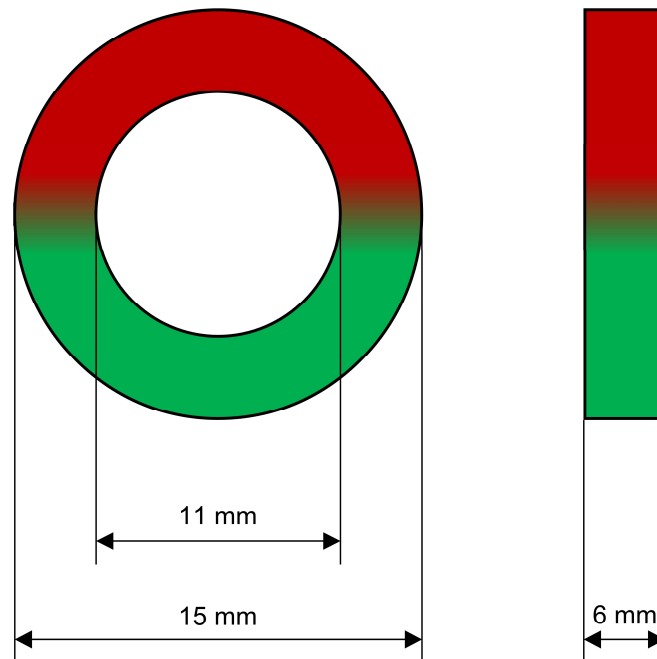


Abbildung 6: Probekörpergeometrie des Post-Industrial Produkts für duroplastisch gebundene Magnete

Die Ringmagnete wurden dabei im Vorhinein durch den Projektpartner durch Temperversuche entmagnetisiert, damit eine weitere Verarbeitung als Rezyklat ohne Magnetisierung möglich ist. Hierfür wurden verschiedene Stufen der Arbeitstemperatur während dem Tempern und verschiedene Temperintervalle bei einer konstanten Temperzeit von 60 Minuten vergleichend betrachtet. Abbildung 7A zeigt hierbei die Reduktion des Oberflächenfeldes in Abhängigkeit der Temperstufen. Dabei kann mit einer Temperatur von 300 °C bei einmaliger Erwärmung für 60 Minuten eine Reduktion um 90 % der magnetischen Flussdichte an der Oberfläche erreicht werden. Diese Temperstufe geht jedoch mit einer deutlichen Oberflächenveränderung der Probe einher und führt damit bereits zu einer teilweisen Veraschung des Matrixmaterials. Weiterhin wurden exemplarisch am Lehrstuhl für Kunststofftechnik Proben mittels eines Permagraphen der Firma Magnetphysik Dr. Steingroever GmbH (Köln, Deutschland) entmagnetisiert, in dem diese einem sukzessive reduzierten Gegenfeld unterzogen wurden. Mittels magnetooptischer Messungen konnte hierfür ein Oberflächenfeld von nur 35 mT nachgewiesen werden, was einer Reduktion der magnetischen Flussdichte an der Oberfläche um 80 % ohne Materialveränderung entspricht. Eine entsprechende Messung kann exemplarisch Abbildung 7C entnommen werden. Gleichzeitig wurden Proben im magnetisierten Zustand und im entmagnetisierten Zustand (durch Tempern und durch ein Durchlaufen eines Gegenfeldes) vergleichend mittels eines Permagraphen der Firma Magnetphysik Dr. Steingroever GmbH (Köln, Deutschland) charakterisiert. Hierfür wurden die Proben senkrecht und damit mit einer Höhe von 15 mm (entsprechend des Außendurchmessers und somit entlang der Magnetisierungsstruktur) zusammen mit einer Kunststoffbasierten Welle zur Stabilisierung der Proben vermessen. Es wurde entsprechend die Remanenz bestimmt. Hierbei wurden gemäß Abbildung 7B sowohl im magnetisierten als auch im entmagnetisierten Zustand höhere Werte gegenüber der magnetischen Flussdichte an der Oberfläche ermittelt. Gleichzeitig zeigt sich

kein Unterschied in den beiden Entmagnetisierungsstrategien auf. Es muss berücksichtigt werden, dass durch die Bestimmung der Remanenz die magnetische Flussdichte des gesamten Bauteils (und nicht nur das Oberflächenfeld) berücksichtigt wird. Gleichzeitig erlaubt die Geometrie des Probekörpers keine genaue Bestimmung der Remanenz, womit eine erhebliche Messunsicherheit in der Charakterisierung innerhalb des Permagraphen besteht. Demnach kann eine abschließende Bewertung der verbleibenden magnetischen Flussdichte innerhalb des gesamten Bauteils nicht durchgeführt werden.

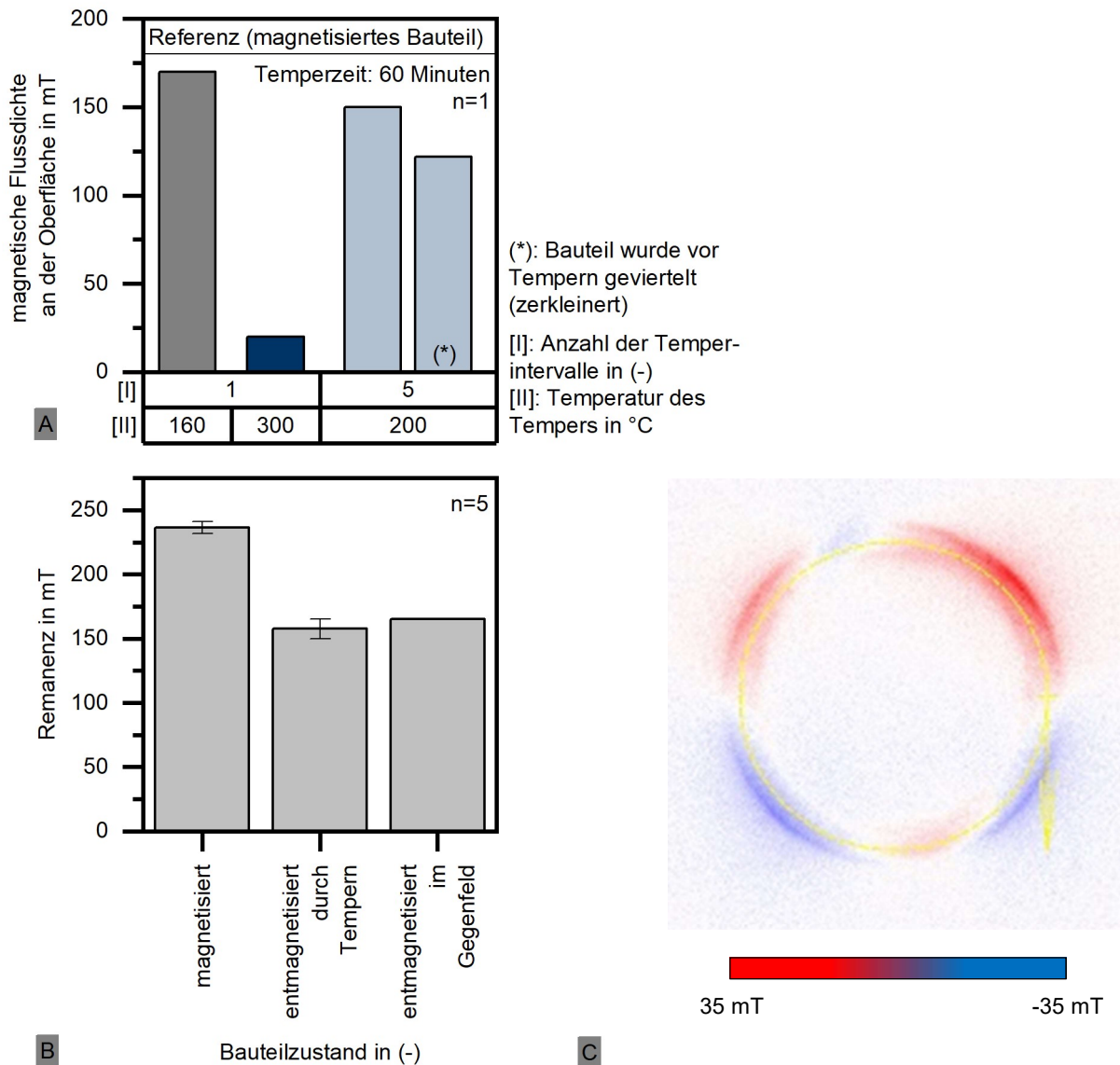


Abbildung 7: Vergleich der magnetischen Flussdichte an der Oberfläche relativ zu verschiedenen Temperstufen (A) und der Remanenz innerhalb des Bauteils relativ zur Entmagnetisierung (B) sowie der magnetischen Flussdichte an der Oberfläche bei einer Entmagnetisierung im Gegenfeld (C)

Zusätzlich wurden durch den Projektpartner Magnetworld AG Untersuchungen durchgeführt, bei denen eine zerstörungsfreie Entmagnetisierungsstrategie nicht im Vordergrund standen, auch um das Material einem werkstofflichen Recycling zuzuführen. Hierbei wurde drei Prozessschritte betrachtet, wobei die ersten beiden in ihrer Reihenfolge variiert wurden. Es erfolgte ein Pressen, ein Tempern bei unterschiedlichen Temperaturen und einem konstanten Temperintervall sowie im Anschluss ein manuelles Mörsers. Es wurde erneut die magnetische Flussdichte an der Oberfläche des Pulvers bestimmt, wobei Abbildung 8 hier sowohl den Einfluss der Prozessabfolge, als auch den Einfluss der Temperatur zeigt. Bei einer Tempertemperatur von 290 °C wird unabhängig von der Prozessabfolge eine Flussdichte an der Oberfläche von 15 mT erfasst,

was als hinreichend gering einzuschätzen ist. Allerdings wird eine Abfolge des Temperns, Pressens und Mörsers als geeignet eingestuft, da hierdurch eine homogenere Zerkleinerung der Partikel bei einer größeren Ausbringmenge zu erreichen ist. Zudem wird, ähnlich zu Abbildung 7, deutlich, dass eine Temperstufe von knapp 300 °C notwendig ist, um eine ausreichende Reduktion der magnetischen Flussdichte mindestens an der Oberfläche zu realisieren.

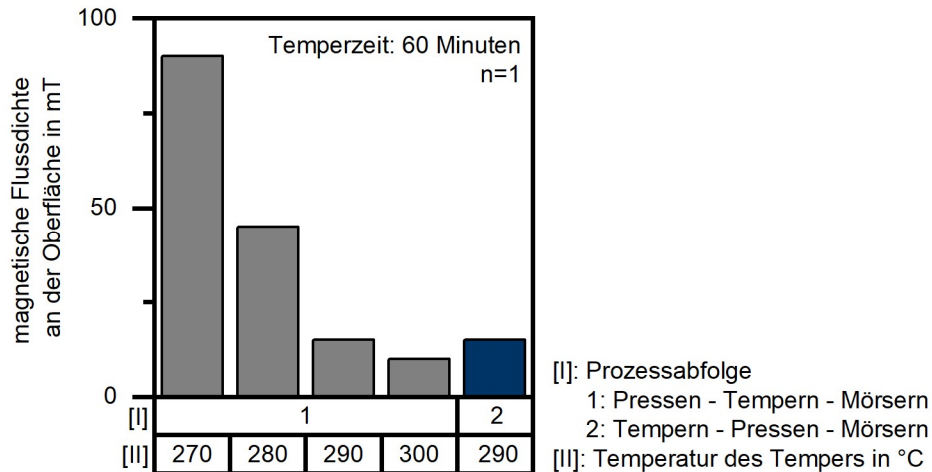


Abbildung 8: Vergleich der magnetischen Flussdichte an der Oberfläche relativ zu verschiedenen Temperstufen und Prozessabfolgen in der Materialvorbereitung

Nachdem im Rahmen des Projektes ausschließlich Post-Industrial Produkte anstelle von Post-Consumer Produkten betrachtet werden konnten, wurden zeitraffende Alterungsversuche an den Proben durchgeführt. Hierfür wurden Proben seitens des LKT gezielt eingelagert und die Änderung der dimensional und magnetischen Eigenschaften über einen entsprechenden Zeitraum betrachtet. Diese Temperatur- und Zeitlagerungen wurden im Fall der duroplastisch gebundenen Magnete nur stichprobenartig durchgeführt, da keine signifikante Änderung der Eigenschaften zu verzeichnen war. Hierbei kamen im Fall der duroplastisch gebundenen Magnete ringförmige, multipolare Probekörper mit einem Außendurchmesser von 50,6 mm und einem Innendurchmesser von 22,6 mm bei einer Dicke von 5 mm zum Einsatz. Die Probekörper wurden auf Basis des Matrixmaterials EP und dem Füllstoff NdFeB bei einem Füllstoffgehalt von 50 Vol.-% gefertigt. Im Anschluss erfolgte eine Temperaturlagerung in einem Umluftofen (Typ: UT 6050 K; Firma: Heraeus Instrumens, Hanau, Deutschland) bei den Temperaturstufen von 120 °C und 160 °C, wobei die gleichen Proben nach einer anfänglichen Referenzmessung zu definierten Zeiten (24 | 48 | 168 | 336 | 504 | 672 | 840 | 1008 [h]) entnommen und entsprechend vermessen wurden. Dabei wurde die Differenz zwischen Innen- und Außendurchmesser sowie die Dicke des Bauteils mit Hilfe einer Bügelmessschraube der Firma Hoffmann Group (München, Deutschland) an 10 verschiedenen Positionen bestimmt. Weiterhin wurden die magnetischen Eigenschaften mit Hilfe einer Hallsonde der Firma Heidenhain GmbH (Traunreut, Deutschland) ermittelt. Abbildung 9 zeigt dabei die Änderung der dimensional (A) und magnetischen Eigenschaften (B) relativ zu den beiden Temperaturstufen auf, wobei exemplarisch die Änderung der Differenz von Innen- und Außendurchmesser für die Dimension gezeigt wird. Hierbei zeigt sich keine signifikante Änderung bedingt durch die Temperaturlagerung, wobei eine vergleichsweise große Standardabweichung zu beachten ist. Auch die magnetischen Eigenschaften werden kaum durch die Temperaturlagerung beeinflusst, wenngleich eine leichte Tendenz in der Zunahme dieser durch eine Lagerung bei 160 °C zu verzeichnen ist. Dabei muss beachtet werden, dass die magnetischen Eigenschaften auf Grund einer fehlenden Aufmagnetisierung absolut betrachtet gering sind. Dennoch wurde der Einfluss der Temperatur- und Zeitlagerung auf die Eigenschaften von Post-Industrial Produkten bewertet und als gering eingeschätzt, womit die Erkenntnisse aus der Eignung für das Recycling auch auf Post-Consumer Produkte übertragen werden kann. Auf Grund des fehlenden oder geringen Einflusses durch die Temperatur- und Zeitlagerung ist davon auszugehen, dass der Einsatz von duroplastisch gebundenen Magneten auch durch die entsprechenden Einsatzbedingungen kaum zu einer Änderung in den dimensional und magnetischen Eigenschaften und damit zur Grundlage für das Recycling führen.

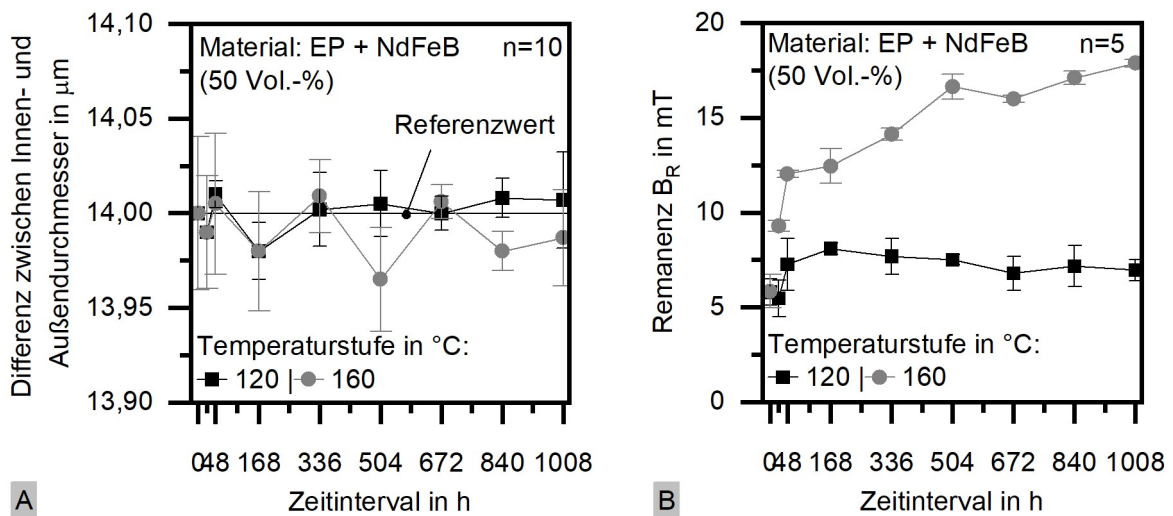


Abbildung 9: Änderung der dimensionalen und magnetischen Eigenschaften relativ zu den Temperaturstufen von 120 und 160 °C und in Abhängigkeit von Zeitintervallen (Material: EP + NdFeB bei 50 Vol.-% Füllstoffanteil)

B. Demontage und Analyse von thermoplastisch gebundenen Magneten mit Herstellung im Spritzguss

Seitens des Projektpartners Magnetworld AG konnten Post-Industrial Produkte auf Basis von thermoplastisch gebundenen Magneten nicht bereitgestellt werden. Ziel war es zunächst, Rückläufe von Kunden zu erhalten. Allerdings zeigte sich, dass die Anzahl an Rückläufern sehr gering ausfällt, da aktuell eine Sammlung von defekten Magneten nicht erfolgt. Zudem lagen bei dem Projektpartner Magnetworld AG keine Produktionsrückstände oder Ausschussbauteile vor.

Entsprechend wurden am Lehrstuhl für Kunststofftechnik Ringmagnete - ähnlich zu den duroplastisch gebundenen Magneten in 3.3.2A - im Spritzguss mit einem Außendurchmesser von 30,56 mm gemäß Abbildung 10 an der Spritzgussanlage Demag Ergotech 25/280-80 der Firma Sumitomo (SHI) Demag Plastics Machinery GmbH (Schwaig bei Nürnberg, Deutschland) gefertigt. Um eine aufwendige Entmagnetisierung in einem Gegenfeld zu umgehen, wurde zusätzlich Material nach der Düse der Spritzgussmaschine (ohne Bauteilfertigung) entnommen. Dieses Material wurde dann entsprechend als Post-Industrial Produkt der werkstofflichen Recyclingroute zugeführt. Hierbei wurde das Material einer Scherbelastung durch den Spritzgussprozess bei einem Ausspritzen ins Freie und einem Abkühlen ohne Druck unterzogen. Eine Entmagnetisierung durch Temperstufen ist auf Grund der entsprechenden Materialschädigung bei thermoplastisch basierten Materialsystemen und den entsprechend hohen benötigten Temperaturen für das Tempern nicht möglich und im Projekt nicht vorgesehen. Für eine allgemeine Prozessroute für das werkstoffliche Recycling ist jedoch eine Entmagnetisierung unumgänglich, damit das Rezyklat erneut in der Spritzgussmaschine verarbeitet werden kann. Das Bauteil wies, anders als bei den duroplastisch basierten Magneten, eine 12 polige Ringstruktur auf. Die Fertigung erfolgte dabei über verschiedene Angussysteme, auf die in 3.3.4B im Detail eingegangen wird. Die thermoplastisch basierten Magnete wurden auf Basis von Polyamid 12 (PA12) und dem hartmagnetischen Füllstoffen Strontium-Ferrit-Oxid (SrFeO) sowie NdFeB jeweils mit einem Anteil von etwa 65 Vol.-% hergestellt. Dabei wurden kommerziell verfügbare Compounds eingesetzt, um entsprechend die Bedingungen von Post-Industrial Produkten abzudecken. Hierfür kam im Fall von SrFeO die Type HM 1222 H und im Fall von NdFeB RNI-25LF2, beide von der Firma Dowa Holdings Co. (Tokyo, Japan) zum Einsatz. Bedingt durch eine kommerzielle Type ist die genaue Materialzusammensetzung und insbesondere der Einsatz von möglichen Additiven nicht im Detail bekannt, wodurch der exakte Füllstoffgehalt nicht bestimmt werden konnte.

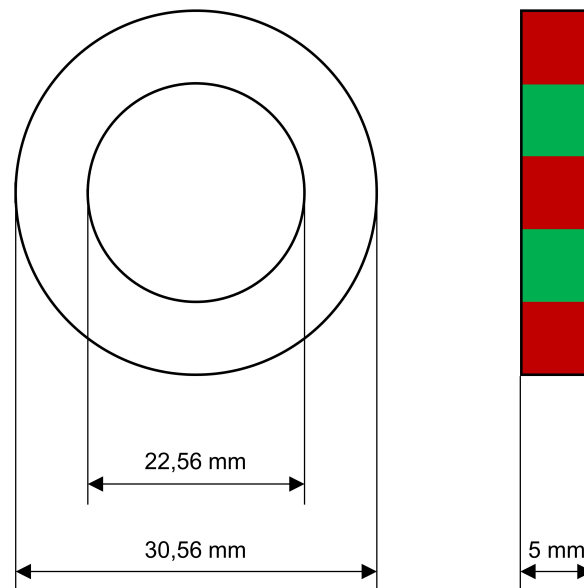


Abbildung 10: Probekörpergeometrie des Post-Industrial Produkts für thermoplastisch gebundene Magnete

Analog zur Betrachtung in 3.3.2A wurden erneut zeitraffende Alterungsversuche an den Proben durchgeführt. Hierbei wurden Untersuchungen an einem Compound durchgeführt, das auf PA12 und SrFeO basiert, jedoch selbst compounding wurde, um die genaue Zusammensetzung zu kennen. Trotz der Abweichungen zu den kommerziellen Compounds wurde im Fall der gerafften Alterung dieses neue Material als Basis herangezogen, um ein genaues Verständnis zu möglichen Alterungseffekte zu entwickeln. Entsprechend wurde ein PA12 der Type Vestamid BS1636 der Firma Evonik Industries AG (Essen, Deutschland) als Matrixmaterial eingesetzt. Als Füllstoff kam SrFeO der Type OP-71 der Firma Dowa Holdings Co. (Tokyo, Japan) bei einem Gehalt von 50 Vol.-% zum Einsatz. Die Proben wurden analog zu den duroplastisch basierten Materialien gezielt eingelagert und die Änderung der dimensional und magnetischen Eigenschaften über einen entsprechenden Zeitraum betrachtet. Dabei wurde neben einer Temperaturlagerung auch eine Lagerung unter Medieneinfluss bei Raumtemperatur durchgeführt. Für die Temperaturlagerung wurde erneut ein Umluftofen (Typ: UT 6050 K; Firma: Heraeus Instrumens, Hanau, Deutschland) bei den Temperaturstufen von 120 °C, 150 °C und 160 °C eingesetzt. Dabei wurden die gleichen Proben nach einer anfänglichen Referenzmessung zu definierten Zeiten (24 | 48 | 168 | 336 | 504 | 672 | 840 | 1008 [h]) entnommen und entsprechend vermessen. Zusätzlich erfolgte die Lagerung der Proben jeweils in Öl und Wasser für einen Zeitraum von 168 h, wobei die Proben zusätzlich bei 24 h vermessen wurden. Im Fall des Öls wurde ein Basisöl auf Grundlage von polaren Ester mit 2 Gewichts-% Antioxidantien gewählt, um einer möglichen Anwendung zu entsprechen. Erneut wurde die Differenz zwischen Innen- und Außendurchmesser sowie die Dicke des Bauteils mit Hilfe einer Bügelmessschraube der Firma Hoffmann Group (München, Deutschland) an 10 verschiedenen Positionen bestimmt. Weiterhin wurden die magnetischen Eigenschaften mit Hilfe einer Hallsonde der Firma Heidenhain GmbH (Traunreut, Deutschland) ermittelt.

Abbildung 11 zeigt dabei die Änderung der dimensional Eigenschaften im Fall der Temperaturlagerung relativ zu den drei Temperaturstufen (A) und der Einlagerung in Medien (B) in Abhängigkeit von der Zeit auf, wobei erneut exemplarisch die Änderung der Differenz von Innen- und Außendurchmesser für die Dimension gezeigt wird. Hierbei zeigt sich insbesondere ab einer Temperatur von 150 °C eine signifikante Änderung bedingt durch die Temperaturlagerung, wobei erneut eine vergleichsweise große Standardabweichung zu beachten ist. Im Fall der hohen Temperatur von 160 °C wurde die Erfassung der Eigenschaftsänderung ab einem Zeitintervall von 48 h abgebrochen, da die Änderung zu signifikant ausgeprägt war. Im Fall des Medieneintrags erfolgt die Änderung der Dimension bereits zu einem früheren Zeitpunkt im Vergleich zur reinen Temperaturlagerung. Auch hier werden - insbesondere im Fall von Wasser - bereits bei einer Lagerzeit von 24 h signifikante Eigenschaftsänderung im Bereich der Dimension erreicht.

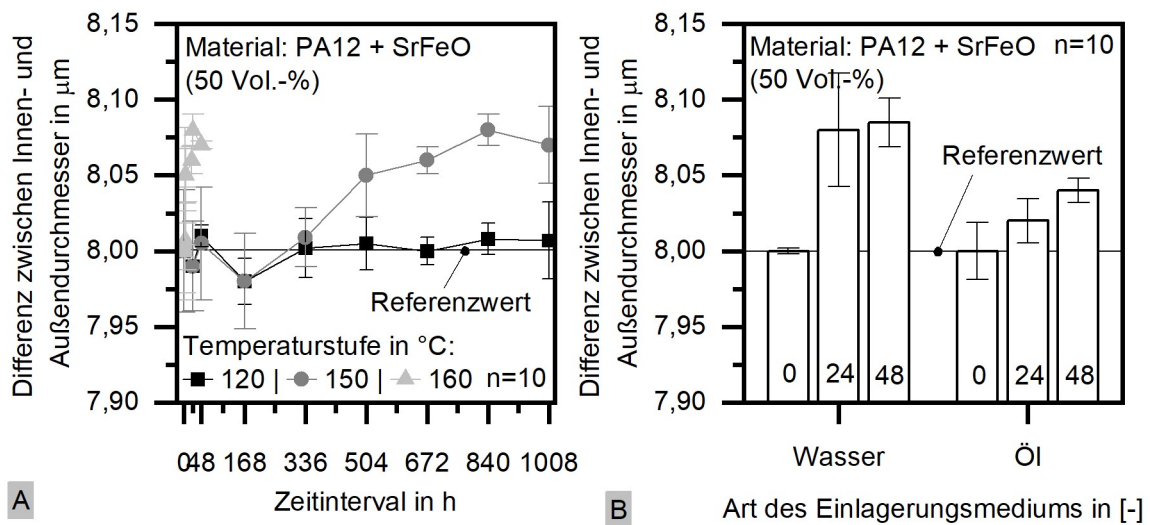


Abbildung 11: Änderung der dimensionalen Eigenschaften relativ zu den Temperaturstufen von 120, 150 und 160 °C (A) und relativ zum Einlagerungsmedium (B) in Abhängigkeit von Zeitintervallen (Material: PA12 + SrFeO bei 50 Vol.-% Füllstoffanteil)

Die Änderung der magnetischen Eigenschaften relativ zur Temperaturlagerung (A) und einem Einlagerungsmedium (B) in Abhängigkeit zu verschiedenen Zeitstufen ist in Abbildung 12 dargestellt. Hierbei zeigt sich eine signifikante Zunahme der magnetischen Eigenschaften ab einer Temperatur von 150 °C auf, wobei hier auch eine hohe Standardabweichung erreicht wird. Innerhalb des Projektkonsortiums wurde angenommen, dass eine Temperaturlagerung zu einer erhöhten Molekülbeweglichkeit führt, die eine Re-Orientierung im Hinblick auf die magnetischen Füllstoffe erlauben. Hierbei spielt insbesondere der sogenannte Stapel-effekt eine entscheidende Rolle, da orientierte und (teilweise) magnetisierte hartmagnetische Füllstoffe in einem begrenzten Umgebungsfeld andere Partikel, die noch nicht ausgerichtet sind, entsprechend durch ihr eigenes Magnetfeld beeinflussen und ausrichten können. Hierzu muss jedoch eine ausreichende Beweglichkeit der Partikel innerhalb der Matrix gewährleistet sein. Bedingt dadurch erlaubt eine Temperaturlagerung ab einem Matrixabhängigen Schwellwert eine Zunahme der initialen magnetischen Eigenschaften des Bauteils. Durch den Einsatz von Medien kommt es zu einer Reduktion der magnetischen Eigenschaften, wobei die Tendenz zu einer linearen Abnahme hierbei zu erkennen ist. Dies ist unter anderem auf ein Quellen durch den Medieneintrag zurück zu führen. Entsprechend zeigen die Temperatur- und Medienlagerung deutlich, dass im Fall von thermoplastisch basierten Bauteilen als Post-Consumer Material im Gegensatz zu Post-Industrial Produkten unterschiedliche Eigenschaften erreicht werden, womit sich auch notwendige Änderungen innerhalb eine Recyclingstrategie bedingt durch veränderte Referenzeigenschaften ergeben. Demnach muss bei der Auslegung eines Materialsystems, das anteilig auf Post-Consumer Produkten mit einer Thermoplast basierten Matrix beruht, berücksichtigt werden, dass eine mögliche Temperaturlagerung im Einsatz zu höheren Werten der magnetischen Eigenschaften im Rezyklat führt, während eine Medienlagerung diese reduzieren.

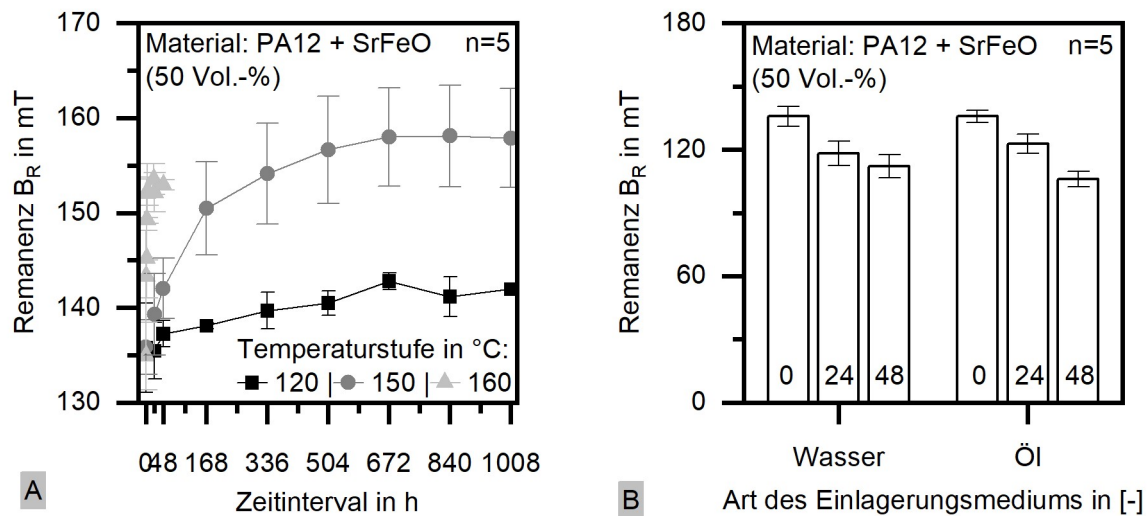


Abbildung 12: Änderung der magnetischen Eigenschaften relativ zu den Temperaturstufen von 120, 150 und 160 °C (A) und relativ zum Einlagerungsmedium (B) in Abhängigkeit von Zeitintervallen (Material: PA12 + SrFeO bei 50 Vol.-% Füllstoffanteil)

3.3.3 Rückgewinnung von hartmagnetischen Füllstoffen

A. Chemisches Recycling

In einem ersten Schritt wurden die Probekörper einer Pyrolyse unterzogen, um durch eine Veraschung des Matrixmaterials die hartmagnetischen Füllstoffe zu separieren. Hierbei wurden die Proben in zerkleinerter Form in Quarzfasertiegel innerhalb eines Veraschungsofens positioniert und zunächst bei 400 °C für 20 Minuten und im Anschluss bei 625 °C bei 30 Minuten gehalten. Der Tiegel wurde dabei abgeschlossen, um eine Sauerstoffüberflutung der Partikel zu vermeiden. Durch eine entsprechende Oxidation an der Füllstoffoberfläche werden die magnetischen Eigenschaften der hartmagnetischen Füllstoffe deutlich reduziert, womit eine Oxidation zwingend vermieden werden muss. Auf der anderen Seite führt die Unterdrückung der Oxidation durch eine entsprechende Prozessführung zu einem erheblichen Mehraufwand in der Pyrolyse, da die Probenmenge je Tiegel limitiert ist. Dies macht den Prozess der Entmagnetisierung zu einem zeit- und aufwendigen Schritt innerhalb der Kreislaufwirtschaft.

Im Anschluss wurden die separierten hartmagnetischen Füllstoffe (NdFeB) mittels eines Rasterelektronenmikroskops der Firma Ultra Plus der Firma Carl Zeiss AG (Oberkochen, Deutschland) und einer Elementanalyse charakterisiert. Hierbei wurde insbesondere die Oxidation an der Füllstoffoberfläche bewertet. Da die hartmagnetischen Füllstoffe nicht in Reinform vor der Verarbeitung zu einem Bauteil vorlagen, kann nur der Zustand der Füllstoffe nach der Pyrolyse betrachtet werden. Ein Vergleich zum Reinmaterial als Ausgangszustand ohne Verarbeitung ist nicht möglich. Abbildung 13 zeigt zum einen den quantitativen Vergleich (A) und zum anderen den qualitativen Vergleich (B) für die Oberfläche der hartmagnetischen Füllstoffe (NdFeB) relativ zur Ausbildung einer Oxidationsschicht. Dabei kann anteilig auf der Oberfläche der Füllstoffe eine Oxidationsschicht nachgewiesen werden, wobei hier die Häufigkeit der Ladungsimpulse im Spektralbereich von Sauerstoffatomen (O_2) deutlich zunimmt und die Häufigkeit im Bereich von Eisen (Fe) und Neodym (Nd) unverändert bleibt (im Vergleich zur Oberfläche von Füllstoffen ohne Oxidationsschicht). Die Füllstoffe weisen überwiegend eine anteilige Oxidationsschicht auf der Oberfläche auf, womit durch die aktuelle Pyrolysestrategie eine Oxidation nicht vollständig unterbunden werden kann. Der Anteil der Oxidationsschicht auf der Oberfläche der Füllstoffe beträgt im Mittel 40 %.

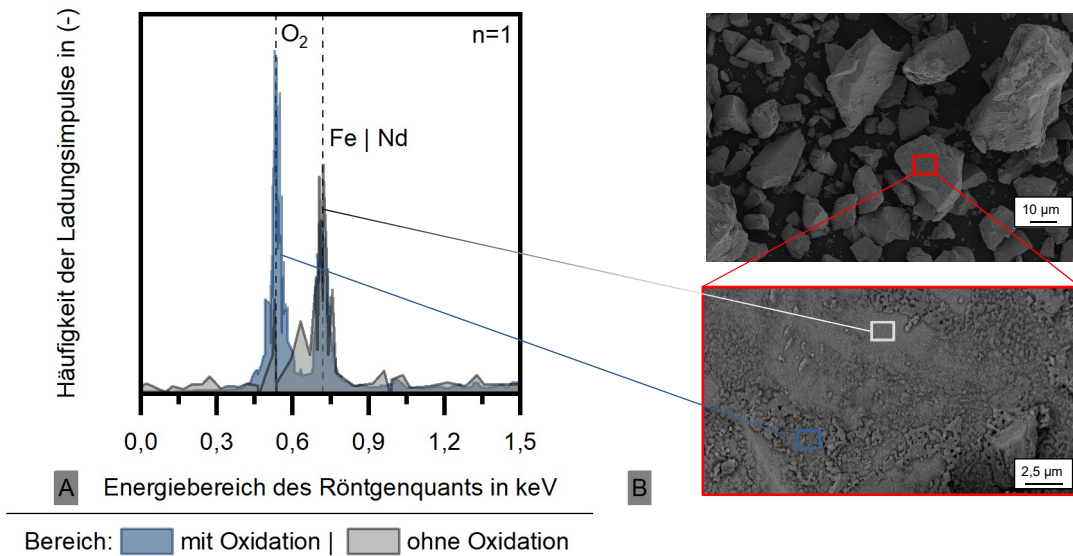


Abbildung 13: Anteil der Oxidation auf der Oberfläche der hartmagnetischen Füllstoffe (NdFeB) nach der Pyrolyse [quantitativ (A) und qualitativ (B)]

Zudem wurde die Partikelgrößenverteilung der Füllstoffe (NdFeB) nach der Pyrolyse bestimmt. Hierbei konnte erneut kein Vergleich zu den hartmagnetischen Füllstoffen ohne Verarbeitung gezogen werden. Als Referenz wurde jedoch ein kommerziell verfügbarer isotroper NdFeB Füllstoff der Type MQP-B+ der Firma Magnetquench GmbH (Tübingen, Deutschland) betrachtet. Abbildung 14 zeigt hierbei vergleichend die Partikelgrößenverteilung jeweils volumetrisch (A) und numerisch (B) für das Referenzmaterial und den hartmagnetischen Füllstoff nach der Pyrolyse. Hierbei zeigt sich in der numerischen Auftragung (B) ein deutlich höherer Anteil an kleinen Partikeln (unter 1 µm), der auf einen Veraschrückstand schließen lässt. Neben diesem Veraschrückstand weist das Referenzmaterial und der Füllstoff nach der Pyrolyse eine ähnliche Verteilung (insbesondere hinsichtlich der mittleren Partikelgröße) für die numerische Auftragung (B) auf. Im Fall einer volumetrischen Auftragung (A) kommt es zu einer Verschiebung hin zu höheren Werten für die Partikelgröße für die Füllstoffe nach der Veraschrückung. Dies kann zum einen auf eine Agglomeration von Füllstoffen hindeuten und zum anderen auf eine andere Größe des Ausgangswerkstoffes. Da in der Untersuchung unter dem Rasterelektronenmikroskop keine signifikante Anzahl an Agglomeraten festzustellen war, muss davon ausgegangen werden, dass die Füllstoffe vor der Pyrolyse und nach der Pyrolyse eine ähnliche Verteilung aufwiesen, die sich vom aufgeführten Referenzmaterial unterscheidet. Durch die Pyrolyse kommt es jedoch zu einem Feinanteil an Veraschrückständen, die auf Grund der Größe der Partikel nur schwer herauszufiltern sind.

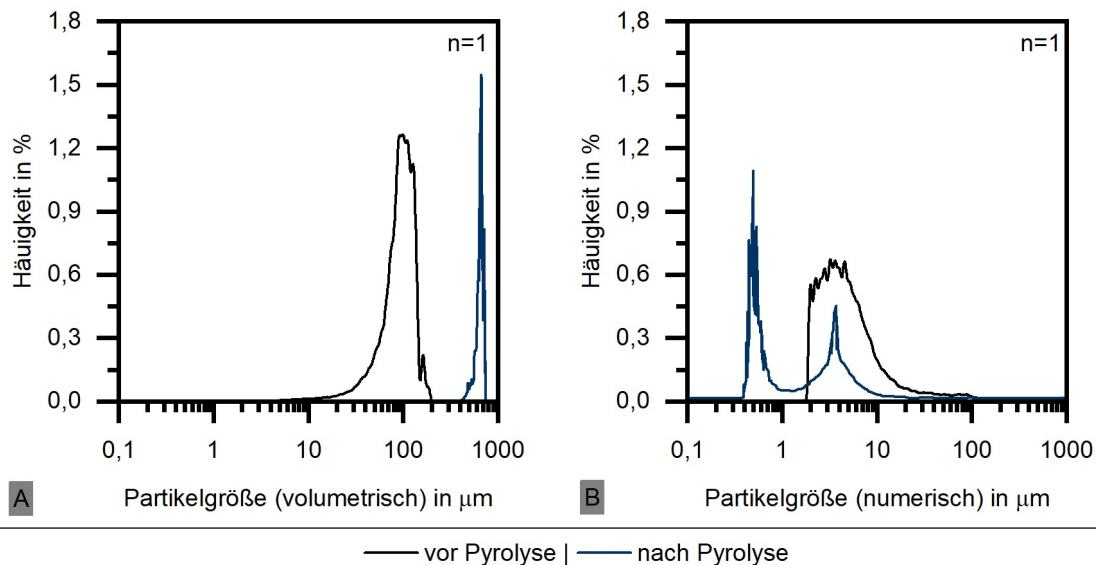


Abbildung 14: Partikelgrößenverteilung (volumetrisch (A) und numerisch (B)) für den hartmagnetischen Füllstoff NdFeB als Referenzmaterial (ohne Verarbeitung) und nach der Pyrolyse

Weiterhin wurde die magnetische Flussdichte über eine Hallsonde der Firma MAGMESS Magnet-Messtechnik Jürgen Ballanyi e.K. (Bochum, Deutschland) an einer verpressten Probe des reinen hartmagnetischen Füllstoffes nach der Pyrolyse oberflächennah erfasst, um den Abfall der magnetischen Eigenschaften bedingt durch die Pyrolyse abschätzen zu können. Dabei weißt das isotrope NdFeB der Type MQP-B+ eine magnetische Flussdichte von 908 mT auf. Dies wird als Referenzwert herangezogen, um eine Einschätzung des Abfalls durch die Pyrolyse zu ermöglichen. Die magnetische Flussdichte an der Füllstoffoberfläche nach der Pyrolyse beträgt nur noch 60 mT, womit weniger als 10 % des Ausgangskennwertes für die magnetische Flussdichte erreicht wird. Entsprechend führt bereits eine geringe Ausbildung der Oxidationsschicht an der Oberfläche der hartmagnetischen Füllstoffe zu einer erheblichen Reduktion der magnetischen Kennwerte dieser nach der Pyrolyse. Demnach können die hartmagnetischen Füllstoffe, die auf der aktuell betrachteten chemischen Recyclingroute gewonnen werden, nicht erneut einer Nutzung zugeführt werden, da die magnetische Performance als ungenügend zu bewerten ist.

Innerhalb des Projektkonsortiums wurden auf Basis dieser Erkenntnisse weitere Strategien verfolgt. Hierbei wurde zum einen eine Pyrolyse unter Inertgasatmosphäre betrachtet. Erste Testversuche am LKT zeigen hierbei vielversprechende Ergebnisse, da eine Ausbildung einer Oxidationsschicht vollständig unterdrückt werden kann. Dennoch kommt es innerhalb des hartmagnetischen Füllstoffes zu einer Schädigung, deren Ursache zum aktuellen Stand noch nicht vollständig geklärt werden konnte. Diese Schädigung führt jedoch zu einer Reduktion der magnetischen Eigenschaften von 20 % in den hartmagnetischen Füllstoffen, die durch eine Pyrolyse unter Inertgasatmosphäre gewonnen wurden, sodass die Füllstoffe nur eine magnetische Flussdichte von 720 mT erreichen. Dies ist im Vergleich zur Reduktion bei der Pyrolyse ohne Inertgasatmosphäre deutlich günstiger im Hinblick auf die magnetischen Eigenschaften für eine erneute Zuführung in die Kreislaufwirtschaft. Allerdings ist der Aufwand einer Pyrolyse unter Inertgasatmosphäre erheblich. Demnach wurde im Projektkonsortium eine zweite Strategie betrachtet, um duroplastisch gebundene Magnete einer Kreislaufwirtschaft zu führen. Hierbei wurden die entmagnetisierten Ringmagnete durch eine Schneidmühle der Firma Rapid Granulier-Systeme GmbH & Co. KG (Kleinostheim, Deutschland) zu Granulat verarbeitet. Hierbei wurden zwei Lochdurchmesser von 1,5 mm und 3,5 mm (im Folgenden als feines und grobes Rezyklat bezeichnet) gewählt. Dem Granulat wurde im Anschluss anteilig reines Epoxidharz (EP) und ein Compound auf Basis von EP mit dem hartmagnetischen Füllstoff NdFeB (isotrop) oder SrFeO (anisotrop) zugeführt. Eine detaillierte Beschreibung der Materialien und der entsprechenden Zusammensetzung ist in 3.3.4A aufgeführt. Entsprechend wurde - anders als zunächst im Antrag vorgesehen - zusätzlich auch für duroplastisch gebundene Magnete eine werkstoffliche Recyclingroute betrachtet, um neben einer aufwendigen Pyrolyse unter Stickstoffatmosphäre eine weitere und gegebenenfalls energetisch günstigere Route verfolgen zu können. Eine Übersicht zur energetischen Bewertung der verschiedenen Routen ist in 3.3.5 enthalten.

Zusätzlich erfolgte ein werkstoffliches Recycling des Materials, das zuvor einer Temperaturlagerung unterzogen wurde. Hierbei wurde erneut die oben genannte Schneidmühle bei einem Lochdurchmesser von 1,5 mm eingesetzt. Im Anschluss erfolgte eine Zugabe von reinem EP Harz.

B. Werkstoffliches Recycling

Im Fall von thermoplastisch gebundenen Magneten wurde das Material, das nach der Düse der Spritzgussmaschine entnommen wurde, einer Schneidmühle der Firma Rapid Granulier-Systeme GmbH & Co. KG (Kleinostheim, Deutschland) zugeführt und entsprechend zu Granulat verarbeitet. Das Granulat wurde im Anschluss anteilig mit unverarbeiteten kommerziellen Compound gemischt, um einen variablen Anteil an Rezyklat in den Materialsystemen untersuchen zu können. Eine detaillierte Beschreibung der Materialien und der entsprechenden Zusammensetzung ist in 3.3.4B aufgeführt. Erneut wurde auch das Material, das zuvor einer Temperatur- und Medienlagerung unterzogen wurde, der werkstofflichen Recyclingroute unterzogen.

Zudem wurde das Material, das nach der Düse der Spritzgussmaschine entnommen wurde, in Granulatform über eine TGA Messung verascht, um an den dadurch separierten Füllstoffen eine mögliche Veränderung in der Zusammensetzung oder eine Oxidation zu bewerten. Dabei wurde die Zusammensetzung über ein Rasterelektronenmikroskop der Firma Ultra Plus der Firma Carl Zeiss AG (Oberkochen, Deutschland) und einer Elementanalyse bestimmt. Die Füllstoffe konnten in Reinform bezogen werden, sodass ein Vergleich zwischen dem unverarbeiteten, neuen hartmagnetischen Füllstoff und einem durch die erneute Verarbeitung potenziell geschädigten hartmagnetischen Füllstoff möglich war. Abbildung 15 zeigt zum einen den quantitativen Vergleich (A) und zum anderen den qualitativen Vergleich (B) für die Oberfläche der hartmagnetischen Füllstoffe (SrFeO) relativ zur Zusammensetzung und der Ausbildung einer möglichen Oxidationsschicht. Dabei zeigt sich ein ähnlicher Anteil in der Zusammensetzung der hartmagnetischen Füllstoffe ohne eine signifikante Beeinflussung bedingt durch die werkstoffliche Recyclingroute. Der im Vergleich zu Abbildung 13 hohe Anteil an Sauerstoffatomen (O_2) ist auf die Füllstoffzusammensetzung im Fall von SrFeO zurückzuführen. Auch die rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen (Abbildung 15B) zeigen keine Oxidationsschicht an der Oberfläche auf. Hier ist eine Tendenz in der Zunahme von Agglomeraten bei den hartmagnetischen Füllstoffen nach der werkstofflichen Recyclingroute zu verzeichnen. Demnach kommt es zu einem stärkeren Anhaften von vermehrt kleinen Partikeln an größeren Füllstoffen, wodurch einzelne Partikel weniger separiert vorliegen.

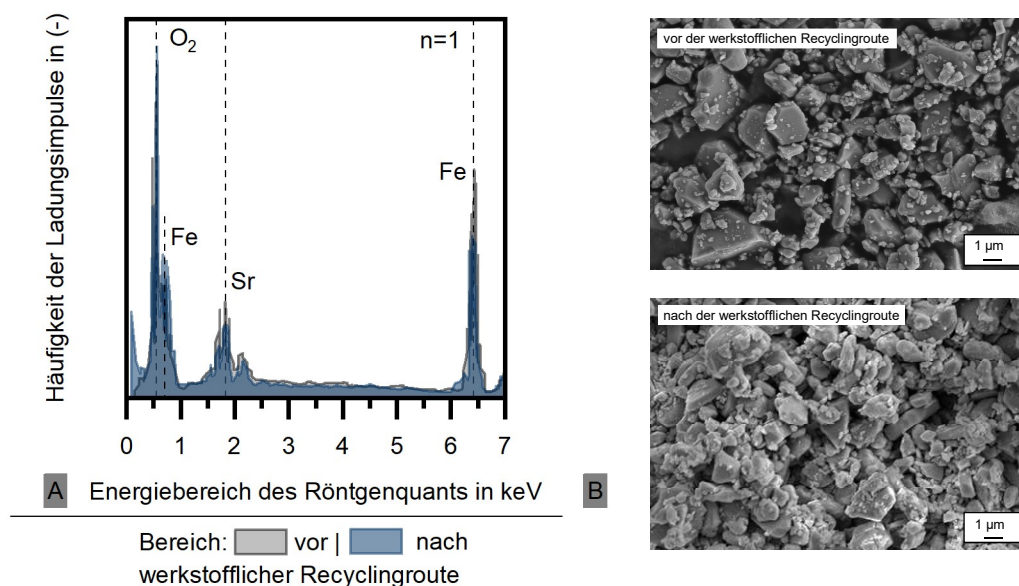


Abbildung 15: Anteil der Oxidation auf Oberfläche der hartmagnetischen Füllstoffe (SrFeO) vor und nach der werkstofflichen Recyclingroute [quantitativ (A) und qualitativ (B)]

Dieses Verhalten zeigt sich auch in der Füllstoffgrößenverteilung, die in Abbildung 16 exemplarisch für NdFeB abgebildet ist. Dabei kommt es - bedingt durch die Präparation der Füllstoffe - zu der Ausbildung

eines Veraschungsrückstandes mit einem deutlich höheren Anteil an kleinen Partikeln (unter 1 μm). Daneben zeigt sich sowohl in der numerisch als auch der volumetrischen Auftragung, dass es zu einer leichten Verschiebung der Kurven hin zu größeren Partikelgrößen kommt. Somit führt die werkstoffliche Recyclingroute nur zu einer Tendenz in der Zunahme der Partikelgröße, vornehmlich durch die Ausbildung von Agglomeraten. Eine Veränderung der chemischen Zusammensetzung durch eine Füllstoffdegradation oder eine Oxidation ist jedoch nicht zu verzeichnen.

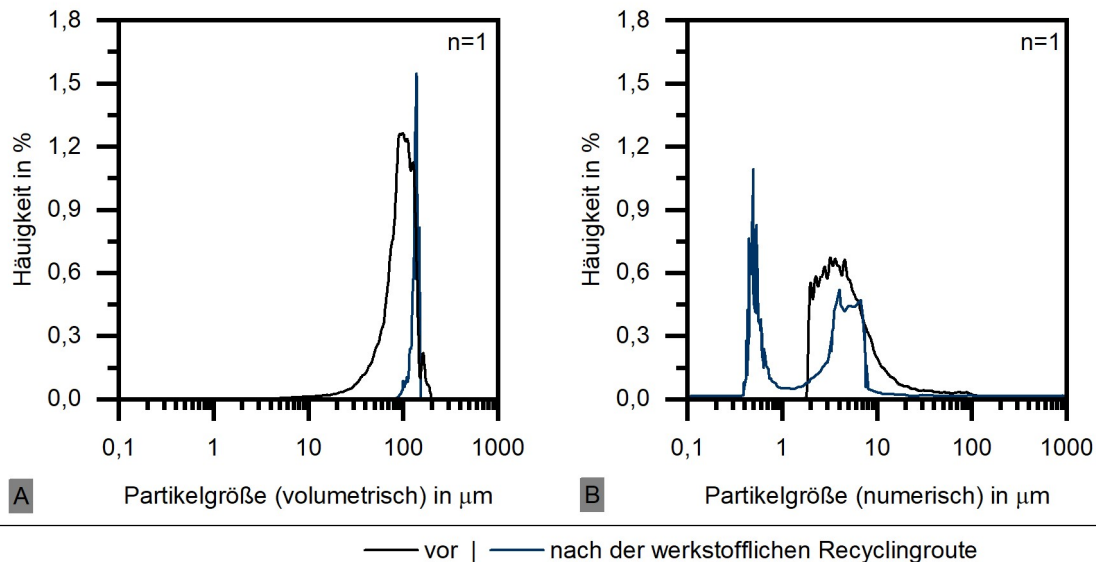


Abbildung 16: Partikelgrößenverteilung (volumetrisch (A) und numerisch (B)) für den hartmagnetischen Füllstoffen NdFeB vor und nach der werkstofflichen Recyclingroute

3.3.4 Wiederverwendung von hartmagnetischen Füllstoffen

A. Fertigung und Analyse von duroplastisch gebundenen Magneten mit Herstellung im Pressverfahren

Chemische Recyclingroute (Pyrolyse)

In einem ersten Schritt wurden im Bereich der duroplastisch gebundenen Magnete die durch die chemische Recyclingroute (Pyrolyse) gewonnenen Füllstoffe mit einem kalt härtenden Epoxidharz (Type: Epofix, Firma: Struers GmbH, Ottensoos, Deutschland) bei einem Füllstoffgehalt zwischen 50 und 70 Vol.-% in 10 % Schritten gemischt und während der chemischen Reaktion über einen Dauermagneten ausgerichtet. Hierbei wurden zylindrische Proben mit einem Durchmesser von 24 mm bei einer konstanten Höhe von 5 mm im Pressverfahren hergestellt. Die Proben wurden anschließend in einem Permagraphen der Firma Magnetphysik Dr. Steingroever GmbH (Köln, Deutschland) charakterisiert, wobei die Remanenz als Kenngröße bewertet wurde. Um eine vollständige Magnetisierung der Probekörper zu gewährleisten, wurden die Proben zuvor an einem Impulsmagnetisierer der Firma Magnetphysik Dr. Steingroever GmbH (Köln, Deutschland) aufmagnetisiert.

Abbildung 17 zeigt entsprechend den Einfluss der chemischen Recyclingroute (unter Sauerstoff- und Inertgasatmosphäre) relativ zum Neumaterial (Referenz: isotropes NdFeB der Type MQP-B+) bei einem variablen Füllstoffgehalt zwischen 50 und 70 Vol.-%. Dabei nimmt die Remanenz mit steigendem Füllstoffgehalt leicht zu, allerdings ist der Anstieg geringer ausgeprägt als er bedingt durch Zunahme des Füllstoffes theoretisch erfolgen sollte. Dementsprechend muss bereits im Neumaterial von einer gewissen Reduktion der Beweglichkeit der Füllstoffe ausgegangen werden, die entsprechend die magnetischen Eigenschaften gegenüber dem theoretisch möglichen Wert reduzieren. Dies zeigt sich ebenfalls für die wiedergewonnenen Füllstoffe infolge der Pyrolyse, wobei hier der Effekt deutlicher ausgeprägt ist und entsprechend von einer zunehmenden Hemmung der Beweglichkeit der Füllstoffe auszugehen ist. Zudem kann auch die Bildung von Agglomeraten und eine Verhakung zwischen den Füllstoffbereichen zu einer Reduktion in der Beweglichkeit der Füllstoffe führen, womit die magnetischen Eigenschaften nicht dem Potenzial des Werkstoffes

entsprechen. Deutlich zeigt sich - wie bereits am reinen Pulver, dass erst durch eine Pyrolyse unter Inertgasatmosphäre die magnetischen Eigenschaften ein ähnliches Niveau gegenüber der Neuware erreichen.

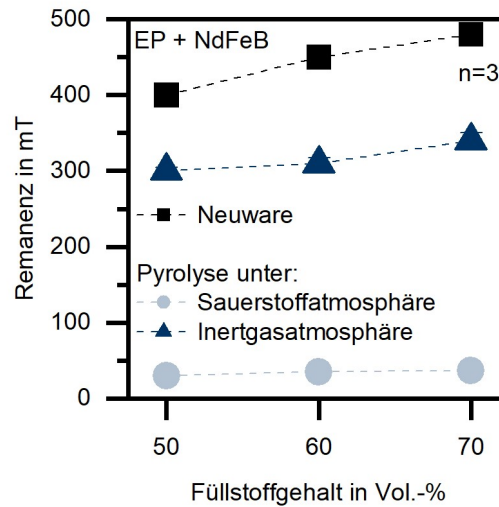


Abbildung 17: Remanenz relativ zum Füllstoffgehalt für Neuware (Referenz: isotropes NdFeB der Type MQP-B+) sowie rückgewonnenen Füllstoff in der Pyrolyse unter Sauerstoff- und Inertgasatmosphäre (Matrix: EP | Füllstoffgehalt: zwischen 50 und 70 Vol.-%)

Werkstoffliche Recyclingroute

Für die zusätzliche Betrachtung der werkstofflichen Recyclingroute innerhalb der duroplastisch gebundenen Magnete wurde in einem ersten Schritt das regranulierte Material, das nicht erneut aufgeschmolzen werden kann, anteilig mit einem sogenannten Trägermaterial gemischt und im Pressverfahren verarbeitet. Dabei kam als Trägermaterial zum einen ein reines Epoxidharz der Type EPOXIDUR EP 3681 E der Firma Raschig GmbH (Ludwigshafen, Deutschland) zum Einsatz, zum anderen wurde ein Compound basierend auf dem gleichen Trägermaterial und mit dem hartmagnetischen Füllstoff NdFeB der Type MQP-B+ sowie SrFeO der Type OP-71 der Firma Dowa Holdings Co. (Tokyo, Japan) bei einem Füllstoffgehalt von 50 Vol.-% zum Einsatz. Der Anteil des regranulierten Materials wurde zwischen 0 und 80 Gew.-% in 20 % Schritten variiert, wobei zusätzlich eine Stützstelle bei 50 Gew.-% vorgesehen wurde. Weiterhin wurde das regranulierte Material und das Trägermaterial einem Mahlprozess unterzogen, um eine mögliche feinere Verteilung durch diesen Schritt zu evaluieren. Hierbei muss berücksichtigt werden, dass ein Mahlprozess im Fall des regranulierten Materials kaum zu realisieren war. Abbildung 18 zeigt hierbei jeweils ein Abbild des regranulierten Materials und des Trägermaterials vor und nach dem Mahlprozess am Beispiel des NdFeB basierten Materialsystems. Gerade im Fall des gemahlten Trägermaterials kann eine deutliche Reduktion der Partikelgröße verzeichnet werden.

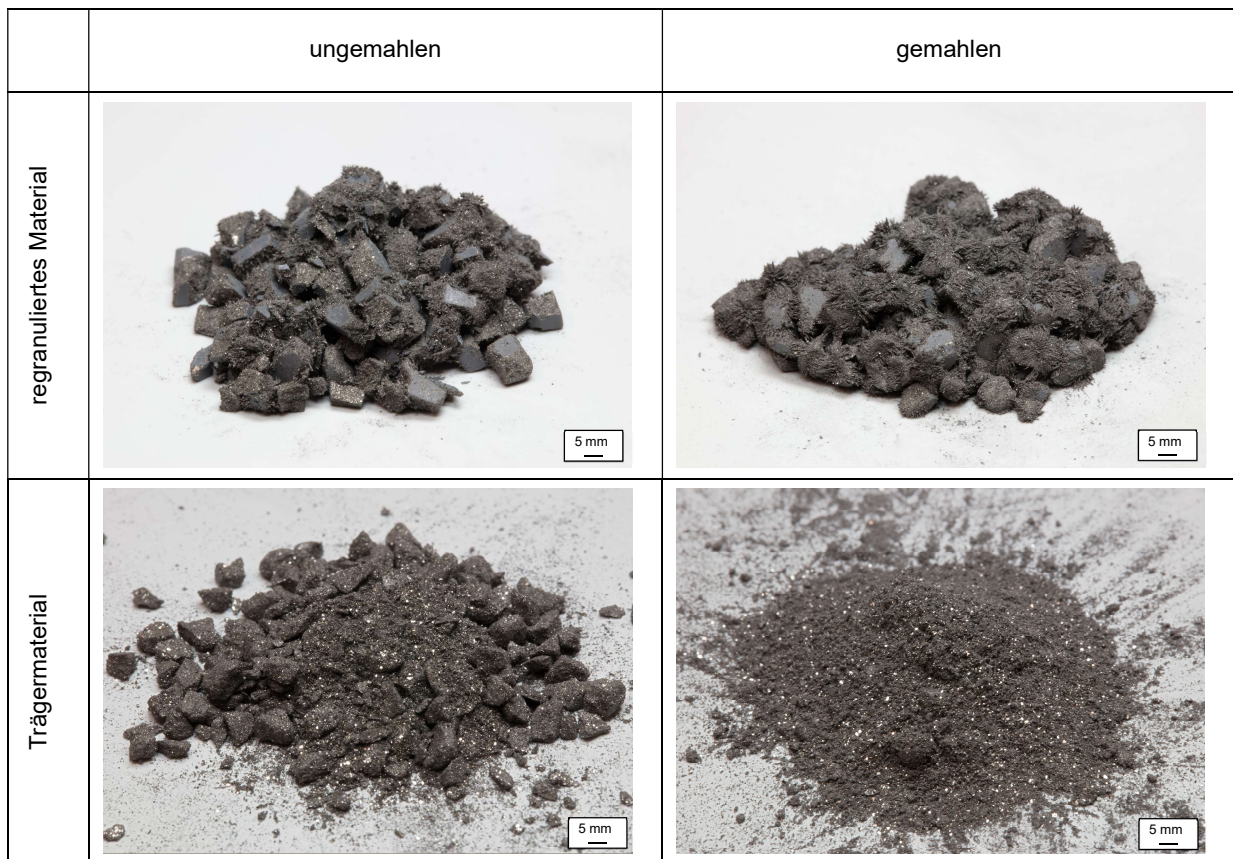


Abbildung 18: Abbild des Granulats (regranuliertes Material | Trägermaterial) im ungemahlenen und gemahlenen Zustand

Das Material wurde dabei auf 200 °C aufgeheizt. Zusätzlich wurde im Fall von reinem Epoxidharz eine Temperaturstufe bei 150 °C, im Fall des NdFeB basierten Compounds eine Temperaturstufe bei 180 °C und im Fall des SrFeO basierten Compounds eine Temperaturstufe bei 220 °C betrachtet. Um den Einfluss der Temperatur auf die Fließfähigkeit des Materials und damit eine Korrelation zu den magnetischen Eigenschaften bewerten zu können, wurden verschiedene Temperaturstufen je Materialsystem gewählt. Dabei müssen die unterschiedlichen Reaktionskinetiken in den Systemen berücksichtigt werden. Zusätzlich erfolgte für die beiden Compounds eine Integration eines Dauermagneten in den Pressvorgang, um den Einfluss durch eine Orientierung und Magnetisierung bewerten zu können. Die zylindrischen Proben hatten dabei einen Außendurchmesser von 25 mm bei einem konstanten Gewicht von 5 g. Die Höhe variierte relativ zur Integration des regranulierten Granulats. In einem zweiten Schritt wurde das gleiche Vorgehen an gemahlenem Regranulat durchgeführt, um hierdurch eine mögliche höhere Beweglichkeit und Integration des Rezyklats in das Materialsystem zu gewährleisten. Tabelle 2 fasst die untersuchten Materialsysteme relativ zur Temperaturstufe und einem Magnetisierungsschritt im Prozess zusammen. Es muss berücksichtigt werden, dass im Fall des SrFeO basierten Compounds eine Fertigung ohne ein Mahlen des Trägermaterials nicht möglich war. Zusätzlich kann eine Fertigung von Proben im Fall des Trägermaterials, das auf einem hartmagnetischen Füllstoff beruht, nicht mit einem Anteil von regranuliertem Material von 80 Gew.-% und mehr erfolgen, da hier die Anbindung zwischen den regranulierten und nicht mehr wieder aufzuschmelzenden Partikeln zu gering ausfällt. Eine Ausnahme bildet hierbei das Trägermaterial auf Basis von isotropem NdFeB und einem fein gemahlenem Rezyklat.

Tabelle 2: untersuchte Prozessvarianten in der werkstofflichen Recyclingroute von duroplastisch gebundenen Magneten mit Herstellung im Pressverfahren unter Variation des Trägermaterials, des Anteils an regranuliertem Material, der Temperaturstufe und dem Magnetisierungsschritt im Prozess

Trägermaterial		Temperaturstufe in °C	Magnetisierungsschritt durch Dauermagneten im Prozess	Anteil des regranulierten Materials in Gew.-%
Typ	Beschaffenheit			
reines EP	- [Pulverform]	150 200	nein	0 20 40 50 60 80
reines EP	- [Pulverform]	200	ja	0 20 40 50 60 80
NdFeB	ungemahlen	200	nein	0 20 40 50 60
NdFeB	gemahlen	180 200	nein	0 20 40 50 60
NdFeB	gemahlen	200	ja	0 20 40 50 60 80
SrFeO	gemahlen	200 220	nein	0 20 40 50 60
SrFeO	gemahlen	200	ja	0 20 40 50 60

Die Proben wurden im Anschluss mittels eines Permagraphen der Firma Magnetphysik Dr. Steingroever GmbH (Köln, Deutschland) hinsichtlich der Remanenz als Kenngröße der magnetischen Eigenschaften analysiert, im Anschluss durch einen Impulsmagnetisierer der Firma Magnetphysik Dr. Steingroever GmbH (Köln, Deutschland) aufmagnetisiert und entsprechend erneut im Permagraphen vermessen. Hierdurch kann der Einfluss der Orientierung und (Teil-) Magnetisierung im Prozess gegenüber der vollständigen Magnetisierung bewertet werden.

Abbildung 19 zeigt die Remanenz ohne eine Magnetisierung im Prozess relativ zum Einfluss der Temperatur (A | C | D) für die drei Trägermaterialien in Pulverform sowie zusätzlich den Einfluss der Beschaffenheit des Trägermaterials am Beispiel des hartmagnetischen Compounds auf Basis von isotropen NdFeB (B). Zusätzlich sind die Kennlinien relativ zum Rezyklatanteil relativ zum Rezyklatanteil und dem Trägermaterial aufgeführt. Diese zeigen das theoretisch maximale magnetische Potenzial der Materialien auf. Unabhängig vom Materialsystem und den Prozessparametern wird dieses magnetische Potenzial nicht vollständig ausgeschöpft. In allen Materialsystemen zeigt sich eine Erhöhung der Remanenz durch eine niedrigere Temperaturstufe, wobei dies vor allem bei hohen Rezyklatanteilen zu verzeichnen ist. Es wird angenommen, dass durch den geringen Anteil des Trägermaterials, der in Folge der Temperatur aushärtet, und das gleichzeitig hohe Temperaturniveau innerhalb der Härtung, zu einer beschleunigten Härtung und damit einer eingeschränkten Bewegungsfreiheit der hartmagnetischen Partikel führt. Demnach sollte für die Verarbeitung von Rezyklaten auf Basis von duroplastischen Materialsystemen und einer werkstofflichen Recyclingroute eine möglichst geringe Temperaturstufe gewählt werden, um eine langsame Härtung zu realisieren. Am Beispiel des hartmagnetischen Compounds auf Basis von isotropen NdFeB (B) zeigt sich deutlich, dass mit einem Rezyklatanteil von mindestens 50 % eine Bereitstellung des Trägermaterials in Granulatform zu einer Reduktion der Remanenz gegenüber einer Pulverform führt. Demnach muss eine Verarbeitung des Trägermaterials in Pulverform angestrebt werden.

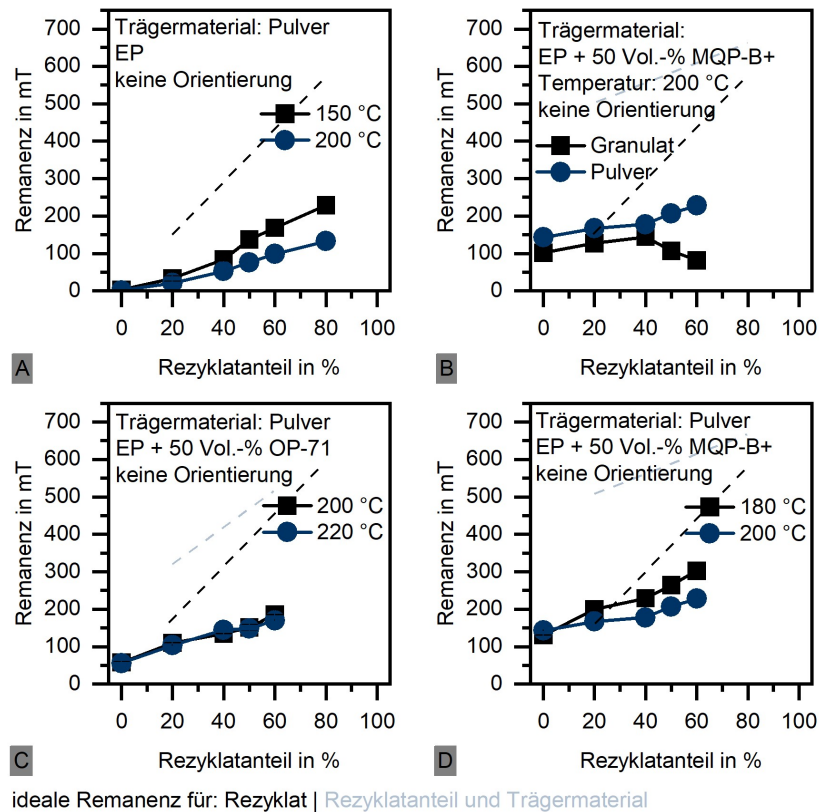
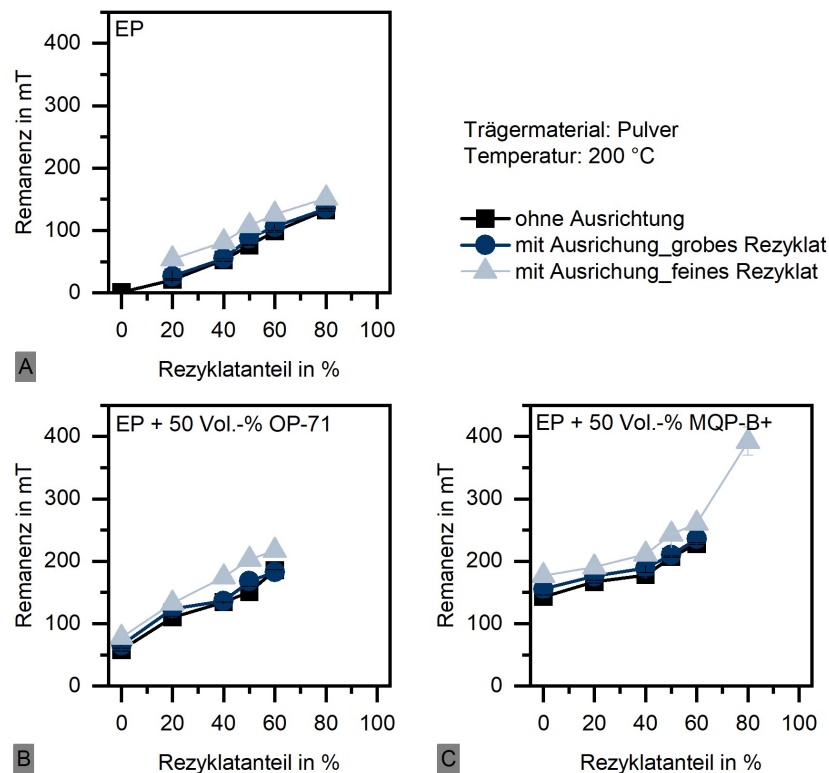


Abbildung 19: Remanenz relativ zum Rezyklatanteil in Abhängigkeit des Trägermaterials, der Temperatur und der Beschaffenheit des Trägermaterials ohne Magnetisierungsschritt

Weiterhin zeigt Abbildung 20 am Beispiel der Temperaturstufe von 200 °C und einer Beschaffenheit des Trägermaterials in Pulverform den Einfluss des Magnetisierungsschrittes und der Feinheit des Regranulierens des Rezyklatmaterials relativ zum Rezyklatanteil. Dabei ist eine leichte Zunahme der Remanenz unabhängig vom Trägermaterial durch die Magnetisierung und das feine Mahlen des Rezyklats zu verzeichnen. Entsprechend muss für die weitere Betrachtung einer werkstofflichen Recyclingroute im Fall von Duroplast basierten Materialsystemen eine Magnetisierung im Prozess berücksichtigt werden, um das magnetische Potenzial möglichst auszuschöpfen. Darüber hinaus muss eine Strategie für die Granulierung gewählt werden, bei der eine möglichst feine Mahlung des Rezyklats erfolgen kann.



n=3

Abbildung 20: Remanenz relativ zum Rezyklatanteil in Abhängigkeit des Trägermaterials mit Magnetisierungsschritt

Zusätzlich wurden auf Basis der Erkenntnisse zur Herstellung von Rezyklatproben nach der werkstofflichen Recyclingroute auch Bauteile auf Basis des Materials, das einer Temperaturlagerung unterzogen wurde, hergestellt. Hierbei wurden sowohl Proben durch das Pressen, als auch im Spritzguss hergestellt. Es muss berücksichtigt werden, dass die Rezyklatmenge gering war und daher insbesondere im Spritzguss der Probenumfang eingeschränkt war. Demnach wurde auf Basis der beiden Temperaturstufen, die im Zuge der gerafften Alterung betrachtet wurden, jeweils ein Rezyklat gewonnen, bei dem als Trägermaterial 50 Gewichts-% reines EP zugegeben wurde. Dadurch reduziert sich der Füllstoffanteil von 50 auf 10 Vol.-%. Im Fall der Proben, die über ein Pressverfahren hergestellt wurden, lag das Trägermaterial und das Rezyklat möglichst in Pulverform vor. Für die Fertigung im Spritzguss wurden beide Materialien als Granulat verarbeitet. Trotz des geringen Füllstoffanteils erfolgte keine weitere Modifikation des Gehalts, da der Aufwand für die Gewinnung des Rezyklats hoch war und demnach innerhalb des Projektkonsortiums Stichprobenversuche beschlossen wurden. Im Fall der im Pressverfahren hergestellten Proben kam eine zylindrische Geometrie mit einem Außendurchmesser von 25 mm bei einem konstanten Gewicht von 5 g zum Einsatz. Die Proben wurden bei einer Temperatur von 200 °C mit integrierter Magnetisierung hergestellt und im Anschluss nach einer Sättigungsmagnetisierung am Permagraphen hinsichtlich ihrer magnetischen Eigenschaften vermessen.

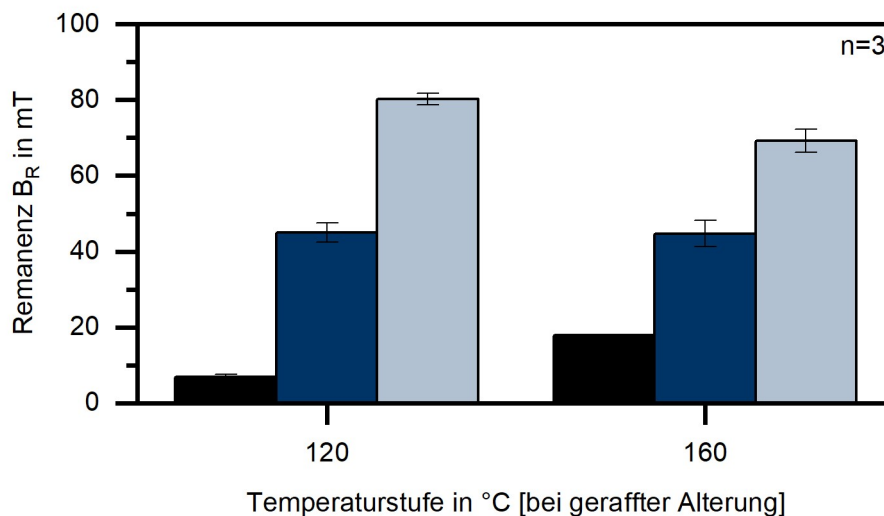
Im Fall der im Spritzguss hergestellten Proben kamen ringförmige, multipolare Probekörper mit einem Außendurchmesser von 50,6 mm und einem Innendurchmesser von 22,6 mm bei einer Dicke von 5 mm zum Einsatz. Die Fertigung erfolgte auf der Spritzgussanlage des Typs KM 80-380 CX DUR/03 der Firma Krauss-Maffei Group (München, Deutschland) bei einem Schneckendurchmesser von 30 mm. Die Prozessbedingungen wurden entsprechend Tabelle 4 gewählt, wobei der Umschaltzeitpunkt nach dem Weg gewählt wurde.

Tabelle 3: Prozessparameter für die Fertigung der Ringprobekörper im Spritzguss (Matrix: EP | Füllstofftype: NdFeB | Füllstoffgehalt: 10 Vol.-%)

Massetemperatur T_M	80 °C
Werkzeugtemperatur T_{WZ}	180 °C
Einspritzgeschwindigkeit v_{ein}	10 mm/s
Nachdruck p_N	400 bar

Die magnetischen Eigenschaften wurden mit Hilfe einer Hallsonde der Firma Heidenhain GmbH (Traunreut, Deutschland) ermittelt.

Abbildung 21 zeigt die magnetischen Eigenschaften relativ zu den beiden Herstellungsverfahren am Rezyklat und im Vergleich zum gealterten Material. Dabei muss beachtet werden, dass die Proben, die der Alterung unterzogen wurden, keiner Sättigungsmagnetisierung anlagenbedingt unterzogen wurden. Es zeigt sich deutlich, dass durch den Einsatz des Spritzgießens höhere magnetische Eigenschaften nahe den maximalen Werten für die ideale Remanenz B_R relativ zum Füllstoffgehalt erreicht werden können. Hierbei ist von einer deutlichen Zunahme der Beweglichkeit der hartmagnetischen Füllstoffe auszugehen. Im Fall der Herstellung durch das Pressen erfolgt eine leichte Erhöhung der magnetischen Eigenschaften, jedoch wird hierbei das magnetische Potenzial der Materialien nicht ausgeschöpft. Dies wird unter anderem auf eine deutliche Reduktion der Beweglichkeit der hartmagnetischen Füllstoffe zurückgeführt. Im Vergleich zu der Reduktion der magnetischen Eigenschaften ohne eine geraffte Alterung (siehe Abbildung 20) werden vergleichbare Werte erreicht, womit die Änderung der magnetischen Eigenschaften durch die Lagerung bei Temperatur bei einer erneuten Verarbeitung im Rezyklat egalisiert werden kann.



Material: EP + NdFeB

Materialzustand: 50 Vol.-% Füllstoffgehalt

■ Post-Consumer Material (nach geraffter Alterung | ohne Sättigungsmagnetisierung)

Rezyklatverarbeitung: 10 Vol.-% Füllstoffgehalt

■ im Pressverfahren (200 °C) | ■ im Spritzguss

Abbildung 21: Remanenz relativ zur Fertigung des Rezyklats [Pressverfahren | Spritzguss] und der Temperaturstufe beim gerafften Altern [120 | 160 °C]

B. Fertigung und Analyse von thermoplastisch gebundenen Magneten mit Herstellung im Spritzguss

Das Material, das aus der Düse im Spritzguss ausgetragen wurde, wird im Folgenden als Rezyklat bezeichnet. Entsprechend wurden für die beiden Typen des hartmagnetischen Füllstoffes (HM 1222 H im Fall von SrFeO und RNI-25LF2 im Fall von NdFeB), die bei den thermoplastisch gebundenen Magneten untersucht wurden, Mischungen mit anteilig Rezyklat und Neumaterial durch eine manuelle Mischung hergestellt. Der Anteil an Rezyklat betrug dabei für beide Füllstoffsysteme zwischen 0 und 100 % bei einer Abstufung von

25 % Schritten. Nach Herstellerangaben beträgt die Dichte von HM 1222 H $3,85 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ bei einer Remanenz von 313 mT für das Neumaterial; entsprechend weist RNI-25LF2 eine Dichte von $4,01 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ bei einer Remanenz von 338 mT auf.

Materialcharakterisierung - dynamische Differenzkalorimetrie-Messung

In einem ersten Schritt wurden die verschiedenen Materialsysteme analytisch bewertet, um das Verhalten im Spritzguss abschätzen zu können. Hierbei wurde zunächst das Aufschmelz- und Abkühlverhalten mit Hilfe einer dynamischen Differenzkalorimetrie-Messung (DSC) auf Basis der Norm DIN EN ISO 11357 mit Hilfe des Messgeräts DSC Discovery 2500 der Firma TA-Instruments (New Castle, Delaware, USA) unter Stickstoffatmosphäre ermittelt. Hierfür wurde das Material nach einem Vortrocknen bei 80 °C für 15 Minuten von 0 °C auf 220 °C mit einer Heizrate von 20 K pro Minute aufgeheizt (1. Aufheizen). Nach einer isothermen Haltstufe von 0,5 Minuten wurde das Material mit einer Heizrate von 20 K pro Minute auf 0 °C abgekühlt, erneut für 5 Minuten isotherm gehalten und ein weiteres Mal auf 220 °C mit der gleichen Heizrate erwärmt (2. Aufheizen). Entscheidend für die Auswertung war - neben dem Verlauf des 2. Aufheizens und des Abkühlens - der Peak (Höhe und Form) je Route. Nachdem an Hand der Füllstoffe eine Füllstoffdegradation oder die Ausbildung einer Oxidationsschicht nicht nachgewiesen werden konnte, sollte auf Basis der Materialcharakterisierung am recycelten Material eine mögliche (chemische) Alterung im Matrixmaterial untersucht werden. Dies kann im Fall von DSC Messungen durch eine Verschiebung des Kristallisationspunktes (Abkühlen) und des Schmelzpeaks (2. Aufheizen) zu niedrigeren Temperaturen nachgewiesen werden. Zudem können Alterungsprozesse auch zur Ausbildung eines Doppelpeaks und zu einer Reduktion der Enthalpie beim 2. Aufheizen führen.

Abbildung 22 zeigt den Verlauf der DSC Kurven für die beiden Materialsysteme auf Basis des hartmagnetischen Füllstoffes SrFeO (A und B) und NdFeB (C und D) für das 2. Aufheizen und das Abkühlen. Für beide Füllstofftypen kommt es zu einer deutlichen Reduktion der Peakhöhe und einer Verschiebung hin zu niedrigeren Temperaturen beim 2. Aufheizen und beim Abkühlen ab einem Anteil an recycelten Material von mehr als 50 %. Dabei muss berücksichtigt werden, dass die Enthalpie, die für das Aufheizen und Abkühlen benötigt wird, im Fall von SrFeO niedriger gegenüber NdFeB ausfällt. Der hartmagnetische Füllstoff selbst ist dabei nicht Teil der Reaktion und Phasentransformation, wodurch das unterschiedliche kinetische Verhalten relativ zu den beiden Füllstofftypen auf der Wärmekapazität c und der thermischen Leitfähigkeit λ beruht. SrFeO nimmt dabei für die Wärmekapazität c einen Wert von $0,64 \text{ J}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ und für die thermische Leitfähigkeit λ einen Wert von $2,3 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ ein, während NdFeB für c $0,42 \text{ J}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ und für λ $6,1 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ erreicht. Bedingt durch die deutliche Zunahme von λ im Fall von NdFeB bei einer gleichzeitigen Reduktion von c , erreicht NdFeB ein höheres Niveau für die Enthalpie gegenüber SrFeO. Gleichzeitig wird eine Veränderung des Matrixmaterials bedingt durch Alterungsprozesse erst ab einem Anteil von mehr als 50 % des recycelten Materials erreicht. Bei einem geringeren Anteil des recycelten Materials hat das Neumaterial eine ausreichende Stützwirkung, wodurch die kinetischen Eigenschaften im Materialsystem nicht oder nur geringfügig verändert werden.

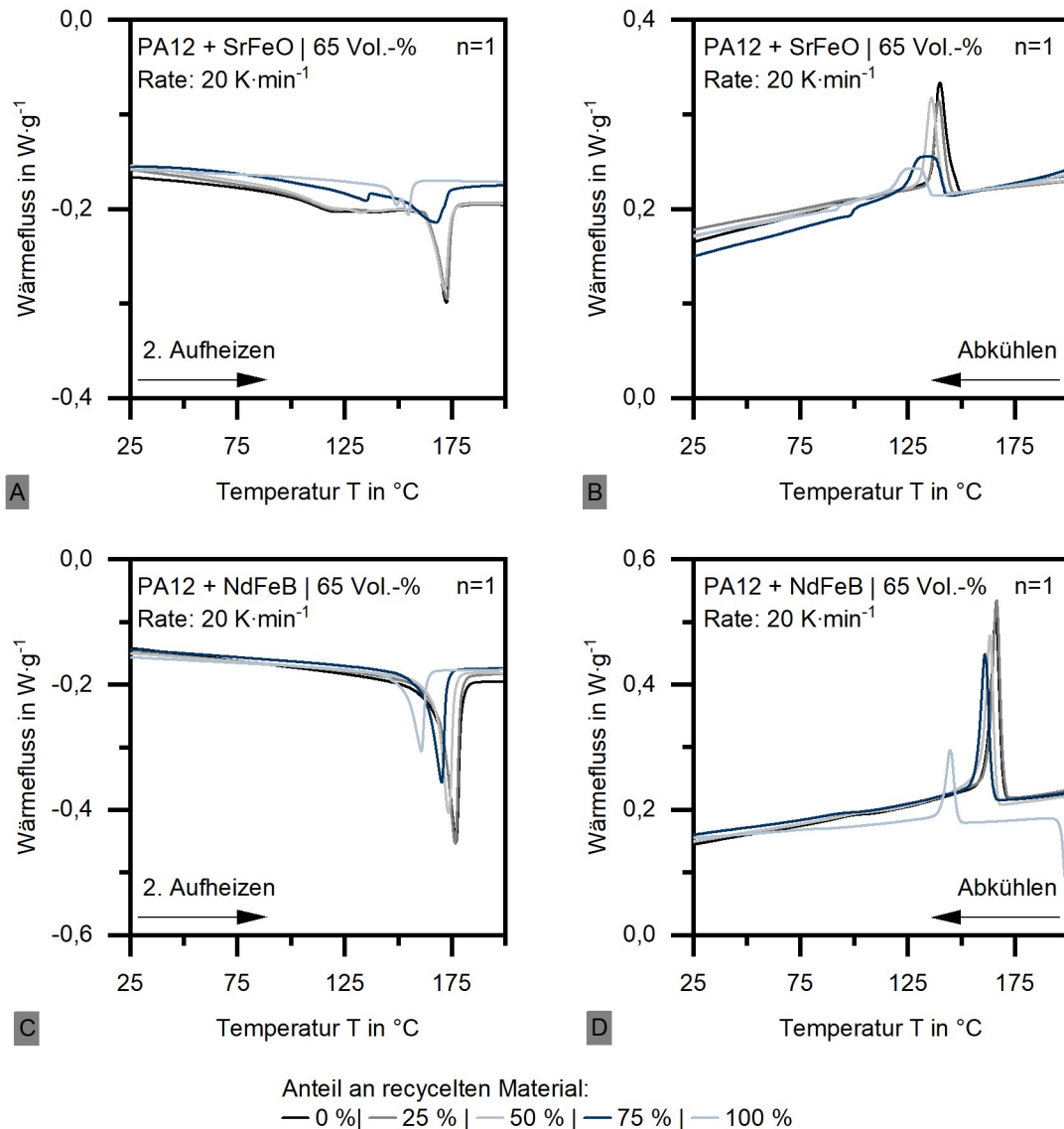


Abbildung 22: Verlauf der DSC Messung entsprechend dem 2. Aufheizen und dem Abkühlen für die beiden hartmagnetischen Füllstoffe SrFeO (A | B) und NdFeB (C | D) relativ zum Anteil des recycelten Materials (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%)

Materialcharakterisierung - thermogravimetrische Messung

Um eine Materialalterung (vornehmlich im Bereich des Matrixmaterials) weiter nachweisen zu können, wurden thermogravimetrische Messungen (TGA) auf Basis der Norm DIN EN ISO 11358 am Messgerät TGA-Q 5000 der Firma TA-Instruments (New Castle, Delaware, USA) unter Stickstoffatmosphäre durchgeführt. Hierbei kann eine Alterung durch eine Verschiebung der Kurven hin zu niedrigeren Temperaturen oder Zeiten nachgewiesen werden. Es wurden zum einen dynamische Messungen durchgeführt, bei denen das Material nach einem Vortrocknen bei 80 °C für 20 Minuten auf 800 °C mit einer Heizrate von 20 K pro Minute aufgeheizt wurden. Zum anderen wurden das Material im Rahmen von isothermen Messungen bei 385 °C für 90 Minuten gehalten, wobei jeweils die Masseänderung erfasst wurde.

Die Masseänderung relativ zur Temperaturerhöhung (A) sowie relativ zur der Zeit (B) sind exemplarisch in Abbildung 23 für die Füllstofftype NdFeB aufgeführt. Da die beiden Füllstoffsysteme im Fall der TGA Messungen ein ähnliches Verhalten aufzeigen, wird das Verhalten nur im Fall von NdFeB im Detail erläutert. Die Masseänderung relativ zur Temperaturerhöhung führt zu einer Reduktion der Masse bei etwa 350 °C und erreicht im zweiten Plateau einen konstanten Wert von 90 Gew.-%. Dies entspricht einem Füllstoffgehalt von 65 Vol.-%, die im Materialsystem enthalten sind. Ab einem Anteil des recycelten Materials von über 50 % kommt es zu einer Verschiebung der Masseänderung hin zu niedrigeren Temperaturen, was erneut

auf eine entsprechende Alterung des Matrixmaterials hinweist. Dadurch wird das Plateau im Fall von 100 % recycelten Material bereits bei 650 °C (gegenüber 720 °C bei Neumaterial) erreicht. Im Fall der Masseänderung relativ zu der Zeit kommt es entsprechend zu einer Erhöhung des Gradienten der Masseänderung mit steigendem Anteil an recycelten Material. Dabei wurde die Temperatur der isothermen Messung als Wendepunkt des Abfalls zum ersten Plateau in der dynamischen Messung gewählt. Anders als bei der DSC Messung und der dynamischen TGA Messung kommt es bei der isothermen TGA Messung zu einem kontinuierlichen Anstieg des Gradienten mit steigendem Rezyklatanteil. Demnach kann hier - ähnlich wie bei der bisherigen Materialcharakterisierung - zwar eine Veränderung des Materialverhaltens durch einen Alterungsprozess nachgewiesen werden, allerdings entfällt die Stützwirkung bis zu einem Anteil von 50 % des recycelten Materials.

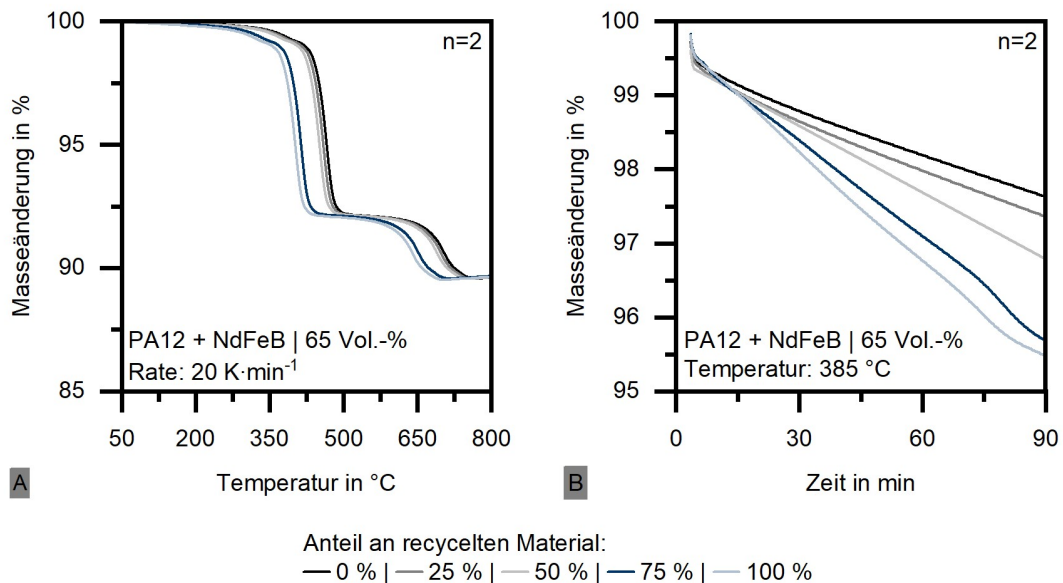


Abbildung 23: Verlauf der TGA Messung (A: dynamisch | B: isotherm) exemplarisch für den hartmagnetischen Füllstoff NdFeB relativ zum Anteil des recycelten Materials (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%)

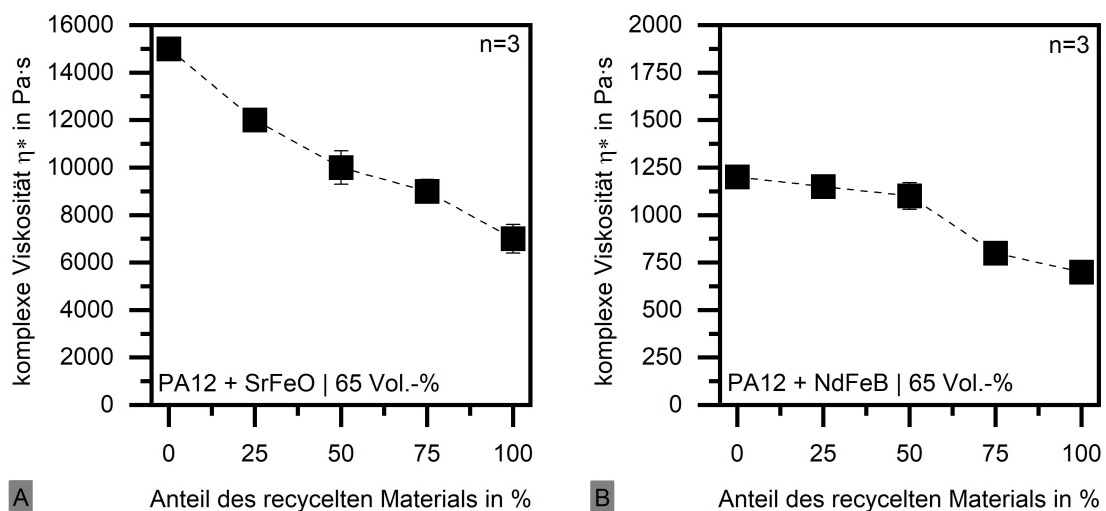
Materialcharakterisierung - Rotationsviskosimetrie Messung

Abschließend wurde das Materialverhalten im Hinblick auf die Viskosität charakterisiert, da diese eine wichtige Kenngröße im Hinblick auf eine mögliche Orientierung der hartmagnetischen Füllstoffe darstellt. Für die Bestimmung der Viskosität in Bezug auf eine Verarbeitung im Spritzguss ist das Hochdruck-Kapillar-Rheometer geeignet, um entsprechend hohe Scherrate abbilden zu können. Allerdings neigen hochgefüllte Materialsysteme - insbesondere im Hinblick auf einen hohen Anteil an recycelten Material - in diesem Messgerät zu einer Partikelinteraktion und einer Brückenbildung, womit eine reproduzierbare Materialcharakterisierung nur schwer möglich ist. Entsprechend wurde im Rahmen des Projektes die Viskosität an Hand von Rotationsviskosimetrie Messungen ermittelt, wobei hierfür das Messgerät Discovery Hybrid Rheometer 2 der Firma TA-Instruments (New Castle, Delaware, USA) mit zwei Platten und einer Scherbelastung zum Einsatz kam. Die Scherung war dabei anlagenbedingt im Vergleich zum eigentlichen Prozess deutlich niedriger, allerdings wurde im Projektkonsortium entschieden, dass ein Vergleich der Materialien unter einander bei gleichen Messbedingungen trotz der geringen Scherrate zulässig ist. Weiterhin kann durch die geringe Scherrate eine höhere Messgenauigkeit positiv genutzt werden.

Für die Bestimmung des Viskositätsverhaltens wurden zwei Messrouten verfolgt. Zum einen wurde die komplexe Viskosität η^* bei einer konstanten Temperatur von 190 °C (und damit oberhalb der Peaktemperatur entsprechend der DSC Messung nach Abbildung 22), einer Axialkraft von 5 N bei einer Frequenz von 1 Hz und einer oszillierenden Belastung von 10² % ermittelt. Bedingt durch den hohen Füllstoffgehalt eignet sich eine oszillierende Belastung mehr gegenüber einer rotierenden Belastung, da die Füllstoffe entsprechend gleichmäßig orientiert werden und das Abgleiten der Messplatte auf der rauen Oberfläche der Füllstoffe verhindert werden kann. Zum anderen wurde der elastische und viskose Anteil des Fließens mit Hilfe der

Bestimmung der Kriechnachgiebigkeit J definiert. Hierfür wurde eine geringe und konstante Axialkraft von 0,07 N bei einer Temperatur von 190 °C appliziert. Durch das Anlegen einer Tangente im Bereich des maximalen Wertes der Kriechnachgiebigkeit (J_{\max}) und dem Schnittpunkt mit der Ordinate kann der elastische Anteil der Kriechnachgiebigkeit (J_E) definiert werden. Die Differenz zwischen J_{\max} und J_E entspricht dann dem viskosen Anteil der Kriechnachgiebigkeit (J_V).

Entsprechend Abbildung 24 ist der Einfluss des Anteils des recycelten Materials im Materialsystem bei einem hartmagnetischen Füllstoff von SrFeO (A) und NdFeB (B) auf die komplexe Viskosität η^* aufgezeigt. Auffallend ist hierbei, dass NdFeB eine um etwa eine Dekade geringe komplexe Viskosität η^* erreicht, womit eine entsprechend höhere Beweglichkeit der Füllstoffe innerhalb des Matrixmaterials zu erwarten ist. In beiden Materialsystemen kommt es an sich aber zu einer Reduktion der komplexen Viskosität η^* mit steigendem Anteil an recycelten Material, wobei η^* jeweils nahezu halbiert wird. Die Abnahme von η^* ist dabei in beiden Fällen des Materialsystems linear, allerdings muss hierbei jeweils der Gradient unterschieden werden. Eine generelle Reduktion von η^* kann im Fall von recycelten Material auf eine Reduktion der Kettenlänge zurückgeführt werden (und damit einem Mechanismus der chemischen Alterung), der durch den Temperatureintrag bedingt werden kann.



Axialkraft: 5 N | Frequenz: 1 Hz | oszillierende Belastung: 10^2 | Temperatur: 190 °C

Abbildung 24: Einfluss des Anteils des recycelten Materials auf die komplexe Viskosität η^* für die beiden hartmagnetischen Füllstoffe SrFeO (A) und NdFeB (B) (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%)

Weiterhin zeigt Abbildung 25 den Verlauf der Kriechnachgiebigkeit J (A) exemplarisch für den hartmagnetischen Füllstoff NdFeB relativ zum Anteil des recycelten Materials zwischen 0 und 75 %. Dabei wird die Standardabweichung nur an jedem 25ten Messpunkt angegeben, um eine entsprechende Übersichtlichkeit zu wahren. Durch eine Zunahme des Anteils an recycelten Material nimmt der Absolutwert von J_{\max} ab. In Abbildung 25B wird zudem der relative und normierte (Referenz: Neumaterial) Anteil des viskosen Fließens (J_V) und damit der unveränderliche Fließanteil in Abhängigkeit des Anteils an recycelten Material aufgezeigt. Dabei zeigt sich eine lineare Abhängigkeit zwischen dem Anstieg des Anteils an recycelten Material und einer Abnahme des Anteils am viskosen Fließen (J_V).

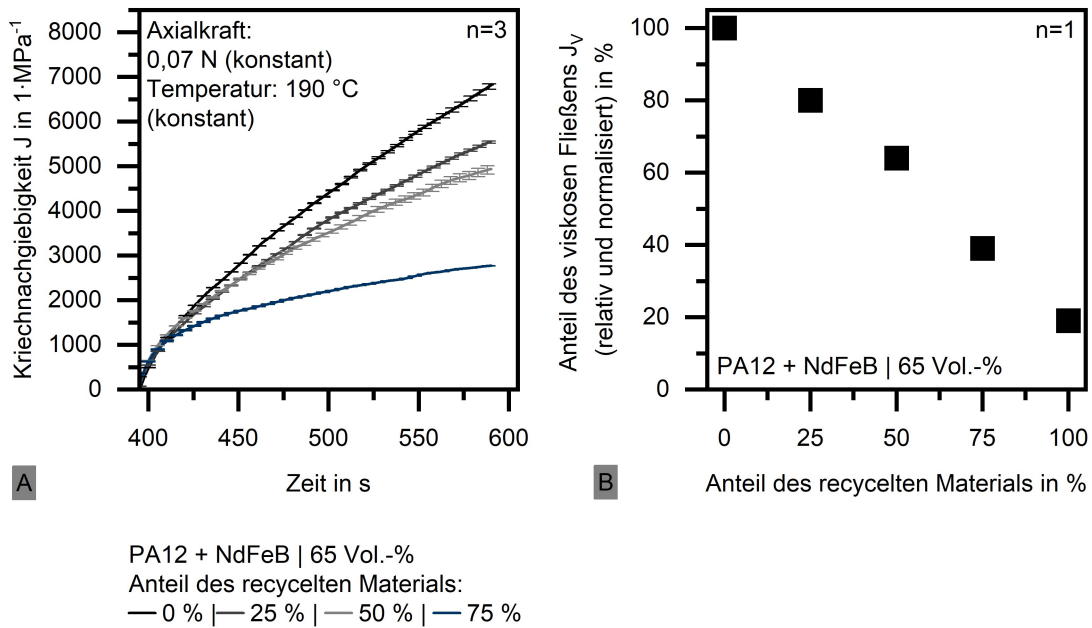
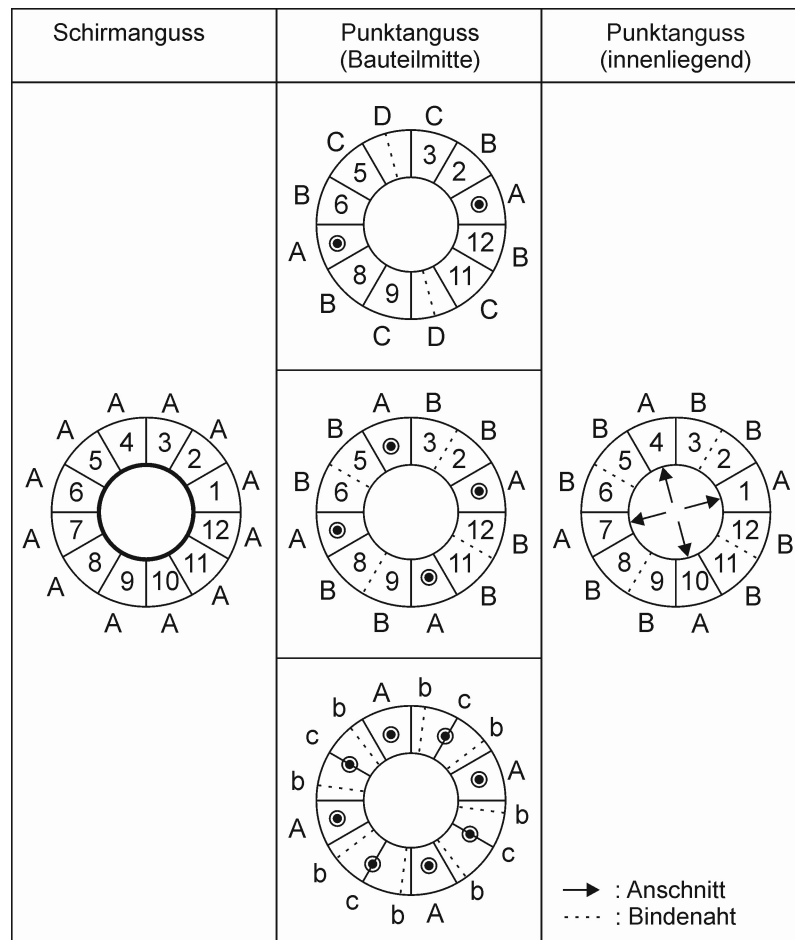


Abbildung 25: Verlauf der Kriechnachgiebigkeit J (A) und des Anteil des viskosen Fließens J_v (relativ, normalisiert) (B) in Abhängigkeit des Anteils am recycelten Material exemplarisch für den hartmagnetischen Füllstoff NdFeB (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%)

Entsprechend kommt es durch den Anstieg des Anteils an recyceltem Material innerhalb des Materialsystems zu einem chemischen Alterungsprozess, der an Hand der DSC Messung und der TGA Messung aufgezeigt werden kann. Im Hinblick auf die Verarbeitung im Spritzguss führt dies vor allem zu einer Reduktion der benötigten Enthalpie für die Phasenumwandlung und zu einer Verlagerung der Peaks zu niedrigeren Temperaturen. Hierdurch kann eine Reduktion der Masstemperatur möglich sein, die den energetischen Aufwand innerhalb des Spritzgießens von recyceltem Material reduziert. Weiterhin wird das Viskositätsverhalten durch den Anteil an recyceltem Material beeinflusst, wodurch zum einen die komplexe Viskosität η^* selbst reduziert wird und zum anderen der Anteil innerhalb des Fließens hinsichtlich elastischen und viskosen Verhalten verändert wird. Entsprechend wird durch einen Anstieg des Anteils an recyceltem Material auch der Anteil am elastischen Fließen J_E erhöht (respektive der Anteil des viskosen Fließens J_v reduziert). Dadurch kommt es vornehmlich zu spontanen Abstandsänderungen zwischen den Molekülen und weniger zu irreversiblen Umlagerungsprozessen. Gerade der Anstieg der spontanen Abstandsänderung kann sich jedoch nachteilig auf die Orientierung auswirken, da der Zustand der orientierten Füllstoffe nicht eingefroren wird (bedingt durch irreversible Umlagerungsprozesse in Folge des viskosen Fließens), sondern durch spontane Abstandsänderungen weiter verändert werden kann. Demnach zeigt die Charakterisierung der Viskosität zwei gegenläufige Effekte auf die Orientierung der hartmagnetischen Füllstoffe und damit auf den Einfluss der magnetischen Eigenschaften.

Bauteilherstellung

Die thermoplastisch basierten Magnete wurden - gemäß 3.3.2B - an einer Spritzgussanlage gefertigt. Um neben der Variation des Anteils des recycelten Materials zusätzlich die Fließbedingungen im Spritzguss zu untersuchen, wurden verschiedene Angussysteme betrachtet. Entsprechend Abbildung 26 wurde ein Schirmanguss (innenliegend), ein 2 | 4 und 8-facher Punktanguss (jeweils auf der Bauteilmitte positioniert) und ein 4-facher Punktanguss (innenliegend) betrachtet. Dabei ergeben sich je nach Angussystem unterschiedliche Positionen für die Bindenähte, die im Fall eines Schirmangusses vollständig umgangen werden konnten. Für die spätere Auswertung im Hinblick auf die magnetischen Eigenschaften wurden den Polen jeweils Buchstaben (zwischen A und D) zugewiesen, um je Angussystem die gleichen charakteristischen Pole betrachten zu können. Im Fall des 8-fachen Angusses liegt die Bindenaht weder in der Polmitte, noch in der Polteilung, wodurch zwei weitere charakteristische Punkte mit b und c eingeführt wurden.



Hilfe eines Drehwinkelgebers der Firma Heidenhain GmbH (Traunreut, Deutschland) erfasst wurde, ausgegeben. Für die radiale Datenerfassung am Umfang der Ringprobekörper wurde die Welle über einen Motor mit einer einstellbaren Drehzahl und Umdrehungsanzahl bzw. Laufzeit angetrieben. Die Messungen wurden dabei bei Raumtemperatur durchgeführt.

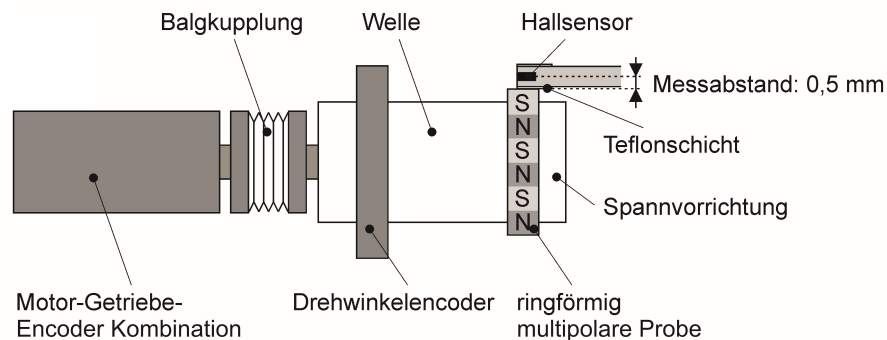


Abbildung 27: schematische Darstellung des Prüfstandes zur Charakterisierung der magnetischen Eigenschaften an Ringprobekörpern

Idealerweise weist der Verlauf der magnetischen Flussdichte am Außendurchmesser der Ringprobekörper eine Sinusform auf. Entsprechend wurde unter Berücksichtigung der charakteristischen Pole je Angussystem die Peakflussdichte in der Polmitte ermittelt. Zusätzlich wurde der Winkel zwischen zwei Nulldurchgängen (entsprechend einer Polteilung) bestimmt, wobei dieser bei einem 12 poligen Ring idealerweise 30° betragen sollte. Dementsprechend wurden die Ringprobekörper nicht nur in Bezug auf die Peakflussdichte je charakteristischen Pol, sondern auch in Bezug auf die Abweichung in der Polgenauigkeit bewertet. Als Kriterium wurde hierbei eine maximale Abweichung des Betrags der Peakflussdichte je Materialsystem von 20 % relativ zum Neumaterial angesetzt. Weiterhin sollte die Abweichung von der Polteilung (Polgenauigkeit) kleiner 1° sein.

Abbildung 28 zeigt die Änderung der magnetischen Peakflussdichte an den charakteristischen Polen relativ zum Anteil des recycelten Materials exemplarisch am hartmagnetischen Füllstoff SrFeO für die verschiedenen Angussysteme (A-E) auf. Dabei konnte nur im Fall des 4-fachen Punktangusses (innenliegend | Abbildung 28E) ein Rezyklatanteil von 100 % verarbeitet werden. Im Fall der anderen Angussysteme konnten die Materialsysteme nur verarbeitet werden, wenn der Anteil an recycelten Material maximal 50 % betrug. Ausnahme war hierbei der 8-fache Punktanguss (Abbildung 28C), bei dem nur 25 % Rezyklatanteil realisiert werden konnte. Demnach hat das Angussystem und damit die Fließbedingungen bei der Bauteilfüllung einen erheblichen Einfluss auf den möglichen und zu verarbeitenden Anteil an Rezyklatmaterial. Weiterhin führt eine Erhöhung des Anteils an recycelten Material zu einer Reduktion der magnetischen Eigenschaften. Tabelle 5 fasst die möglichen Anteile an recycelten Material relativ zum Angussystem zusammen.

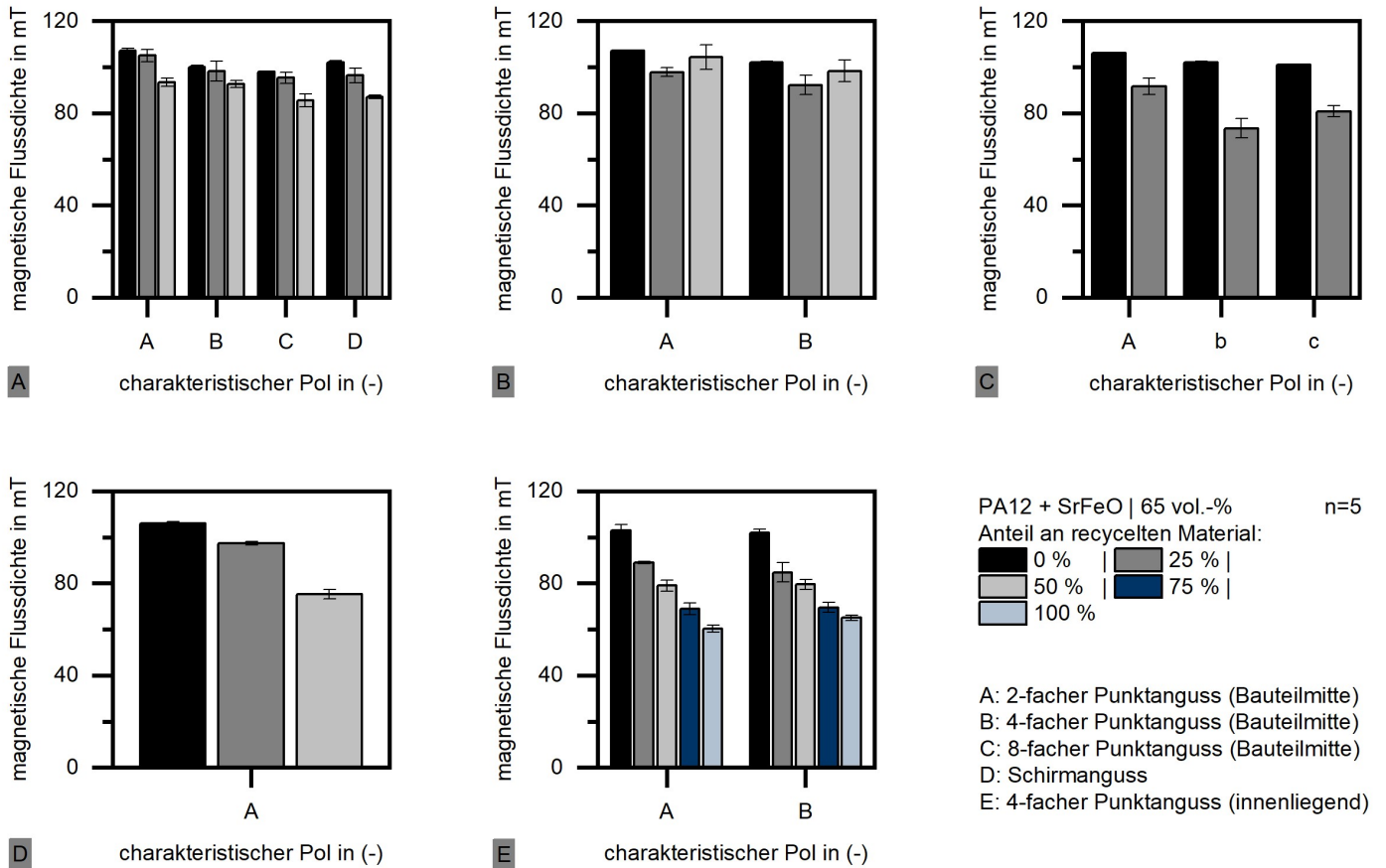


Abbildung 28: magnetische Flussdichte relativ zu den charakteristischen Polen je Angussssystem (A: 2-facher Punktanguss (Bauteilmitte) | B: 4-facher Punktanguss (Bauteilmitte) | C: 8-facher Punktanguss (Bauteilmitte) | D: Schirmanguss | E: 4-facher Punktanguss (innenliegend)) und in Abhängigkeit des Anteils an recyceltem Material für den hartmagnetischen Füllstoff SrFeO (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%)

Tabelle 5: mögliche Konfigurationen in Abhängigkeit des Angussystems und des Anteils an recyceltem Material unter Berücksichtigung einer Realisierung im Spritzguss (Matrix: PA12 | Füllstofftype: SrFeO | NdFeB | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%) [möglich | nicht möglich]

Angussystem	2-facher Punktanguss (Bauteilmitte)	4-facher Punktanguss (Bauteilmitte)	8-facher Punktanguss (Bauteilmitte)	Schirmanguss	4-facher Punktanguss (innenliegend)
Anteil an recyceltem Material in %					
0	möglich	möglich	möglich	möglich	möglich
25	möglich	möglich	möglich	möglich	möglich
50	möglich	möglich	nicht möglich	möglich	möglich
75	nicht möglich	nicht möglich	nicht möglich	nicht möglich	möglich
100	nicht möglich	nicht möglich	nicht möglich	nicht möglich	nicht möglich

Die Abweichung von der maximalen Peakflussdichte des Neumaterials (0% Anteil an recyceltem Material) ist in Abbildung 29 für den hartmagnetischen Füllstoff SrFeO (A) und NdFeB (B) jeweils relativ zu den verschiedenen Angussystemen und einem variablen Anteil an recyceltem Material aufgeführt. Dabei hat sowohl der Anteil des recycelten Materials, als auch das Angussystem einen deutlichen Einfluss auf die Änderung der maximalen Peakflussdichte. Für beide Füllstofftypen nimmt zum Beispiel die Abweichung von der maximalen Peakflussdichte des Neumaterials für 25 % Anteil des recycelten Materials nahezu linear

mit steigender Anzahl der Punktangüsse zu, während bei 50 % Anteil des recycelten Materials eine Reduktion der Abweichung mit steigender Punktangusszahl zu verzeichnen ist, solange eine Fertigung in sich noch realisiert werden kann. Entsprechend fasst Tabelle 6 unter Berücksichtigung des Bewertungskriteriums zur Peakflussdichte (maximale Abweichung unter 20 % relativ zum Neumaterial) die Konfigurationen zusammen, die realisiert werden können. Dabei zeigt sich eine weitere Reduktion der Konfigurationen gegenüber Tabelle 5, da neben der generellen Realisierung auch noch die zu erreichenden magnetischen Eigenschaften bewertet wurden.

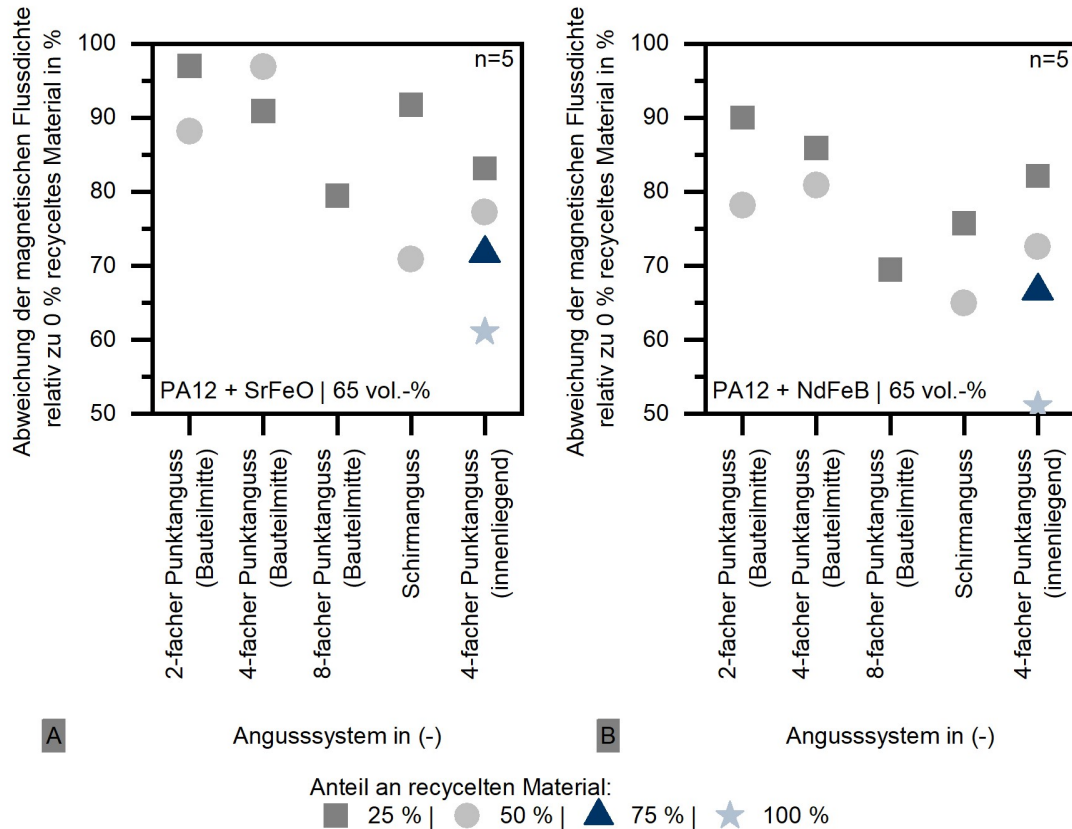


Abbildung 29: Abweichung der magnetische Flussdichte relativ zu 0 % recyceltem Material (Neuware) je Angusssystem und in Abhängigkeit des Anteils an recyceltem Material für den hartmagnetischen Füllstoff SrFeO (A) und NdFeB (B) (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%)

Tabelle 6: mögliche Konfigurationen in Abhängigkeit des Angusssystems und des Anteils an recyceltem Material unter Berücksichtigung einer Realisierung im Spritzguss und dem Bewertungskriterium für die magnetische Flussdichte (maximal 20 % Abweichung von Neuware) (Matrix: PA12 | Füllstofftype: SrFeO | NdFeB | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%) [möglich | nicht möglich]

Angusssystem	2-facher Punktanguss (Bauteilmitte)		4-facher Punktanguss (Bauteilmitte)		8-facher Punktanguss (Bauteilmitte)		Schirmanguss		4-facher Punktanguss (innenliegend)	
	SrFeO	NdFeB	SrFeO	NdFeB	SrFeO	NdFeB	SrFeO	NdFeB	SrFeO	NdFeB
25	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
50	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
75	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
100	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■

Die Abweichung von der Polteilung relativ zu den verschiedenen Angusssystemen (A-E) und in Bezug auf den Anteil des recycelten Materials ist exemplarisch für den hartmagnetischen Füllstoff SrFeO in Abbildung

30 aufgeführt. Dabei zeigt sich eine ähnliche Ausbildung der Abweichung von der Polteilung für die beiden hartmagnetischen Füllstoffe. Auffallend ist hierbei die geringe Abweichung von der Polteilung im Fall eines Schirmangusses (Abbildung 30D), bei dem die Polteilung des äußeren Richtfeldes nahezu detailgetreu abgebildet wird. Dies kann auf die gleichmäßige Füllung zurückgeführt werden. Ein ähnliches Verhalten wird auch für den 8-fachen Punktanguss (Abbildung 30C) erreicht. Insbesondere im Fall des 4-fachen Punktangusses (Abbildung 30B und E) nimmt die Abweichung von der Polteilung deutlich zu und erreicht Werte von bis zu 3° . Mit Ausnahme des 4-fachen Punktangusses (innenliegend | Abbildung 30E) wirkt sich der Anteil des recycelten Materials nur geringfügig auf die Abweichung der Polteilung aus, wobei eine Tendenz in der Zunahme der Abweichung mit steigendem Rezyklatanteil besteht. Unter Berücksichtigung des Bewertungskriteriums einer maximalen Abweichung von der Polteilung unter 1° , fasst Tabelle 7 die möglichen Konfigurationen abschließend zusammen. Dabei wird sowohl eine generelle Möglichkeit zur Fertigung, als auch die Einhaltung des Bewertungskriteriums im Hinblick auf die magnetischen Eigenschaften (maximale Peakflussdichte) berücksichtigt. Entsprechend kann im Fall des hartmagnetischen Füllstoffes SrFeO eine größere Variation des Angussystems gegenüber NdFeB im Fall eines Anteils von 25 % des recycelten Materials erfolgen. Eine Fertigung mit einem Anteil von mehr als 50 % recycelten Material ist für beide Füllstoffsysteme unter Beachtung der Bewertungskriterien nicht möglich. Unter Berücksichtigung der Materialcharakterisierung können die magnetischen Eigenschaften in Bezug auf die maximale Peakflussdichte und die Abweichung von der Polteilung in einem ähnlichen Maße relativ zur Neuware mit einem Rezyklatanteil von maximal 50 % erreicht werden. Hierbei kann die in der Analyse des Materialverhaltens aufgezeigte Stützwirkung durch den Anteil der Neuware genutzt werden. Bei einer weiteren Erhöhung des Rezyklatanteils von mehr als 50 % müssen deutliche Abnahmen in den magnetischen Eigenschaften und eine eingeschränkte Wahl der Angussysteme berücksichtigt werden. Entsprechend muss eine Wahl des möglichen Rezyklatanteils in Abhängigkeit von der Anwendung bestimmt werden.

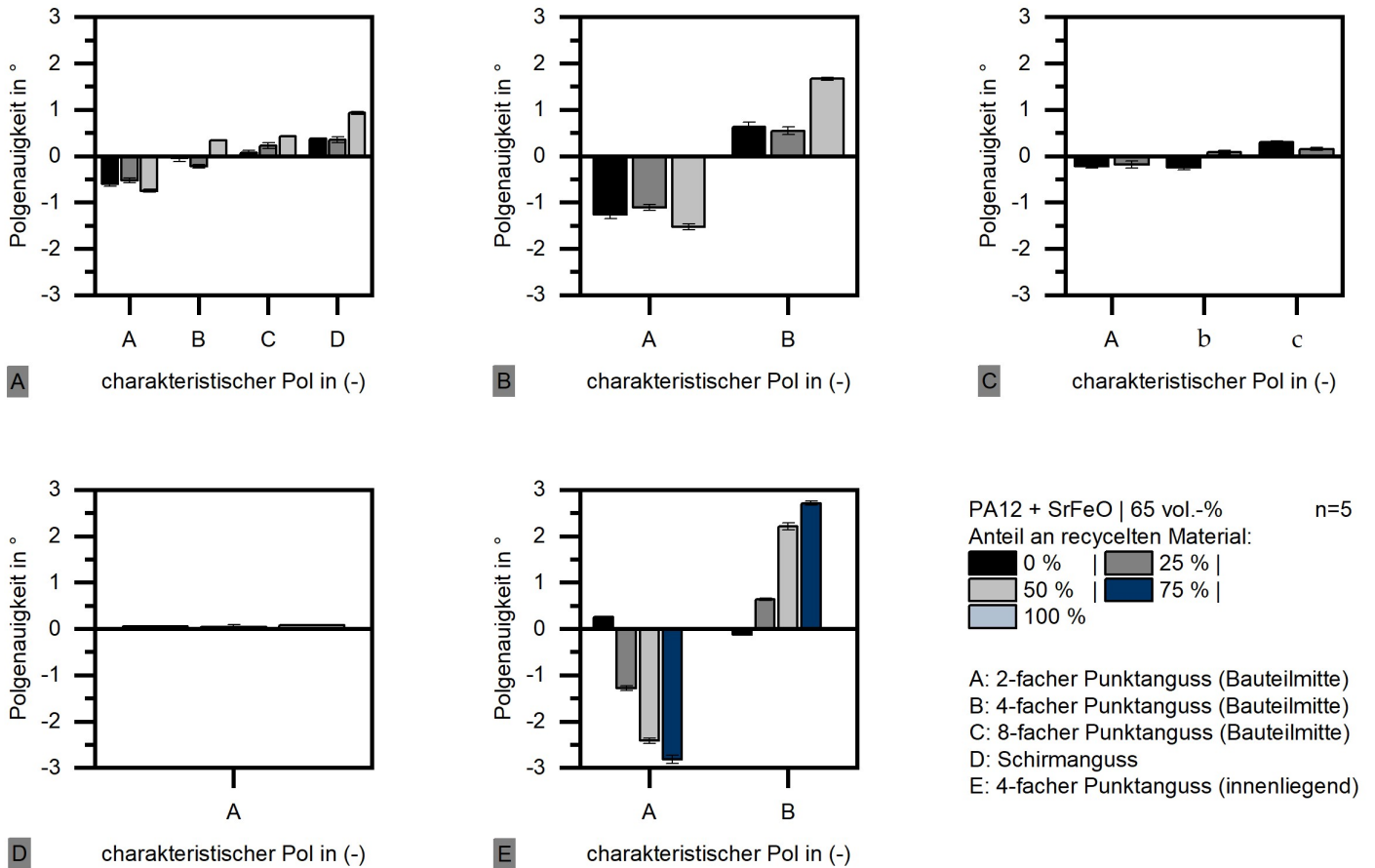


Abbildung 30: Polgenauigkeit relativ zu den charakteristischen Polen je Angussssystem (A: 2-facher Punktanguss (Bauteilmitte) | B: 4-facher Punktanguss (Bauteilmitte) | C: 8-facher Punktanguss (Bauteilmitte) | D: Schirmanguss | E: 4-facher Punktanguss (innenliegend)) und in Abhängigkeit des Anteils an recyceltem Material für den hartmagnetischen Füllstoff SrFeO (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%)

Tabelle 7: mögliche Konfigurationen in Abhängigkeit des Angussystems und des Anteils an recyceltem Material unter Berücksichtigung einer Realisierung im Spritzguss und dem Bewertungskriterium für die magnetische Flussdichte (maximal 20 % Abweichung von Neuware) sowie die Polgenauigkeit (maximal 1° Abweichung) (Matrix: PA12 | Füllstofftype: SrFeO | NdFeB | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%) [möglich | nicht möglich]

Angussystem	2-facher Punktanguss (Bauteilmitte)		4-facher Punktanguss (Bauteilmitte)		8-facher Punktanguss (Bauteilmitte)		Schirmanguss		4-facher Punktanguss (innenliegend)	
	SrFeO	NdFeB	SrFeO	NdFeB	SrFeO	NdFeB	SrFeO	NdFeB	SrFeO	NdFeB
25	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
50	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
75	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■
100	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■

Bauteilcharakterisierung - Füllstofforientierung

Neben den magnetischen Eigenschaften wurde auch die Orientierung der Füllstoffe betrachtet, um die Reduktion der magnetischen Eigenschaften entsprechend nachvollziehen zu können. Hierfür wurden die halben Ringprobenkörper in kalt härtendem Epoxidharz (Type: Epofix, Firma: Struers GmbH, Ottensoos, Deutschland) eingebettet und im Anschluss die halbe Ringprobenhöhe über eine wassergekühlte Säge bei

minimalen Temperatureintrag entfernt. Dadurch konnten die Mikroskopie-Aufnahmen der Füllstofforientierung mittig innerhalb der Probenhöhe und senkrecht zur erwarteten längsten Achse der Füllstoffe durchgeführt werden. Die polierte Probenoberfläche wurde unter einem Stereomikroskop vom Typ Axio Zoom.V16 der Firma Carl Zeiss AG (Oberkochen, Deutschland) im Auflicht betrachtet. Dabei wurden Aufnahmen an verschiedenen Positionen im Angussbereich (charakteristischer Pol A) und im benachbarten Pol B gemacht, wobei jeweils eine Aufnahme am Außendurchmesser und eine mittig über die Breite in der Polmitte der beiden Pole und in der Polteilung erstellt wurden. Zusätzlich wurde eine Aufnahme zwischen der Polmitte und der -teilung im charakteristischen Pol A als Übergangsbereich gemacht. Die entsprechende Bezeichnung der Aufnahmen nach der Lage innerhalb des Probekörpers kann Tabelle 8 entnommen werden. Gemäß dem äußeren Magnetfeld wird eine Orientierung in 0° Richtung an den Positionen I, i, III und iii sowie eine Orientierung in 90° an den Positionen II und ii erwartet. An der Stelle iv stellt sich idealerweise eine Orientierung von 45° als Übergangsbereich ein. Gerade bei der Verarbeitung von Thermoplasten kommt es in Abhängigkeit der Wahl der Prozessparameter zu einer Ausbildung einer schnell erstarrten Randschicht, womit insbesondere die Orientierung an den Positionen I, II und III keine Vorzugsrichtung aufweisen kann.

Tabelle 8: Probenbezeichnung der Mikroskopie-Aufnahmen zur Bestimmung der Füllstofforientierung

Bezeichnung	Charakteristischer Pol	Lage relativ zum Außendurchmesser
I	A	Außendurchmesser
II	A B	Außendurchmesser
III	B	Außendurchmesser
i	A	mittig über Probenbreite
ii	A B	mittig über Probenbreite
iii	B	mittig über Probenbreite
iv	A	mittig über Probenbreite

Das Füllstoffverhalten für die beiden Füllstofftypen ist ähnlich, womit nur das Verhalten von SrFeO aufgezeigt wird. Exemplarisch zeigt Abbildung 31 die Orientierung der Füllstoffe im Randbereich (A) und mittig (B) für einen 4-fachen Punktanguss (Bauteilmitte) und 50 % Rezyklatanteil. Im Randbereich (Abbildung 31A) wird eine Orientierung in 0° Richtung erreicht, womit vornehmlich eine Ausrichtung gemäß den Strömungsbedingungen bedingt durch eine hohe Scherrate im Anschnittbereich erreicht wird. Es kommt daher weder zur isotropen Ausrichtung durch eine schnell erstarrte Randschicht, noch zu einer Abbildung des äußeren Magnetfeldes. Innerhalb der Probe erreicht die Orientierung mit Ausnahme der Position iii eine Orientierung von 90° (Abbildung 31B), was den allgemeinen Strömungsbedingungen einer Thermoplast-Schmelze entspricht, jedoch stellt sich keine Abbildung des äußeren Magnetfeldes ein. Demnach wird zumindest angussnah die Orientierung vornehmlich über die Strömungsbedingungen definiert, jedoch nicht durch das äußere Magnetfeld beeinflusst. Die Ursache hierfür wird in der Veränderung der Viskosität des Materials gesehen, wobei insbesondere die Zunahme an spontanen Abstandsänderungen im Viskositätsverhalten die Orientierung gemäß dem äußeren Magnetfeld reduziert.

PA12 + SrFeO | 65 Vol.-% | Anteil an recycelten Material: 50 % | n=1

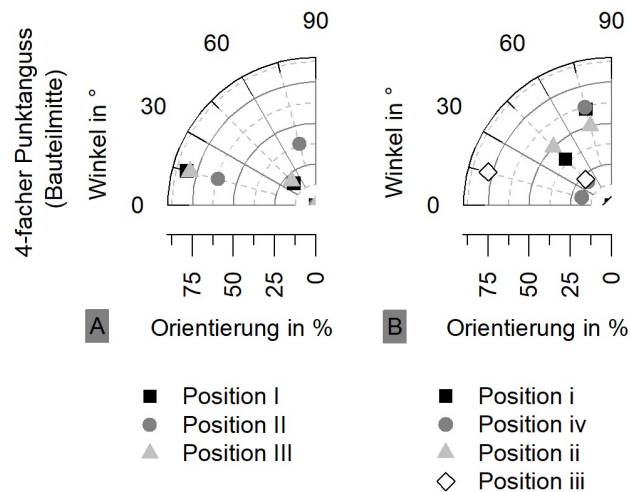


Abbildung 31: Orientierung der hartmagnetischen Füllstoffe relativ zur Position I bis III (am Außendurchmesser | A) und zur Position i bis iv (mittig über Bauteilbreite | B) exemplarisch am 4-fachen Punktanguss (Bauteilmitte) bei 50 % Rezyklatanteil für den hartmagnetischen Füllstoff SrFeO (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%)

Der Einfluss des Angussystems auf die Orientierung der hartmagnetischen Füllstoffe wird exemplarisch an einem Materialsystem mit 50 % Rezyklatanteil in Abbildung 32 aufgezeigt, soweit eine Bauteilfertigung mit dem entsprechend Angussystem und Rezyklatanteil möglich war. Dabei kommt es in Abhängigkeit des Angussystems zu einer nahezu vollständigen Abformung des äußeren Magnetfeldes mit einem 2-fachen Punktanguss (Bauteilmitte) und einem 4-fachen Punktanguss (innenliegend), während im Fall eines Schirmangusses eine vollständige Orientierung parallel zur Strömungsrichtung ohne Abformung eines äußeren Magnetfeldes oder Umsetzung des Strömungsprofils vorliegt. Entsprechend bestimmt die Wahl des Angussystems stark die entsprechenden Strömungsbedingungen bei der Bauteilfüllung und damit die Möglichkeit der Abformung eines äußeren Magnetfeldes. Der Abfall der magnetischen Eigenschaften (Abbildung 29) kann damit nicht nur auf eine fehlende Orientierung zurück geführt werden, da entsprechend des Angussystems auch Strömungsbedingungen mit einer hohen Abformung des äußeren Magnetfeldes erreicht werden. Innerhalb des Projektkonsortiums werden weitere Ursachen in Entmischungstendenzen zwischen Matrix und hartmagnetischen Füllstoff sowie in einer allgemeinen Reduktion der magnetischen Eigenschaften der hartmagnetischen Füllstoffe basierend auf der thermischen Belastung durch die Mehrfachverarbeitung gesehen.

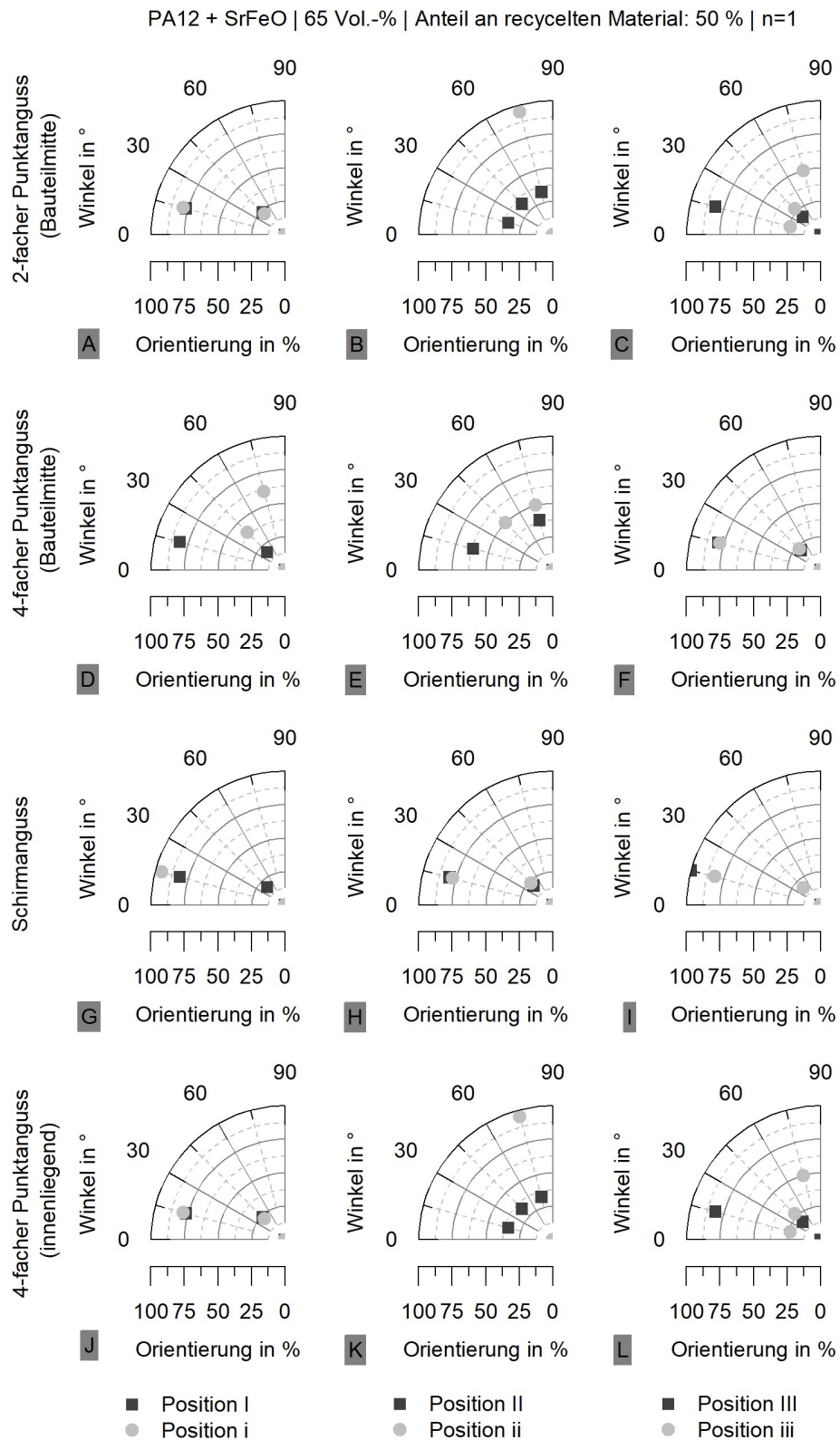


Abbildung 32: Orientierung relativ zum Angussystem (A-C: 2-facher Punktanguss (Bauteilmitte) | D-F: 4-facher Punktanguss (Bauteilmitte) | G-I: Schirmanguss | J-L: 4-facher Punktanguss (innenliegend)) exemplarisch bei 50 % Rezyklatanteil für den hartmagnetischen Füllstoff SrFeO (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%)

Weiterhin zeigt Abbildung 33 die Orientierung relativ zum Anteil des recycelten Materials exemplarisch für einen 4-fachen Punktanguss (innenliegend). Für 0% Rezyklatanteil zeigt sich das erwartete Verhalten mit einer Vorzugsrichtung in 90° in Polteilung (Position ii | Abbildung 33B) in der Bauteilmitte und einer entsprechend Ausbildung einer schnell erstarrten Randschicht. Durch einen steigenden Anteil an Rezyklatmaterial

kommt es - nahezu unabhängig vom Anteil des recycelten Materials - zu einer rein Strömungsbedingten Ausrichtung der Füllstoffe, wobei keine Abformung des äußeren Magnetfeldes vorliegt. Demnach bestimmt die Wahl des Angussystems und damit die Strömungsbedingungen innerhalb der Füllung der Kavität wie stark sich die Änderung der Viskosität durch den Rezyklatanteil auf die Orientierung auswirken. Insbesondere im 2-fachen Punktanguss (Bauteilmitte) und im 4-fachen Punktanguss (innenliegend) kann die Änderung der Viskosität vorteilhaft genutzt werden und eine gute Abformung des äußeren Magnetfeldes erreicht werden. Entsprechend wird erwartet, dass bei diesen Strömungsbedingungen die Reduktion der Viskosität durch den steigenden Rezyklatanteil vorteilhaft genutzt wird, während eine Änderung in den Anteilen des elastischen und viskosen Fließens nicht vordergründig zum Tragen kommt.

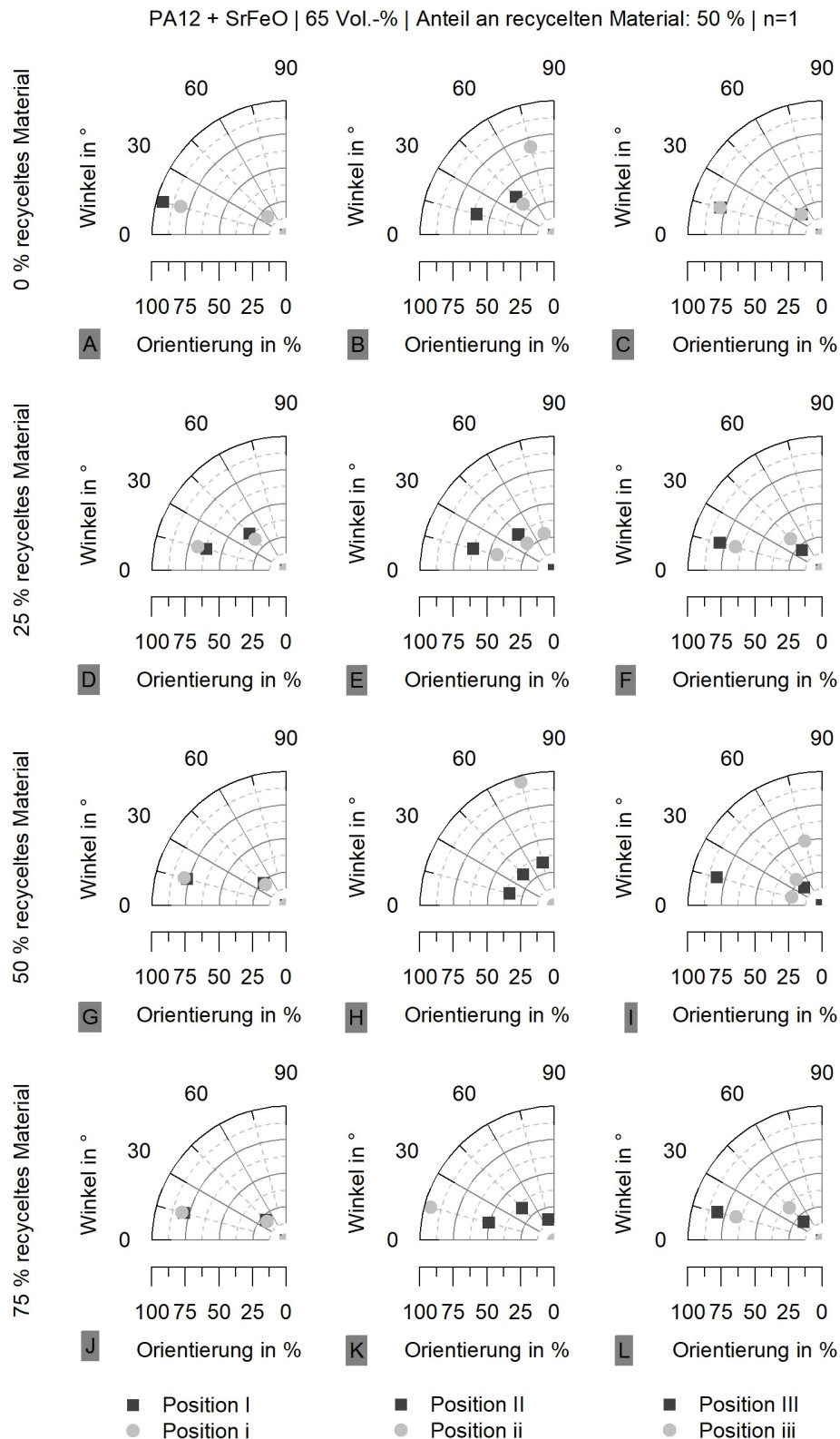
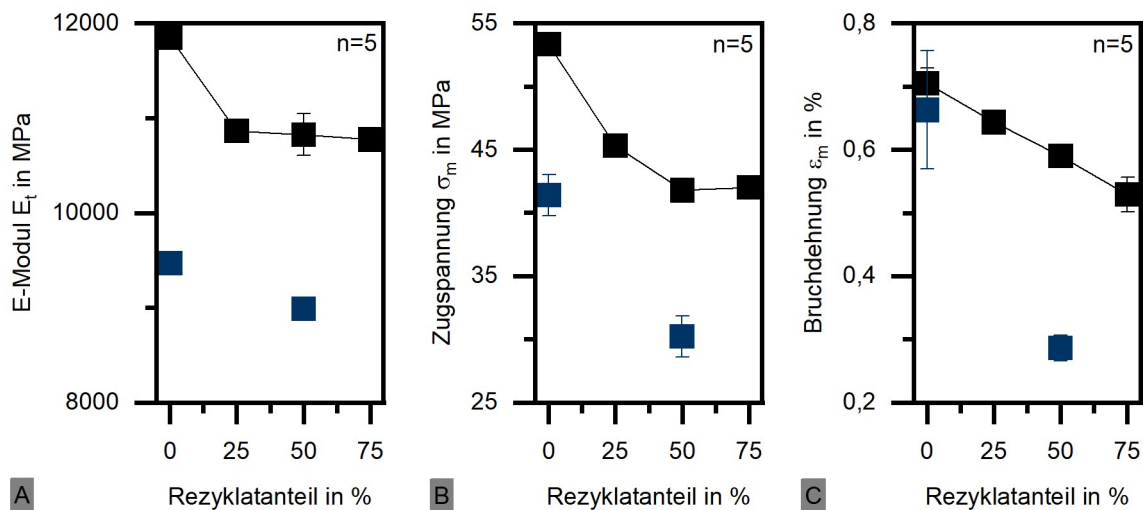


Abbildung 33: Orientierung relativ zum Anteil des recyceltes Materials (A-C: 0 % | D-F: 25 % | G-I: 50 % | J-L: 75 %) exemplarisch für einen 4-fachen Punktanguss (innenliegend) für den hartmagnetischen Füllstoff SrFeO (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%)

Bauteilcharakterisierung - mechanische Eigenschaften

Neben der Bestimmung der magnetischen Eigenschaften wurden auch die mechanischen Eigenschaften ermittelt, um entsprechend den Einfluss durch den Anteil des recyceltes Materials auf die Steifigkeit (Kenngröße: Elastizitätsmodul E_t), die Zugspannung σ_m und die Bruchdehnung ε_m zu ermitteln. Hierfür wurden

CIBA-Zugstäbe in Anlehnung an die Norm DIN EN ISO 527 an einer Universal-Zugprüfmaschine des Typs 1464 der Firma ZwickRoell GmbH & Co. KG (Ulm, Deutschland) bei einer konstanten Prüfgeschwindigkeit von $0,3 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ charakterisiert. Die Messungen wurden bei einem Standardklima ($23 \text{ }^\circ\text{C}$ Lufttemperatur und $50 \text{ } \%$ relative Luftfeuchte) durchgeführt. Abbildung 34 zeigt hierbei den Einfluss auf E_t (A), σ_m (B) und ϵ_m (C) jeweils in Abhängigkeit des Rezyklatanteils für den hartmagnetischen Füllstoff NdFeB zwischen 0 und $75 \text{ } \%$ recycelten Anteil und zusätzlich exemplarisch für SrFeO bei 0 und $50 \text{ } \%$ Rezyklatanteil. Eine Fertigung von Probekörpern mit $100 \text{ } \%$ Rezyklatanteil war dabei nicht möglich. Die Steifigkeit (Abbildung 34A) fällt durch die Zugabe an Rezyklat um knapp $10 \text{ } \%$ ab und verbleibt dann - trotz steigendem Rezyklatanteil - auf dem Niveau. Auch im Fall der Zugspannung σ_m (Abbildung 34B) kommt es zum Erreichen eines Plateaus ab einem Anteil von $50 \text{ } \%$ recycelten Material, allerdings erfolgt hier eine exponentielle Abnahme und eine maximale Reduktion des Kennwerts um $25 \text{ } \%$. Die Bruchdehnung ϵ_m sinkt kontinuierlich (linearer Zusammenhang) (Abbildung 34C) und erreicht damit bei $75 \text{ } \%$ Rezyklatanteil nur noch $70 \text{ } \%$ des Kennwertes des Neumaterials. Allgemein erreicht ein Materialsystem mit dem hartmagnetischen Füllstoff NdFeB höhere Kennwerte gegenüber SrFeO. Der Grundwerkstoff PA12 erreicht dabei bei einem trockenen Konditionierungszustand nur eine Steifigkeit von 1780 MPa ($\pm 26,25 \text{ MPa}$), wodurch entsprechend durch die Füllstoffe eine deutliche Verstärkungswirkung erreicht wird. Die Zugspannung σ_m des Grundwerkstoffes liegt bei $45,2 \text{ MPa}$ ($\pm 0,268 \text{ MPa}$) und wird im Fall des hartmagnetischen Füllstoffes NdFeB erst ab einem Rezyklatanteil von $50 \text{ } \%$ unterschritten, während SrFeO bereits im Neumaterial unterhalb des Referenzkennwertes des Grundmaterials liegt. Die Bruchdehnung ϵ_m erreicht im Grundwerkstoff einen Kennwert von $34 \text{ } \%$ ($\pm 22,8 \text{ } \%$), womit eine entsprechende deutliche Reduktion durch die Zugabe des hartmagnetischen Füllstoffes (unabhängig vom Rezyklatanteil) vorliegt.



Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-% | Füllstoff: NdFeB | SrFeO

Abbildung 34: mechanische Eigenschaften (Elastizitätsmodul E_t (A) | Zugspannung σ_m (B) | Bruchdehnung ϵ_m (C)) relativ zum Anteil des recycelten Materials für den hartmagnetischen Füllstoff NdFeB und SrFeO (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%)

Zusätzlich wurden die Bruchflächen mittels eines Rasterelektronenmikroskops (REM) der Firma Ultra Plus der Firma Carl Zeiss AG (Oberkochen, Deutschland) hinsichtlich der Anbindung zwischen Füllstoff und Matrix sowie der Art des Bruches untersucht. Hierzu erfolgte eine Beschichtung der Proben mit Platin-Palladium mittels eines High Resolution Sputter Coater 208HR der Firma Cressington Scientific Instruments UK (Oxhey, Watford, Vereinigtes Königreich). Dabei wurde jeweils eine Übersichtsaufnahme und eine Detailaufnahme unter Detektion der Sekundärelektronen erstellt, um insbesondere die Oberflächentopographie bewerten zu können. Zusätzlich wurden teilweise Detailaufnahmen unter Detektion der Rückstreuielektronen erstellt, um gezielt den Materialkontrast hervorzuheben. Entsprechend zeigt Abbildung 35 die REM Aufnahmen der Bruchflächen für das Materialsystem beruhend auf SrFeO als hartmagnetischen Füllstoff für einen Anteil an recycelten Material von 0 und $50 \text{ } \%$. Insbesondere in der Detailansicht wird deutlich, dass der

hartmagnetische Füllstoff bei einem Rezyklatanteil von 0 % deutlich stärker in das Matrixmaterial eingebettet ist und es zu einem duktilen Bruch der Matrixbereiche kommt. Zusätzlich sind nur einzelne Bereiche eines Partikels zu erkennen, da anteilig immer ein Teil des Partikels durch Matrixmaterial verschlossen ist. Durch die Zunahme des Rezyklatanteils sind die Partikel des hartmagnetischen Füllstoffes deutlich weniger in das Matrixmaterial eingebunden. Gleichzeitig ist ein geringeres duktilen Verhalten im Matrixsystem zu verzeichnen.

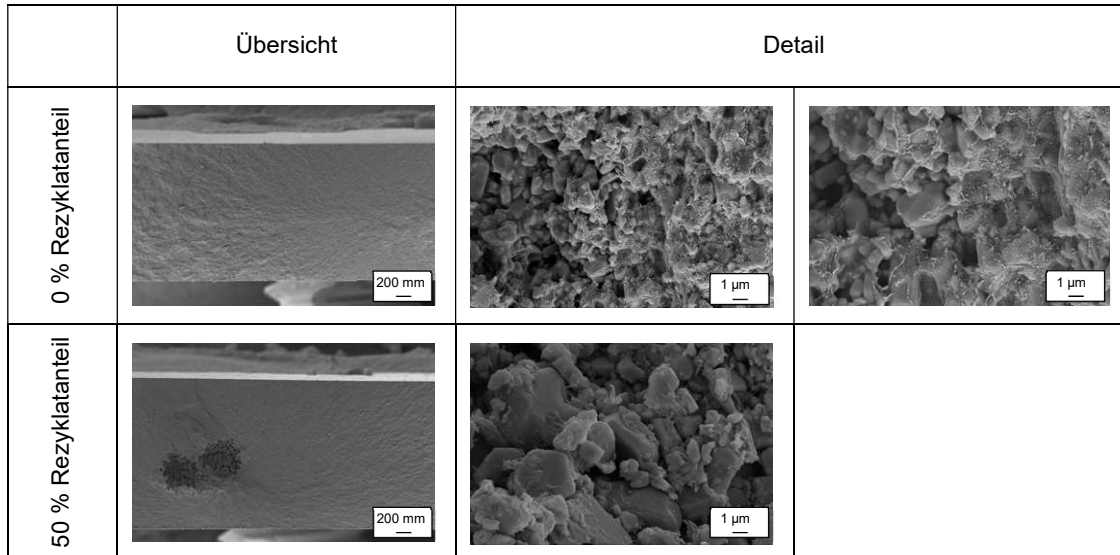


Abbildung 35: REM Aufnahmen zu Bruchflächen relativ zum Anteil des recycelten Materials für den hartmagnetischen Füllstoff SrFeO (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%)

Die REM Aufnahmen der Bruchflächen für das Materialsystem beruhend auf NdFeB als hartmagnetischen Füllstoff für einen Anteil an recycelten Material von 0 bis 75 % sind in Abbildung 36 aufgeführt. Anders als bei dem hartmagnetischen Füllstoff SrFeO weist die Bruchfläche in der Übersicht eine deutlich höhere Rauigkeit auf, wobei einzelne Füllstoffe deutlich aus dieser hervorrage. Mit steigendem Anteil an recycelten Material sind die einzelnen Füllstoffe weniger deutlich voneinander zu unterscheiden, da das Matrixmaterial zunehmend Aufwachsungen auf den einzelnen Füllstoffen ausbildet. Entsprechend können die hartmagnetischen Füllstoffe bei einem Anteil von 0 % des Rezyklats deutlich vom Matrixmaterial separiert werden, was im Fall von 75 % Rezyklatanteil nicht mehr der Fall ist. Demnach ist die Reduktion der mechanischen Eigenschaften im Fall von NdFeB auf einen anderen Mechanismus gegenüber SrFeO zurück zu führen. Im Fall von SrFeO kommt es mit steigendem Anteil von Rezyklat zu einer Reduktion der Einbindung der hartmagnetischen Füllstoffe in das Matrixsystem, während im Fall von NdFeB eine Zunahme der Einbindung stattfindet.

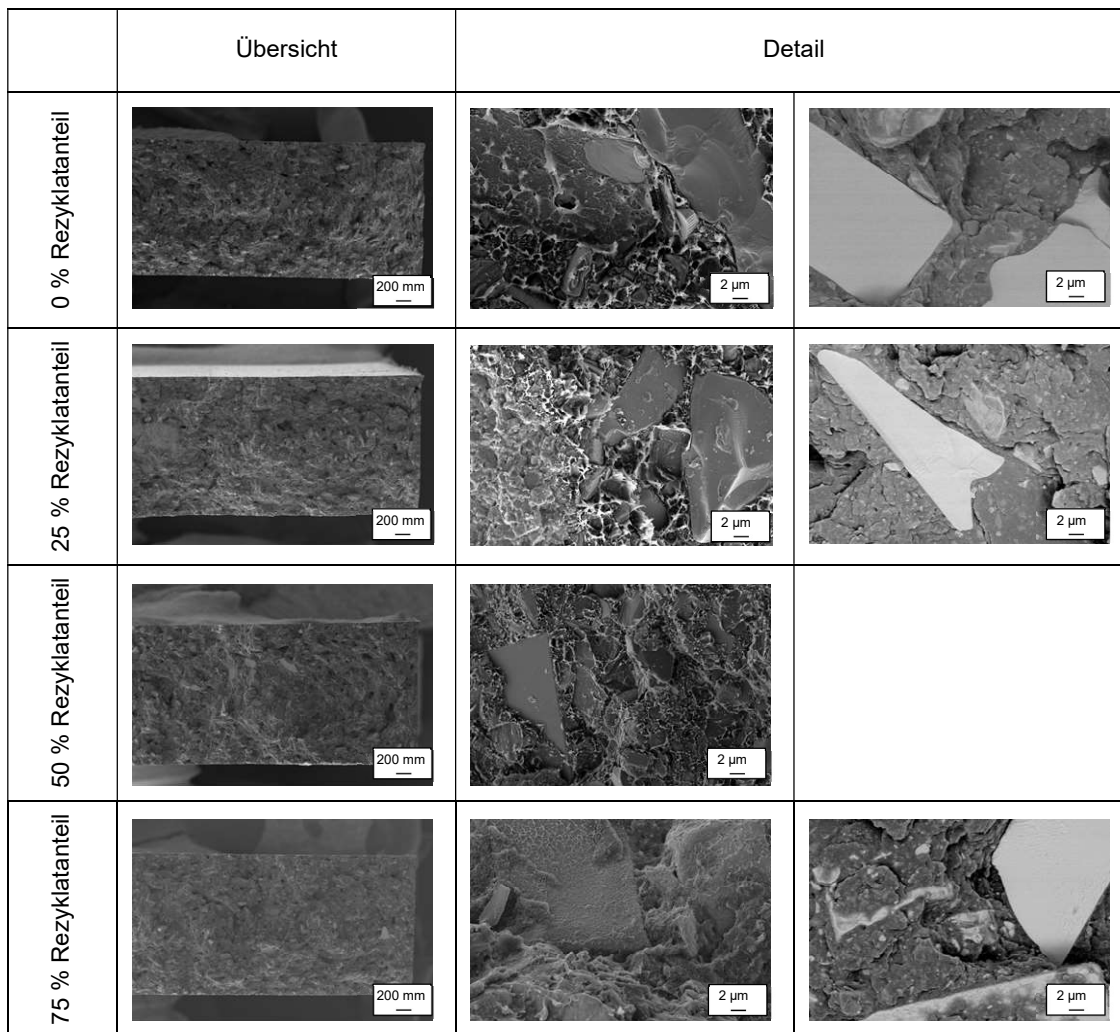
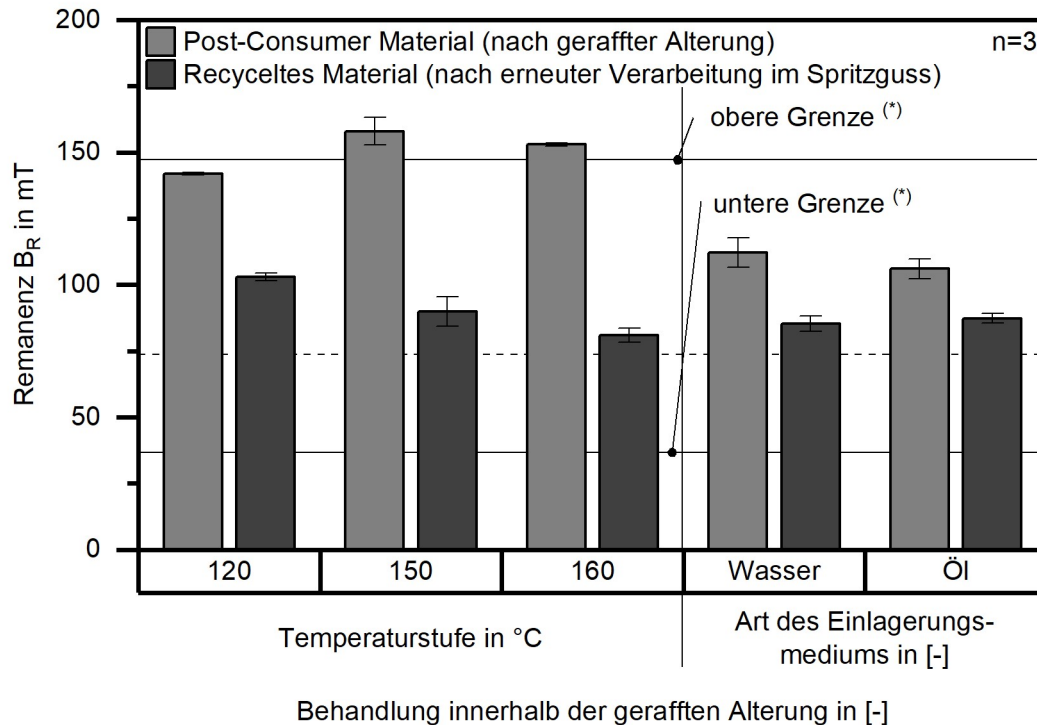


Abbildung 36: REM Aufnahmen zu Bruchflächen relativ zum Anteil des recycelten Materials für den hartmagnetischen Füllstoff NdFeB (Matrix: PA12 | Füllstoffgehalt: 65 Vol.-%)

Bauteilcharakterisierung unter Nutzung von Post-Consumer Material nach geraffter Alterung - magnetische Eigenschaften

Zusätzlich wurde untersucht, welche magnetischen Eigenschaften auf Basis der Rezyklate, die einer gerafften Alterung unterzogen wurden, erreicht werden können. Hierzu wurden erneut ringförmige Proben mit einem 2-fachen Punktanguss gefertigt, wobei die Herstellung und Charakterisierung analog zu den bisherigen Proben auf Thermoplast Basis erfolgt. Im Fall des Rezyklats wurde ein Anteil von 50 Gewichts-% an Neumaterial (hartmagnetisches Compound) verwendet, womit der Füllstoffanteil im Rezyklat weiterhin 50 Vol.-% betrug. Abbildung 37 zeigt im Vergleich die magnetischen Eigenschaften nach der Alterung und nach der Verarbeitung als Rezyklat im Spritzguss relativ zu der Temperatur- und Medienlagerung auf Basis der gerafften Alterung. Zusätzlich sind die theoretisch maximal und minimalen Grenzen der möglichen magnetischen Eigenschaften aufgezeigt. Der Füllstoff SrFeO weist eine initiale Remanenz B_R von 439 mT gemäß Datenblatt auf. Bei einem Füllstoffgehalt von 50 Vol.-%, der sowohl im Trägermaterial als auch im gealterten Material (Post-Consumer Material) vorliegt, kann somit bei einer vollständigen Ausrichtung der hartmagnetischen Füllstoffe und damit der vollständigen Nutzung des magnetischen Potenzials eine Remanenz B_R von 219,5 mT erreicht werden. Nachdem aber eine generelle Schädigung durch den Alterungsprozess hervorgerufen wird, liegt der ideale Wert nur bei 294,5 mT, womit sich ein maximaler Wert von 147,25 mT innerhalb des Compounds relativ zum Füllstoffgehalt einstellt. Dies ist in Abbildung 37 entsprechend als obere Grenze gekennzeichnet. Soweit nur das Neumaterial einen Anteil an den magnetischen Eigenschaften hätte, könnte maximal eine Remanenz B_R von 73,63 mT erreicht werden. Falls die Orientierung der hartmagnetischen Füllstoffe vollständig unterbunden wird, kann ein Wert von 36,8 mT in einer damit magnetisch isotropen Probe eingestellt werden. Dies ist in Abbildung 37 als untere Grenze

gekennzeichnet. Unter Berücksichtigung dieser Grenzwerte wird ein Teil der magnetischen Eigenschaften im Rezyklatbauteil durch das gealterte Material hervorgerufen. Dennoch zeigt sich eine Reduktion der Remanenz B_R im Rezyklat relativ zum Post-Consumer Material. Diese Reduktion beträgt 50 bis 70 % relativ zum Umfang der gerafften Alterung, wobei diese Abnahme der magnetischen Eigenschaften im Rezyklat seitens des Projektkonsortiums als hinreichend für die Nutzung eines Rezyklats eingestuft werden.



Material: PA12 + SrFeO (50 Vol.-%)

[50 Gewichts-% Neumaterial and 50 Gewichts-% recyceltes Material (Post-Consumer)]

(*): relativ zum recycelten Material

Abbildung 37: Remanenz relativ zur Behandlung innerhalb der gerafften Alterung vor und nach Zugabe von Neumaterial und in Bezug zu Ausnutzung des magnetischen Potenzials

C. Abschließende Bewertung zur Wiederverwendung von hartmagnetischen Füllstoffen

Im Folgenden sollen die Erkenntnisse zur Wiederverwendung von hartmagnetischen Füllstoffen in einer Duroplast basierten und einer Thermoplast basierten Matrix innerhalb der beiden Recyclingrouten (werkstofflich und chemisch) vergleichend betrachtet werden. Hierzu wurde im Fall des werkstofflichen Recyclings die Remanenz B_R im Neumaterial als Referenz herangezogen und hierzu entsprechend prozentual der Abfall des Kennwertes durch die geraffte Alterung und die Wiederverarbeitung im Rezyklat bestimmt. Zusätzlich wurde noch der Abfall bei der chemischen Route im Fall des Duroplast basierten Materials betrachtet, wobei hier als Referenz der reine hartmagnetische Füllstoff herangezogen wurde. Die Daten sind entsprechend in Abbildung 38 aufgeführt, wobei zusätzlich eine Clusterung nach Matrixmaterial und Recyclingroute erfolgte. Hierbei zeigt sich deutlich, dass eine Pyrolyse - insbesondere unter Sauerstoffatmosphäre - zu einem zu hohen Maß an Abfall der magnetischen Eigenschaften im späteren Rezyklat führt, sodass eine Wiederverwendung als nicht sinnvoll eingeschätzt wird. Entsprechend zeigt sich deutlich, dass die werkstoffliche Recyclingroute unabhängig vom Matrixmaterial gewählt werden sollte. Der Einsatz von Rezyklaten im Bereich von gebundenen Dauermagneten führt, zum Teil beeinflusst durch das Angussystem, die Prozessparameter und die Materialzusammensetzung, zu einem Abfall um 30 % gegenüber dem Ausgangsprodukt. Dieser Abfall muss innerhalb einer entsprechenden Anwendung toleriert werden können.

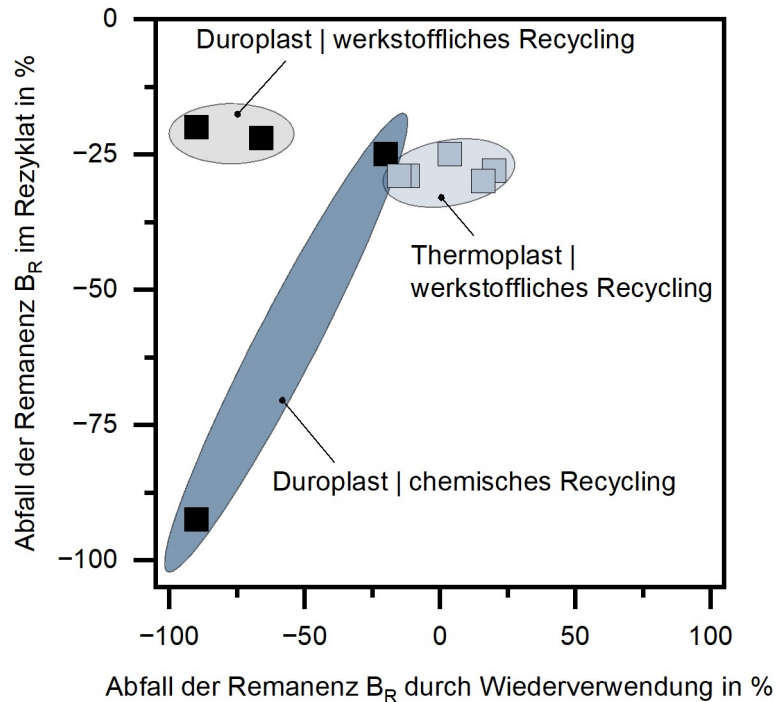


Abbildung 38: relativer Abfall der Remanenz durch Wiederverwendung und im Rezyklat in Abhängigkeit des Matrixmaterials und der Recyclingroute

3.3.5 Bilanz zum wirtschaftlichen und ökologischen Nutzen

Für die Betrachtung des wirtschaftlichen und ökologischen Nutzens wurde in einem ersten Schritt der Energiebedarf und die CO₂ Emission betrachtet. Hierfür wurde zunächst die Produktionskette von der Herstellung der Rohstoffe bis zur Produktion von Bauteilen herangezogen, wobei zwei Szenarien gegenübergestellt wurden. Der Fokus lag dabei auf einem möglichst hohen Anteil der Produktion innerhalb von Deutschland. In einem ersten Szenario sollten möglichst kurze Transportwege betrachtet werden, womit die Füllstoffe aus Schweden und das Rohöl für die Matrixherstellung aus Norwegen bezogen wurden. Im zweiten Szenario wurden die Standorte mit der größten Verfügbarkeit der Rohstoffe betrachtet, womit die Füllstoffe aus China und das Rohöl aus Russland bezogen wurde. Die Produktion des Matrixmaterials und die Fertigung der Bauteile wurde innerhalb von Deutschland angesetzt, wobei je Szenario zwischen der Fertigung der Bauteile im Spritzguss und im Pressen unterschieden wurde. Abbildung 39 zeigt den Energiebedarf und die CO₂ Emission innerhalb der Produktionskette von der Herstellung der Rohstoffe bis zur Produktion von Bauteilen für möglichst kurze Transportwege, während Abbildung 40 die Standorte mit der größten Verfügbarkeit betrachtet. Hierbei zeigt sich innerhalb einer Produktionskette ein marginaler Unterschied zwischen einer Fertigung der Bauteile durch das Spritzgießen oder Pressen. Die Standortwahl für die Herstellung der Rohstoffe zeigt wieder eine Zunahme im Energieverbrauch von rund 20 000 kWh und im Bereich der CO₂ Emission von 1 Tonne auf.

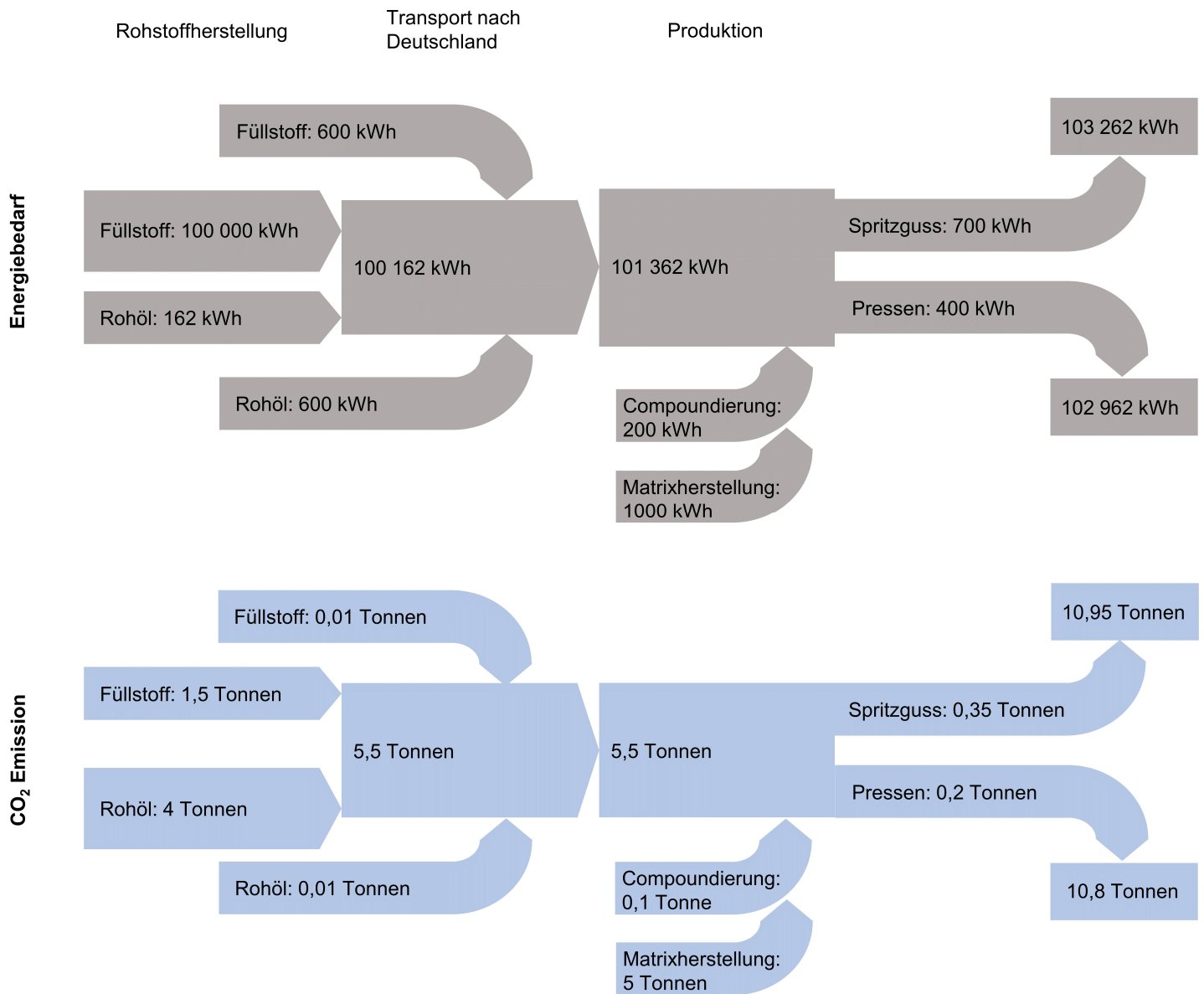


Abbildung 39: Energiebedarf und CO₂ Emission für die Produktionskette von der Herstellung der Rohstoffe bis zur Produktion von Bauteilen mit dem Schwerpunkt auf möglichst kurze Transportwege [in Bezug auf 1 Tonne Material]

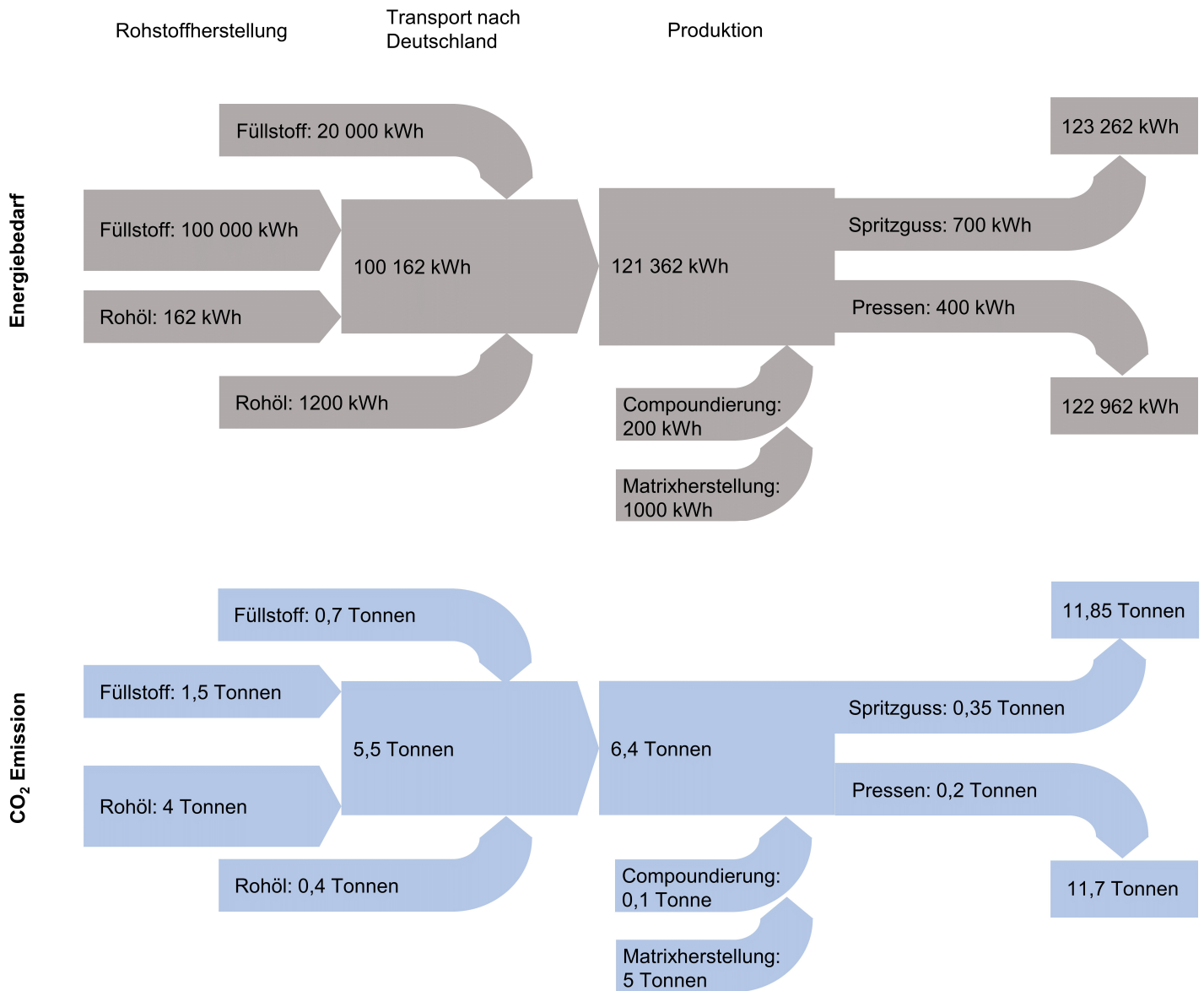


Abbildung 40: Energiebedarf und CO₂ Emission für die Produktionskette von der Herstellung der Rohstoffe bis zur Produktion von Bauteilen mit dem Schwerpunkt auf Standorte mit einer möglichst hohen Verfügbarkeit [in Bezug auf 1 Tonne Material]

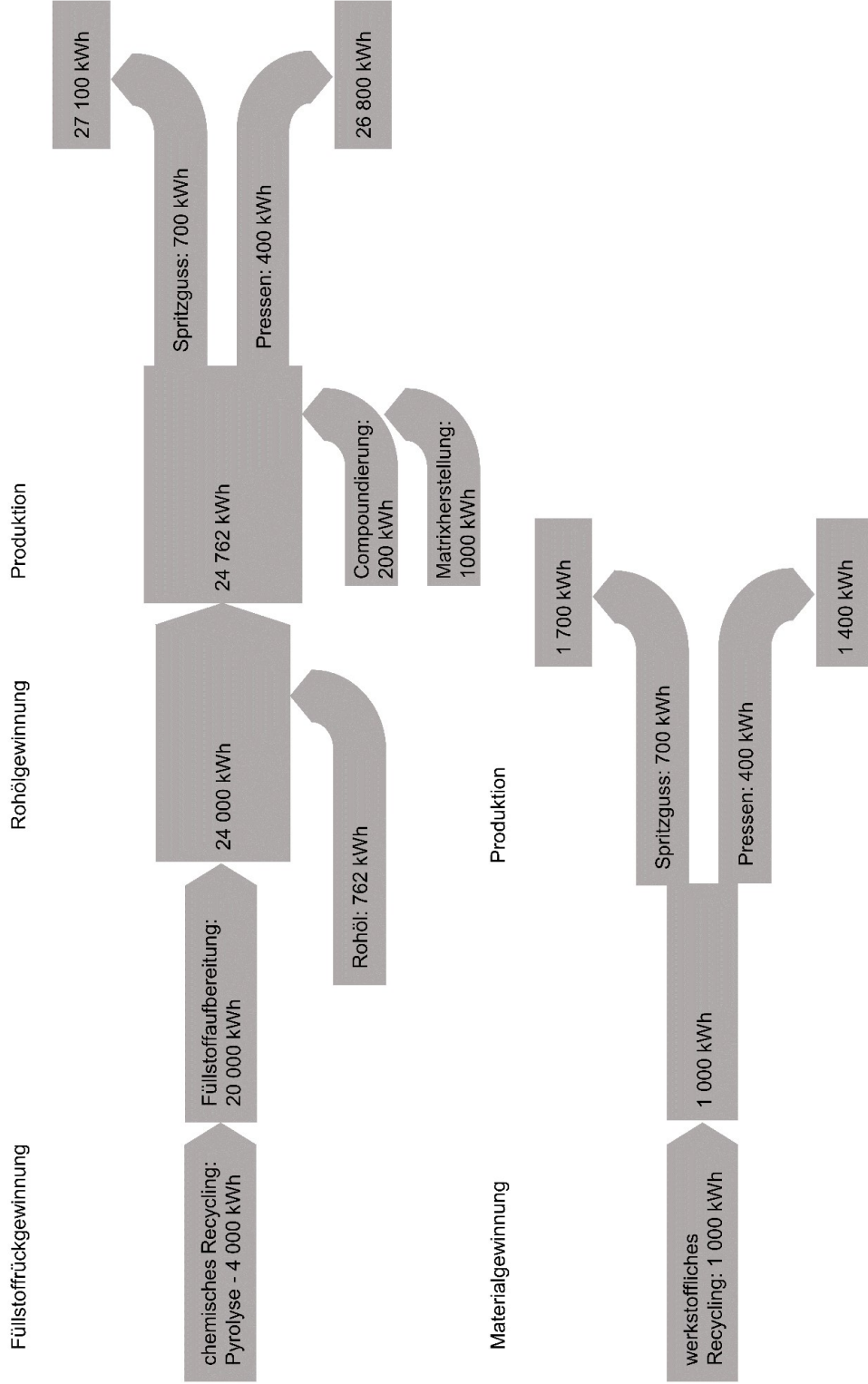
In Abbildung 41 werden drei mögliche Routen des Recyclings gegenübergestellt. Neben der chemischen und der werkstofflichen Recyclingroute, die Fokus des Forschungsvorhabens sind, wurde zusätzlich eine thermische Verwertung betrachtet. Dabei zeigt Abbildung 41 jeweils den Energiebedarf und die CO₂ Emission für die Produktionskette von der Rückgewinnung der Füllstoffe oder Rohstoffe bis zur erneuten Fertigung der Bauteile auf. Erneut wurde nur eine Produktion (soweit möglich) in Deutschland betrachtet. Hierbei muss berücksichtigt werden, dass die Betrachtung von anderen Produktions- und/ oder Nutzungsstandorten zu einer entsprechenden Zunahme in beiden Bilanzen führt. Innerhalb der Energiebilanz nimmt die thermische Verwertung den höchsten Anteil ein, während dieser im werkstofflichen Recycling am geringsten ausfällt. Gegenüber der herkömmlichen Prozessroute (nach Abbildung 39) erfolgt im Fall einer werkstofflichen Recyclingroute eine Reduktion um 98 % und im Fall einer chemischen Route um 75 %. Hierbei muss berücksichtigt werden, dass entsprechend der bisherigen Erkenntnisse aus dem Forschungsvorhaben eine Verarbeitung von 100 % recycelten Material nicht zielführend ist. Daher nimmt der Energiebedarf entsprechend anteilig über die Neuware zu. Bei einem Einsatz von 50 % recycelten Material beträgt die Reduktion des Energiebedarfs im Fall der werkstofflichen Route immer noch 50 %.

Im Fall der CO₂ Emission kann der Einsatz der werkstofflichen Recyclingroute zu einer erheblichen Reduktion führen, womit nur noch 8 % der bisherigen Emission (nach Abbildung 39) erreicht wird. Bei der chemischen Route ist die Reduktion mit 23 % deutlich geringer ausgeprägt. Die bisherige Betrachtung des Energiebedarfs und der CO₂ Emission zeigt deutlich, dass der Einsatz einer werkstofflichen Recyclingroute von signifikanten Vorteil für die wirtschaftliche und ökologische Bilanz ist. Dabei wird aktuell eine Kreislaufwirtschaft in Deutschland und damit am gleichen Standort der Produktion der Bauteile basierend auf der Neuware, der Nutzung und der Rückführung vorausgesetzt. Insbesondere die Erweiterung der Transportwege kann zu einer signifikanten Erhöhung des Energiebedarfs und der CO₂ Emission führen. Daher sollte nach Meinung des Projektkonsortiums möglichst (in einem ersten Schritt) eine Etablierung einer Kreislaufwirtschaft am gleichen Ort zur Produktion der Bauteile, der Nutzung dieser und der Rückgewinnung sowie Wiederverarbeitung angestrebt werden. Gerade die aktuellen Zahlen zur Beeinflussung der Energie- und Emissionsbilanz können aktuelle Hemmschwellen reduzieren. Durch eine Vergrößerung der Anzahl der Standortlagen und damit einer Zunahme in den Transportwegen nimmt der Anreiz einer Etablierung einer Kreislaufwirtschaft nach Auffassung des Projektkonsortiums ab.

thermische Verwertung:
40 000 kWh (*)

(*): Energieaufwand bereinigt; 50 % Nutzung

Energiebedarf



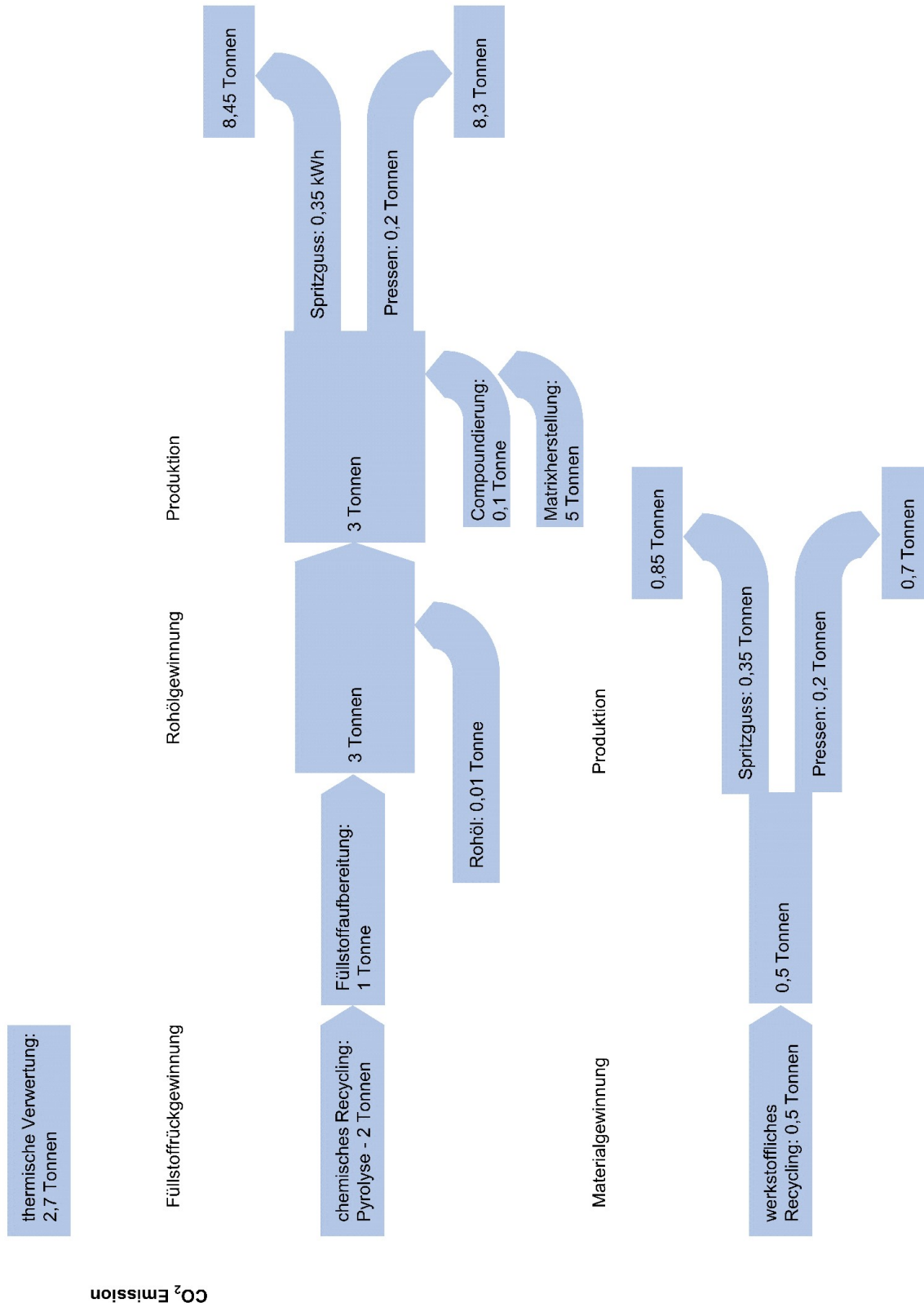


Abbildung 41: Energiebedarf und CO₂ Emission für die Produktionskette von der Rückgewinnung der Füllstoffe oder Rohstoffe bis zur Produktion von Bauteilen auf möglichst kurze Transportwege [in Bezug auf 1 Tonne Material]

Zusätzlich wurde - federführend durch den Projektpartner FIT-Umwelttechnik GmbH - ein Life Cycle Assessment (LCA) durchgeführt. Hierbei wurde die konkrete Fertigung eines Bauteils im Labormaßstab (am LKT) und im industriellen Maßstab (durch den Projektpartner Magnetworld AG) jeweils auf Duroplast Basis und

Thermoplast Basis betrachtet. Im Folgenden werden hieraus die zentralen Erkenntnisse vorgestellt, wobei zusätzlich auf die Methode und deren Einschränkungen eingegangen wird. Das LCA wird dabei seit einigen Jahren eingesetzt, um die ökologische Wirkung von Produkten und Verfahren (neben anderen Anwendungsfeldern) zu beurteilen. Dabei werden der gesamte Lebenszyklus und seine Auswirkung auf die Umwelt, konkret auf Medien wie Luft, Wasser und Boden bewertet, wobei eine Unterleitung in unterschiedliche Lebenszyklusphasen erfolgen kann. Zur Erstellung eines belastbaren LCAs bedarf ist die Beachtung der Rahmenbedingungen nach ISO 14011:2006.

Duroplast basierter gebundener Dauermagnet - Labormaßstab

Für das LCA des Duroplast basierten Dauermagneten im Labormaßstab wurde als Matrixmaterial des Produktes ein Epoxidharz (EP) und als Füllstoff SrFeO ausgewählt. Als deklarierte Einheit und damit das Maß für die Bewertung der Leistungsfähigkeit des betrachteten Systems wurde 1 kg rezyklierter Dauermagnet als Funktionsäquivalent definiert. Dabei wird der Lebenszyklus von der Materialbeschaffung, über die Produktherstellung durch Compoundierung und Spritzguss bis zur Zuführung des Rezyklats in eine chemischen Route betrachtet. Auf Grund des Fertigungsstandortes in Erlangen wird von einem 100 % deutschen Strommix ausgegangen. Der nachträglichen erneuten Nutzung wird durch sogenannte Energie- und Materialgutschriften Rechnung getragen.

Innerhalb der eingesetzten Berechnungssoftware (Typ: LCA for Experts) konnte eine Betrachtung eines Duroplasten nicht vorgenommen werden, da dieser nicht in der Datenbank hinterlegt war. Demnach wurden die weiteren Betrachtungen für ein PA12 durchgeführt, wobei von einem Füllstoffgehalt von 50 Vol.-% ausgegangen wurde. Für die Compoundierung wird mit einem Energiebedarf von 3,46 MJ und einem Output an 4,8 kg Material sowie 0,96 kg gefährlichem Abfall gerechnet. Dieser Abfall muss entsprechend dem Sondermüll zugeführt werden und beruht primär auf Anfahrmaterial. Im Spritzguss können die 4,8 kg Material aus der Compoundierung bei einem Energieeinsatz von 6,05 MJ zu 2,4 kg Material (Bauteil) und 2,4 kg gefährlichem Abfall weiterverarbeitet werden. Diese 2,4 kg können dann der Pyrolyse zugeführt werden, wobei ein Energieeintrag von 207 MJ erfolgt. Die erneute Produktion durch Compoundierung und Spritzguss führt schlussendlich zu einem Produkt von 1 kg, wobei in der Fertigung erneut anteilig zum Gewicht ein Energiebedarf auftritt. Auf Basis dieser Rezyklatmenge kann entsprechend eine Energie- und Materialgutschrift berechnet werden.

Basierend auf dieser Bilanz konnte als Hauptursache für die Umweltwirkung die Materialbereitstellung und der Recyclingsschritt detektiert werden. Hierbei entfallen 33% des Treibhauspotenzials auf die Materialbereitstellung, wobei gut 60% durch den hartmagnetischen Füllstoff hervorgerufen wird. Weitere 60% des Treibhauspotenzials werden durch das Recycling hervorgerufen, wobei hier 85% auf die Pyrolyse entfallen. Bei 1 kg Rezyklat als späteres Produkt und damit im Hinblick auf die betrachtete Funktionsäquivalenz können innerhalb des chemischen Recyclings nur 10% Treibhauspotenzial eingespart werden.

Thermoplast basierter gebundener Dauermagnet - Labormaßstab

Das LCA für einen Thermoplast basierten Dauermagneten im Labormaßstab wurde als Matrixmaterial ein PA12 und als Füllstoff ein SrFeO bei einem Füllstoffgehalt von 50 Vol.-% betrachtet. Es wurden vergleichbare Annahmen gegenüber dem Duroplast basierten Dauermagneten im Labormaßstab getroffen, wobei eine werkstoffliche Recyclingroute betrachtet wurde.

Die Bilanz weist auf einen Anteil von 74% durch die Materialbereitstellung im Hinblick auf das Treibhauspotenzial hin, wobei erneut etwa 60% auf den Füllstoff entfallen. Im Fall eines Thermoplast basierten Dauermagneten und unter Berücksichtigung einer werkstofflichen Route für das Recycling können 43% der Treibhausmission durch den Einsatz des Rezyklats eingespart werden. Es muss jedoch berücksichtigt werden, dass der im Fall des Thermoplast basierten Dauermagneten mit einer höheren Wasserverbrauch von etwa 95% gegenüber knapp 70% im Fall von Duroplast basierten Dauermagneten im Hinblick auf die Materialbereitstellung zu rechnen ist.

gebundener Dauermagnet - Industriemaßstab

Das LCA für die gebundenen Dauermagneten im Industriemaßstab beruhte auf ähnlichen Randbedingungen der beiden LCA's auf Labormaßstab. Allerdings wurden hierbei andere Daten zum Material- und Energiebedarf herangezogen. Da im industriellen Maßstab bisher noch keine Kreislaufwirtschaft für gebundene

Dauermagneten besteht, wurde innerhalb des LCA nur die Materialbereitstellung und Produktion des Bauteils betrachtet. Hierbei entfallen unabhängig von der Matrix 99% des Treibhauspotenzials auf die Materialbereitstellung und hierbei insbesondere auf das hartmagnetische Pulver. Zusätzlich nimmt auch der Wasserverbrauch über 90% durch die Materialbereitstellung unabhängig vom Matrixmaterial ein.

3.3.6 Entwurf einer zukunftsfähigen Kreislaufwirtschaft

Im Folgenden sollen die bisherigen Erkenntnisse aus dem Projekt zusammengefasst werden, um eine zukunftsfähige Kreislaufwirtschaft aus Sicht des Projektkonsortiums zu entwerfen. Dabei wurden im Rahmen des Projektes neben den magnetischen Eigenschaften auch ökologische und wirtschaftliche Aspekte berücksichtigt, um eine gesamtheitliche Bewertung vornehmen zu können. Es ist zu beachten, dass weitere physikalische und mechanische Eigenschaftsveränderungen, die durch den Einsatz eines Rezyklats auftreten können, nicht in der Bewertung mit betrachtet wurden. Voraussetzung für die Etablierung einer Kreislaufwirtschaft ist dabei, zum einen diese Strategie zu definieren und zum anderen die Rahmenbedingungen für die Umsetzung zu schaffen. Dies kann bereits in der Auslegung von Bauteilen erfolgen, in dem eine entsprechend leichte Demontage in der Konstruktion und eine eindeutige Klassifikation der Materialien in der Fertigung erfolgt. Gleichzeitig muss eine Plattform für eine Rückgewinnung als Voraussetzung für das Recycling geschaffen werden, was unter anderem auch auf einem intensiven Austausch zwischen Hersteller, Verbraucher und Regierung beruht. Zudem muss insbesondere bei Verbrauchern die Notwendigkeit der Kreislaufwirtschaft deutlich gemacht werden.

Auf Basis der Erkenntnisse aus dem Projekt zeigt sich eine werkstoffliche Recyclingroute unabhängig vom Matrixmaterial als zielführend. Abbildung 42 zeigt dabei den Entwurf einer zukunftsfähigen Kreislaufwirtschaft auf, bei der zunächst Bauteile durch ein Pressverfahren oder im Spritzguss hergestellt werden. Hierbei muss bereits berücksichtigt werden, dass die Bewegungsmöglichkeit der hartmagnetischen Füllstoffe im Pressverfahren reduziert wird und damit einen höheren Anteil an magnetischen Füllstoffen bedingt durch die Nichtausnutzung des magnetischen Potenzials notwendig ist. Demnach kann bereits die Wahl des Fertigungsverfahrens, in diesem Fall des Spritzgusses, die Menge des benötigten hartmagnetischen Füllstoffes als begrenzte Ressource reduzieren. Im Einsatz kann je nach Temperatur- und Medieneinwirkung eine Zu- oder Abnahme der magnetischen Eigenschaften erfolgen. Dies muss auch für die spätere Auslegung des gebundenen Dauermagneten auf Rezyklatbasis berücksichtigt werden. Nach der Rückgewinnung erfolgte eine kombinierte Entmagnetisierung und mechanische Zerkleinerung im Zuge einer werkstofflichen Recyclingroute, wobei hier als Produktionsablauf für den industriellen Maßstab das Tempern [bei über 290 °C im Fall von einer Duroplast basierten Matrix] gefolgt von einem Pressen und Mörsern anzusetzen ist. Hierdurch wird eine hinreichende Reduktion des magnetischen Feldes an der Oberfläche der Bauteile bei gleichzeitig ausreichender Zerkleinerung des Materials erreicht. Die Entmagnetisierung durch des Durchlaufen reduzierter Hystereseschleifen in einem Permagraphen ist für den industriellen Maßstab nicht zielführend. Im Anschluss kann das Rezyklat erneut einer Fertigung im Pressverfahren oder Spritzguss zugeführt werden. Hierbei muss berücksichtigt werden, dass ein Trägermaterial als Neumaterial zum Einsatz kommen muss, da ein Bauteil nicht auf 100% Rezyklatanteil hergestellt werden kann. Der Anteil des Trägermaterials hängt dabei vom Matrixmaterial und im Fall des Spritzgusses vom gewählten Angussystem ab. Zusätzlich spielen auch die notwendigen magnetischen Eigenschaften im Rezyklatbauteil eine wichtige Rolle, da der Rezyklatanteil nur anteilig diese beisteuert.

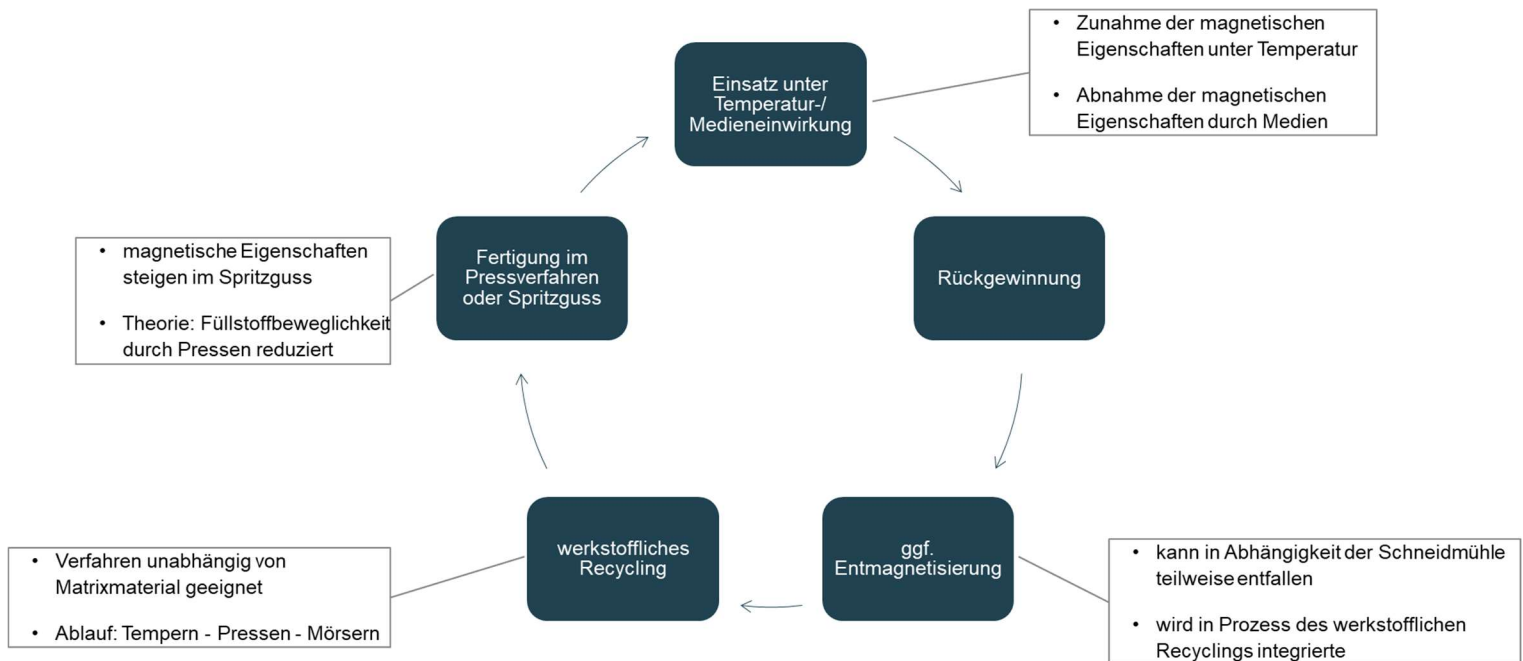


Abbildung 42: Entwurf einer zukunfts-fähigen Kreislaufwirtschaft für gebundene Dauermagnete

Abbildung 43 vergleicht die beiden Routen im Recycling - die Pyrolyse als chemische Route und das mechanische Zerkleinern als werkstoffliche Route - im Hinblick auf die Reduktion der magnetischen Eigenschaften, ökologischen und wirtschaftlichen Aspekten. Hierbei wird deutlich, dass die werkstoffliche Route insbesondere für Duroplast basierte Systeme eine verbesserte Alternative gegenüber der chemischen Route darstellt. Allgemein weist die werkstoffliche Route für die beiden Matrixmaterialien Thermoplast und Duroplast ein ähnliches Verhalten auf. Die chemische Route zeigt vor allem im Bereich der Reduktion der CO₂ Emission und des Energiebedarfs einen deutlichen Abfall gegenüber der werkstofflichen Route. Zusätzlich zeigt sich eine erhebliche Reduktion der Remanenz im Rezyklat bei der chemischen Route. Demnach wurde im Rahmen des Projektes und auf Basis der erfassten Daten eine chemische Route für das Recycling von Duroplast basierten gebundenen Dauermagneten als unzureichend eingestuft, da sowohl aus anwendungstechnischen Aspekten im Hinblick auf die magnetischen Eigenschaften als auch aus ökologischen und wirtschaftlichen Aspekten heraus ein zu starker Abfall gegenüber dem werkstofflichen Recycling zu verzeichnen ist. Bei der Betrachtung der ökologischen Aspekte wird aktuell idealisiert von geringen Transportwegen ausgegangen. Um den Eintrag durch Transportwege nicht zu sehr zu vergrößern, sollte bei der Realisierung einer Kreislaufwirtschaft auf eine möglichst starke Reduktion der Transportwege geachtet werden. Zusätzlich sollte ein Ort für die Produktion der Bauteile, deren Nutzung und die Rückgewinnung zusammen mit der Wiederverarbeitung angestrebt werden. Bei der Nutzung der werkstofflichen Route muss im Fall von Duroplast basierten Systemen insbesondere darauf geachtet werden, dass das Trägermaterial in Pulverform vorliegt. Dies erhöht die Anforderungen an das Material in der Nutzung des Rezyklats. Im Fall der von Thermoplast basierten Systemen ist der Anteil des Rezyklats auf 50 Vol.-% begrenzt, da bei einem höheren Anteil des Rezyklats die Stützwirkung des Trägermaterials verloren geht und dadurch eine erhebliche Einschränkung in der Wahl der Angusssysteme vorliegt. Daher eignet sich die Anwendung von gebundenen Dauermagneten auf Basis eines Rezyklats zum jetzigen Zeitpunkt insbesondere bei Anwendungsfeldern, in denen ein geringer Anspruch an die magnetischen Eigenschaften und insbesondere die vollständige Ausnutzung des magnetischen Potenzials erhoben wird. Innerhalb des Projektkonsortiums wird daher der Einsatz von Rezyklaten zum jetzigen Zeitpunkt primär innerhalb von Sensorkomponenten und kleineren Stellmotoren im Bereich der Aktuatorik gesehen.

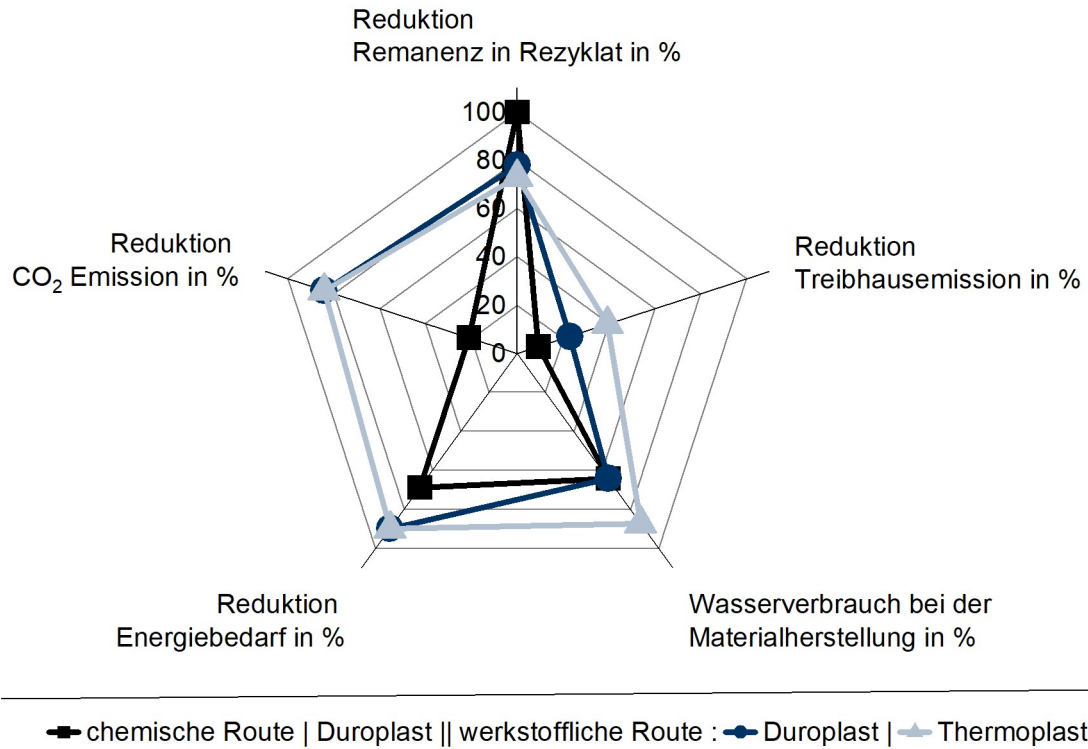


Abbildung 43: Vergleich der chemischen und werkstofflichen Route [Duroplast | Thermoplast] im Hinblick auf die magnetischen Eigenschaften sowie ökologische und wirtschaftliche Aspekte

3.4 Arbeiten in Publikationsorganen mit einer wissenschaftlichen Qualitätssicherung

- [1] Rösel, U. Change of the material behaviour by the amount of recycled magnetic materials in polymer bonded magnets based on thermoplastics
Drummer, D. Magnetism, 4, 1 (2024), S. 1-23.
- [2] Rösel, U. Evaluation of a Recycling Strategy for Polymer-Bonded Magnets
Drummer, D. Based on Thermosets
Recycling, 9, 5 (2024), S. 81.
- [3] Rösel, U. Influence of application conditions onto the magnetic properties of recycled polymer bonded magnets based on thermoplastics and ferrite based fillers
Drummer, D. Pending decision.

3.5 Qualifikation des wissenschaftlichen Nachwuchses

- [1] J. Schweickert Beurteilung von Recyclingmöglichkeiten von hartmagnetischen Compounds auf Thermoplast und Duroplast Basis | Bachelorarbeit.
- [2] A. Boettcher Einfluss von Temperatur- und Zeitlagerung von Post-Industrial Produkten auf die Recyclingfähigkeit von hartmagnetischen Compounds | Bachelorarbeit

3.6 Fazit

Die im Rahmen des Vorhabens gewonnen Erkenntnisse bilden die Grundlage für die Bewertung einer möglichen Kreislaufwirtschaft für hartmagnetische Füllstoffe und damit der ressourceneffiziente und -schonende Umgang mit begrenzten Materialien sowie kunststoffgebundenen Dauermagneten. Dabei zeigt sich im Bereich des chemischen Recyclings die Notwendigkeit eine Pyrolyse unter Stickstoffatmosphäre, um die magnetischen Eigenschaften der hartmagnetischen Füllstoffe nicht zu stark zu reduzieren, sodass eine erneute Anwendung unmöglich wird. Gerade die Ausbildung einer Oxidationsschicht auf den Füllstoffen macht eine aufwendige Nachbereitung vor der erneuten Verwendung notwendig. Dennoch wurde die chemische Route innerhalb des Projektkonsortiums als nicht zukunftsfähig für das Recycling von gebundenen Dauermagneten eingestuft, da neben dem deutlichen Abfall der magnetischen Eigenschaften auch die ökologischen und wirtschaftlichen Aspekte unzureichend sind. Die Erkenntnisse aus dem Projekt zeigen, dass die werkstoffliche Route nicht nur für Thermoplasten, sondern auch für Duroplasten im Rahmen von gebundenen Dauermagneten geeignet ist. Hierbei muss eine entsprechende Wahl der Prozessparameter bei einem möglichst feingemahlten Trägermaterial getroffen werden,

Im Bereich der thermoplastisch basierten Magnete wurde gezeigt, dass die Wahl des Angussystems einen erheblichen Einfluss auf die Fließbedingungen hat, wodurch der mögliche Rezyklatanteil, der verarbeitet werden kann, limitiert wird. Weiterhin wurde analytische eine Stützwirkung bei einem entsprechend hohen Anteil von Neumaterial nachgewiesen. Zudem konnte gezeigt werden, dass der Einsatz von anteiligem Rezyklat nicht nur die Viskosität an sich reduziert, sondern insbesondere die Anteile des elastischen und viskosen Fließens beeinflussen. Dies wirkt sich entsprechend auf die mögliche Orientierung und damit die zu erreichenden magnetischen Eigenschaften aus.

Die abschließende Definition der Kreislaufwirtschaft für gebundene Magnete muss aus Sicht des Projektkonsortiums auf einer werkstofflichen Route unabhängig vom Matrixmaterial beruhen. Hierdurch zeigen sich nicht nur im Bereich der magnetischen Eigenschaften, sondern insbesondere auch im Bereich der ökologischen und wirtschaftlichen Aspekte Vorteile gegenüber der chemischen Route. Ein genereller Übertrag dieser Erkenntnisse, die auf Post-Industrial Produkten basierten, wurde stichprobenartig auch auf Post-Consumer Produkte durch eine geraffte Alterung vorgenommen. Es ist dabei zu beachten, dass eine Temperatur- und/ oder Medieneinwirkung im Einsatz zu einer Veränderung der magnetischen Eigenschaften des Rezyklats führen kann, welcher entsprechend bei der Auslegung des Bauteils auf Rezyklatbasis berücksichtigt werden muss.