

Neue Wertschöpfung aus Wood Plastic Composites durch Einsatzmöglichkeiten für Spritzgussanwendungen

C. Burgstaller

Berichte aus Energie- und Umweltforschung

3/2011

Impressum:

Eigentümer, Herausgeber und Medieninhaber:
Bundesministerium für Verkehr, Innovation und Technologie
Radetzkystraße 2, 1030 Wien

Verantwortung und Koordination:
Abteilung für Energie- und Umwelttechnologien
Leiter: DI Michael Paula

Liste sowie Downloadmöglichkeit aller Berichte dieser Reihe unter
<http://www.nachhaltigwirtschaften.at>

Neue Wertschöpfung aus Wood Plastic Composites durch Einsatzmöglichkeiten für Spritzgussanwendungen

Dr. Christoph Burgstaller, DI C. Bandion, DI V. Reisecker,
DI G. Schaffler, Ing. A. Gösweiner, Ing. H. Ladner,
Ing. K. Moser, B. Edlinger, F. Hartl, C. Maticka
Transfercenter für Kunststofftechnik GmbH – TCKT

Dr. T. Pham
Borealis Polyolefine GmbH

Ing. K. Eiweck
Intier Automotive Eybl GmbH (Ebergassing) & Co OHG

Ing. H. Schulze
PPI Plastic Products Innovation GmbH & Co KG

Wels, Juni 2010

Ein Projektbericht im Rahmen der Programmlinie



Impulsprogramm Nachhaltig Wirtschaften

Im Auftrag des Bundesministeriums für Verkehr, Innovation und Technologie

Vorwort

Der vorliegende Bericht dokumentiert die Ergebnisse eines Projekts aus der Programmlinie FABRIK DER ZUKUNFT. Sie wurde im Jahr 2000 vom Bundesministerium für Verkehr, Innovation und Technologie im Rahmen des Impulsprogramms Nachhaltig Wirtschaften als mehrjährige Forschungs- und Technologieinitiative gestartet. Mit der Programmlinie FABRIK DER ZUKUNFT sollen durch Forschung und Technologieentwicklung innovative Technologiesprünge mit hohem Marktpotential initiiert und realisiert werden.

Dank des überdurchschnittlichen Engagements und der großen Kooperationsbereitschaft der beteiligten Forschungseinrichtungen und Betriebe konnten bereits richtungsweisende und auch international anerkannte Ergebnisse erzielt werden. Die Qualität der erarbeiteten Ergebnisse liegt über den hohen Erwartungen und ist eine gute Grundlage für erfolgreiche Umsetzungsstrategien. Anfragen bezüglich internationaler Kooperationen bestätigen die in FABRIK DER ZUKUNFT verfolgte Strategie.

Ein wichtiges Anliegen des Programms ist es, die Projektergebnisse – seien es Grundlagenarbeiten, Konzepte oder Technologieentwicklungen – erfolgreich umzusetzen und zu verbreiten. Dies soll nach Möglichkeit durch konkrete Demonstrationsprojekte unterstützt werden. Deshalb ist es auch ein spezielles Anliegen die aktuellen Ergebnisse der interessierten Fachöffentlichkeit zugänglich zu machen, was durch die Homepage www.FABRIKderZukunft.at und die Schriftenreihe gewährleistet wird.

Dipl. Ing. Michael Paula
Leiter der Abt. Energie- und Umwelttechnologien
Bundesministerium für Verkehr, Innovation und Technologie

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung.....	7
2. Methodik.....	12
2.1. Materialien.....	12
2.2. Compoundherstellung.....	14
2.3. Spritzgussverarbeitung.....	15
2.4. Mechanische Charakterisierung.....	16
2.5. Thermische Charakterisierung.....	19
2.6. Rheologische Charakterisierung.....	19
2.7. Zusätzlich Charakterisierungsmethoden.....	20
3. Ergebnisse des Projektes & Interpretation.....	23
3.1. Einfluss der Rezeptur.....	23
3.1.1. Einfluss der Matrix.....	23
3.1.2. Einfluss des Verstärkungsstoffes.....	33
3.1.3. Wirkung des Haftvermittlers.....	36
3.1.4. Einfluss der Haftvermittlertype.....	43
3.1.5. Einfluss der Schlagzähmodifikatortype.....	44
3.2. Einfluss der Verarbeitung.....	45
3.3. Herstellung von Musterteilen.....	52
3.4. Ökologische & Ökonomische Betrachtung.....	55
4. Schlussfolgerungen zu den Projektergebnissen.....	56
4.1. Detailangaben in Bezug auf die Ziele der Programmlinie.....	57
4.2. Ausblick und Empfehlungen.....	59
5. Literaturverzeichnis.....	60
6. Anhang.....	64

Kurzfassung

Wood Plastic Composites (WPC) sind Werkstoffe aus thermoplastisch verarbeitbaren Polymeren und Holzpartikeln. Die Vorteile dieser Werkstoffklasse liegen in der Verfügbarkeit und dem Preis der Holzpartikel, welche üblicherweise als Sekundärrohstoff anfallen, und die daraus resultierende Möglichkeit, den Kunststoff teilweise durch Holz zu ersetzen, wodurch fossile Rohstoffe eingespart und die Eigenschaften des Verbundes maßgeschneidert für die Anwendung eingestellt werden können.

Das Ziel des Projektes war es, geeignete Formulierungen von Wood Plastic Composites für Spritzgussanwendungen zu entwickeln, da vorangegangene Forschungen sich fast ausschließlich mit der Extrusion dieser Werkstoffklasse beschäftigten, jedoch die Anwendungen im Spritzguss Vorteile hinsichtlich Produktgeometrie, Designfreiheit und Verarbeitung aufweisen. Im Rahmen des Projektes wurden mit dem Projektteam, bei dem die teilnehmenden Partner aus den Bereichen Rohstoffhersteller, anwendungsorientierte Forschung und Anwender bzw. Verarbeiter kommen, einerseits eine Wissensbasis über die Rezeptur-Eigenschaftsbeziehungen erarbeitet und darauf basierend die WPC-Rezepturen für den Spritzguss entwickelt.

Da die Rezeptur der WPCs die mechanischen und optischen Eigenschaften, sowie die Verarbeitungsfähigkeit bestimmt, ist es notwendig, die Zusammenhänge zwischen der Rezeptur und den Eigenschaften zu bestimmen, um für die weiteren Schritte wissenschaftlich die am besten geeigneten Rezepturen auswählen zu können. Mit diesen Rezepturen wurden auch praxisnah Demonstrationsteile gefertigt, wodurch weiteres Know-how für die Entwicklung von WPC für den Spritzguss gewonnen wurde. Zusätzlich wurden durch die rheologische Charakterisierung solche Daten gewonnen, die als Basiswissen zur Auslegung zukünftiger Spritzgusswerkzeuge dienen, sowie durch die thermische Charakterisierung der Composites deren Eignung zum Einsatz für die jeweiligen Anwendungen überprüft.

Weiters wurden im Rahmen des Projektes auch Daten über den Prozess an sich erhoben, wie z.B. die maximal mögliche Granulatfeuchte vor der Verarbeitung und die maximale Standzeit des Materials bei Maschinenausfall. Diese und andere Fragestellungen waren kritische Punkte, da es darum ging, diese in der Praxis auftretenden Probleme zu beleuchten und mit deren Beantwortung Unternehmen, welche keine Erfahrung mit WPC besitzen, dahingehend zu unterstützen, dass diesen die Schwellenangst vor der Verwendung von WPC genommen wird.

Die Ergebnisse aus diesem Projekt stellen das Basiswissen für zukünftige Anwendungen dar, welche auch in dem hier vorliegenden Abschlussbericht dargestellt sind. Zusätzlich wird die bereits vorhandene Kompetenz über die Extrusion, welche am Institut in den letzten Jahren aufgebaut wurde, mit dem Know-how über den Spritzguss von WPC ergänzt. Daraus ergeben sich vielfältige Möglichkeiten der Anwendung von WPC durch einen bisher für diese Materialklasse noch nicht zugänglichen Verarbeitungsweg der Kunststoffindustrie, wodurch auch eine wirtschaftliche und strategische Stärkung der Partner zu erwarten ist.

Abstract

Wood Plastic Composites (WPC) are materials consisting of a thermoplastically processable matrix and wood particles. The advantages of this material class are the availability and price of the wood particles, and the possibility of partially substituting the polymer in the mixture, which enables it to save on fossil raw materials. Furthermore this also is a way of using the wood particles in a more significant way than for energy applications, but for getting the possibility of producing tailor made materials for application.

The aim of the project was to find appropriate formulations for injection moulded Wood Plastic Composites. Recent research interest mainly dealt with extruded WPC, but application in the field of injection moulding shows added values in terms of freedom of design, complexity of the produced parts and processing. In the scope of the project, with the help of the project team, consisting of a raw material supplier, application oriented research and plastic processors, it was possible to develop a WPC formulation suitable for injection moulding on the basis of the knowledge base, which was worked on in the first stage.

Because the recipe is determining the mechanical and optical properties, as well as the processability of WPC, the necessity of knowing the relationships between formulation and properties emerges. This is the basis for knowledge based decisions on the right formulation for application itself. Further, demonstration parts have been manufactured, which enabled the project team to gain further insight into the injection moulding of WPC. Additional data from rheological tests will be helpful for future injection moulding tool designs, as well as the investigated thermal properties will determine the different possible fields of application.

Data about processing of WPCs, for example the maximum moisture content of the granules or the residence time of the material in the process in case of machine shutdown, have also been collected within the project, because these are the critical points for implementing a new material class in a production process. Due to the knowledge of these questions and the supply of adequate answers to these problems, producers will be thinking more open minded about using WPCs for their products.

The results generated within the project are the basic knowledge for future application, and are collected, discussed and resumed within this report. Additional competence is generated at the institute, which complements the expertise about extrusion of WPC with the knowledge about injection moulding of these materials. Furthermore these results enable the use of Wood Plastic Composites in different fields of application, which will lead to strategically and economically strengthened partners.

1. Einleitung

Wood Plastic Composites (WPC) sind Verbundwerkstoffe aus einem thermoplastisch verarbeitbaren Kunststoff, Holzpartikeln (oder verholzten Pflanzenteilen, wie z.B. Naturfasern) und Additiven. Die ursprüngliche Idee zum Einsatz von Holz-Reststoffen in Kunststoffen liegt mittlerweile viele Jahre zurück. [1]

Anfang des 20. Jahrhunderts setzte Baekeland Holzmehl als Füllstoff in den von ihm entwickelten Duromeren auf Phenol-Formaldehyd-Basis ein, den sogenannten Bakeliten [2]. Obwohl diese Bakelite nun nicht in die Definition der WPC fallen (aufgrund der fehlenden thermoplastischen Verarbeitbarkeit von Bakelit-Harzsystemen), zeigen sie doch, dass solche Reststoffe im Laufe der Zeit von der Menschheit immer wieder verwertet wurden, und zwar als funktionelle Stoffe. Der Einsatz von Holzmehl in Bakeliten verbesserte deren mechanische Eigenschaften soweit, dass diese gut mit mechanischen Verfahren (wie z.B. Sägen oder Bohren) bearbeitbar waren, und half zudem, die Eigenspannungen des Harzes während des Aushärteprozesses soweit zu reduzieren, dass größere Formteile dadurch nicht zerrissen. Zwei Beispiele für solche Formteile sind in Abbildung 1 dargestellt, wobei gerade die Optik der Klemmleuchte schon stark an WPC bzw. Kunstholz erinnert.



Abbildung 1: Exponate aus Bakelit im Deutschen Kunststoff Museum; Links „Klemmleuchte Hergil“, Rechts eine Koffernähmaschine (Quelle: Kunststoff-Museum-Verein e.V., Düsseldorf)

Die nächsten Versuche, Holzmehl und Holzreststoffe stofflich zu verwerten, wurden in den 70er Jahren des letzten Jahrhunderts, vor allem in den Vereinigten Staaten von Amerika, unternommen. Hierbei war die zugrundeliegende Intention die Verringerung des Rohmaterialpreises der Thermoplaste, welcher, z.B. für die Profilextrusion, eingesetzt wurden. Dieser Ansatz ist in der Kunststoffverarbeitung weit verbreitet, und wird z.B. mit Kreide (CaCO_3) und auch anderen anorganischen Füllstoffen immer wieder realisiert. Diese anorganischen Füllstoffe weisen jedoch sehr hohe Dichten auf ($\sim 2,5 \text{ g/cm}^3$), wodurch das hergestellte Material sehr schwer wird, was nicht in allen Anwendungen wünschenswert ist. Holzspäne hingegen weisen eine wesentlich geringere Dichte auf, welche zwar durch die hohen Drücke in der Kunststoffverarbeitung etwas erhöht wird, jedoch maximal auf $1,5 \text{ g/cm}^3$, was der Zellwanddichte der reinen Zellulose entspricht. Sogar in diesem Extremfall spart man noch 40% des Gewichts des Füllstoffes ein (bei gleichen Volumsanteilen an Füllstoff im Verbund). Somit lag die Idee, Kunststoffe durch den Einsatz von Holzspänen günstiger und im Vergleich zu den mit anorganischen Materialien gefüllten auch leichter zu machen, auf der Hand. Die Geschichte zeigte jedoch, dass die Umsetzung dieser Idee durchaus nicht so einfach war, wie zu Beginn angenommen.

Prinzipiell eignen sich zwei grundlegende Methoden für die Verarbeitung von verstärkten Kunststoffen zu Formteilen. Einerseits gibt es die Extrusion (bzw. das Strangpressen) als kontinuierliches Verarbeitungsverfahren zur Herstellung von verschiedenen Endlosgeometrien, wie z.B. Profilen, Platten oder Rohren (Abbildung 2). Diese können auch mehrschichtig aufgebaut sein, wie es z.B. bei hochwertigen Abflussrohren angewandt wird. Hierbei wird für die Mittelschicht ein funktioneller Compound, welcher besonders gute Schallabsorptionseigenschaften aufweist, eingesetzt, während die das Medium berührende Schicht (innen) und die Deckhaut aus einem chemisch beständigen und sehr glatten Polymer bestehen. Auf der anderen Seite gibt es das Spritzgussverfahren (bzw. auch das Spritzpressen), bei welchem diskontinuierlich dreidimensionale und sehr komplexe Bauteile hergestellt werden können. Beispiele für im Spritzguss hergestellte Artikel gibt es zahllose in allen Bereichen des täglichen Lebens, angefangen von einfachen Behältern wie Kisten und Kübeln, über Gehäuse für Haushaltsgeräte und Laptops bis hin zur Automobilinnenausstattung, wo Armaturenbretter, Hutablagen oder Kofferraumverkleidungen spritzgegossen werden. In der Kunststoffindustrie sind die beiden genannten Arten der Verarbeitung von größter Wichtigkeit, und werden auch für technische Systeme gleichermaßen benötigt. Als ein Beispiel hierfür sind Kunststoffrohrsysteme für Installationen sowohl im industriellen Bereich als auch im privaten Haushalt zu sehen. Hierbei werden die Rohre extrudiert, die Fittings, wie z.B. Abzweiger, Rohrbögen oder technische Einbauten wie Ventile oder Absperrungen, spritzgegossen. Auf die weiteren in der Kunststoffindustrie angewandten Verarbeitungswege wie z.B. die Folien- oder Faserherstellung wird hier nicht weiter eingegangen, da bei diesen Verfahren meist unverstärkte Kunststoffe eingesetzt werden, bzw. wenn Verstärkungsstoffe verarbeitet werden, dann nur in sehr geringer Konzentration.

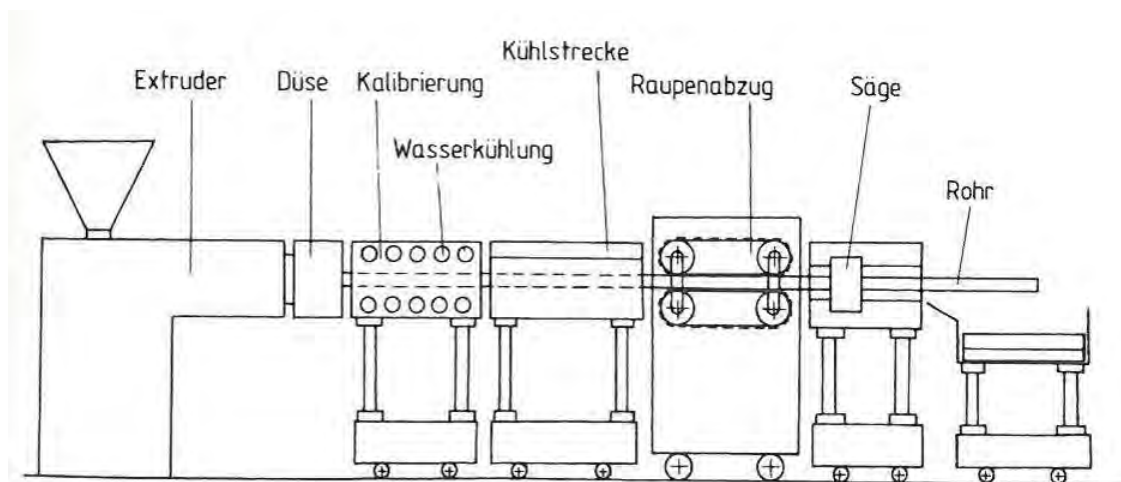


Abbildung 2: Schematische Darstellung einer Extrusionsanlage für Rohre [3]

Für die Verarbeitung von WPC sollten sich nun sowohl der Spritzguss als auch die Extrusion eignen. Vor allem letzteres Verfahren drängte sich für die ersten Versuche zur WPC Verarbeitung auf, da die Polymere, die hier verwendet werden, sehr schmelzesteif sein sollen. Dies bedeutet, dass die Polymere eine hohe Viskosität benötigen, um nach dem Austritt aus der Düse, d.h. dem Werkzeug, des Extruders bis zur Abkühlung der Außenhaut stabil genug sind, um die Form soweit aufrecht zu erhalten. Setzt man nun zu einem Polymer einen Verstärkungsstoff zu, welcher als Feststoff nicht im Verarbeitungsbereich des Kunststoffs schmilzt, erhöht man zusätzlich die scheinbare Viskosität der Schmelze, was somit einen Vorteil darstellt oder sich zumindest nicht störend auf die Verarbeitung auswirkt. Zusätzlich spricht für die Extrusion von WPC die Herstellung von Verbunden, wie z.B. Terrassenprofilen, welche auch aus Holz gefertigt werden. Während bei der Herstellung aus Festholz

Abfälle wie eben die Sägespäne oder der Fräs- und Schleifstaub anfallen, hat man bei der Verarbeitung von WPC in der Extrusion den Vorteil, die Reststoffe zu nutzen und dabei quasi ohne Abfall (mit Ausnahme von Anfahrabfällen) einen sehr komplexen Querschnitt herstellen zu können (Abbildung 3).

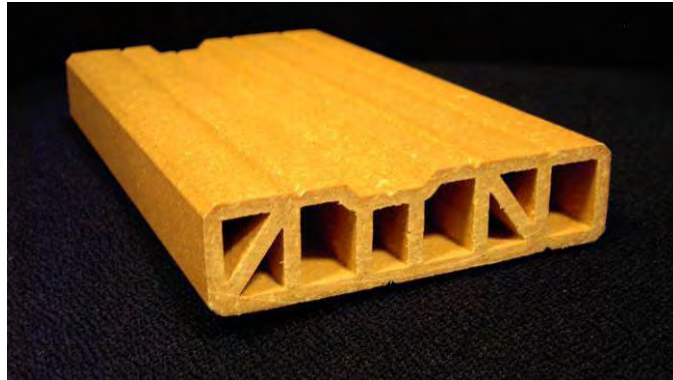


Abbildung 3: Extrudiertes WPC-Profil (70% Holz, 30% PP)

Beim Spritzguss (Abbildung 4) hingegen, wo eine heiße Schmelze in eine kalte Form (der sogenannten Kavität) gepresst wird, ist die Fließfähigkeit des Polymers von entscheidender Bedeutung. Unter Berücksichtigung der Tatsache, dass Verstärkungsstoffe im Material die Fließfähigkeit durch die Erhöhung der Viskosität verringern, ist nun der Zusatz von jedweden Verstärkungsstoff sehr kritisch zu betrachten. Nun kann die Viskosität eines Polymers auch über die Temperatur beeinflusst werden, d.h. je höher die Temperatur, desto leichter fließt ein Polymer. Dieser Abhilfe sind natürlich Grenzen gesetzt, nämlich durch den thermischen Abbau des Kunststoffes. Während Polymere wie Polypropylen unter Luftausschluss durchaus auch kurzzeitig bis 260 °C belastbar sind, beginnt die thermische Zersetzung von Holz bzw. von manchen seiner Einzelkomponenten schon wesentlich früher [4], nämlich bei etwa 200°C. Diese Zersetzung beeinflusst anfangs zwar nicht die Verbundeigenschaften wie etwa die Festigkeit oder die Steifigkeit, jedoch können sich die Emissionen der Abbauprodukte nachteilig auf Farbe oder Geruch des hergestellten Bauteils auswirken. Gerade aus diesen Gründen existieren kaum Spritzgussanwendungen am Markt, da die Formulierung von Rezepturen mit einem guten Eigenschaftsprofil in Kombination mit einer zufriedenstellenden Verarbeitbarkeit nicht ohne weiteres möglich ist. Dies ist auch aus verschiedenen Studien ersichtlich, bei welchen zwar nicht die Herstellungsverfahren, aber die Anwendungsgebiete dargestellt sind. Wie in Abbildung 5 dargestellt, sind die typischen Produkte wie Decking (d.h. Terrassendielen) oder auch Fenster und Türprofile Vertreter für in der Extrusion hergestellte Produkte. Auf das Ungleichgewicht zwischen Extrusion und Spritzguss wird auch von Vogt und Karus [5] in einer WPC Studie hingewiesen. Dort wird beschrieben, dass 98% aller WPC Produkte am US-amerikanischen Markt mittels Extrusion hergestellt werden.

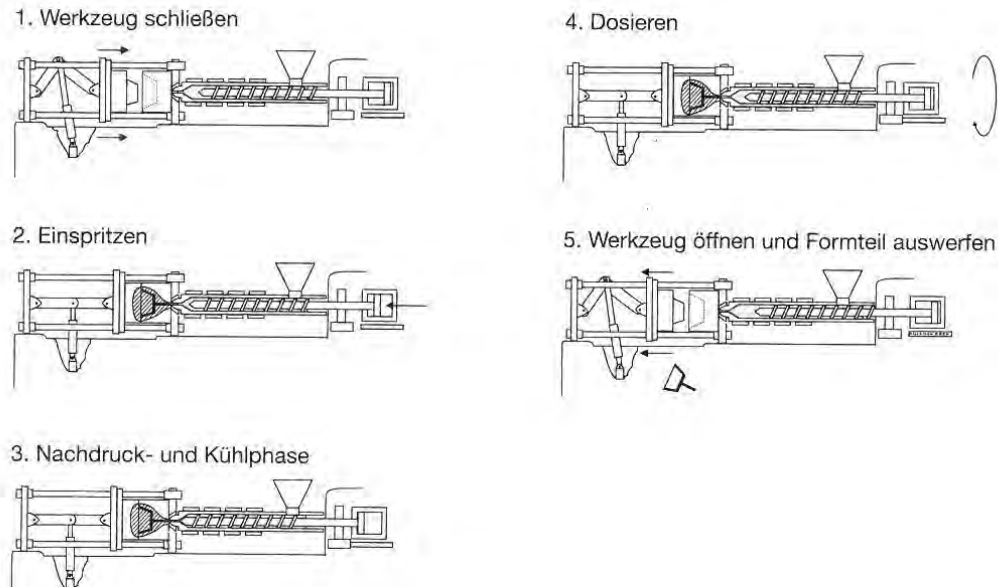


Abbildung 4: Zyklischer Ablauf eines Spritzgussprozesses [3]

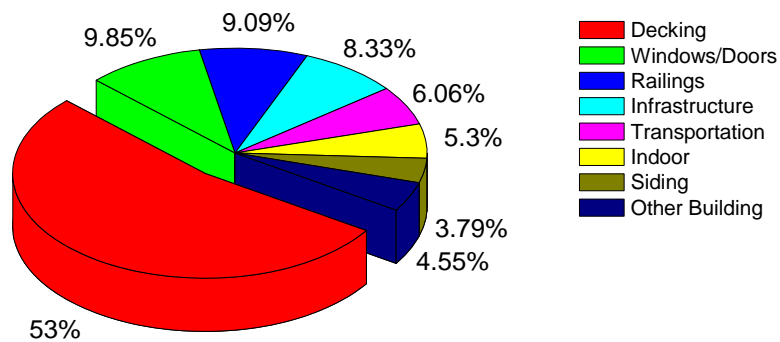


Abbildung 5: Anwendungsgebiete von WPC (nach [3], veränderte Abbildung)

Für spritzgegossene WPC gibt es sowohl aus der Forschung als auch aus der Industrie nur sehr wenige Daten. Eine als Ergänzung zum extrudierten Decking-Programm dienende Kassette der Fa. Werzalit ist eines der wenigen Beispiele (Abbildung 6). Weiters existieren dann noch Demonstrationsbauteile, wie z.B. ein Lüftergehäuse für den Automobilinnenbereich, jedoch werden diese Materialien nach dem derzeitigen Wissensstand nicht serienmäßig in Fahrzeugen eingesetzt. Naturfaserverbunde hingegen finden relativ breite Anwendung im Automobilinnenbereich, wobei hier allerdings nicht im Spritzgussverfahren gearbeitet wird, sondern mittels Thermoformen. Zusätzlich ist die Matrix der meisten Naturfaserverbunde im Automobil kein Thermoplast, sondern ein Duromer, weswegen diese Verbunde auch nicht als WPC gesehen werden können. Gerade gegenüber den Duromeren weisen die auf thermoplastischen Polymeren basierenden WPC Vorteile hinsichtlich Produktionskosten, Zykluszeiten und Rezyklierbarkeit auf.

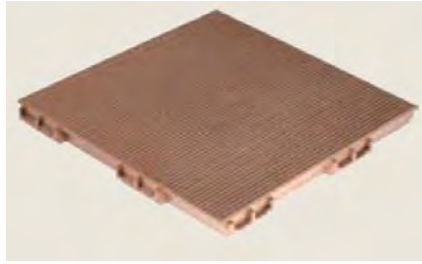


Abbildung 6: Spritzgegossene Kasette aus WPC (Quelle: Fa. Werzalit)

Während die Herstellung von WPC Prüfkörpern mittels Spritzguss eine durchaus verbreitete Methode ist, wie aus den zahlreichen Publikationen zur Charakterisierung von WPC zu entnehmen ist [10-14], sind die Arbeiten, die sich spezifisch mit dem Spritzgießen von WPC beschäftigen, sehr rar. Die Herstellung von Universalprüfkörpern nach Norm ist darauf ausgelegt, verschiedenste Materialien spritzgießen zu können - darum ist die Fließlänge im Verhältnis zum Querschnitt im Prüfkörperwerkzeug relativ gering. Bei Realbauteilen, die im Spritzguss gefertigt werden, sind die Fließlängen üblicherweise um ein Vielfaches höher. Zudem ist die Geometrie der Bauteile wesentlich komplexer, da gerade die Möglichkeit, Hinterschneidungen, Stege, Zapfen und andere Formen abzubilden den Vorteil beim Spritzguss darstellt, weil man dadurch ein Bauteil auf die in der Verwendung anfallenden Belastungen hin optimieren kann. Für Publikationen, welche sich mit diesem Thema beschäftigen, gibt es wenige Beispiele.

Eckardt zeigte in einer Arbeit die Ansätze und das Potential für WPC im Spritzguss auf, und diskutiert auch rudimentär die Problematik der Fließlängen sowie den Einfluss der Massetemperatur auf die Qualität von spritzgegossenen Teilen [7].

Auch der Einfluss von Materialparametern auf die Herstellung von spritzgegossenen WPC wird in der Literatur diskutiert. Funke [8] zeigt in einer Publikation den Einfluss der Viskosität des Basispolymers auf die Formfüllung und die mechanischen Eigenschaften auf.

Nichtsdestotrotz zeigt die Literaturrecherche, dass bisher nur wenig und bruchstückhaftes Wissen über WPC im Spritzguss vorhanden ist. Daher war die Motivation hinter dem Forschungsprojekt, welches diesem Bericht zugrunde liegt, ebensolche Formulierungen oder Rezepturen zu finden, da nach der Meinung der Autoren die Vielfältigkeit der Anwendungen im Spritzguss auch viele Möglichkeiten für WPC als funktionellen Werkstoff eröffnet. Die Zielsetzung in diesem Projekt war es somit, eine Wissensbasis für WPC-Rezepturen zu entwickeln, welche für ausgewählte Anwendungsbeispiele maßgeschneidert hergestellt werden können, wobei sowohl das Eigenschaftsprofil als auch die Verarbeitbarkeit der Verbunde die Anforderungen erfüllen müssen. Im Folgenden werden nun die Methodik, welche dem Forschungsprojekt zugrunde liegt, sowie die Ergebnisse daraus diskutiert.

2. Methodik

Die Zielsetzung in diesem Forschungsprojekt war die Erarbeitung einer Wissensbasis für WPC-Rezepturen, welche für den Spritzguss geeignet sind und zusätzlich jenen Anforderungen entsprechen, die für die ausgewählten Musterbauteile notwendig wären, wenn es sich um Serienbauteile handeln würde. Hierzu wurden verschiedene Formulierungen hergestellt, um unterschiedliche Komponenten des Verbundes zu variieren. Diese Hauptbestandteile waren:

- das Matrixpolymer, hinsichtlich Art (PP, HD-PE, LD-PE, LLD-PE) und Type (Homopolymer, Copolymer)
- der Verstärkungsstoff, d.h. die Holzpartikel in Art (Weich- & Hartholz) sowie Feinheit
- die Additive (Haftvermittler und Schlagzähmodifizierer) hinsichtlich Type und Konzentration

Diese verschiedenen Verbunde wurden, wie im Nachfolgenden beschrieben, hergestellt und charakterisiert. Auf Basis dieser Ergebnisse wurden Formulierungen ausgewählt, welche bei den Projektpartnern zu Musterteilen weiterverarbeitet wurden, um neue Erkenntnisse über die Tauglichkeit dieser Formulierungen hinsichtlich der Verarbeitbarkeit mit Industriemaschinen und Serienspritzgusswerkzeugen zu gewinnen.

2.1. Materialien

Im Rahmen dieses Projektes wurden die unterschiedlichen Bestandteile (Matrix, Verstärkungsstoff, Additive) von WPC-Rezepturen variiert und untersucht. Die verwendeten Materialien und deren charakteristische Eigenschaften sind im Folgenden angegeben (Tabelle 1 – Tabelle 4).

Tabelle 1: Verwendete Polymere und deren Grundcharakteristika

Bezeichnung	Type	MFR [g/10min]
PP-h 1	Polypropylen Homopolymer	8 ^a
PP-h 2	Polypropylen Homopolymer	60 ^a
PP-B	Polypropylen Blockcopolymer	60 ^a
PP-R	Polypropylen Randomcopolymer	20 ^a
PE-HD	Polyethylen, hohe Dichte	30 ^b
PE-LD	Polyethylen, niedere Dichte	4 ^b
PE-LLD	Polyethylen, linear, niedere Dichte	4 ^b



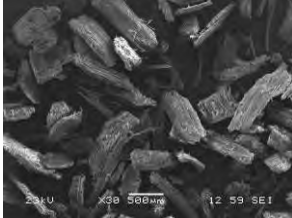

^a ... gemessen bei 230 °C & 2,16 kg, ^b ... gemessen bei 190 °C & 2,16 kg

Tabelle 2: Verwendete Haftvermittler und deren Grundcharakteristika

Bezeichnung	Type	MVR ^a [cm ³ /10min]	C _{MAH} [Gew.-%] ^b
PP-MAH A	mit Maleinsäureanhydrid	175	0,64
PP-MAH B	gefropftes Polypropylen	370	1,25
PP-MAH C		285	0,88
PP-MAH D		120	0,90
PP-MAH E		146	1,65
PE-MAH	mit Maleinsäureanhydrid gefropftes Polyethylen	4	0,90

^a ... gemessen bei 230 °C & 2,16 kg, ^b ... mittels Titrationsmethode bestimmt (siehe 2.7.)

Tabelle 3: Verwendete Verstärkungsstoffe und deren Grundcharakteristika

Bezeichnung	Type	REM-Aufnahme	l ^a [μm]	d ^a [μm]
feinst	Weichholz		70	30
fein			250	70
mittel			600	200
grob			1200	400
mittel	Hartholz	-	500	200
mittel	Zellulosefaser	-	300	20

^a ... Mittel- bzw. Richtwerte aus der Faserlängenvermessung

Tabelle 4: Verwendete Schlagzähmodifikatoren und deren Grundcharakteristika

Bezeichnung	Type	Shore-A-Härte	MFR [g/10min] ^a
EO-Copo	Ethen-Octen-Copolymer	-	3
EPDM weich	Ethylen-Propylen-Dien-Copolymer	~ 60	-
EPDM hart	Ethylen-Propylen-Dien-Copolymer	~ 80	-

^a ... gemessen bei 230 °C & 2,16 kg

2.2. Compoundherstellung

Die Herstellung der Compounds (d.h. der WPC-Mischungen) erfolgte mit einem gleichlaufendem Doppelschneckenextruder (Thermo Prism TSE24HC, Abbildung 7) mit einem Schneckendurchmesser von 24 mm und einem Längen zu Durchmesser Verhältnis von 28. Die Zuführung der Komponenten erfolgte über gravimetrische Schneckenförderer, wobei für die in Granulatform vorliegenden Rohstoffe Einschneckenendosierungen und für die pulverförmigen Stoffe sowie für die Holzpartikel Zweischneckenendosierungen verwendet wurden. Die Zuführung der Holzpartikel erfolgte über einen sogenannten Sidefeeder (in Zone 4 angebracht), welcher den Vorteil aufweist, dass die festen Partikel in ein bereits geschmolzenes Polymer eingearbeitet werden. Während der Herstellung war das Temperaturprofil vom Einzug (Zone 1) zur Düsenplatte (Die) auf ein Plateau ansteigend eingestellt, wobei die am Plateau eingestellte Maximaltemperatur durch das verwendete Polymer vorgegeben wurde. Bei Polypropylen betragen diese Temperaturen zwischen 190 – 210 °C, bei den verwendeten Polyethylentypen zwischen 170 – 200 °C.

Der Durchsatz wurde dem Holzgehalt der Compounds angepasst, welcher zwischen 0 und 60 Gew.-% variiert wurde. Dementsprechend wurde der Durchsatz zwischen 12 kg/h für die niedrigen und 8 kg/h für die hohen Konzentrationen eingestellt. Die Schneckendrehzahl wurde dem jeweiligen Compound soweit angepasst, dass die Motorbelastung bei etwa 80% lag. Somit wurde sichergestellt, dass die auf die Formulierung einwirkende Scherung zumindest pro Holzgehaltsstufe etwa gleich ist.

Die so hergestellten Schmelzestränge wurden mittels Wasserbad abgekühlt, mit einem Stranggranulator zu Granulat geschnitten und anschließend in Umlufttrocknern (Marke Motan) bei 80 °C getrocknet.

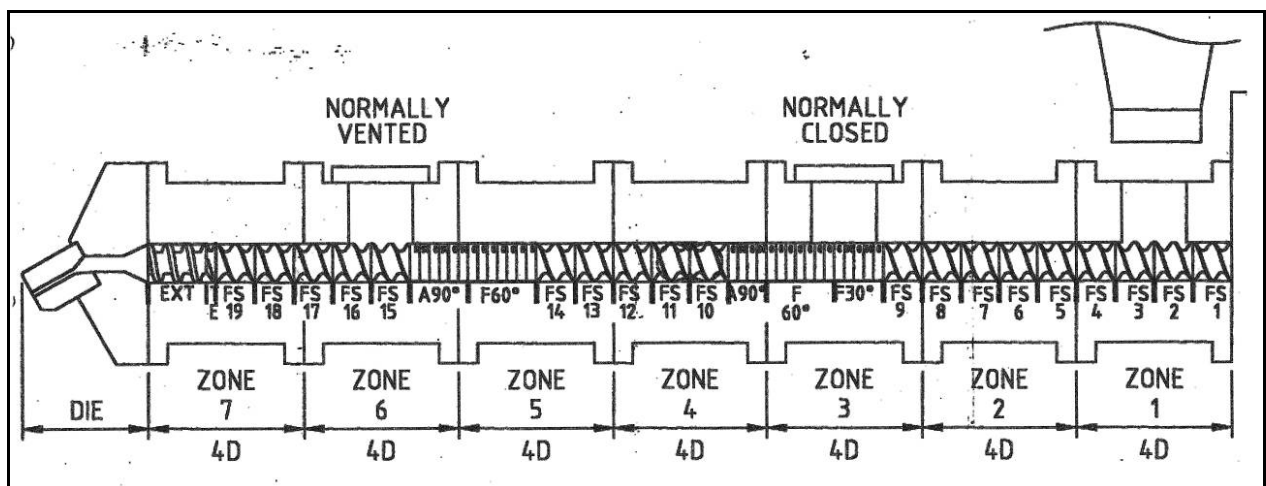


Abbildung 7: Schematische Darstellung des verwendeten gleichläufigen Doppelschneckenextruders (Quelle: Thermo Prism)

2.3. Spritzgussverarbeitung

Die Verarbeitung der hergestellten und vorgetrockneten Compounds zu Spritzgussteilen erfolgte auf konventionellen servohydraulischen Spritzgussmaschinen mit 80 bzw. 150 t Schließkraft (Engel Victory 80 & 150). Zur Herstellung der Universalprüfkörper (Geometrie nach ISO 527, Abbildung 8) für die Materialcharakterisierung wurden die Einstellungen pro Polymertyp und Holzgehalt konstant gehalten (ISO 3167), um Einflüsse der Herstellung auf die Eigenschaften des Verbundes zu vermeiden.

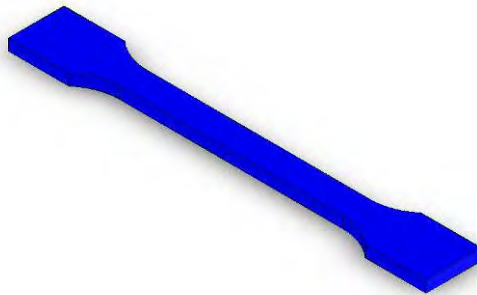


Abbildung 8: Schematische Darstellung der verwendeten Universalprüfkörper nach ISO-527

Aus diesen Universalprüfkörpern, welche direkt für den uniaxialen Zugversuch verwendet werden konnten, wurden mittels einer pneumatischen Stanze prismatische Prüfkörper ($80 \times 10 \times 4 \text{ mm}^3$) herausgestanzt, welche für Biege- und Schlagbiegeversuche und die Bestimmung der Wärmeformbeständigkeit verwendet wurden.

Für die Untersuchungen zum Einfluss der Verarbeitungsparameter auf die Eigenschaften von WPC wurden drei Standardformulierungen (mit 10, 30 und 50 Gew.-%) ausgewählt und davon ebenfalls Universalprüfkörper hergestellt. Hierbei wurden jedoch verschiedene Einstellparameter des Spritzgussprozesses variiert, welche im Folgenden aufgelistet sind:

- die Masstemperatur T_M (die am Zylinder der Spritzgussmaschine eingestellte Temperatur)
- die Werkzeugtemperatur T_W (die Temperatur der Kavität, in welche der geschmolzene Kunststoff gepresst wird)
- der Nachdruck p_{ND} (jener Druck, mit welchem nach der Füllung bis zum Erstarren der Schmelze in die Kavität Material „nachgedrückt“ wird)
- die Zykluszeit t_z
- die Einspritzgeschwindigkeit

Die so hergestellten Universalprüfkörper wurden ebenfalls mit den untenstehenden Methoden charakterisiert, um Informationen über die Einflüsse der Verarbeitung zu gewinnen.

Zusätzlich wurden mittels Spritzguss noch Platten zur Schwundbestimmung ($60 \times 60 \times 2 \text{ mm}^3$) hergestellt, wobei diese Herstellung und die Schwundermittlung nach ISO-294-4 erfolgte. Als Musterbauteile wurden von ausgewählten Formulierungen kleine Boxen (ca. $12 \times 10 \times 6 \text{ cm}^3$) und Platten mit Abstufungen (6 – 1 mm Dicke, 24 cm lang, 6 cm breit) hergestellt, um die Oberfläche der WPC besser beurteilen zu können (Abbildung 9). Bei den Projektpartnern wurden Musterbauteile aus

dem Bereich Automobilinnenraum und Freizeitmöbel hergestellt. Diese werden jedoch an späterer Stelle in diesem Bericht gesondert beschrieben.



Abbildung 9: Fließversuchsplatte (li) und Box (re) aus WPC

2.4. Mechanische Charakterisierung

Zur mechanischen Charakterisierung der hergestellten Verbunde wurden sowohl statische (z.B. Zugprüfung) wie auch dynamische Verfahren (z.B. Schlagzähigkeit) angewandt, da in einer zukünftigen Anwendung sowohl statische Belastungen als auch Schlageinwirkung vorkommen. Im Folgenden werden nun die verschiedenen Verfahren beschrieben. Alle Verbunde wurden vor den mechanischen Prüfungen für mindestens 88 h bei 23 °C und 50% relativer Luftfeuchte gelagert.

Der uniaxiale Zugversuch (nach ISO 527) wurde mittels Universalprüfmaschine (Abbildung 10, Zwick Roell Z020) an Universalprüfkörpern durchgeführt, wobei der E-Modul mit einer Querschnittsgeschwindigkeit von 1 mm/min bestimmt wurde, und anschließend die Prüfkörper mit 5 mm/min bis zum Bruch geprüft wurden. Aus diesem Versuch erhält man den E-Modul (E in MPa), die Zugfestigkeit (σ_{Max} in MPa) und die Dehnung beim Kraftmaximum (ϵ in %).



Abbildung 10: Prüfaufbau für den Zugversuch

Die Schlagzähigkeit nach Charpy wurde an prismatischen Prüfkörpern sowohl ungekerbt (ISO 179eU) als auch gekerbt (Abbildung 11, ISO 179eA) mit einem Pendelschlagwerk (Zwick Roell 5113.300) ermittelt. Das Einbringen der Kerbe erfolgte mittels einer Präzisionskreissäge und dem dazugehörigen Sägeblatt für die Kerbenform A. Die Pendelgröße wurde so gewählt, dass die zum Bruch benötigte Energie 20 – 80% der maximalen Schlagenergie des Pendels beträgt. Die somit ermittelten Werte sind die Schlagzähigkeit (a_{CUe}) und die Kerbschlagzähigkeit (a_{CNe}) nach Charpy in kJ/m^2 .

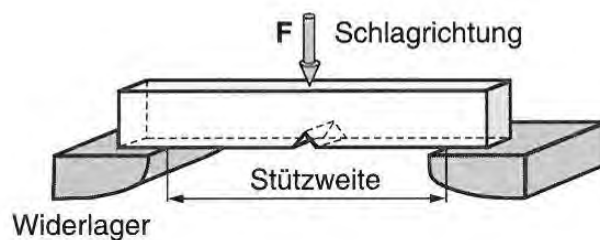


Abbildung 11: Prinzip des Kerbschlagbiegeversuchs nach Charpy [6]

Der Dreipunktbiegeversuch (Abbildung 12, ISO-178) wurde für ausgewählte Verbunde an prismatischen Prüfkörper, welche aus den im Spritzguss hergestellten Universalprüfkörpern herausgestanzt wurden, auf einer Universalprüfmaschine (Zwick Roell Zmart Pro) durchgeführt. Die Ermittlung des E-Moduls erfolgte wiederum mit einer Traversengeschwindigkeit von 1 mm/min , und danach wurden die Prüfkörper mit 2 mm/min bis zum Bruch belastet. Aus diesem Versuch erhält man den Biege-E-Modul in MPa sowie die Biegefestigkeit (in MPa) und die Dehnung (in %).

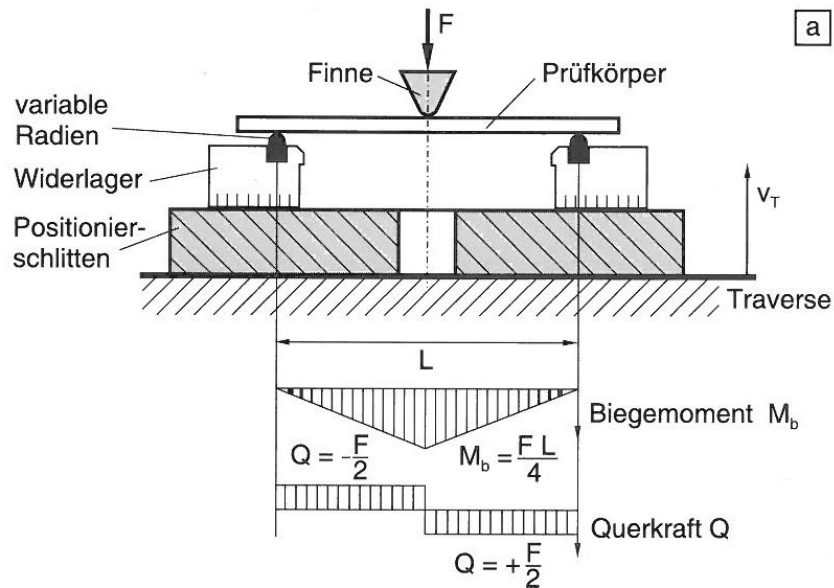


Abbildung 12: Aufbau des Dreipunktbiegeversuchs [6]

Die Wärmeformbeständigkeit wurde nach ISO-79 auf einem Coesfeld Vicat HDT Prüfstand ermittelt. Hierzu wurden wiederum prismatische Prüfkörper verwendet, welche in Dreipunktbiegebelastung mit 1,8 MPa (HDT-A) bzw. 0,45 MPa (HDT B) Biegespannung beaufschlagt wurden. Diese Belastung wird in einem Ölbad durchgeführt, welches mit einer Heizrate von 120 K/h aufgeheizt wird (Abbildung 13). Jene Temperatur, bei der eine Durchbiegung von 0,33 – 0,34 mm, abhängig von der Probendicke, erreicht wird, entspricht der Wärmeformbeständigkeit in °C.

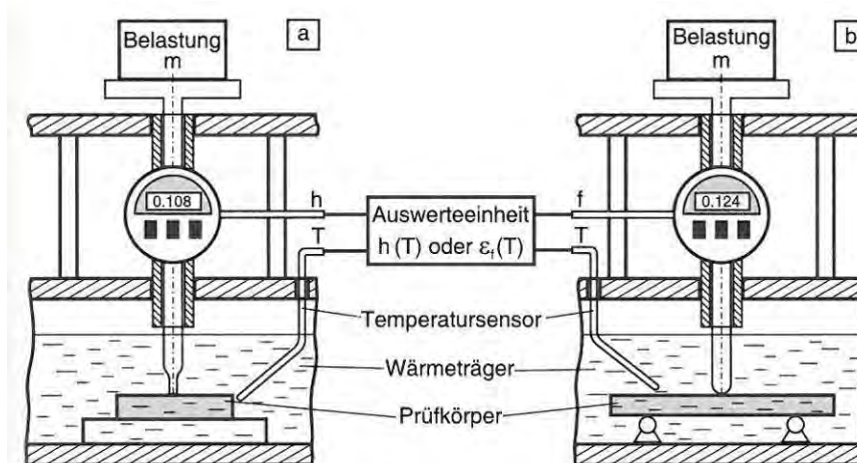


Abbildung 13: Darstellung des Versuchsaufbaus bei Vicat (li) und HDT (re) [6]

2.5. Thermische Charakterisierung

Die thermische Charakterisierung von Holz und Holzbestandteilen sowie ausgewählten Verbunden wurde mittels thermogravimetrischer Analyse (TGA, ISO-11358) unter Stickstoffatmosphäre mit einer Heizrate von 10 K/min in einem Aluminiumoxid-Tiegel auf einer Mettler Toledo TGA/SDTA 851 ausgeführt. Die Stickstoffatmosphäre wurde deswegen gewählt, da während der Kunststoffverarbeitung zwar geringe Mengen an Luft zwischen den Granulatkörnern in die jeweilige Maschine eingezogen wird, die Schmelze an sich jedoch nur sehr wenig in Kontakt mit Luft kommt, und daher die Stickstoffatmosphäre die Bedingungen besser simuliert als ein sauerstoffhaltiges Spülgas, welches permanent während der Messung über die Probe geleitet wird. Als Ergebnis erhält man ein Thermogramm, bei welchem die Temperatur gegen das Probengewicht aufgetragen wird.

Die Bestimmung der flüchtigen organischen Bestandteile (volatile organic compounds, VOC) wurde gemäß VDA Richtlinie 277 durchgeführt. Hierzu wurden geringe Mengen der zu untersuchenden Proben als Granulat in eine verschlossene Phiole mit einem definiertem Volumen eingebracht, diese dann bei 120°C für 5 h gelagert, und die so in die Gasphase emittierten flüchtigen Bestandteile mittels Headspace-Gaschromatographie-Massenspektrometrie Kopplung analysiert. In diesem Fall werden einerseits die einzelnen Peaks (Signale) und deren Herkunft ausgewertet, sowie auch eine Summenwert für die Kohlenstoff-Emission in µg/g angegeben.

2.6. Rheologische Charakterisierung

Zur rheologischen Charakterisierung, d.h. zur Ermittlung der Viskosität in Abhängigkeit der Scherrate, wurden zwei Methoden angewandt. Die erste Methode war die Masse-Schmelzfluss-Rate (MFR, ISO-1133), welche hauptsächlich zur Bestimmung der Fließfähigkeit der reinen Polymere verwendet wurde. Hierbei misst man die Menge an Schmelze pro Zeiteinheit, welche durch eine geheizte Kapillare bei einer bestimmten Temperatur mit einem definierten Gewicht gepresst werden kann. Temperatur und Gewicht sind für die jeweiligen Polymere vorgegeben. Bei Polypropylen wurde bei 230 °C mit 2,16 kg gemessen, die verschiedenen Polyethylene mit 190 °C und 2,16 kg, auf einem Fließprüfgerät Zwick Roell 4106. Anzumerken ist bei diesem Prüfverfahren, dass es sich lediglich um eine vergleichende Methode handelt, wobei nicht nur die Temperatur und das Stempelgewicht übereinstimmen müssen, sondern auch nur Polymere einer Art miteinander verlässlich verglichen werden können.

Zur genaueren Bestimmung der Fließeigenschaften, welche durch die Bestimmung des MFR durch das Fehlen einer Berechnungsmöglichkeit für die Viskosität nicht möglich ist, wurde die Hochdruckkapillarrheometrie (HKR, Abbildung 14, Göttfert 2001) angewandt. In diesem Fall wird die Schmelze wiederum durch eine geheizte Kapillare gepresst, jedoch im Unterschied zum MFR mit definierten Geschwindigkeiten, aus denen die verschiedenen Scherraten berechnet werden können. Zusätzlich wird der Druckverlauf mit drei entlang der Düse angebrachten Druckaufnehmern aufgezeichnet, woraus sich die Viskosität des Materials berechnet. Die Temperaturen sind hier oberhalb des Schmelzbereichs des Materials frei wählbar, jedoch wurde wegen der thermischen Beständigkeit eine Messtemperatur von 210 °C gewählt, da gerade jene Verbunde, welche mit hohen Anteilen an Holz verstärkt sind, zum thermischen Degradieren neigen, und die dabei auftretenden

Abbauprodukte die Messung beeinträchtigen. Als Ergebnis aus diesen Messungen erhält man Fließkurven, d.h. den Verlauf der scheinbaren Viskosität η (in Pa s) gegen die Scherrate γ (in 1/s). Diese Abhängigkeit ist deswegen wichtig, da die unterschiedlichen Verarbeitungsmethoden in der Kunststoffindustrie unterschiedliche Scherratenbereiche abdecken, und aus der Fließkurve die Viskosität für den jeweiligen Bereich abgelesen werden kann.

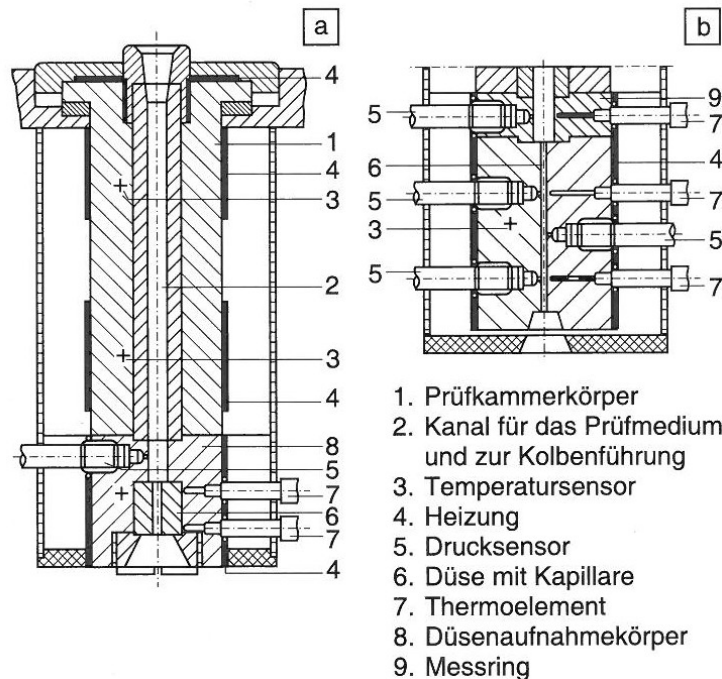


Abbildung 14: Aufbau der Messanordnung von Hochdruckkapillarrheometern mit Kanälen mit (a) kreisförmigem und (b) rechteckigem Querschnitt [6]

2.7. Zusätzlich Charakterisierungsmethoden

Die Dichte in g/cm^3 der Verbunde wurde mittels Dichtewaage (Scaltes SBC 31 mit Dichtekit Sartorius YDK 01 LP, Auftriebsverfahren nach ISO-1183) an prismatischen Prüfkörpern ($40 \times 10 \times 4 \text{ mm}^3$) bestimmt. Als Auftriebsflüssigkeit wurde absoluter Ethanol verwendet, wobei die Temperatur des Ethanols mittels Thermometer gemessen und über eine Dichtetabelle die der gemessenen Temperatur zugehörige Dichte zur Berechnung der Verbunddichte herangezogen wurde. Die Berechnung der Verbunddichte ρ_C erfolgte nach Gleichung 1.

$$\rho_C = \frac{m_L \cdot \rho_{\text{EtOH}}}{m_L - m_{\text{EtOH}}} \quad (1)$$

wobei m_L und m_{EtOH} das Probengewicht in Luft und in Ethanol sind, ρ_{EtOH} die temperaturkorrigierte Dichte des Ethanols und ρ_C die Verbunddichte.

Zur Bestimmung des genauen Maleinsäureanhydridgehaltes der Haftvermittler, welche aus einem Polyolefin (PP oder PE) und Maleinsäureanhydrid bestehen, wurde eine nasschemische Titrationsmethode verwendet [9]. Hierzu wurde jeweils 1 g des Haftvermittlers analytisch genau in einen Dreihalskolben eingewogen und mit 100 ml Xylol (Isomergemisch, p.a.) versetzt. Die

Apparatur hierzu ist in Abbildung 15 schematisch dargestellt. Diese Lösung wurde unter Rückfluss zum Sieden erhitzt und solange gehalten, bis sich die Granulatkörner vollständig gelöst hatten. Zu dieser Lösung wurden 5 ml destilliertes Wasser (zur Hydrolyse des Anhydrids) zugesetzt. Nach nochmalig 5 min Sieden wurden 10 ml 0,05 N ethanolischer Kalilauge und 4 Tropfen einer 0,1%igen Lösung von Kresolrot in Ethanol als Indikator zugegeben. Diese Lösung wurde dann, nach Wegnahme der Heizhaube, unter ständigem Rühren mit einer 0,03 N ethanolischen Lösung von Trichloressigsäure bis zum Neutralpunkt titriert. Aus diesem Verbrauch V_t errechnet sich anhand Gleichung 2 die Konzentration an Maleinsäureanhydrid in Gew.-%.

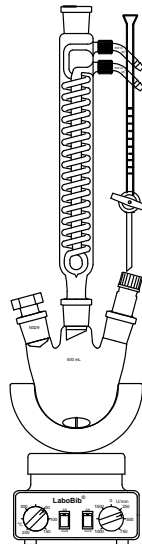


Abbildung 15: Schematische Darstellung der Apparatur zur Titration des MAH-Gehalts von Haftvermittlern

$$C_{\text{MAH}} = \frac{N_{\text{KOH}} \cdot V_{\text{KOH}} - N_{\text{Cl}_3\text{CCOOH}} \cdot V_t}{2 \cdot 1000 \cdot m_0} \cdot 98 \cdot 100 \quad (2)$$

wobei C_{MAH} der Gehalt an Maleinsäureanhydrid in Gew.-% ist, N_{KOH} und $N_{\text{Cl}_3\text{CCOOH}}$ die Normalitäten der Kalilauge und der Trichloressigsäure (in mol/l) sind, V_t der Verbrauch an Säure in ml und V_{KOH} die Menge an zugesetzter Kalilauge, m_0 die Einwaage an Haftvermittler und 98 die molare Masse des Maleinsäureanhydrids. Der Faktor zwei bezieht sich auf die Wertigkeit der Maleinsäure, und der Faktor 1000 dient zur Umrechnung von ml auf l.

Zur Bestimmung der Farbe von ausgewählten Verbunden wurden Farbmessungen (Lab-Sphäre, spectro-guide sphere gloss, BYK) an den Schultern der Universalprüfkörper durchgeführt, da aufgrund der thermischen Einwirkungen die Holzspäne und somit auch der Verbund dunkler werden können.

Weiters wurden auch mikroskopische Untersuchungen an ausgewählten Proben durchgeführt. Zur Beurteilung der Bruchfläche der Verbunde und mögliche Hinweise auf Haftung der Holzpartikel in der Matrix wurden rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen nach dem Beschichten der Oberfläche mit Gold („sputtern“) auf einem Zeiss 1540XB (bzw. auf einem Vega II Tescan) durchgeführt. Zur Beurteilung der Morphologie des Verbundes wurden von ausgewählten Proben mit einem Rotationsmikrotom (Leica RM2255) Dünnschnitte mit Dicken zwischen 10 und 20 μm hergestellt. Diese wurden zwischen einem Objektträger und einem Deckglas mit einem Eindeckmittel (Aquatex®) fixiert, und anschließend unter gekreuzten Polarisatoren mit einem Lichtmikroskop (Olympus BX61) im

Durchlicht untersucht. Hierbei wurden sowohl Ergebnisse hinsichtlich der vorliegenden Kristallstruktur der Polymere wie auch zur Dispergierung der Holzpartikel in der Matrix gewonnen.

3. Ergebnisse des Projektes & Interpretation

Im Folgenden sind die Ergebnisse des Projektes dargestellt. Der rote Faden zu den Kapiteln ist mit der Grundidee des Projektes vergleichbar – zu Beginn sind die grundlegenden Untersuchungen zum Aufbau einer Wissensbasis dargestellt, welche sich mit den Einflüssen der Rezeptur und der Verarbeitung auf die diversen Eigenschaften von Wood Plastic Composites beschäftigt. Danach wird gezeigt, wie unter Anwendung dieses Wissens WPC-Rezepturen für ausgewählte Musterbauteile entwickelt und zur Überprüfung diese Bauteile auch gefertigt wurden. Dies soll die Möglichkeiten für verschiedenste Anwendungen von WPC in Spritzgussbauteilen aufzeigen.

3.1. Einfluss der Rezeptur

3.1.1. Einfluss der Matrix

Alle folgenden WPC-Rezepturen wurden, soweit nicht anders angegeben, mit Haftvermittler im Verhältnis 1% Haftvermittler je 10% Holzpartikel hergestellt, um für alle Rezepturen ein konstantes Verhältnis von Haftvermittler zu Holz einzustellen.

Die Rezeptur zeigt großen Einfluss auf die verschiedenen Eigenschaften der Verbunde. Wie in Abbildung 16 dargestellt ist, steigt der E-Modul der Verbunde mit steigendem Holzgehalt an. Dieser Effekt ist nicht überraschend, da der E-Modul der Holzpartikel, obwohl nicht direkt bestimmbar, wesentlich höher als jener der verschiedenen Matrixpolymere ist. Der E-Modul von Festholz (Fichte) liegt laut Literatur etwa bei 12.000 MPa [15], was sechsmal so hoch ist wie der E-Modul des steifsten hier verwendeten Homopolypropylens. Weiters kann man sehen, dass auch der E-Modul der Matrix die den des Verbundes beeinflusst, d.h. je höher der E-Modul des Polymers, umso höher ist auch jener des Verbundes.

Bei der Zugfestigkeit (Abbildung 17) zeigt sich ein ähnliches Bild. Die Zugfestigkeit steigt mit steigendem Holzgehalt (bei Anwesenheit eines Haftvermittlers) an, und auch die Zugfestigkeit des Matrixpolymers zeigt einen gleichartigen Einfluss wie beim E-Modul. Bei den beiden Homopolypropylenen zeigt sich der Effekt, dass die Festigkeit bei einem Holzgehalt von 10 Gew.-% etwa gleich bleibt (oder sogar etwas sinkt), was dadurch zu erklären ist, dass die Holzpartikel zwar schon die Matrix verstärken, jedoch durch die wesentlich geringere Dehnung (im Vergleich zur Matrix) Spannungskonzentrationen auftreten, welche frühzeitig zur Initiierung von Rissen und somit zum frühzeitigeren Versagen des Verbundes führen. Anzumerken ist hierbei, dass dieser Effekt auch bei anderen Verbunden, wie z.B. glasfaserverstärkten Thermoplasten, auftritt.

Die Dehnung bei der Zugfestigkeit (Abbildung 18) zeigt wiederum klare Zusammenhänge mit der Rezeptur. Hierbei ist jedoch anzumerken, dass bei manchen Reinpolymeren (PE-LLD und PE-LD) diese Charakteristik nicht ausgeprägt und somit auch nicht im Diagramm wiedergegeben ist. Mit steigendem Holzgehalt sinkt die Dehnung der Verbunde, was durch die höhere Steifigkeit des Verbundes mit steigendem Anteil an Verstärkungsstoff zu erklären ist. Auch die Dehnung der Matrix

zeigt wiederum Einfluss, wobei jedoch in diesem Fall die Unterschiede einem nicht ganz linearen Trend folgen.

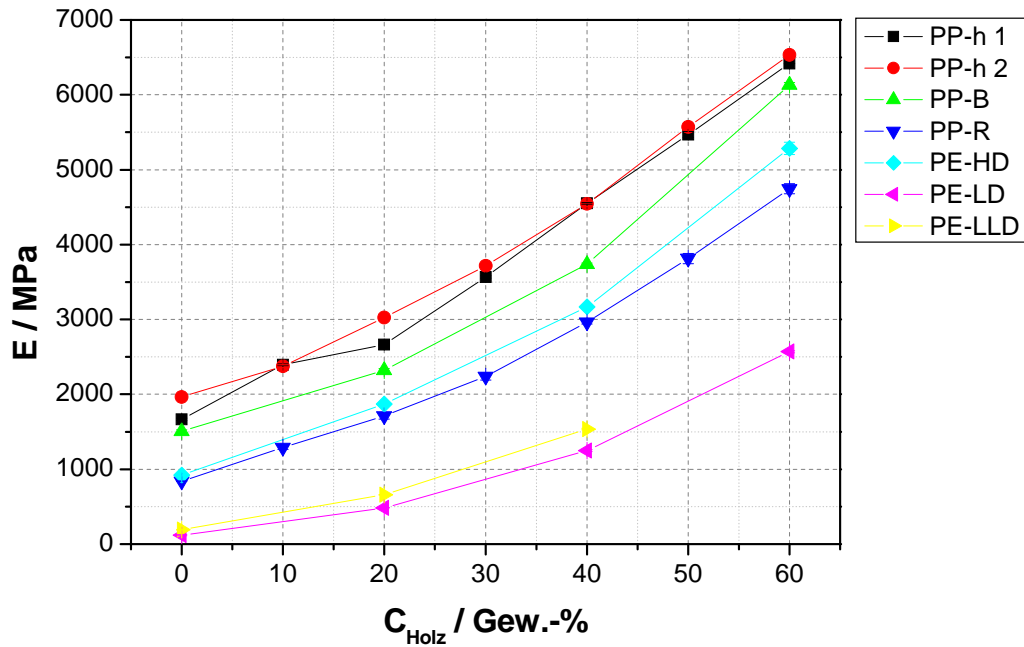


Abbildung 16: Elastizitätsmodul aus dem Zugversuch vs. Holzgehalt und Matrixpolymertyp

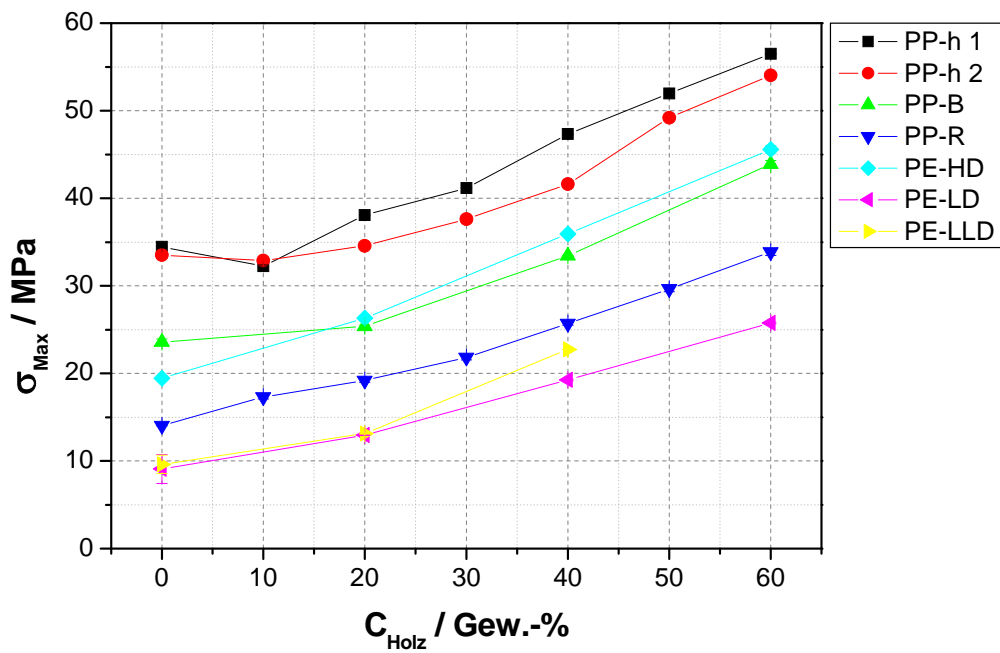


Abbildung 17: Zugfestigkeit vs. Holzgehalt und Matrixpolymertyp

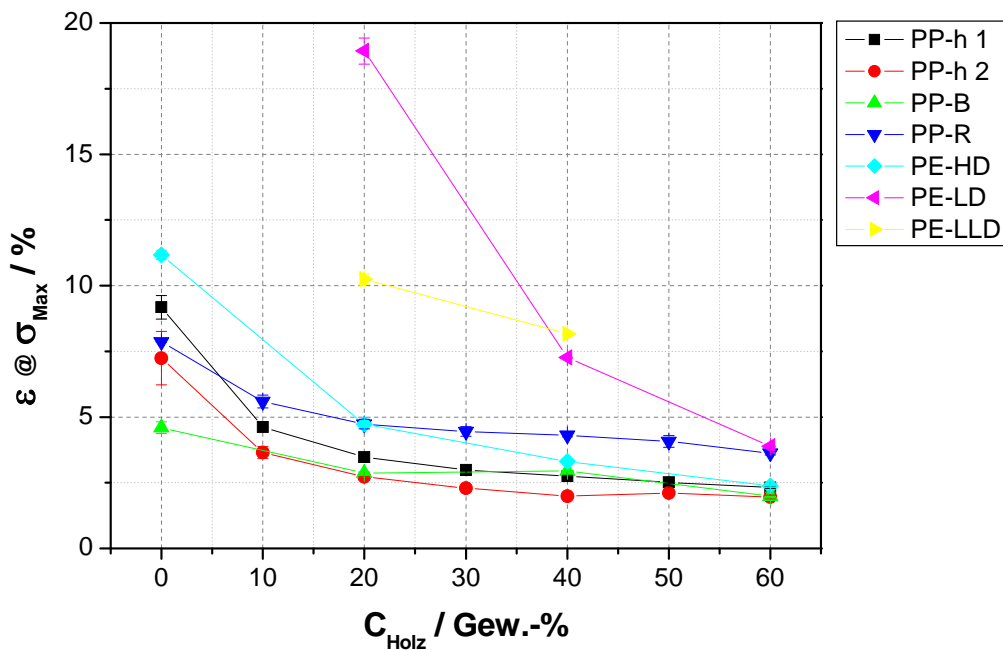


Abbildung 18: Dehnung bei der Zugfestigkeit vs. Holzgehalt und Matrixpolymertyp

Die ungekerbte Schlagzähigkeit (Abbildung 19) zeigt ein der Dehnung sehr ähnliches Verhalten, d.h. mit steigendem Holzanteil sinkt die Schlagzähigkeit. Dieser in absoluten Zahlenwerten teilweise sehr drastische Abfall muss allerdings etwas differenziert betrachtet werden, dass ein Wert ab ca. 150 kJ/m² bedeutet, dass die Proben im Schlagbiegeversuch nicht mehr brechen, sondern nur mehr durch die Auflager durchrutschen. Somit weisen manche Matrixpolymere scheinbar eine sehr hohe Schlagzähigkeit auf, was jedoch durch das veränderte Versagensverhalten nicht direkt verglichen werden kann. Nichtsdestotrotz ist die Schlagzähigkeit der WPC der Schwachpunkt in den mechanischen Eigenschaften, insbesondere bei den Homopolypropylentypen. Im Fall der Copolymere und mancher Polyethylentypen (PE-LD und PE-LLD) ist die Schlagzähigkeit auch für viele Anwendungen ausreichend hoch, allerdings muss man in diesen Fällen relativ geringe Steifigkeiten in Kauf nehmen (siehe E-Modul - Abbildung 16). Um diese Problematik zu überwinden, wurde die Schlagzähmodifizierung der Matrixpolymere ebenfalls untersucht, wie in einem späteren Abschnitt dieses Berichts dargestellt ist.

Bei der Kerbschlagzähigkeit (Abbildung 20) muss man zwischen zwei prinzipiellen Fällen unterscheiden. Bei den Matrixpolymeren, welche von Haus aus eine sehr hohe Kerbschlagzähigkeit aufweisen, werden durch die Zugabe der Holzpartikel sehr hohe Spannungskonzentrationen im Verbund wirksam, welche in Kombination mit der stark erhöhten Steifigkeit das Durchreißen der Verbunde begünstigen. Bei jenen Polymeren, welche nur eine geringe Kerbschlagzähigkeit aufweisen, wirken die Holzpartikel dadurch günstig, dass die Rissausbreitung durch den Verstärkungsstoff behindert wird und somit mehr Energie für das Durchreißen benötigt wird. Nichtsdestotrotz ist die Kerbschlagzähigkeit der WPC für die meisten möglichen Anwendungen als ausreichend zu betrachten.

Die Verbunddichte (Abbildung 21) steigt mit zunehmendem Holzgehalt an. Während dies auf den ersten Blick seltsam erscheinen mag, da die Dichten von Holz und die der hier verwendeten

Polyolefine beide unter 1 g/cm^3 liegen, wird dieser Umstand mit der genaueren Betrachtung der Holzstruktur klarer. Die Holzpartikel sind aus einzelnen Holzfasern aufgebaut, welche sich aus Zellulose, Lignin, Hemicellulosen und anderen Begleitstoffen zusammensetzen [16]. Diese Holzfasern sind allerdings Hohlfasern, welche einen leeren Kanal in der Mitte (das sogenannte Lumen) besitzen. Die Dichte der Zellwand liegt etwa bei $1,5 \text{ g/cm}^3$, und in Kombination mit dem Lumen, welches eine Dichte von annähernd 0 g/cm^3 besitzt, ergibt sich die Dichte kleiner 1 g/cm^3 . Durch die hohen Drücke und Scherkräfte in der Kunststoffverarbeitung kollabieren jedoch diese Fasern teilweise, was dann zur höheren Dichte führen. Die Verbunddicke steigt somit mit steigendem Holzgehalt, da die Holzpartikel in diesem Fall eine Dichte von etwa $1,30 \text{ g/cm}^3$ aufweisen. Die Dichte der Matrixpolymere zeigt ebenfalls einen Einfluss, jedoch ist dieser durch die geringen Dichteunterschiede zwischen den Matrixpolymeren sehr begrenzt.

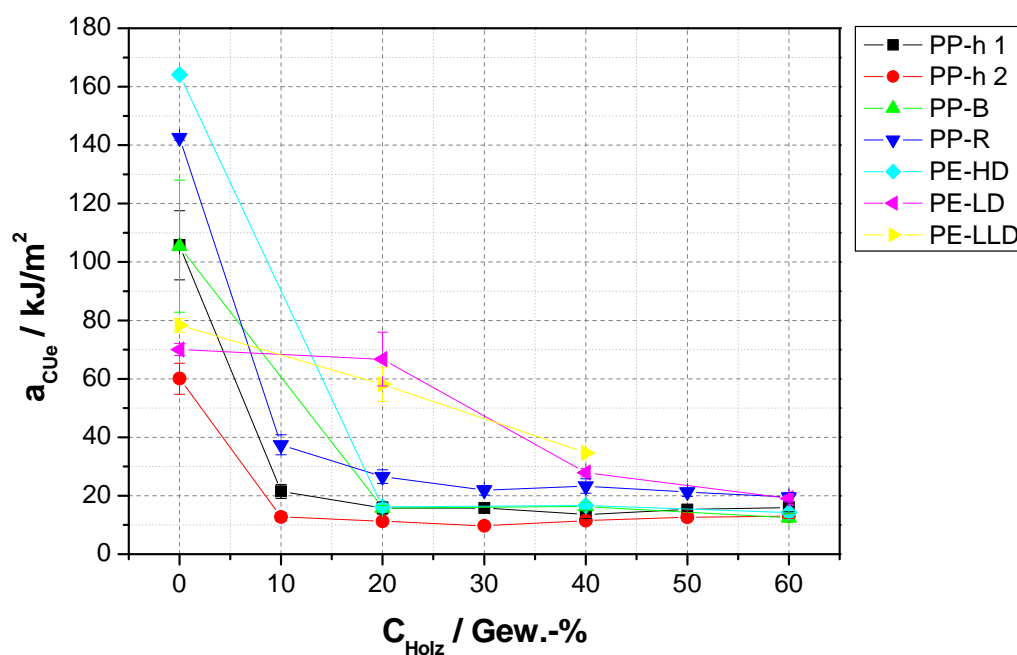


Abbildung 19: Ungekehrte Schlagzähigkeit nach Charpy vs. Holzgehalt und Matrixpolymertyp

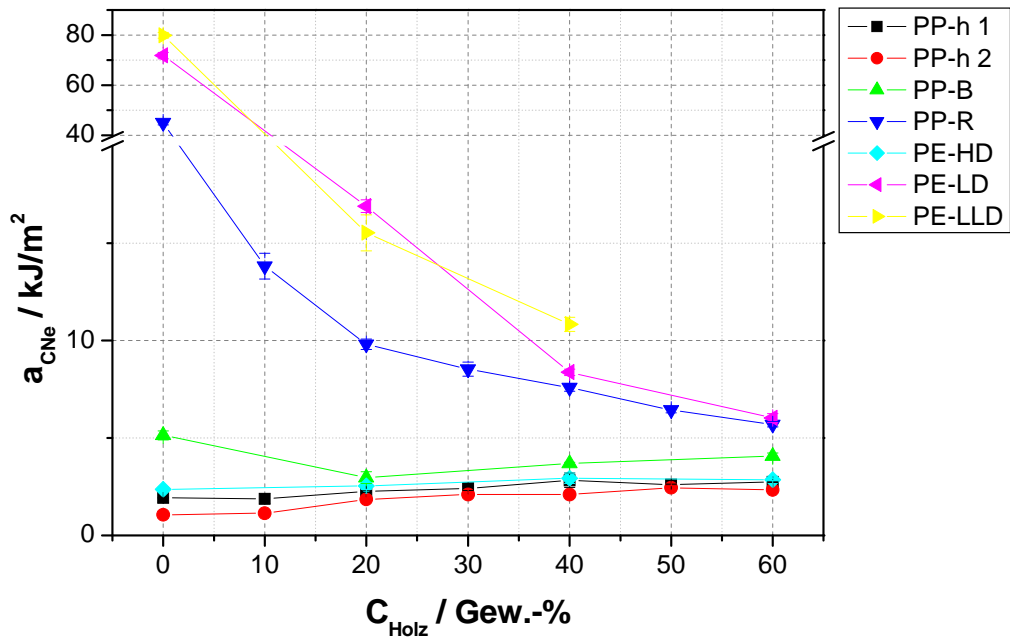


Abbildung 20: Kerbschlagzähigkeit nach Charpy vs. Holzgehalt und Matrixpolymertyp

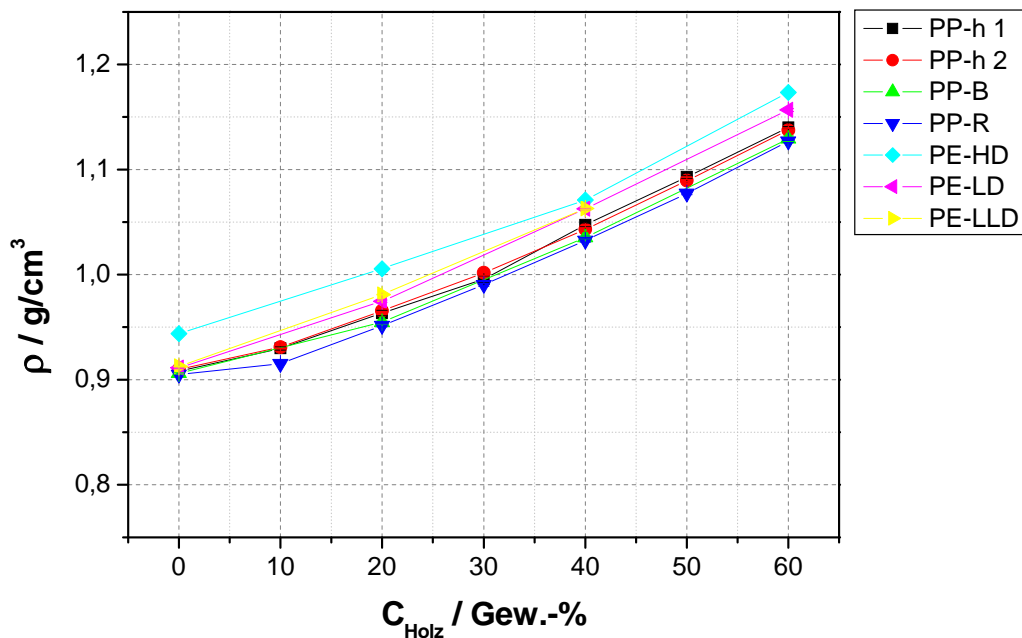


Abbildung 21: Verbunddichte vs. Holzgehalt und Matrixpolymertyp

Die Wärmeformbeständigkeit der Verbunde (Abbildung 22) steigt wiederum mit dem Holzanteil an. Während bei der Methode A, bei welcher eine höhere mechanische Spannung an die jeweiligen Prüfkörper angelegt wird, der Anstieg der Wärmeformbeständigkeit nahezu linear ist, flacht der

Kurvenverlauf bei der Methode B zunehmend ab. Dies liegt daran, dass der Temperaturbereich bei der zweiten Methode nahe dem Schmelzbereich (~ 160°C) des Polypropylens liegt, wodurch keine höheren Temperaturen mehr erzielt werden können.

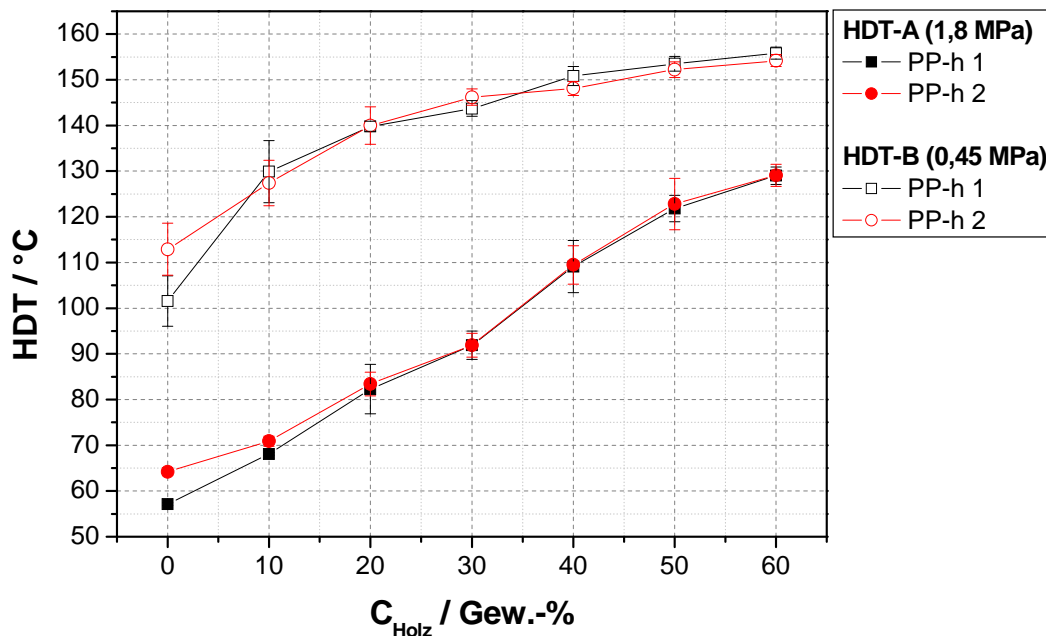


Abbildung 22: Wärmeformbeständigkeit vs. Holzgehalt und Matrixpolymertyp

Im Fall der Fließfähigkeit der Verbunde, genauer gesagt im Fall der Masse-Schmelzfluss-Rate (MFR, Abbildung 23) sieht man, dass diese stark mit dem Anteil an Holzpartikeln in der Formulierung sinkt. Ein weiterer Punkt bei dieser Messmethode ist der Umstand, dass die Kapillare, durch welche die geschmolzenen Mischungen aus Polymer und Holzpartikeln gedrückt werden, einen fixierten Durchmesser von ca. 1 mm aufweist. Daher wird es bei höheren Holzgehalten immer schwieriger, sinnvolle Ergebnisse zu erhalten, da es durch die relativ hohe Viskosität bei den geringen mit dieser Messung realisierbaren Scherraten zu Wandeffekten („Slip-Stick“) kommt, welche die Messung stark verfälschen. Da nun aber die Ergebnisse dieser Messung stark vom Versuchsaufbau abhängen, welcher genormt ist, ist es unserer Meinung nach nicht sinnvoll, den Aufbau zu modifizieren und damit Ergebnisse zu erhalten, welche nicht mehr mit der genormten Prüfung vergleichbar sind.

Daher wurden die weiteren Untersuchungen hinsichtlich der Fließfähigkeit der Verbunde mittels Hochdruck-Kapillarrheometer (HKR) untersucht. Diese Messung ist zwar prinzipiell aufwändiger, hat jedoch den Vorteil, dass die Geometrie der Düse veränderlich ist, da bei dieser Messung der Druck direkt gemessen wird. Aus Abbildung 24 wird ersichtlich, dass die Viskosität (η) mit steigendem Holzgehalt ansteigt, dieser Unterschied jedoch mit steigender Scherrate (γ) etwas verringert wird. Bei der Spritzgussverarbeitung treten üblicherweise Scherraten von über 100 s^{-1} auf, in welchem die verschiedenen WPC in diesem Diagramm Viskositäten von unter 1000 Pas aufweisen, was für die Verarbeitung sehr positiv ist. Zusätzlich kann man aus dieser Grafik den Einfluss eines Haftvermittlers auf die Viskosität ablesen – mit zunehmendem Holzgehalt verringert der Haftvermittler die Viskosität vor allem im Bereich geringer Scherraten. Dies liegt daran, dass durch den Prozess des „Aufpuffens“

der Maleinsäureanhydridmoleküle die Polymerketten gekürzt werden, wodurch auch die Viskosität sinkt.

Auch die Viskosität der Matrix zeigt großen Einfluss auf die Viskosität der Verbunde (Abbildung 25). Die Matrixpolymere PP-h 2 und PP-B, welche eine vergleichbare Viskosität besitzen, zeigen auch in den Verbunden mit gleichem Holzgehalt eine sehr vergleichbare Viskosität, während die Verbunde, welche auf den höherviskosen Matrices basieren, ebenfalls höhere Viskositäten zeigen.

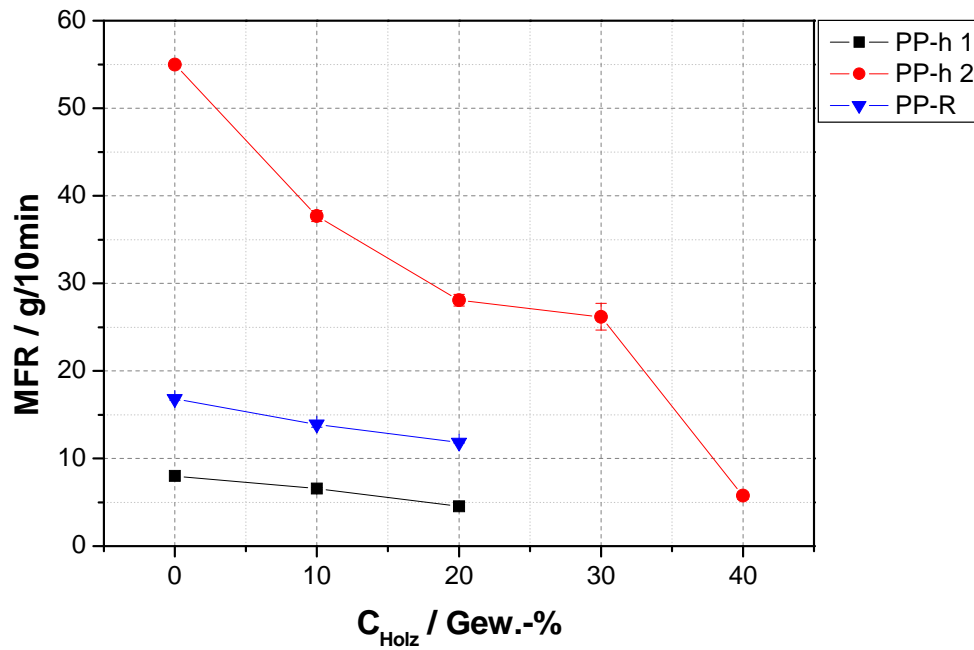


Abbildung 23: Masse-Schmelzfluss-Rate vs. Holzgehalt und Matrixpolymertyp

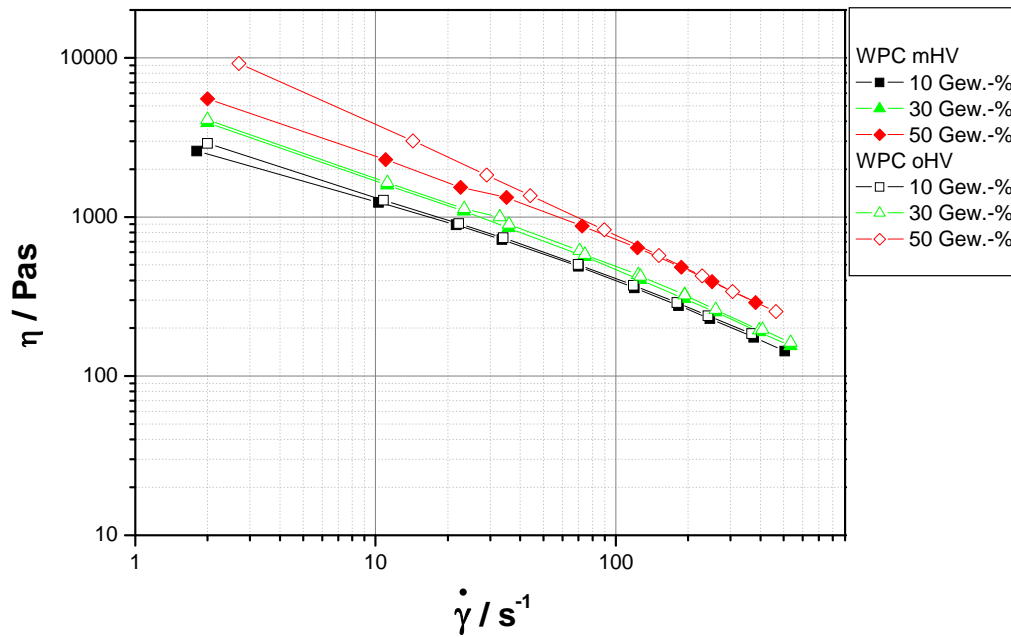


Abbildung 24: Fließkurven für verschiedene WPC-Formulierungen, basierend auf PP-h 1, gemessen bei 210 °C

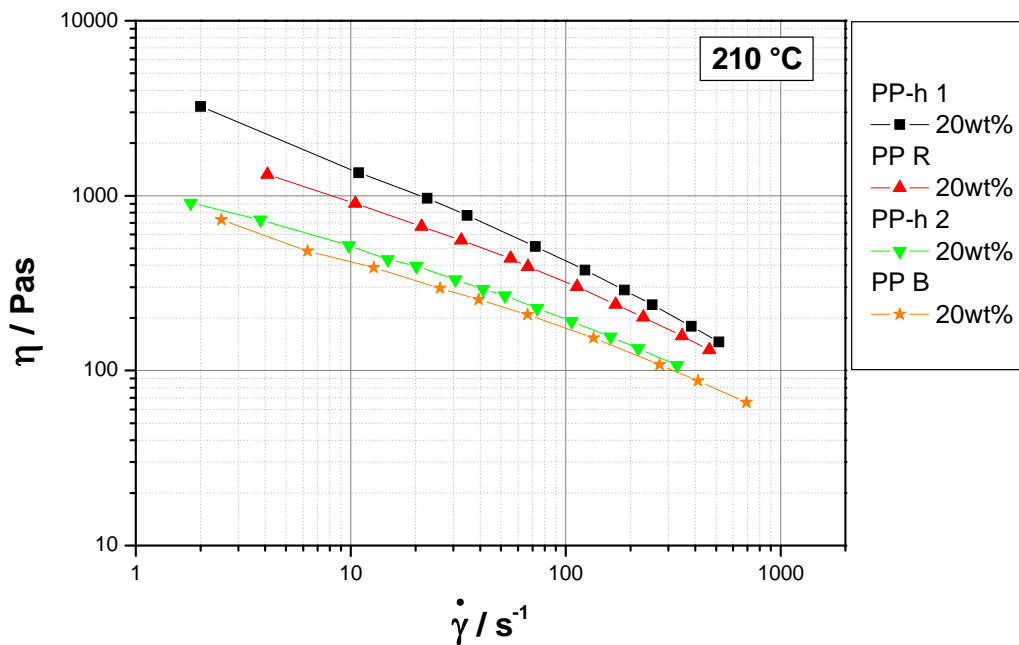


Abbildung 25: Fließkurven für verschiedene WPC-Formulierungen mit unterschiedlichen Matrixpolymeren und jeweils 20 Gew.-% Holz, gemessen bei 210 °C

Die Schwindung der Verbunde ist vor allem hinsichtlich Passgenauigkeit von Bauteilen und Verzug für eine spätere Anwendung ein wichtiger Faktor. Wie man aus der Grafik ersehen kann (Abbildung 26), sinkt die Schwindung der Verbunde mit steigendem Holzanteil, und auch das Matrixpolymer zeigt zusätzlich einen Einfluss. Dass die Schwindung durch den Feststoff, welcher in dem Temperaturbereich zwischen Raumtemperatur und Verarbeitungstemperatur kaum einen Dichteunterschied zeigt, positiv beeinflusst wird, ist durchaus klar. Der Effekt durch die Matrix bedarf allerdings einer genaueren Betrachtung. Wie aus Abbildung 27 abzulesen ist, sinkt die Schwindung mit steigender Fließfähigkeit der Polymere. Die Fließfähigkeit von linearen Polymeren hängt mit der Kettenlänge zusammen, d.h. je kürzer die Polymerketten, desto leichter fließfähig ist ein Polymer. Diese kürzeren Ketten können nun schon während des Spritzgussprozesses auf molekularer Ebene dichter gepackt werden, wodurch die Veränderung durch das Abkühlen geringer ausfällt, und somit die Schwindung – d.h. der relative Unterschied zwischen der Größe des spritzgegossenen Teils und der Größe der Kavität des Spritzgusswerkzeuges – geringer ist.

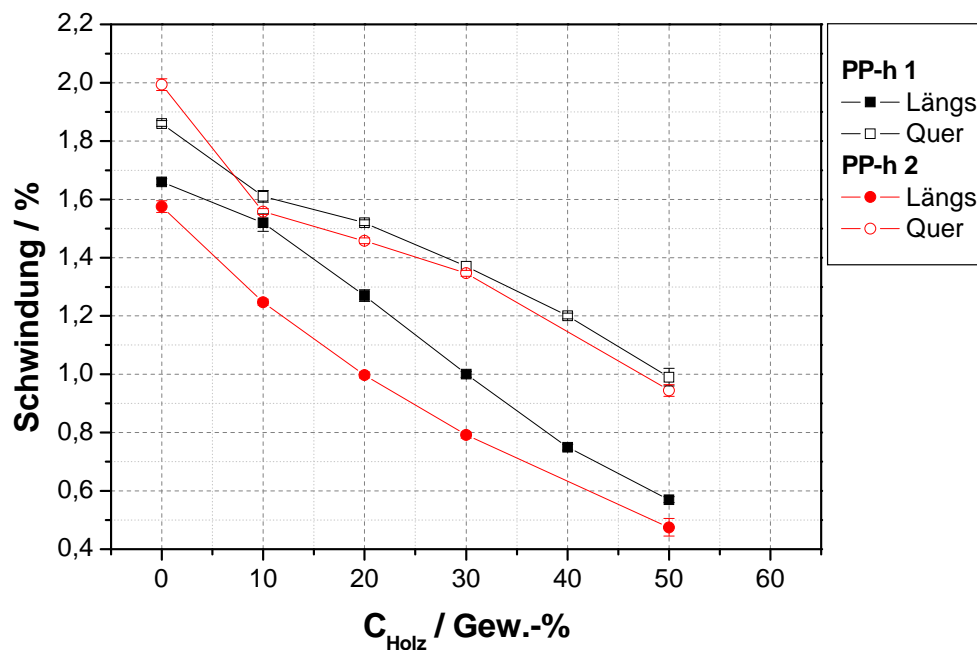


Abbildung 26: Schwindung (längs & quer) vs. Holzgehalt und Matrixpolymertyp

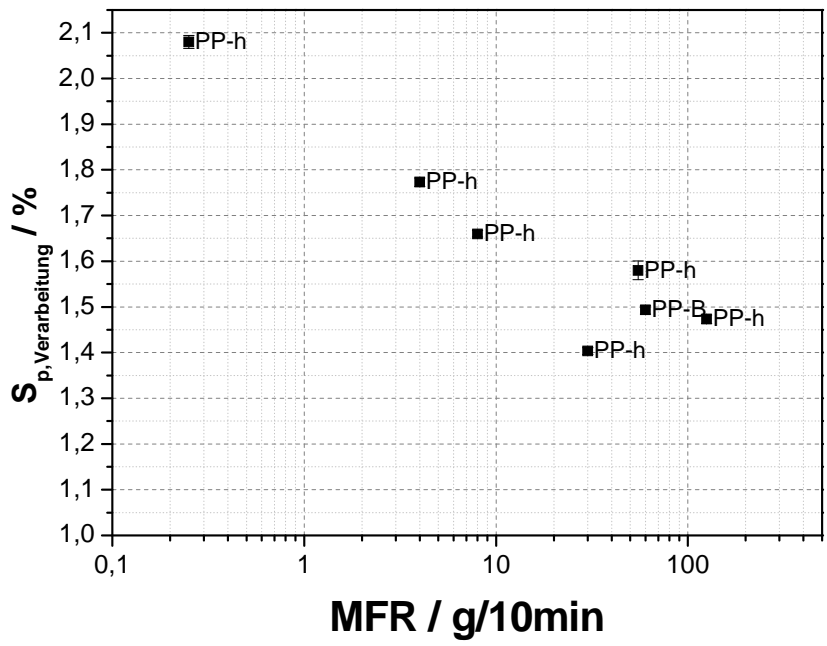


Abbildung 27: Verarbeitungsschwindigkeit vs. Polymertyp

3.1.2. Einfluss des Verstärkungsstoffes

Auch die Type und Geometrie des Verstärkungsstoffes zeigen einen Einfluss auf die Eigenschaften der Verbunde. Der E-Modul der Verbunde (Abbildung 28) ist bei Verwendung von größeren Holzpartikeln etwas höher als bei der Verwendung von feinen Typen. Setzt man einen faserförmigen Verstärkungsstoff ein, so liegt der E-Modul dieser Verbunde etwas unter dem der Verbunde mit den mittleren Fasern. Bei der Zugfestigkeit der Verbunde hingegen zeigen die Fasern sowie die feineren Holzpartikel die besseren Ergebnisse (Abbildung 29). Dies liegt daran, dass die feineren Holzfasern eine größere spezifische Oberfläche aufweisen, und daher durch die erhöhte Interaktion mit der Polymermatrix die angelegte mechanische Spannung besser aufnehmen können, wodurch sich auch der Maximalwert dieser Spannung, nämlich die Zugfestigkeit, erhöht.

Im Fall der ungekerbten Schlagzähigkeit (Abbildung 30) ergeben wiederum die feineren Holzpartikel bzw. die Fasern die besseren Ergebnisse, wobei dies in diesem Fall hauptsächlich von der Faserfeinheit und nicht vom Faseranteil abhängig scheint. Bei der Kerbschlagzähigkeit hingegen sind, von der Faser an sich abgesehen, die größeren Holzfasern von Vorteil (Abbildung 31). Dies liegt wahrscheinlich daran, dass die größeren Holzfasern und die Fasern durch die höhere Länge mehr Energie benötigen, um aus der Matrix ausgezogen zu werden und nicht so sehr brechen, wie es bei den feineren Fasern der Fall ist.

Bei der Verarbeitungsschwindung (Abbildung 32) sieht man, dass, mit Ausnahme der Fasern und der sehr feinen Holzpartikel, die Schwindung de facto gleich ist. Bei sehr feinen Holzpartikeln kommt zum Tragen, dass diese nadelförmig sind, wodurch gewisse Orientierungseffekte ins Spiel kommen können, weswegen die Schwindung in Längsrichtung etwas höher ist als bei den größeren Fasern, welche eine andere Partikelgeometrie aufweisen.

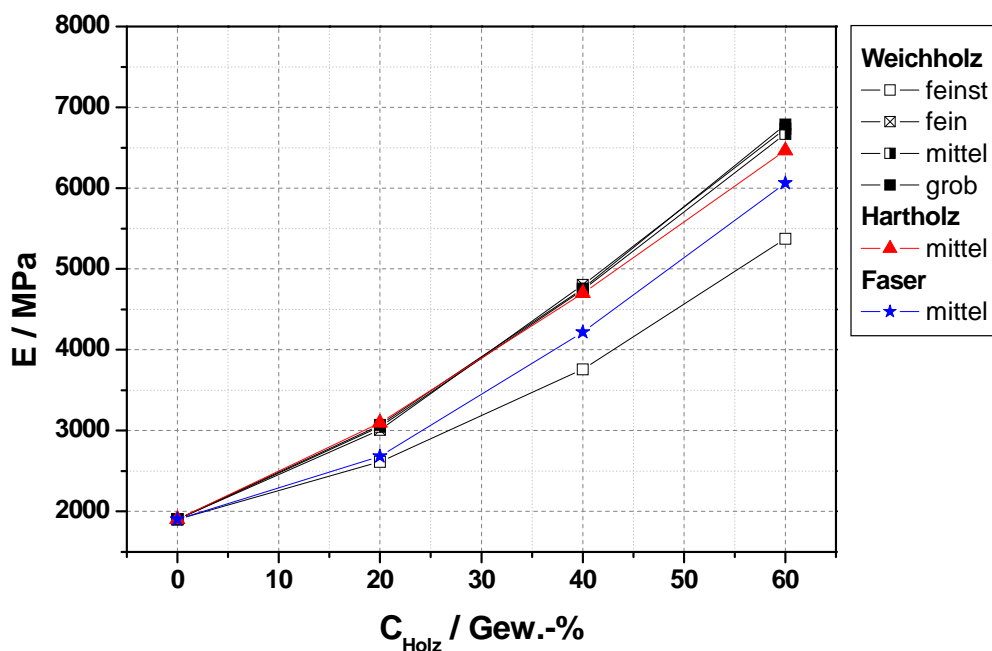


Abbildung 28: Elastizitätsmodul aus dem Zugversuch vs. Holzgehalt und Holztype

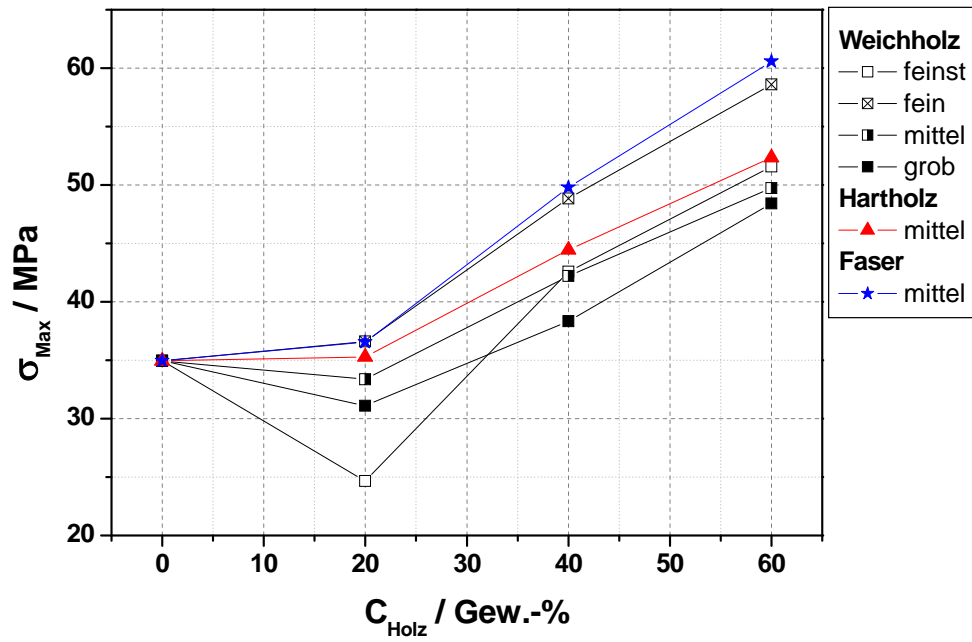


Abbildung 29: Zugfestigkeit vs. Holzgehalt und Holztype

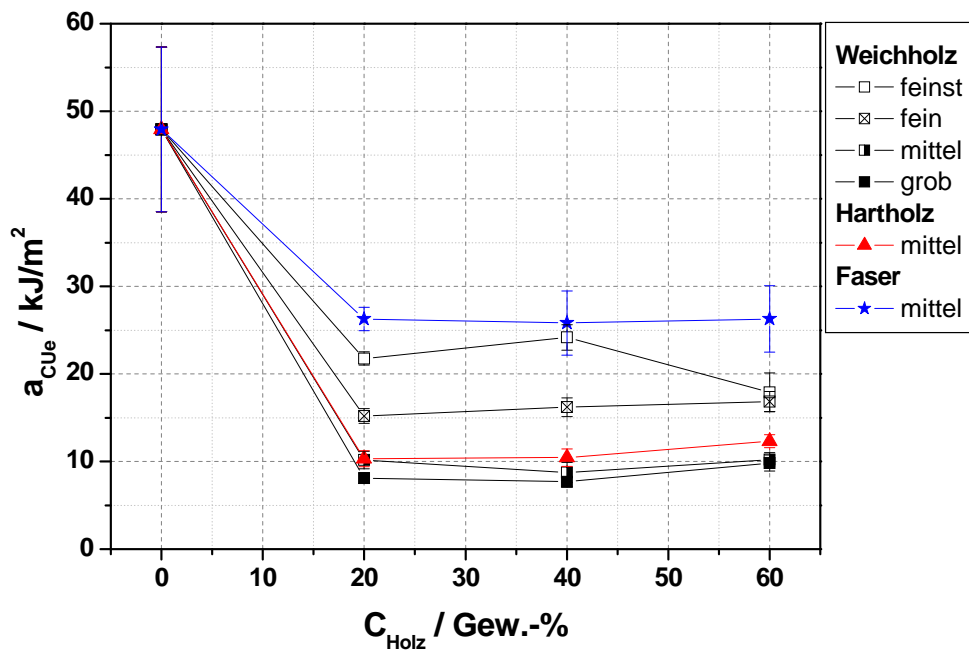


Abbildung 30: Ungekerbte Schlagzähigkeit nach Charpy vs. Holzgehalt und Holztype

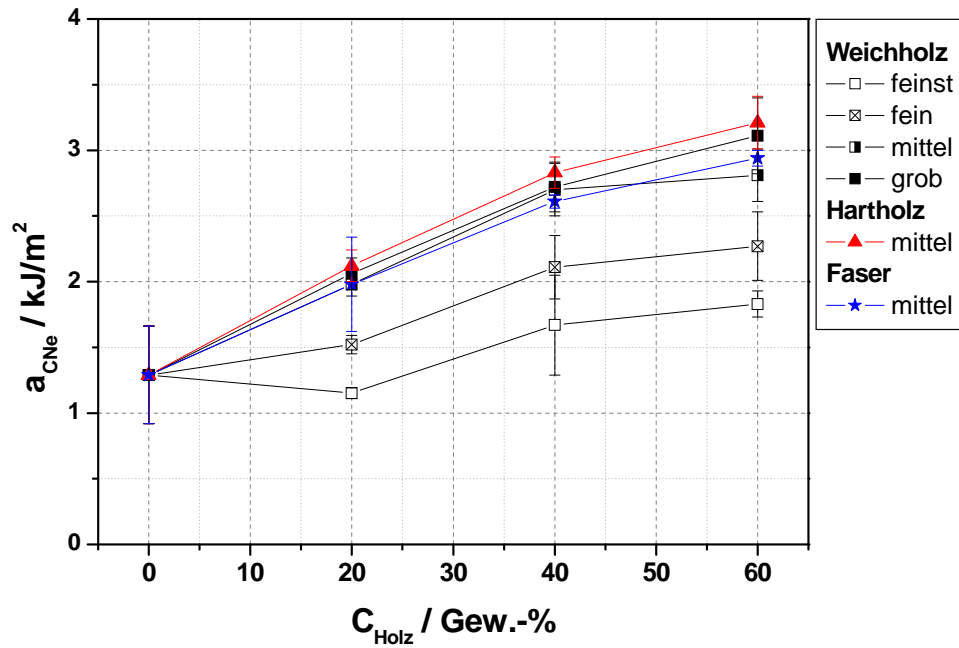


Abbildung 31: Kerbschlagzähigkeit nach Charpy vs. Holzgehalt und Holztype

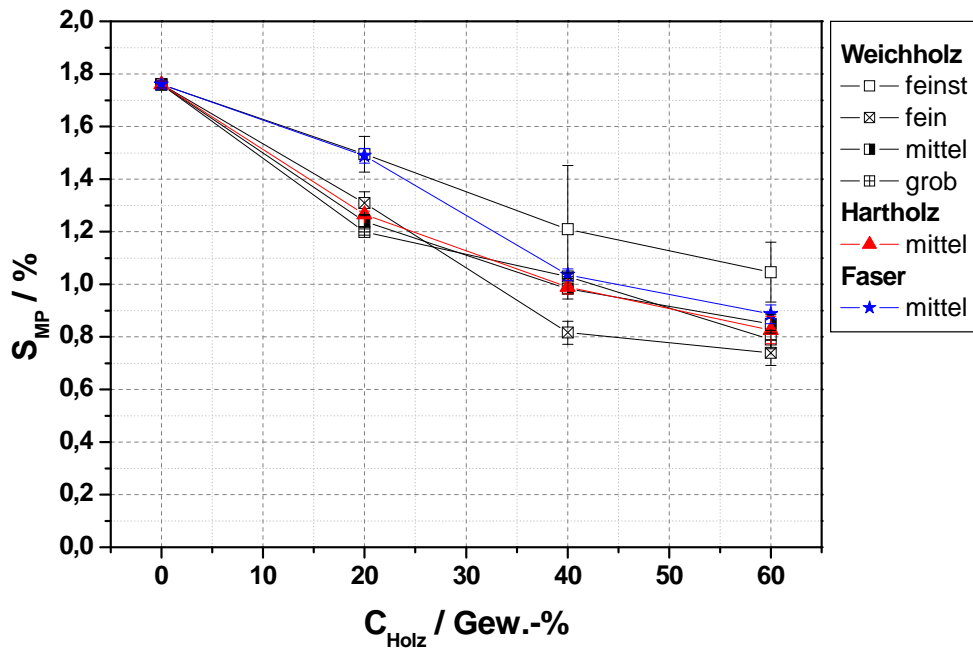


Abbildung 32: Verarbeitungsschwindigkeit vs. Holzgehalt und Holztype

3.1.3. Wirkung des Haftvermittlers

Die Einflüsse eines Haftvermittlers auf die Eigenschaften von WPC sind teilweise sehr unterschiedlich. Während der E-Modul der Verbunde (Abbildung 33) nur in geringem Maß bei höheren Anteilen an Holz wahrscheinlich durch die verbesserte Benetzung gesteigert wird, zeigt der Haftvermittler auf die Zugfestigkeit wesentlich größere Einflüsse (Abbildung 34). Die Zugfestigkeit steigt mit der Konzentration an Haftvermittler an, bis ein Plateau, die Sättigung, erreicht ist. Dieser Unterschied in der Wirkungsweise zwischen E-Modul und Zugfestigkeit ist durch die Art der Bestimmung der jeweiligen Eigenschaften zu erklären. Während der E-Modul im linearen Teil der Spannungs-Dehnungs-Kurve, d.h. zu Beginn, im Bereich geringer Dehnung ermittelt wird, ist hier vor allem die Benetzung der Fasern wichtig, nicht jedoch die Stärke der Anbindung, da hier ohnehin nur geringe Kräfte auftreten. Bei der Zugfestigkeit – welche das Maximum der Spannungs-Dehnungs-Kurve darstellt – ist die Interaktion zwischen der Matrix und den Holzpartikeln von größter Wichtigkeit, da der Verbund umso mehr Kraft aufnehmen kann, je besser die Überleitung von mechanischen Spannungen von der Matrix zum jeweiligen Verstärkungsstoff ist. Diese verbesserte Haftung wird durch die physikalische und chemische Kopplung der Holzpartikel mit der Maleinsäureanhydridgruppe des Haftvermittlers auf der einen Seite und der Interaktion der Haftvermittler-PP-Kette mit der Matrix auf der anderen Seite erreicht [17]. Bei der ungekerbten Schlagzähigkeit (Abbildung 35) erreicht man – ähnlich wie beim E-Modul – mit geringen Haftvermittlerkonzentrationen eine geringe Steigerung, danach beeinflusst der Haftvermittler die Schlagzähigkeit nicht mehr.

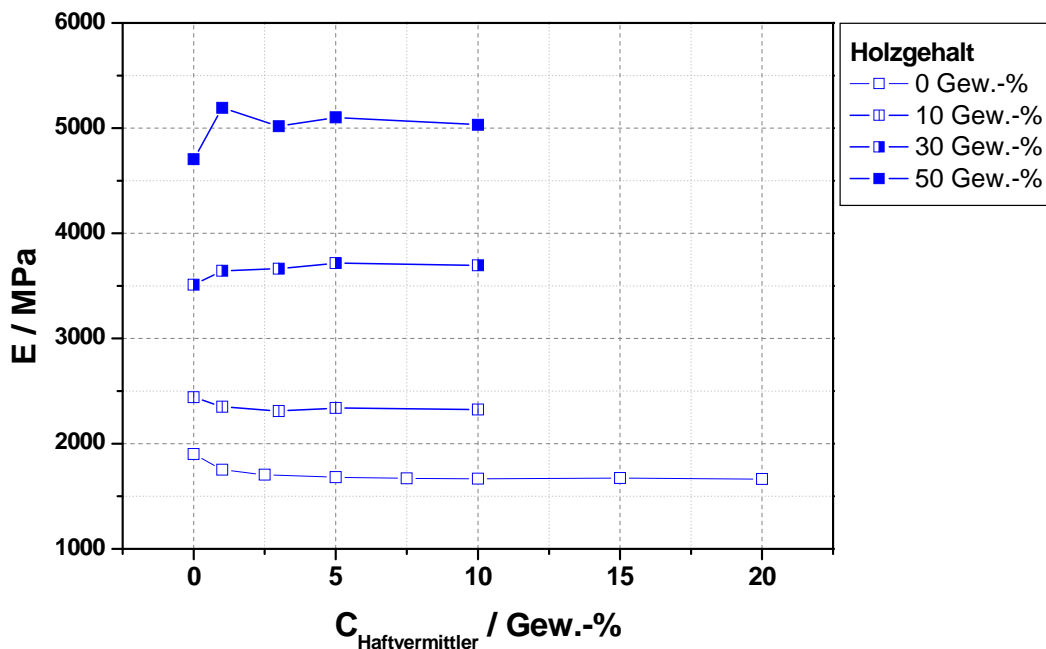


Abbildung 33: Elastizitätsmodul aus dem Zugversuch vs. Haftvermittlerkonzentration und Holzgehalt für PP basierende WPC

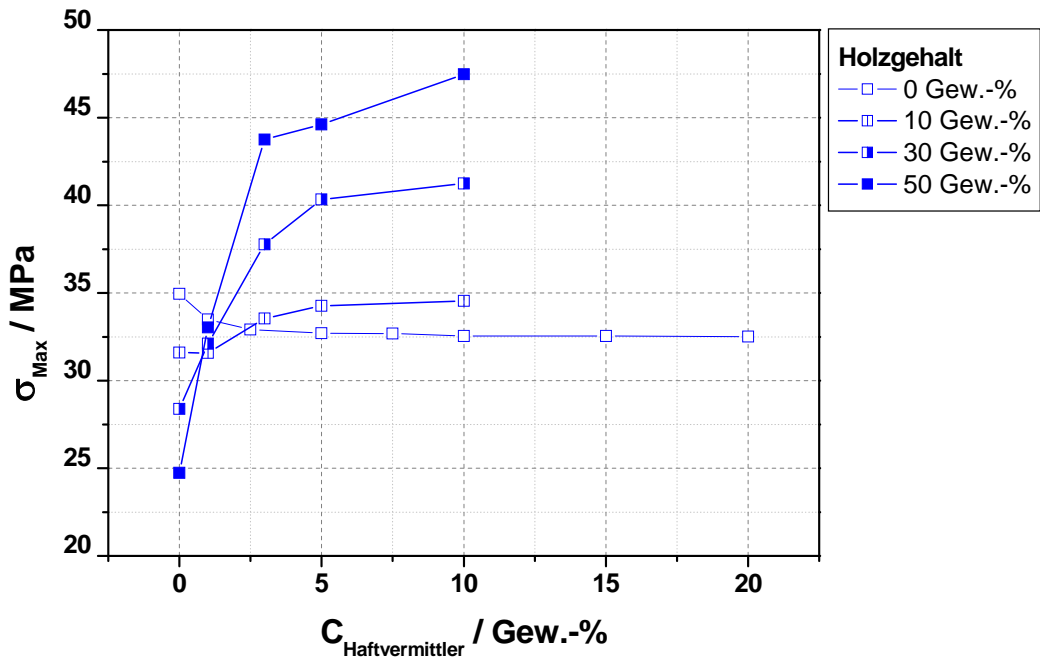


Abbildung 34: Zugfestigkeit vs. Haftvermittlerkonzentration und Holzgehalt für PP basierende WPC

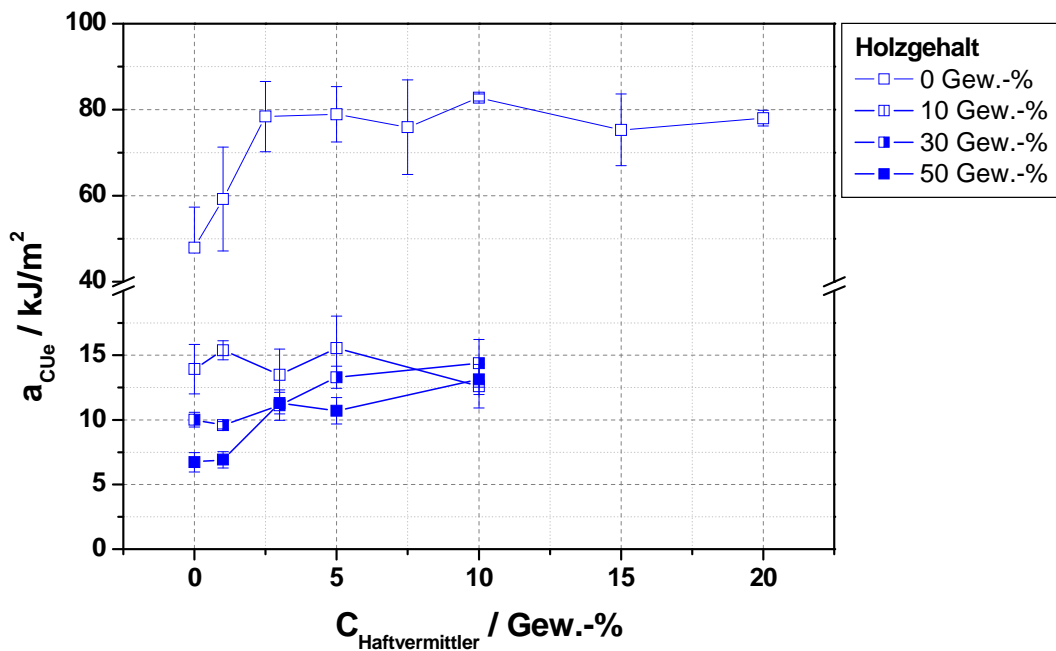


Abbildung 35: Ungekerbte Schlagzähigkeit nach Charpy vs. Haftvermittlerkonzentration und Holzgehalt für PP basierende WPC

Die Schmelze-Volumenfluss-Rate (Abbildung 36) steigt in den Verbunden mit steigendem Anteil an Haftvermittler an. Dies liegt daran, dass der eingesetzte Haftvermittler einen sehr viel höheren MVR-

Wert als das Matrixpolymer aufweist, und sich somit in der Mischung ein Wert zwischen den beiden einstellt. Dieser Effekt ist, wenn auch in etwas geringerem Ausmaß, ebenfalls bei den Fließkurven für WPC mit verschiedenen Haftvermittleranteilen zu finden (Abbildung 37).

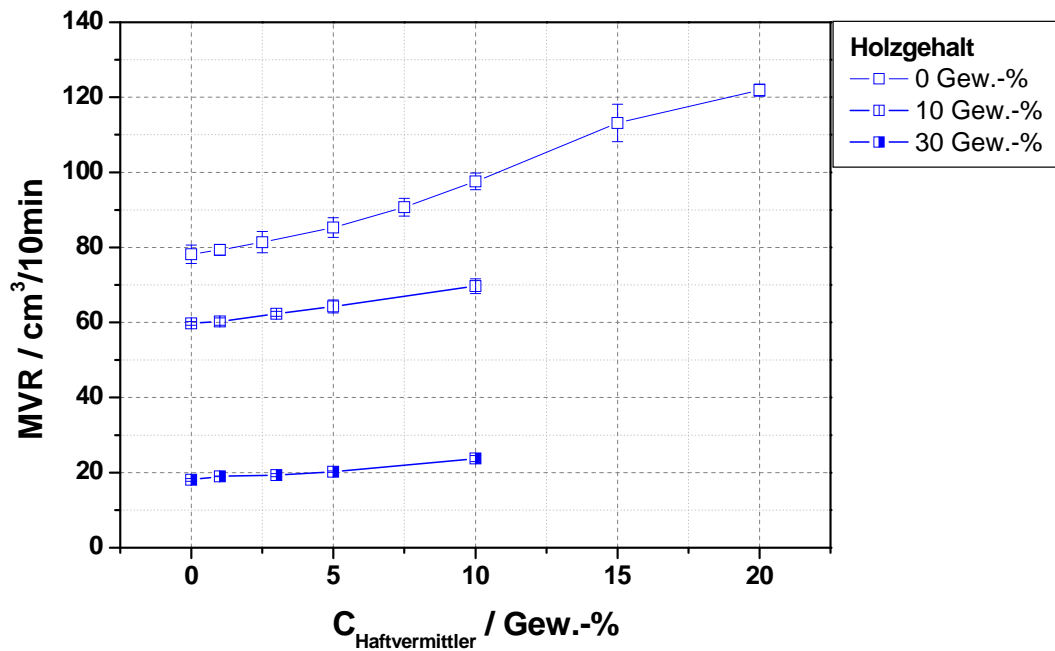


Abbildung 36: Schmelzevolumenflussrate (als Maß für die Fließfähigkeit) vs. Haftvermittlerkonzentration und Holzgehalt für PP basierende WPC

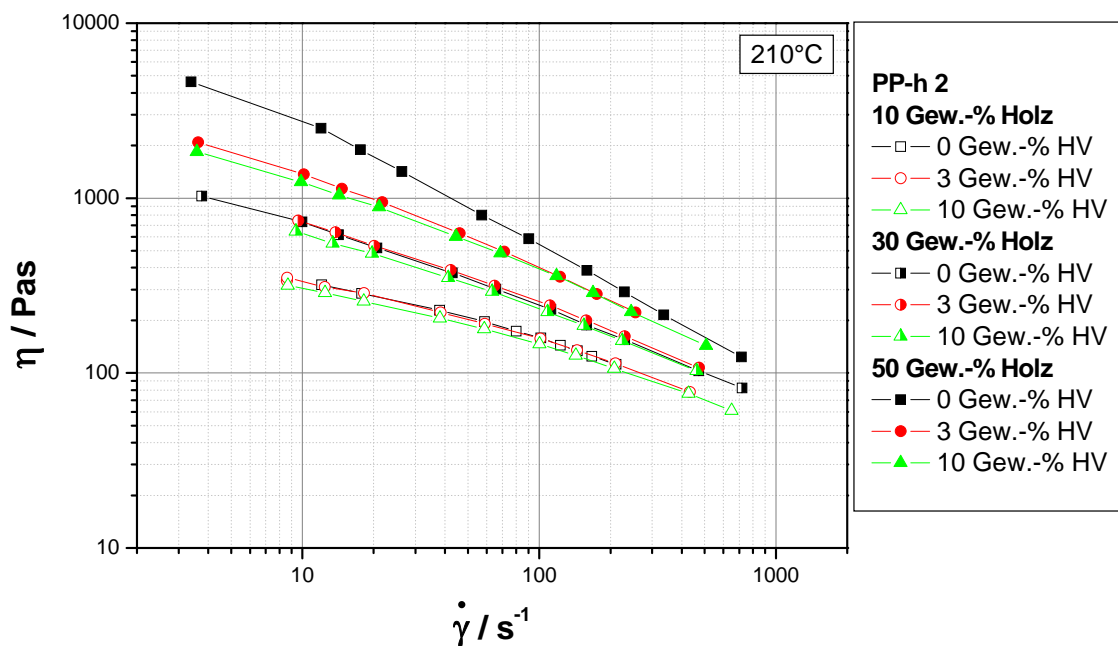


Abbildung 37: Fließkurven für WPC mit verschiedenen Holz- und Haftvermittleranteilen

Die Schwindung der Verbunde wird durch den Haftvermittler ebenfalls beeinflusst, allerdings erst bei höheren Haftvermittlerkonzentrationen (Abbildung 38). Bei den Verbunden mit 30 bzw. 50 Gew.-% Holz steigt durch die Zugabe eines Haftvermittlers die Schwindung wiederum etwas an, was wahrscheinlich durch die verbesserte Benetzung erklärt werden kann. Unterstützt wird diese Annahme auch dadurch, dass die Dichte der Verbunde (Abbildung 39) durch den Zusatz eines Haftvermittlers ebenfalls - wenn auch nur in sehr geringem Maße - ansteigt. Durch die verbesserte Benetzung des Holzes durch die Polymermatrix wird der Gesamtverbund etwas kompakter - was sich ja auch in der höheren Dichte äußert - und die Außenmasse der Prüfkörper sind somit geringer als bei jenen, wo kein Haftvermittler zugesetzt ist.

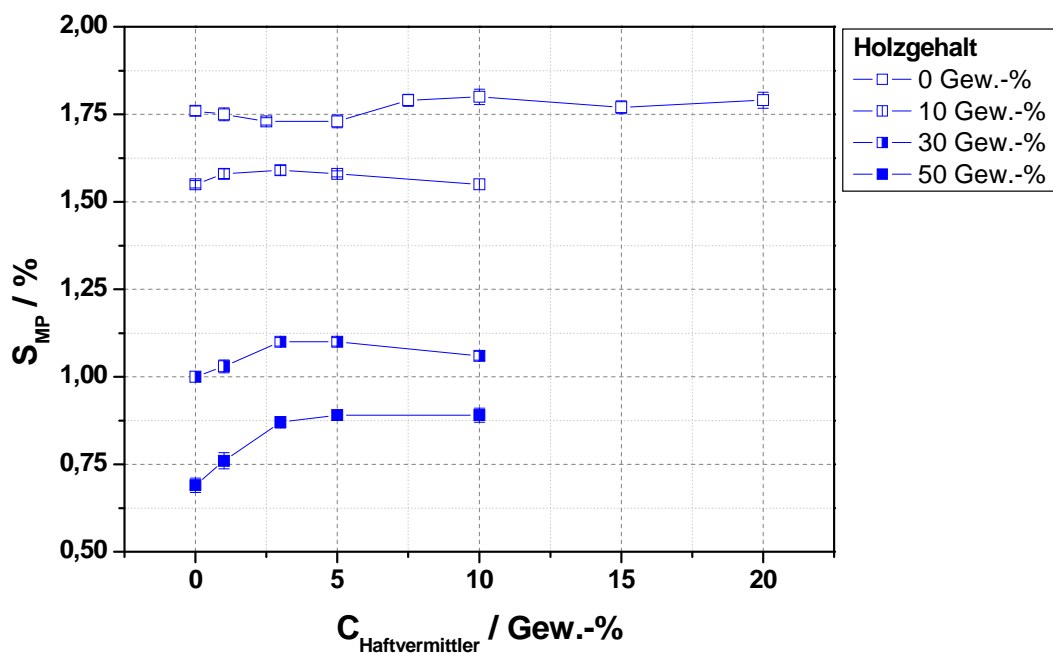


Abbildung 38: Verarbeitungsschwindung vs. Haftvermittlerkonzentration und Holzgehalt für PP basierende WPC

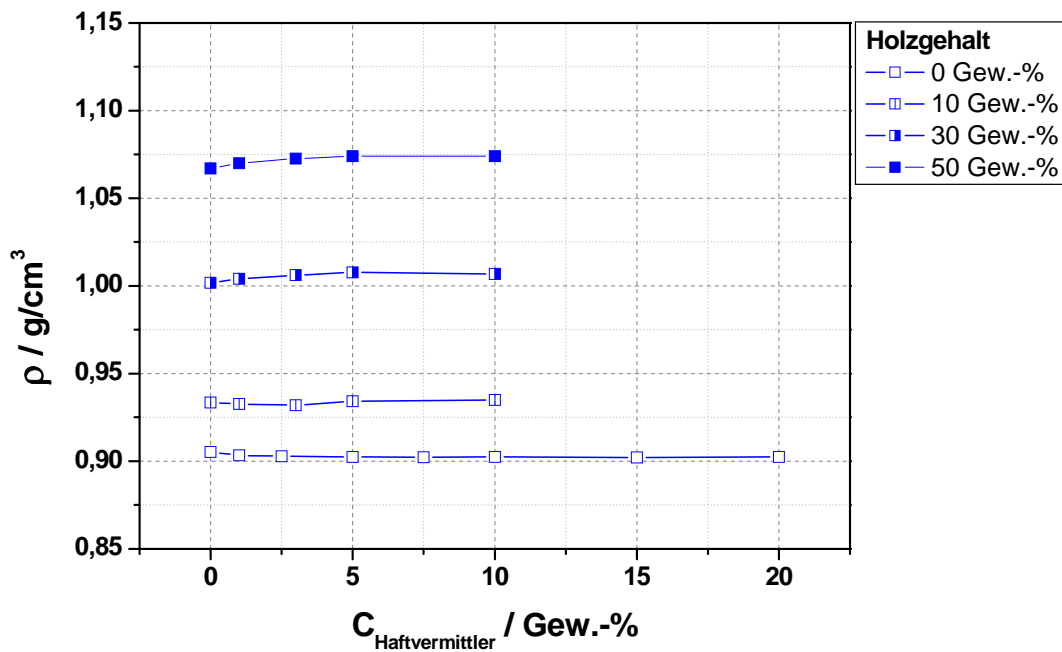


Abbildung 39: Verbunddichte vs. Haftvermittlerkonzentration und Holzgehalt für PP basierende WPC

Die Wirkungsweise des Haftvermittlers (mit Maleinsäureanhydrid gepropftes Polyethylen) in Polyethylen ist mit jener des Haftvermittlers in polypropylenbasierenden WPC zu vergleichen. Der E-Modul (Abbildung 40) steigt ebenfalls bei geringen Haftvermittlerzugaben an, was wiederum durch Benetzungseffekte der Holzpartikel durch die Matrix zurückzuführen ist. Die Zugfestigkeit der Verbunde (Abbildung 41) steigt mit zunehmender Haftvermittlerkonzentration an, bis eine Sättigung erreicht ist. Dies liegt wiederum an der verbesserten Interaktion zwischen Holz und Matrix, wodurch höhere mechanische Spannungen in die Holzpartikel übertragen werden können und somit der gesamte Verbund mehr Kraft bis zum Bruch benötigt. Bei der Schlagzähigkeit (Abbildung 42) zeigt sich wiederum ein dem E-Modul ähnliches Bild, d.h. geringe Haftvermittlerkonzentrationen steigern diese Eigenschaft, wahrscheinlich durch die bessere Benetzung. Zusammenfassend ist hier zu sagen, dass die Wirkungsweise des dementsprechenden Haftvermittlers für auf Polyethylen und Polypropylen basierende Wood Plastic Composites de facto gleich ist.

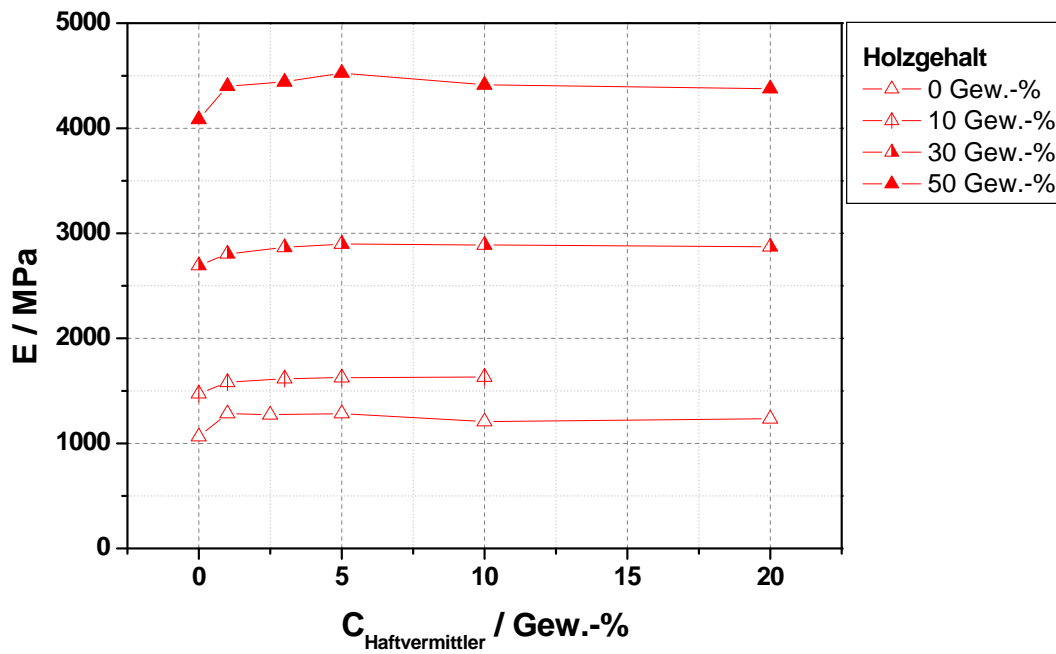


Abbildung 40: Elastizitätsmodul aus dem Zugversuch vs. Haftvermittlerkonzentration und Holzgehalt für PE basierende WPC

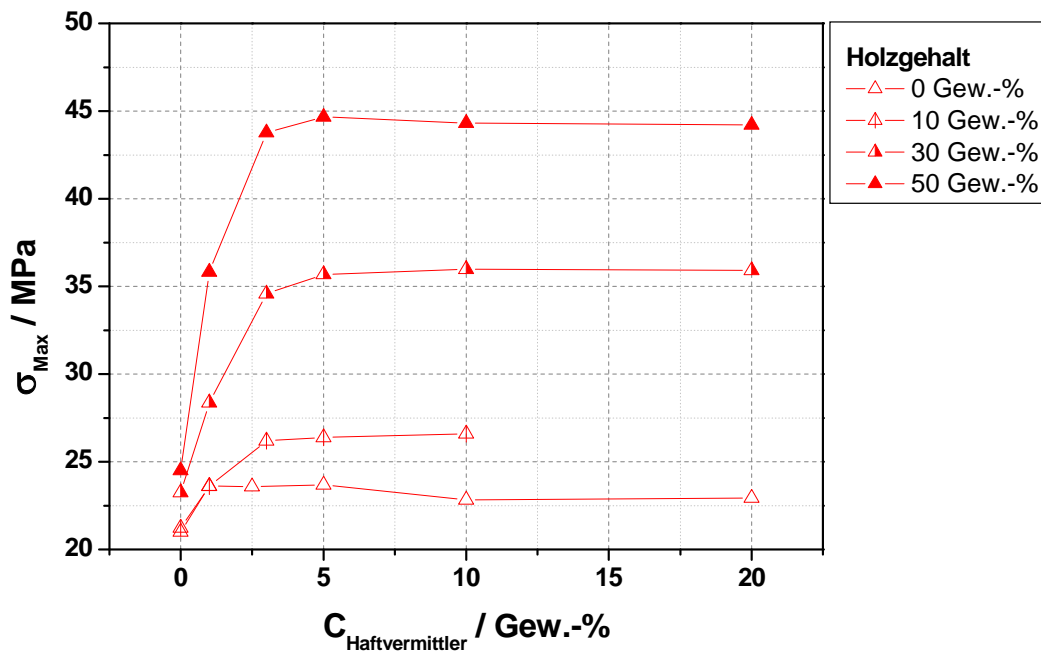


Abbildung 41: Zugfestigkeit vs. Haftvermittlerkonzentration und Holzgehalt für PE basierende WPC

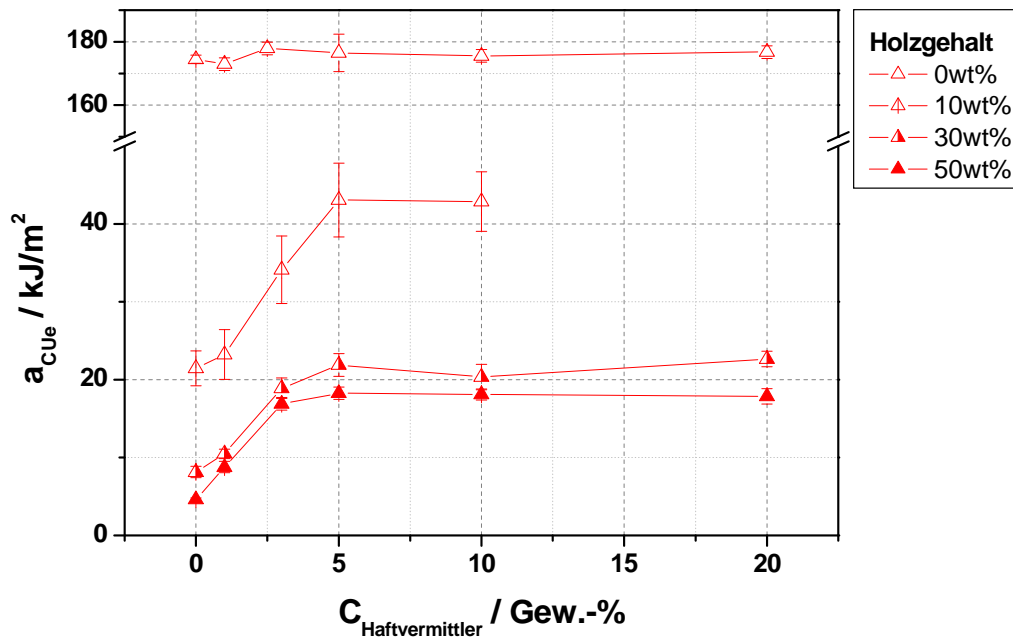


Abbildung 42: Umgekehrte Schlagzähigkeit nach Charpy vs. Haftvermittlerkonzentration und Holzgehalt für PE basierende WPC

3.1.4. Einfluss der Haftvermittlertypen

Auch die Type des jeweiligen Haftvermittlers zeigt sehr großen Einfluss auf die Eigenschaften von WPC, hier am Beispiel der Zugfestigkeit eines Verbundes mit 30 Gew.-% Holz in Polyethylen dargestellt (Abbildung 43). Zur besseren Vergleichbarkeit sind in dem zugehörigen Diagramm die Haftvermittlerkonzentration als reduzierte Konzentration (d.h. die Konzentration des Haftvermittlers auf den Polymeranteil bezogen) und die Zugfestigkeit als reduzierte Variante (auf den Wert des Verbundes ohne Haftvermittler) dargestellt. Aus der Darstellung kann man nun verschiedene Effekte ablesen. Einerseits unterscheiden sich die Haftvermittler in der Steigung der Kurven, und andererseits im erreichbaren Maximalwert. Für die industrielle Anwendung ist – abgesehen vom Preis – vor allem die anfängliche Steigung von großem Interesse, da bei höherer Steigung weniger Haftvermittler für den gleichen Zielwert eingesetzt werden muss. Jedoch auch der erreichbare Maximalwert und die zugehörige Konzentration ist von Interesse, da dies wiederum die Menge an Haftvermittler bestimmt, mit der man die maximale Festigkeit für den Verbund erreichen kann. Weiters ist zu sehen, dass kein einzelner Kennwert des Haftvermittlers – weder die Fließfähigkeit noch die Maleinsäureanhydridkonzentration (in der Legende der Abbildung angegeben) – mit der Effektivität des Haftvermittlers korreliert. Daraus lässt sich folgern, dass nicht nur die Benetzung und die chemische Anbindungsmöglichkeit, sondern auch der so nicht beschreibbare molekulare Aufbau, wie z.B. der Ort und die Anzahl der Maleinsäureanhydridgruppen in der Kette, einen Einfluss auf die Effektivität des Haftvermittlers zeigen.

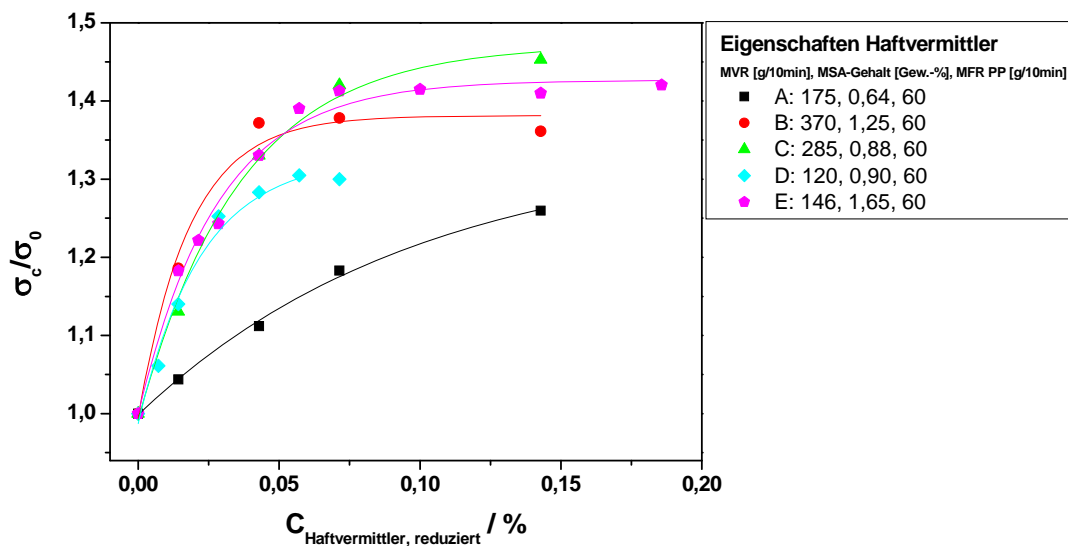


Abbildung 43: Verbesserung der Festigkeit vs. Haftvermittlerkonzentration von 30%igen WPC mit verschiedenen Haftvermittlern

3.1.5. Einfluss der Schlagzähmodifikatortype

Nachdem der Schwachpunkt von WPC hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften bei der Schlagzähigkeit liegt, wurden drei unterschiedliche Schlagzähmodifikatoren (zwei EPDM-Typen sowie ein Ethen-Octen-Copolymer) auf ihre Effektivität zur Verbesserung der Schlagzähigkeit von Polypropylen untersucht. Hier sind wiederum, neben dem Kostenfaktor, die Modifikatorkonzentration sowie die maximal erreichbare Schlagzähigkeit zu betrachten. Wie in Abbildung 44 gezeigt, erreichen alle drei Typen etwa den gleichen Maximalwert, jedoch unterscheiden sie sich stark in der Konzentration, bei welcher dieser Maximalwert erreicht wird. Während die EPDM-Typen erst bei Konzentration um die 10 Gew.-% den Maximalwert erreichen, genügen beim Ethen-Octen-Copolymer bereits 5 Gew.-% zum Erreichen dieses Wertes. Zusätzlich ist anzumerken, dass bei letzterer Type auch der E-Modul weniger gesenkt wird als bei den anderen beiden Typen. Somit ist, wenn eine Schlagzähmodifizierung notwendig sein sollte, von den hier untersuchten Typen das Ethen-Octen-Copolymer die beste Wahl.

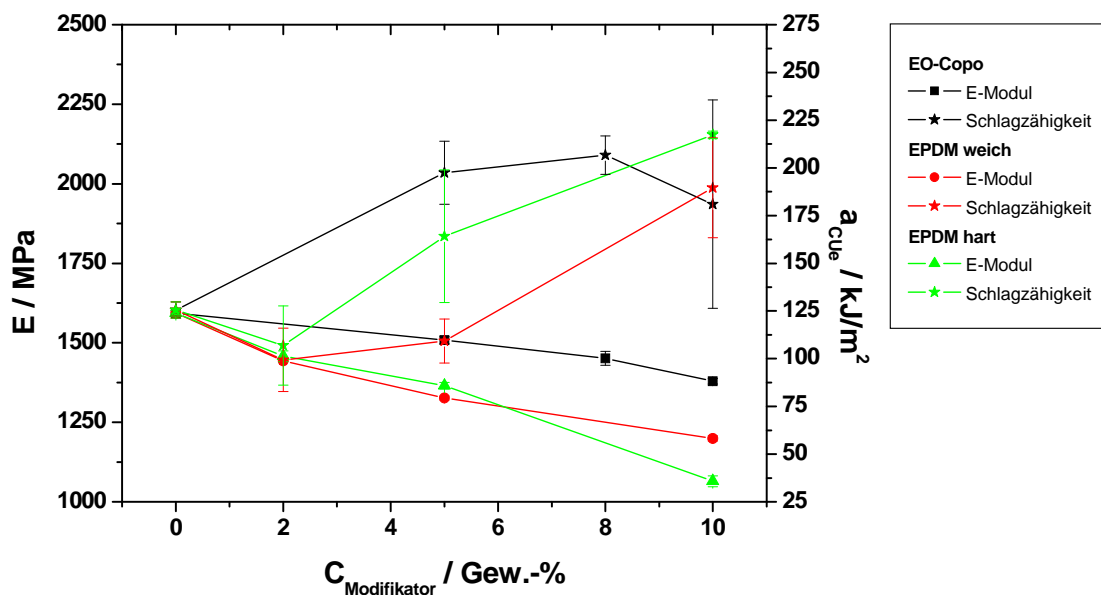


Abbildung 44: E-Modul und Schlagzähigkeit vs. Modifikatorkonzentration von Polypropylen mit verschiedenen Schlagzähmodifikatoren

3.2. Einfluss der Verarbeitung

Die gewählten Verarbeitungsparameter der WPC im Spritzguss zeigen teilweise sehr großen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften. Vor allem die Massetemperatur und die Werkzeugtemperatur haben den größten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften. Zusätzlich wurde auch ein Produktionstest mit der Box durchgeführt, bei welchem etwa 100 Stück produziert wurden. Da allerdings nach einer Einstellphase von etwa 5 Schuss (in diesem Fall) keine Änderungen hinsichtlich Erscheinungsbild oder Eigenschaften mehr auftraten, ist dies hier nicht mehr explizit dargestellt.

Die Massetemperatur zeigt vor allem bei WPC mit höheren Holzgehalten einen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften. Mit steigender Massetemperatur bleibt der E-Modul (Abbildung 45) zwar unverändert, jedoch die Zugfestigkeit (Abbildung 47) sowie die Schlagzähigkeit (Abbildung 48) sinken bei den WPC mit 50 Gew.-% Holz durch die höchsten Massetemperaturen ein wenig. Den größten Einfluss zeigt die Massetemperatur auf die Farbe der Verbunde, welche hier als Helligkeit (Abbildung 46) dargestellt ist. Durch den thermischen Abbau werden die Verbunde mit zunehmender Massetemperatur zunehmend dunkler.

Der Nachdruck zeigt nur geringe Einflüsse auf die untersuchten mechanischen Eigenschaften (Abbildung 49). Lediglich bei der Dichte der Verbunde mit hoher Massetemperatur erhöhte ein höherer Nachdruck die Dichte ein wenig. Dies kann daran liegen, dass die entstehenden Abbauprodukte bei der hohen Massetemperatur die Benetzung stören, und dieser Effekt durch den höheren Nachdruck verringert wird.

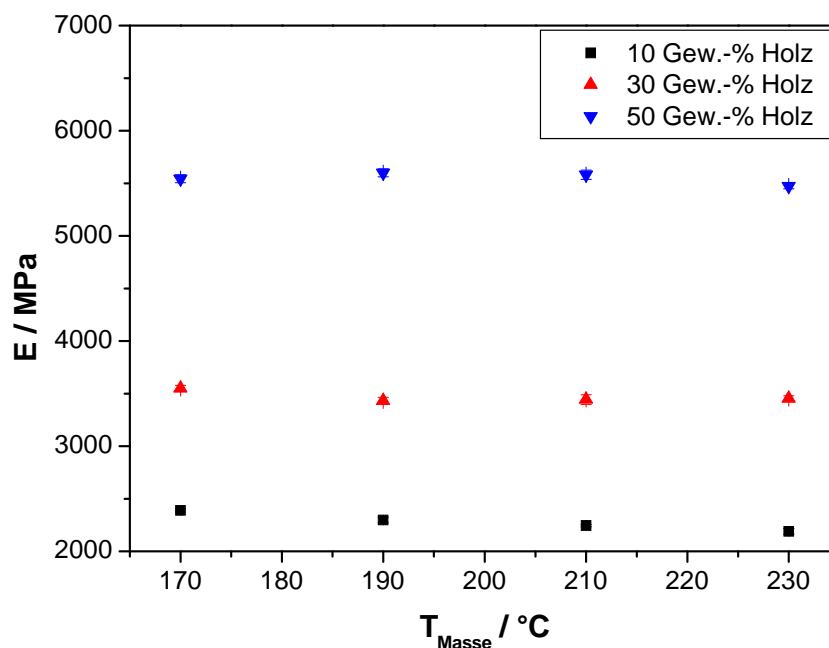


Abbildung 45: E-Modul vs. Massetemperatur für WPC mit verschiedenen Holzgehalten

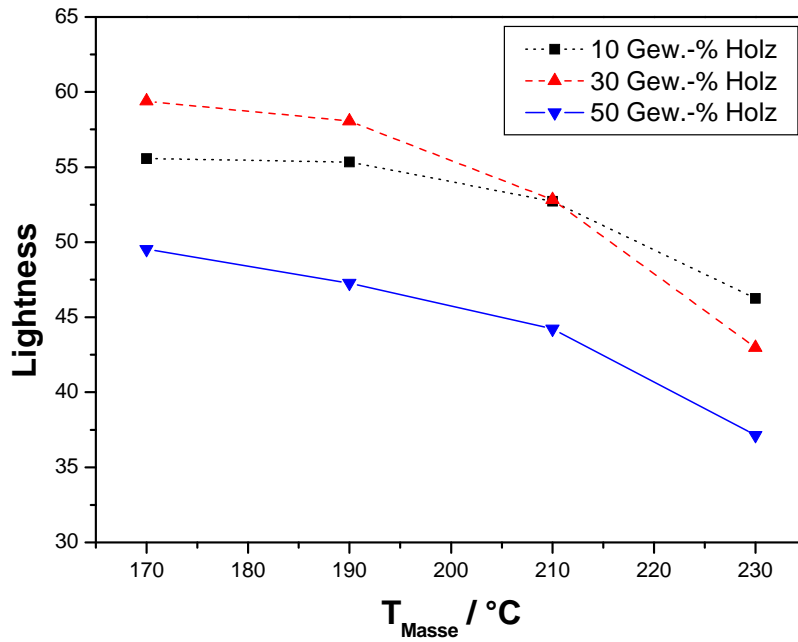


Abbildung 46: Helligkeit vs. Massetemperatur für WPC mit verschiedenen Holzgehalten

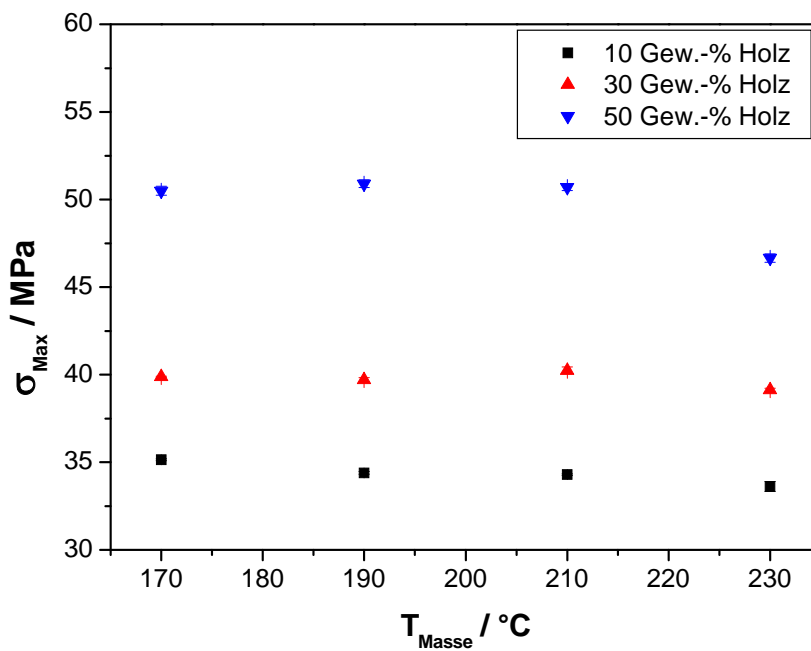


Abbildung 47: Zugfestigkeit vs. Massetemperatur für WPC mit verschiedenen Holzgehalten

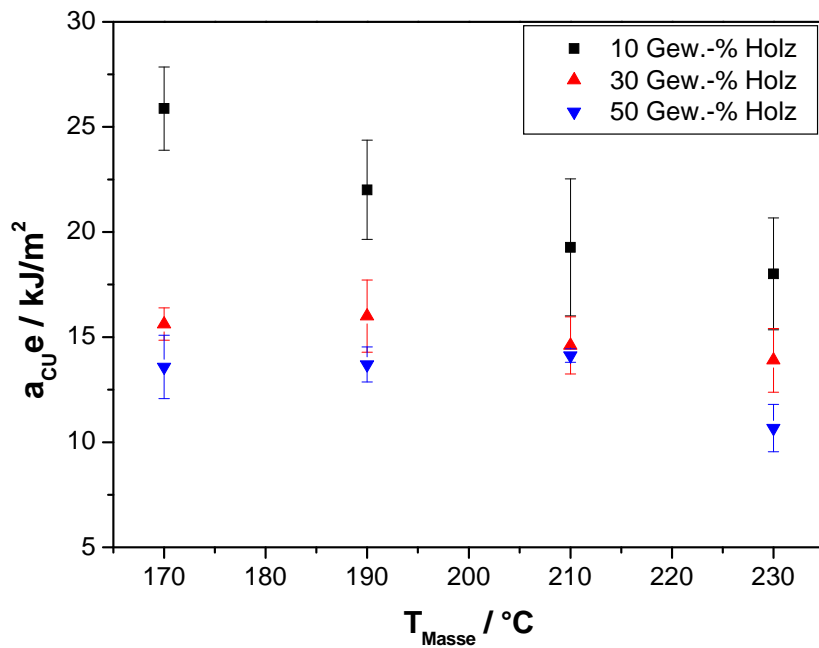


Abbildung 48: Ungekerbte Schlagzähigkeit vs. Massetemperatur für WPC mit verschiedenen Holzgehalten

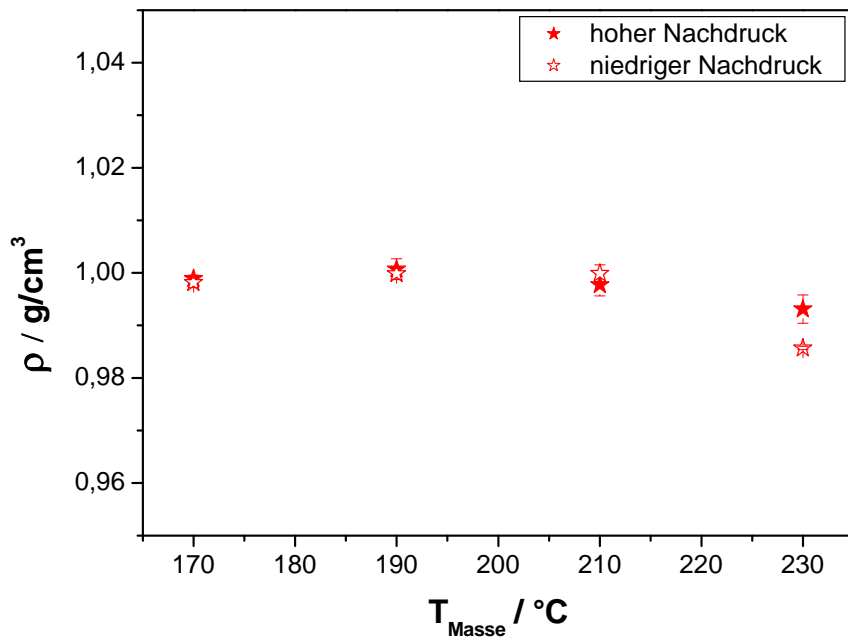


Abbildung 49: Dichte vs. Massetemperatur und Nachdruck für WPC 30 Gew.-% Holz und 3 Gew.-% Haftvermittler

Die Werkzeugtemperatur zeigt leichte Einflüsse auf die mechanischen Eigenschaften. So steigen diese mit höherer Werkzeugtemperatur, wie es z.B. im Fall des E-Moduls (Abbildung 50) oder der Festigkeit (Abbildung 51) aus den Abbildungen zu ersehen ist. Lediglich bei der Schlagzähigkeit

(Abbildung 52) ist dieser Trend nicht zu erkennen, was aber aller Wahrscheinlichkeit nach an der diesem Prüfverfahren inhärenten Streuung liegt. Diese positiven Effekte lassen sich vor allem durch Kristallisationseffekte der Matrix erklären. Unterstützt wird dies durch den Umstand, dass der Einfluss der Werkzeugtemperatur mit steigenden Holzgehalten abnimmt, was auf einen matrixbezogenen Effekt hindeutet.

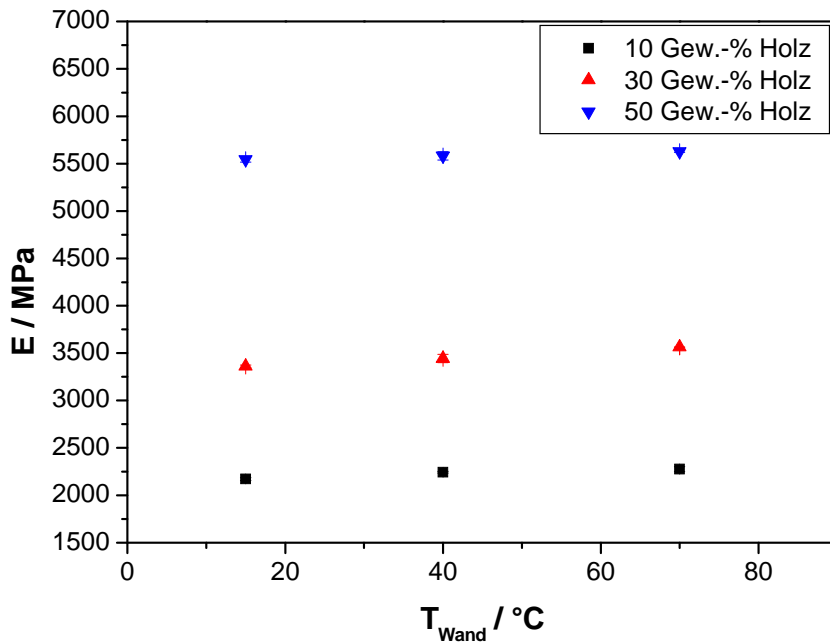


Abbildung 50: E-Modul vs. Werkzeugtemperatur für WPC mit verschiedenen Holzgehalten

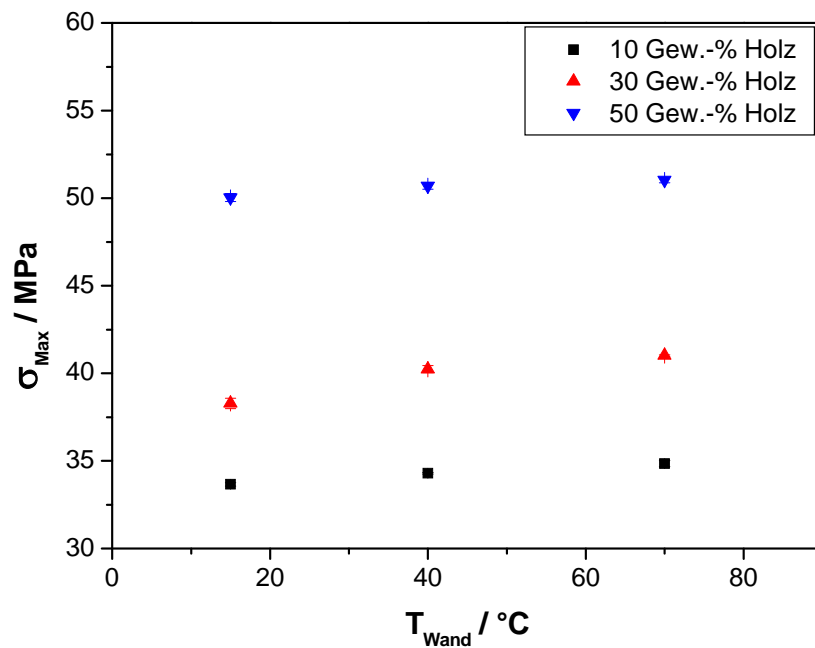


Abbildung 51: Zugfestigkeit vs. Werkzeugtemperatur für WPC mit verschiedenen Holzgehalten

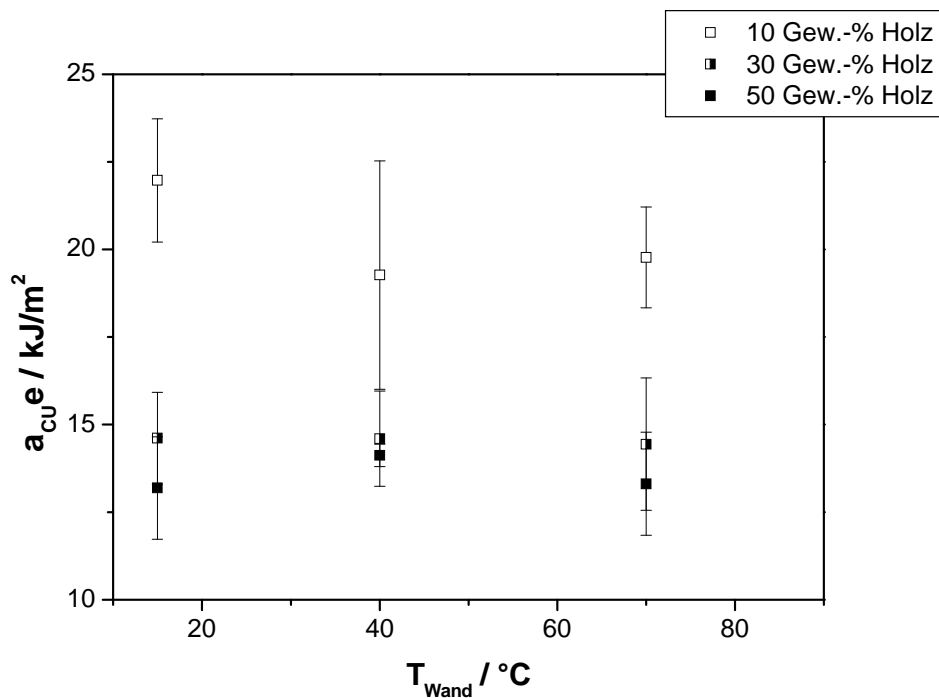


Abbildung 52: Ungekerbte Schlagzähigkeit vs. Werkzeugtemperatur für WPC mit verschiedenen Holzgehalten

Die Verweilzeit der Verbunde beim Spritzgussprozess zeigt auf die mechanischen Eigenschaften kaum Einfluss, jedoch wird die Farbe der Verbunde stark beeinflusst (Abbildung 53). Durch die längere thermische Einwirkung werden die Verbunde wesentlich dunkler, was durch den Abbau der Holzbestandteile wie Cellulose oder Lignin zu erklären ist.

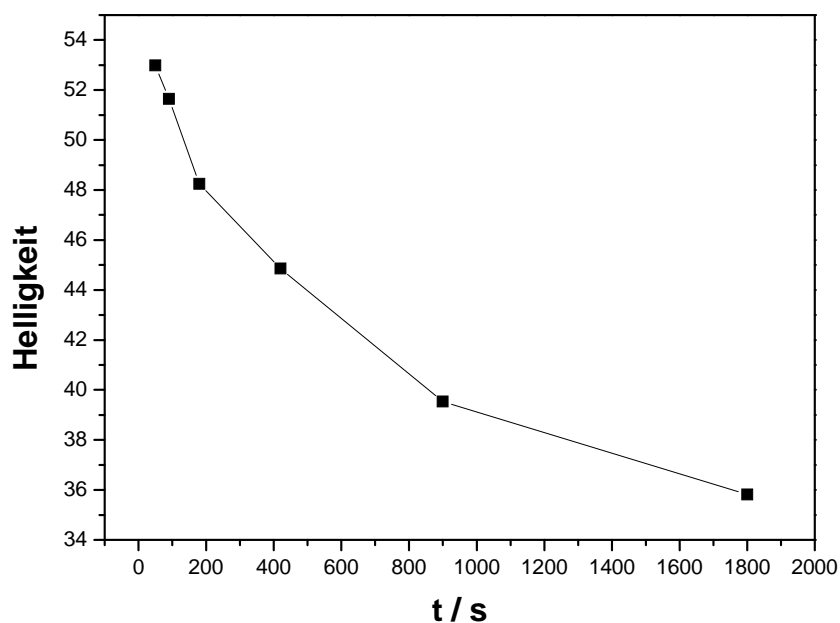


Abbildung 53: Helligkeit vs. Verweilzeit für WPC mit 30 Gew.-% Holz

Die VOC-Emissionen von Kunststoffen sind vor allem für Anwendungen im Innenbereich und im speziellen im Automobilinnenbereich von großer Bedeutung. In Abbildung 54 sind die Messergebnisse für Verbunde mit verschiedenen Holzgehalten sowie mit und ohne Haftvermittler dargestellt. Man sieht, dass mit zunehmendem Holzgehalt die Emissionen ansteigen, jedoch diese wesentlich geringer sind als jene für das in diesem Fall verwendete Matrixpolymer. Auch die Zykluszeit in der Verarbeitung (Abbildung 55) zeigt keinen signifikanten Einfluss auf die flüchtigen organischen Bestandteile. Dies kann daran liegen, dass aus dem Holz weniger bzw. nur größere Bruchstücke abspalten, welche nicht innerhalb der Detektionsgrenzen für diesen Test aufzufinden sind. Abschließend ist hier anzumerken, dass die VOC-Emissionen für die verschiedenen WPC unterhalb der einschlägigen Grenzwerte liegen.

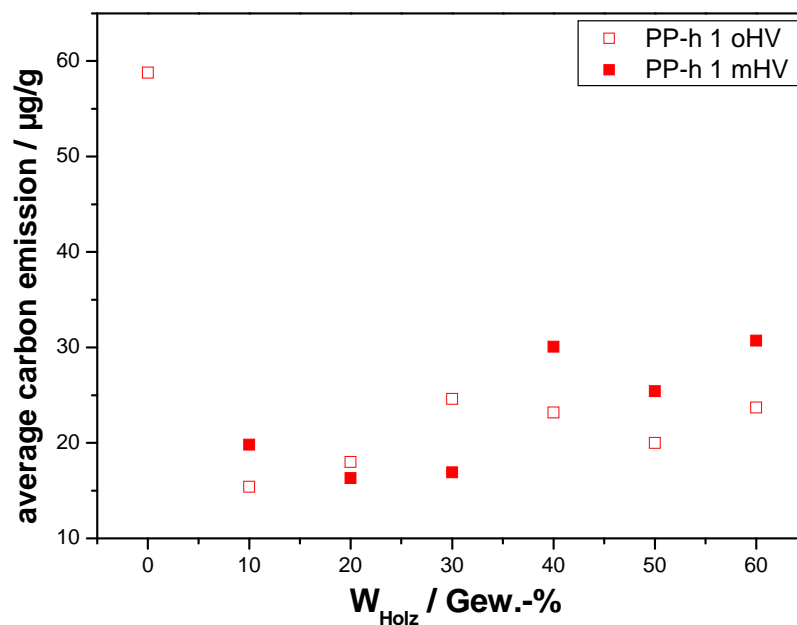


Abbildung 54: VOC-Emissionen vs. Holzanteil von PP-basierenden WPC mit verschiedenen Holzanteilen

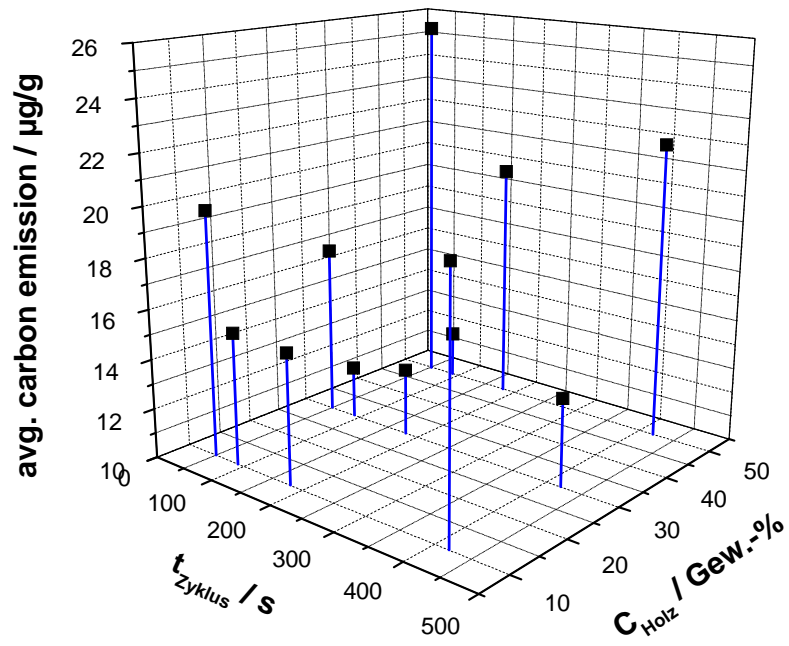


Abbildung 55: VOC-Emissionen vs. Zykluszeit im Spritzguss von PP-basierenden WPC

3.3. Herstellung von Musterteilen

Zur Verifizierung der in diesem Projekt gewonnenen Ergebnisse wurden Formulierungen, die aufgrund der erarbeiteten Wissensbasis ausgewählt wurden, für Realbauteile anzuwenden und diese auch im Spritzgussverfahren herzustellen.

Die beiden Musterteile wurden aus dem Bereich Freizeitmöbel und Automobilinnenausstattung gewählt, da diese beiden Anwendungsgebiete durchaus sehr unterschiedliche Anforderungen an das Material stellen. Während bei den Freizeitmöbeln neben den mechanischen Eigenschaften wie E-Modul und Schlagzähigkeit auch Aspekte wie die UV-Beständigkeit der Materialien in Betracht zu ziehen ist, ist für eine Anwendung im Automobilinnenbereich vor allem die Kombination von guten mechanischen Eigenschaften mit geringen Emissionen und geringem Geruch wichtig. Die UV-Beständigkeit ist hier z.B. deswegen kein wichtiges Thema, da diese Teile einerseits im Innenraum – d.h. hinter Fenstern – angewendet werden und andererseits zusätzlich meist mit Stoffen oder Folien kaschiert sind. Im dem Bericht zugrunde liegenden Projekt wurden allerdings aufgrund des Umfangs für die Auswahl der Rezepturen für den Musterteil-Spritzguss nur die mechanischen Eigenschaften sowie die verarbeitungsrelevanten Aspekte berücksichtigt, da diese beiden Punkte die essentiellen Grundpfeiler für die Anwendung von WPC für Spritzgussanwendungen darstellen.

Das erste hier genannte Beispiel ist eine Sitzplatte für einen Gartenstuhl, welcher in diesem Fall aus einer Kombination von WPC und Aluminiumrahmen hergestellt wurde. Für diese Sitzplatte waren die Anforderungen vor allem ein ausreichender E-Modul und eine zufriedenstellende Schlagzähigkeit, in Kombination mit einer dementsprechenden Verarbeitungsfähigkeit, da hier durchaus sehr lange Fließwege in der Kavität vorlagen. Durch die zuvor ermittelte Wissensbasis wurde eine WPC-Rezeptur mit 40 Gew.-% ausgewählt auf Basis eines Polypropylens, welche Haftvermittler und ein kommerzielles, in der Kunststoffindustrie weit verbreitetes Fließhilfsmittel enthielt. Dieses Material wurde beim TCKT compounding und beim Projektpartner Plastic Products Innovation spritzgegossen. Diese Sitzplatte (Abbildung 56) wurde problemlos gefüllt, und erreichte auch die geforderten mechanischen Eigenschaften, welche in verschiedenen Anwendungstests überprüft wurden.



Abbildung 56: Gartenstuhl-Sitzplatte aus WPC

Das zweite Beispiel für ein im Spritzguss produziertes WPC-Musterteil ist die Automobilinnentürverkleidung. Hierbei wurde wiederum das Hauptaugenmerk auf die Verarbeitungsfähigkeit und die notwendigen Eigenschaften gelegt. Es wurde eine Rezeptur mit 30 Gew.-% Holz auf Basis Polypropylen mit Haftvermittler und Verarbeitungshilfsmittel eingesetzt. Diese Formulierung wurde beim TCKT compoundiert und beim Projektpartner Intier Eybl Ebergassing spritzgegossen. Wie in Abbildung 57 dargestellt, war es möglich, eine zufriedenstellende Automobilinnentürverkleidung zu fertigen. Die Verarbeitbarkeit des Materials war sehr gut, und auch die Konfektionierung mit den weiteren Einbauten stellt kein Problem dar. Zusätzlich waren die mechanischen Eigenschaften für die Anwendung erreicht, und, wie ebenfalls schon in diesem Bericht beschrieben (3.2.), stellen auch die Emissionen kein Problem dar.



Abbildung 57: Autotürinnenverkleidung (Vorderansicht oben, Rückansicht unten) aus WPC

Abschließend ist hier anzumerken, dass es sich bei den hier verwendeten Formulierung keineswegs um für die Produktion optimierte Rezepturen handelt, sondern um auf der erarbeiteten Wissensbasis aufgesetzte, ausgewählte Testrezepturen, die zeigen sollten, dass es möglich ist, Wood Plastic Composites auch im Spritzguss einzusetzen. Dieses Ziel wurde eindeutig erreicht, und die Überführung solcher Materialien in produktionstaugliche Rezepturen ist zwar aufgrund der jeweils notwendigen Tests noch eine aufwändige Prozedur, jedoch mit dem im Projekt erarbeiteten Wissen auch eine gut einschätzbare und vielversprechende Arbeit.

3.4. Ökologische & Ökonomische Betrachtung

Die ökologischen Vorteile von WPC gegenüber konventionellen, anorganischen Füll- und Verstärkungsstoffen liegen auf der Hand – während Letztere speziell zu diesem Zweck hergestellt werden, z.B. durch den bergmännischen Abbau und danach anschließende Raffinierungsprozesse, fallen Holzpartikel ohnehin als Nebenprodukt bei der Herstellung von z.B. Konstruktionsholz an. Zwar werden diese Reststoffe derzeit auch zur Produktion von Holzpellets für die Energiegewinnung eingesetzt, jedoch ist eine stoffliche einer energetischen Verwertung vorzuziehen, da zusätzlich in diesem Fall – bei der Verwendung des Holzes in Kombination mit Polyolefinen – einer späteren energetischen Verwendung nichts im Wege steht. Somit gewinnt man einen zusätzlich Produktlebenszyklus für einen Reststoff, welcher sonst nicht besteht. Weiters weisen diese Verbunde den Vorteil auf, dass sie eine geringere Dichte besitzen als die anorganisch verstärkten Materialien. Es ist zwar sicher nicht möglich, alle anorganisch verstärkten Kunststoffe durch solche, mit Holzpartikeln verstärkte zu ersetzen, allerdings bringt gerade der Einsatz im Transport und Automobilbereich durch das geringere Gewicht eine Reduktion an Kraftstoff und somit auch CO₂ und schont zusätzlich auch die Erdölreserven.

Weitere technische Vorteile, wie z.B. eine wesentlich geringere Abrasion der Maschinen oder auch wesentlich bessere stoffliche Rezyklierbarkeit – von der energetischen einmal abgesehen – bringen zusätzliche Anreize zur Verwendung solcher Materialien. Allerdings ist hier anzumerken, dass die technischen und ökonomischen Randbedingungen ebenfalls erfüllt sein müssen, da sonst solche Materialien gar nicht erst als Alternativen für die Industrie in Frage kommen.

Ökonomisch gesehen haben Wood Plastic Composites zwar nicht unbedingt das Potential, unmodifizierte Polyolefine zu verdrängen, da die Kosten für die Herstellung der Verbunde üblicherweise die Ersparnis durch den Einsatz der im Vergleich mit Polyolefin-Neuware wesentlich kostengünstigeren Holzpartikel überwiegen, jedoch gibt es durchaus das Potential, gefüllte Systeme zu ersetzen. Die anorganischen Füllstoffe weisen etwa den gleichen Preis per Kilogramm auf, müssen ebenfalls per Extrusionsprozess (compoundieren) in das Polyolefin eingemischt werden, und sind zwar temperaturunempfindlich, dafür ist die Dichte auch signifikant höher. Es ist hier zwar anzumerken, dass das Compoundieren von leichteren Verstärkungsstoffen in einer Reduktion des Durchsatzes resultiert, da allerdings auch die Bauteile weniger wiegen, auch eine geringere Menge an WPC benötigt wird. Weiters ist der einzige echte Nachteil die thermische Abbaubarkeit des Holzes, welche allerdings nur im Produktionsprozess eine Rolle spielt, während die Verbunddicke während der ganzen Produktlebensdauer von großer Wichtigkeit ist.

In Summe sind Wood Plastic Composites für verschiedenste Anwendung einsetzbar – und in den Fällen, wo das Material die geforderten Eigenschaften erbringen kann, sollten diese auch eingesetzt werden, da sie sowohl für den Hersteller als auch für den Endanwender vorteilhafte Eigenschaften mit sich bringen. Das WPC nicht bedingungslos für jede Anwendung geeignet ist, liegt ebenfalls auf der Hand, da dies für kein wie auch immer geartetes Material gilt, unabhängig von der Materialklasse.

4. Schlussfolgerungen zu den Projektergebnissen

Das Projektteam hat im Laufe dieses Projektes viele Erkenntnisse hinsichtlich der Spritzgussverarbeitung von WPC gewonnen. Aufgrund der erarbeiteten Wissensbasis über die Beziehungen zwischen der Formulierung und den verarbeitungsrelevanten Eigenschaften sowie des mechanischen Verhaltens können sehr schnell erste, maßgeschneiderte Formulierungen für weitere Entwicklungen ausgewählt werden. Es ist dem Autor durchaus bewusst, dass technische Formulierungen etwas komplexer als die hier untersuchten sind, und zusätzlich auch auf die jeweilige Anwendung hinsichtlich Komplexität und Preis-Leistungs-Verhältnis genau abgestimmt werden müssen, jedoch zeigen die Musterteile, dass es sehr gut möglich ist, WPC für komplexe Spritzgussanwendungen einzusetzen.

Die weitere Arbeit mit den Projektergebnissen ist unterschiedlich. Einerseits werden – wie auch mit diesem Bericht – die grundlegenden Ideen publiziert, um auch das Interesse der kunststoffverarbeitenden Industrie zu wecken, und andererseits sind derzeit auch bei den jeweiligen Firmenpartnern weitere Projekte hinsichtlich konkreten Anwendungen angedacht. Alle beteiligten Partner werden durch das hier gewonnene Wissen in der Lage sein, weitere Projekte wesentlich effizienter und rascher zum Ziel einer Anwendung führen zu können.

Andere Zielgruppen für die Projektergebnisse sind die kunststoffverarbeitende Industrie auf der einen Seite, und jene Forschungsinstitute, welche sich mit dem Thema Verbunde bzw. Polymer-Matrix-Komposite beschäftigen. Durch die hier aufgezeigten Ergebnisse und Denkansätze wird es möglich sein, weitere Entwicklungen sehr spezifisch und effizient zum Erfolg zu führen.

Das Ziel des Projektes war es, geeignete Formulierungen von Wood Plastic Composites für Spritzgussanwendungen zu entwickeln und diese Erkenntnisse auch mit der Herstellung von Musterbauteilen abzusichern bzw. zu überprüfen. Diese Ziele wurden eindeutig erreicht, wie im vorangegangenen Kapitel eindeutig dargelegt wurde. Die Formulierungen für die beiden Musterbauteile wurden aufgrund der erarbeiteten Wissensbasis derart ausgewählt, dass die Herstellung der Teile problemlos möglich war. Somit wurde gezeigt, dass eine Anwendung von WPC im Spritzgussverfahren möglich ist.

4.1. Detailangaben in Bezug auf die Ziele der Programmlinie

- **Einpassung in die Programmlinie**

Dieses Projekt passte aufgrund mehrerer Gründe sehr gut in die Programmlinie „Fabrik der Zukunft“. Einerseits werden für WPC Sekundärrohstoffe genutzt, welche andernfalls am ehesten einer thermischen Verwertung zugeführt werden. Weiters wird auch das Prinzip der Nachhaltigkeit berücksichtigt, da, wenn auch in Spritzgussbauteilen der Holzanteil niedriger als in Extrudaten liegt, eine gewisse Menge fossiler Rohstoff eingespart werden kann. Zusätzlich wird auch die österreichische Wirtschaft gestärkt, da die Holzreststoffe regional anfallen, während das Erdöl üblicherweise importiert werden muss.

- **Beitrag zum Gesamtziel der Programmlinie**

Die Erschließung des Spritzgusses als einen neuen Verarbeitungsweg für die Werkstoffgruppe WPC stellt einen Technologiesprung dar, der durchaus dazu geeignet ist, ein hohes Marktpotential zu initiieren. Da in diesem Projekt sowohl die Rohstoffhersteller als auch die Anwender einbezogen wurden, war es möglich, Demonstrationsobjekte herzustellen, die den Anforderungen der Wirtschaft gerecht werden. Weiters werden durch die Verarbeitung von WPC im Spritzguss nachwachsende Rohstoffe eingesetzt, welche die Polymere zum Teil substituieren und dadurch auch die Wirtschaftlichkeit solcher Produkte steigern können, da die Polymere um etwa 50 – 100% teurer sind als die Holzspäne, welche für WPC eingesetzt werden. Die Innovation in diesem Projekt stellt einerseits der neu erschlossene Verarbeitungsweg, andererseits die Möglichkeit für maßgeschneiderte Werkstoffe dar, was wiederum die Praxisrelevanz darlegt.

- **Beitrag zu den Zielen der 4. Ausschreibung**

Die Nutzung von nachwachsenden Rohstoffen, hier in Form der Wood Plastic Composites, ist ein Ziel in diesem Projekt und gleichzeitig eine Ziel der 4. Ausschreibung. Durch die Erschließung des Verarbeitungsweges Spritzguss, welcher in der kunststoffverarbeitenden Industrie eine etablierte Produktionstechnik ist, ist es möglich, komplexe Formteile maßgeschneidert und nahezu abfallfrei zu produzieren. Des Weiteren werden die Holzspäne, welche ansonsten nur als Sekundärrohstoff in der Plattenindustrie eingesetzt werden oder direkt in die thermische Verwertung fließen, zu einem Produkt mit höherer Wertschöpfung verarbeitet. Durch das Know-how der Projektpartner in den verschiedenen Bereichen war es möglich, einen Werkstoff mit hoher Qualität zu entwickeln, welcher sich für den Einsatz in unterschiedlichsten Bereichen eignet.

- **Einbeziehung der Zielgruppen (Gruppen, die für die Umsetzung der Ergebnisse relevant sind) und Berücksichtigung ihrer Bedürfnisse im Projekt.**

Die Zielgruppen werden entlang der gesamten Produktionskette Rohstoff – Verarbeiter – Anwender in das Projekt miteinbezogen, um zu gewährleisten, dass die Praxisnähe und die Durchführbarkeit, welche anhand der Musterteile dargestellt wird, gegeben sind. Durch die Beteiligung der anwendungsorientierten Unternehmen wurde gewährleistet, dass die Bedürfnisse der Kunden und Anwender direkt einfließen was auch die sehr guten Ergebnisse bedingt. Weiters

wird das erarbeitete Wissen auch weiter genutzt werden, um WPC als Werkstoff für neue Anwendungen nutzen zu können.

- **Beschreibung der Umsetzungs-Potenziale (Marktpotenzial, Verbreitungs- bzw. Realisierungspotential) für die Projektergebnisse.**

- Marktpotenzial:

Das Marktpotential ist nach Aussagen von Experten sehr groß, da es gelungen ist die technischen Probleme für die Umsetzung im Spritzguss zu lösen und die Werkstoffmatrix zu optimieren. Wie groß der Marktanteil, welcher durch diese Werkstoffklasse substituiert werden kann, tatsächlich ist, kann derzeit nicht seriös abgeschätzt werden, da in diesem Fall vor allem das Eigenschaftsportfolio der WPC für die unterschiedlichen Anwendungen sowie ökonomische Einflüsse sehr ausschlaggebend sein werden.

- Verbreitungs- bzw. Umsetzungspotenzial:

Da die Partnerfirmen große wirtschaftliche Potenz und einen guten internationalen Ruf besitzen, wird eine rasche Marktdurchdringung sichergestellt. Vor allem die Anwender werden intensiv versuchen, den neuen Werkstoff zu etablieren, da die technischen und wirtschaftlichen Vorteile gegenüber den konventionell verstärkten Thermoplasten auf der Hand liegen, und somit bei erfolgreicher Platzierung den Verarbeitern weitere Möglichkeiten zur Ausweitung Ihrer Produktpalette offen stehen.

- **Potential für Demonstrationsvorhaben (Chancen / Schwierigkeiten / Risiken bei der Realisierung / Umsetzung in Richtung Demonstrationsprojekt?) Beschreibung der Ziele, die in dem Projekt verfolgt werden und Darstellung, ob und wie diese erreicht wurden.**

Durch drei bereits am TCKT durchgeführte Fabrik der Zukunft Projekte zum Thema WPC, davon eines aus dem Gebiet der anwendungsorientierten Grundlagenforschung (Projekt 806080) und zwei Projekte zur Technologie- und Kompetenzentwicklung (Projekt 806079 und 806078) wurde bereits ein großer kunststofftechnischer Verarbeitungsweg, nämlich die Extrusion, erschlossen. Der nächste logische Schritt ist die Weiterentwicklung der Materialklasse für die Verwendung im nächsten großen technischen Prozessweg der kunststoffverarbeitenden Industrie, dem Spritzguss. Im Rahmen der hier vorliegenden Entwicklungskette kann so durch die Ermöglichung der Anwendung von WPC im Spritzguss ein weiterer Schritt zur verbesserten Wertschöpfung aus dem Nebenprodukt Holzspäne gemacht werden. Somit stehen für Demonstrationsprojekte eine breite Wissensbasis sowie kompetente und interessierte Firmenpartner zur Verfügung, wodurch solche Projekte sehr erfolversprechend sind. Ziele für solche Demonstrationsprojekte müssen die werkstoffgerechte Auslegung und Anwendung von Bauteilen für WPC sein, welche mit den geeigneten Partnern auf alle Fälle erreicht werden können.

4.2. Ausblick und Empfehlungen

- **Wo liegen die Chancen / Schwierigkeiten / Risiken bei der Realisierung / Umsetzung in Richtung Demonstrationsprojekt?**

Die Chancen für eine dementsprechend gute Positionierung am Markt durch die Durchführung eines Demonstrationsprojektes sind, wie die Ergebnisse des vorliegenden Berichts sowie das starke Interesse der Industrie zeigt, sehr gut, während die Schwierigkeiten und Risiken als eher gering einzuschätzen sind, da gerade die grundlegenden technischen Probleme für WPC im Spritzguss im Rahmen dieses Projekts gelöst wurden.

- **Empfehlungen für weiterführende Forschungs- und Entwicklungsarbeiten**

Weiterführende F&E-Aktivitäten sollten vor allem in Richtung konkrete Zielsetzungen gehen, da ein mittlerweile sehr gutes Grundwissen in den Bereichen der Extrusion und des Spritzguss von WPC existiert. Somit sind die logische Schlussfolgerung spezifische Entwicklungen für neue Anwendungen von WPC bzw. Holzpartikeln als funktionellen Verstärkungsstoff in Polymeren.

- **Resümee hinsichtlich der Ziele, die in dem Projekt verfolgt wurden - Darstellung, ob und wie diese erreicht wurden.**

Das Ziel des Projektes war es, geeignete Formulierungen von Wood Plastic Composites für Spritzgussanwendungen zu entwickeln und diese Erkenntnisse auch mit der Herstellung von Musterbauteilen abzusichern bzw. zu überprüfen. Dieses Ziel wurde eindeutig erreicht, da es innerhalb der Projektlaufzeit gelungen ist, die dazu notwendige Wissensbasis zu erarbeiten und dieses Wissen auch in eine für die Unternehmenspartner verarbeitbare und anwendbare Rezeptur umzusetzen.

5. Verzeichnisse

Literaturverzeichnis

1. Definition nach ÖNorm 3030B
2. G.W. Ehrenstein, Polymer-Werkstoffe: Struktur – Eigenschaften – Anwendung, 2. Auflage, Carl Hanser Verlag, 1999
3. W. Michaeli, Einführung in die Kunststoffverarbeitung. 4. Auflage, Carl Hanser Verlag, München, 1999
4. C. Burgstaller, Processing of thermal sensitive materials – a case study for WPC, Chemical Monthly 138, 2007, 343 – 346
5. Vogt D., Karus M., Ortmann S., Schmidt C., Pleh A., Wood Plastic Composites – Märkte in Nordamerika, Japan und Europa mit Schwerpunkt auf Deutschland – Technische Eigenschaften, Anwendungsgebiete, Preise, Märkte, Akteure, Studie nova-Institut, Hürth, 2005
6. W. Grellmann, S. Seidler, Kunststoffprüfung. 1. Auflage, Carl Hanser Verlag, München, 2005
7. H. Eckardt, Injection moulding of wood filled polymers. Presentation at: 6th Global wood and natural fibre composites symposium, Kassel, Deutschland, 2006
8. C. Funke, Ermittlung relevanter Materialkennwerte für den Spritzguss von WPC. Presentation at: 3rd German WPC-Congress, Köln, Deutschland, 2009
9. D. Shia, J. Yanga, Z.i Yaoa, Y. Wanga, H. Huanga, W. Jinga, J. Yina,* , G. Costab, Functionalization of isotactic polypropylene with maleic anhydride by reactive extrusion: Mechanism of melt grafting, Polymer 42, 2001, 5549-5557
10. A.K. Bledzki, M. Letman, A comparison of compounding processes and wood type for wood fibre PP composites. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 36, 2005, 789-797
11. N.M. Stark, R.E. Rowlands, Effects of wood fiber characteristics on mechanical properties of wood/polypropylene composites, Wood and fiber science 35, 2003, 167 – 174
12. K. Oksman, C. Clemons, Mechanical properties and morphology of impact modified polypropylene wood flour composites, Journal of applied polymer science 67, 1998, 1503 – 1513
13. M. Muasher, M. Sain, The efficacy of photostabilizers on the color change of wood filled plastic composites, Polymer Degradation and Stability 91, 2006, 1156 – 1165
14. C. Burgstaller, W. Stadlbauer, Estimating the properties of Wood Plastic Composites with micromechanical models, Presentation at: 7th Global WPC and Natural Fibre Composites Congress and Exhibition, Kassel, Germany, 2008
15. U. Lohmann, Ed. Holzhandbuch 6, 2005, 113
16. A.K. Bledzki, J. Gassan, Composites reinforced with cellulose based fibres, Progress in Polymer Science 24, 1999, 221 – 274

17. R. Gauthier, C. Joly, A.C. Coupas, H. Gauthier, M. Escoubes, Interfaces in polyolefin/cellulosic fiber composites: Chemical coupling, morphology, correlation with adhesion and aging in moisture, *Polymer Composites* 19, 1998, 287 – 300

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Exponate aus Bakelit im Deutschen Kunststoff Museum; Links „Klemmleuchte Hergil“, Rechts eine Koffernähmaschine (Quelle: Kunststoff-Museum-Verein e.V., Düsseldorf)	7
Abbildung 2: Schematische Darstellung einer Extrusionsanlage für Rohre [3].....	8
Abbildung 3: Extrudiertes WPC-Profil (70% Holz, 30% PP)	9
Abbildung 4: Zyklischer Ablauf eines Spritzgussprozesses [3].....	10
Abbildung 5: Anwendungsgebiete von WPC (nach [3], veränderte Abbildung).....	10
Abbildung 6: Spritzgegossene Kassette aus WPC (Quelle: Fa. Werzalit)	11
Abbildung 7: Schematische Darstellung des verwendeten gleichläufigen Doppelschnecken- extruders (Quelle: Thermo Prism)	14
Abbildung 8: Schematische Darstellung der verwendeten Universalprüfkörper nach ISO-527.....	15
Abbildung 9: Fließversuchsplatte (li) und Box (re) aus WPC	16
Abbildung 10: Prüfaufbau für den Zugversuch.....	17
Abbildung 11: Prinzip des Kerbschlagbiegeversuchs nach Charpy [6].....	17
Abbildung 12: Aufbau des Dreipunktbiegeversuchs [6]	18
Abbildung 13: Darstellung des Versuchsaufbaus bei Vicat (li) und HDT (re) [6]	18
Abbildung 14: Aufbau der Messanordnung von Hochdruckkapillarrheometern mit Kanälen mit (a) kreisförmigem und (b) rechteckigem Querschnitt [6]	20
Abbildung 15: Schematische Darstellung der Apparatur zur Titration des MAH-Gehalts von Haftvermittlern	21
Abbildung 16: Elastizitätsmodul aus dem Zugversuch vs. Holzgehalt und Matrixpolymertype	24
Abbildung 17: Zugfestigkeit vs. Holzgehalt und Matrixpolymertype.....	24
Abbildung 18: Dehnung bei der Zugfestigkeit vs. Holzgehalt und Matrixpolymertype.....	25
Abbildung 19: Ungekerbte Schlagzähigkeit nach Charpy vs. Holzgehalt und Matrixpolymertype.....	26
Abbildung 20: Kerbschlagzähigkeit nach Charpy vs. Holzgehalt und Matrixpolymertype	27
Abbildung 21: Verbunddicke vs. Holzgehalt und Matrixpolymertype	27
Abbildung 22: Wärmeformbeständigkeit vs. Holzgehalt und Matrixpolymertype	28
Abbildung 23: Masse-Schmelzfluss-Rate vs. Holzgehalt und Matrixpolymertype	29
Abbildung 24: Fließkurven für verschiedene WPC-Formulierungen, basierend auf PP-h 1, gemessen bei 210 °C	30
Abbildung 25: Fließkurven für verschiedene WPC-Formulierungen mit unterschiedlichen Matrixpolymeren und jeweils 20 Gew.-% Holz, gemessen bei 210 °C	30
Abbildung 26: Schwindung (längs & quer) vs. Holzgehalt und Matrixpolymertype.....	31
Abbildung 27: Verarbeitungsschwindigkeit vs. Polymertype	32
Abbildung 28: Elastizitätsmodul aus dem Zugversuch vs. Holzgehalt und Holztype	33
Abbildung 29: Zugfestigkeit vs. Holzgehalt und Holztype	34
Abbildung 30: Ungekerbte Schlagzähigkeit nach Charpy vs. Holzgehalt und Holztype	34
Abbildung 31: Kerbschlagzähigkeit nach Charpy vs. Holzgehalt und Holztype	35
Abbildung 32: Verarbeitungsschwindigkeit vs. Holzgehalt und Holztype	35
Abbildung 33: Elastizitätsmodul aus dem Zugversuch vs. Haftvermittlerkonzentration und Holzgehalt für PP basierende WPC	36
Abbildung 34: Zugfestigkeit vs. Haftvermittlerkonzentration und Holzgehalt für PP basierende WPC. 37	
Abbildung 35: Ungekerbte Schlagzähigkeit nach Charpy vs. Haftvermittlerkonzentration und Holzgehalt für PP basierende WPC	37
Abbildung 36: Schmelzevolumenflussrate (als Maß für die Fließfähigkeit) vs. Haftvermittlerkonzentration und Holzgehalt für PP basierende WPC	38
Abbildung 37: Fließkurven für WPC mit verschiedenen Holz- und Haftvermittleranteilen	38
Abbildung 38: Verarbeitungsschwindigkeit vs. Haftvermittlerkonzentration und Holzgehalt für PP basierende WPC	39
Abbildung 39: Verbunddicke vs. Haftvermittlerkonzentration und Holzgehalt für PP basierende WPC	40
Abbildung 40: Elastizitätsmodul aus dem Zugversuch vs. Haftvermittlerkonzentration und Holzgehalt für PE basierende WPC	41
Abbildung 41: Zugfestigkeit vs. Haftvermittlerkonzentration und Holzgehalt für PE basierende WPC. 41	
Abbildung 42: Ungekerbte Schlagzähigkeit nach Charpy vs. Haftvermittlerkonzentration und Holzgehalt für PE basierende WPC	42
Abbildung 43: Verbesserung der Festigkeit vs. Haftvermittlerkonzentration von 30%igen WPC mit verschiedenen Haftvermittlern.....	43
Abbildung 44: E-Modul und Schlagzähigkeit vs. Modifikatorkonzentration von Polypropylen mit verschiedenen Schlagzähmodifikatoren.....	44

Abbildung 45: E-Modul vs. Massetemperatur für WPC mit verschiedenen Holzgehalten	45
Abbildung 46: Helligkeit vs. Massetemperatur für WPC mit verschiedenen Holzgehalten	46
Abbildung 47: Zugfestigkeit vs. Massetemperatur für WPC mit verschiedenen Holzgehalten	46
Abbildung 48: Ungekerbte Schlagzähigkeit vs. Massetemperatur für WPC mit verschiedenen Holzgehalten.....	47
Abbildung 49: Dichte vs. Massetemperatur und Nachdruck für WPC 30 Gew.-% Holz und 3 Gew.-% Haftvermittler	47
Abbildung 50: E-Modul vs. Werkzeugtemperatur für WPC mit verschiedenen Holzgehalten	48
Abbildung 51: Zugfestigkeit vs. Werkzeugtemperatur für WPC mit verschiedenen Holzgehalten	48
Abbildung 52: Ungekerbte Schlagzähigkeit vs. Werkzeugtemperatur für WPC mit verschiedenen Holzgehalten.....	49
Abbildung 53: Helligkeit vs. Verweilzeit für WPC mit 30 Gew.-% Holz	49
Abbildung 54: VOC-Emissionen vs. Holzanteil von PP-basierenden WPC mit verschiedenen Holzanteilen	50
Abbildung 55: VOC-Emissionen vs. Zykluszeit im Spritzguss von PP-basierenden WPC	51
Abbildung 56: Gartenstuhl-Sitzplatte aus WPC.....	53
Abbildung 57: Autotürinnenverkleidung (Vorderansicht oben, Rückansicht unten) aus WPC.....	54

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Verwendete Polymere und deren Grundcharakteristika	12
Tabelle 2: Verwendete Haftvermittler und deren Grundcharakteristika	12
Tabelle 3: Verwendete Verstärkungsstoffe und deren Grundcharakteristika.....	13
Tabelle 4: Verwendete Schlagzähmodifikatoren und deren Grundcharakteristika	13

6. Anhang

Hier finden sich die Konferenzbeiträge zu den beiden Vorträgen, welche im Rahmen des Projektes als Verbreitungsmaßnahme bei internationalen Konferenzen gehalten wurden.

Burgstaller C, Stadlbauer W, *The effects of compatibilizers on wood plastic composites performance*, Presentation at: Advances in Plastics Technology – APT09 (2009), Katowice, Poland

Burgstaller C, Stadlbauer W, *Influence of processing parameters on the mechanical performance of injection moulded wood plastic composites*, Presentation at: 10th International Conference on Wood & Biofiber Plastic Composites (2009), Madison, WI, USA

ADVANCES IN PLASTICS TECHNOLOGY

APT '09

**THE EFFECTS OF COMPATIBILIZERS ON WOOD
PLASTIC COMPOSITES PERFORMANCE**

**Wpływ kompatybilizatorów na parametry
eksploatacyjne kompozytów polimer – drewno**

C. Burgstaller, W. Stadlbauer

TCKT - Transfercenter für Kunststofftechnik GmbH, Austria



Paper № 17

03 – 05 November 2009, Katowice, Poland

1. Introduction

Wood plastic composites (WPC) are polymer matrix composites consisting of a thermoplastic processable matrix, reinforcing wood particles as well as some additives. The most important of the latter is, at least in polyolefin based WPC, a compatibilizer or coupling agent, to overcome the incompatibility of the polar wood particles and the non-polar polyolefin matrix.

Several studies were carried out regarding the issue of compatibilizers. Basically there are some different approaches to that. In most cases a graft of a polyolefin and maleic anhydride is used for compatibilisation [1, 2, 5], which is added to the polyolefin matrix in the compounding step, but also silane based compatibilizers as well as chemical surface modifications are discussed in literature [3].

A work of Bledzki and Faruk [1] deals with the effects of maleic anhydride grafted polypropylene as a compatibilizer. They found improvements in tensile and flexural strength as well as in some dynamic mechanical properties. Furthermore, a work dealing with the interfacial shear strength of wood in polyethylene, measured via dowel pull-out tests, shows the improvement of this property with the addition of a compatibilizer [6].

Especially for natural fibres like sisal, flax and hemp, there are many publications on surface modification. One of these is a work dealing with fibre pre-treatments, e.g. alkali treatment, and silane coupling agents [4].

These examples from literature show, that the improvement of the interface is an important issue for the performance of WPC and natural fibre reinforced polymers in general. Therefore the aim of this work was to investigate the influence of a compatibilizer on the properties of WPC, like strength and stiffness, but also other properties. Furthermore, an appropriate method for evaluating the effectiveness of the compatibilizer concentration should be found, to get a tool for better understanding of these kind of additives.

2. Materials and Methods

The materials used in this study are shown in Table 1. The different compounds (0 – 50wt% wood & 0 – 20wt% of compatibilizer) were compounded with a co-rotating twin screw extruder (Thermo Prism TSE24HC), equipped with a gravimetric dosing system. The maximum barrel temperature was set to 200°C. The melt strands were cooled down via a waterbath and subsequently cut to granules by a strand cutter. These granules were predried (at 80 °C for at least 4 h) and injection moulded into universal test specimen (for evaluating mechanical properties) as well as rectangular plates (60 × 60 × 2 mm³ for determination of shrinkage).

Table 1: Materials used in this study and relevant basic properties

abbreviation	material	MFR [g/10min]	comment
PP	polypropylene homopolymer	60 ^a	injection moulding grade
HDPE	high density polyethylene	8 ^b	injection moulding grade
MAH-PP	maleic anhydride grafted polypropylene	450 ^a	0.5 – 1 wt% maleic anhydride
MAH-PE	maleic anhydride grafted polyethylene	3.4 ^b	0.5 – 1 wt% maleic anhydride
Wood	wood particles	–	main sieve fraction 125 – 250 μm

Melt flow rate (MFR) conditions: ^a ... at 230°C & 2.16 kg, ^b ... at 190°C & 2.16 kg

Tensile tests (ISO-527) were carried out on a Zwick-Roell Z020 universal testing machine with a crosshead speed of 1 mm/min for evaluation of the elastic modulus and afterwards 5 mm/min until the break of the samples. Unnotched Charpy impact strength was evaluated according to ISO-179 using a Zwick Roell 5113.300 pendulum impact tester. Melt volume rate was recorded according to ISO-1133 using a Zwick Roell MFR 4106. Shrinkage was tested on the rectangular plates mentioned above according to ISO 294-4. Morphology of selected samples was determined with polarized light microscopy on thin slices, which were produced with a microtome (Leica RM2255). Composite density has been measured in accordance to ISO-1183 (buoyancy method) on a Scaltec scale equipped with a density kit and ethanol as immersion liquid. DSC measurements were carried out Mettler Toledo DSC 822e in accordance to ISO-11357, with a heating rate of 10 K/min under nitrogen atmosphere.

3. Results and Discussion

Influence on mechanical properties

As can be seen from Figure 1, the compatibilizer improves the elastic modulus of the HDPE based WPC. In the case for the PP based ones, this effect takes place at the higher wood contents only. This could be due to the fact, that the pure PP is softened by the addition of the MAH-PP, which cannot be compensated at the low wood content of 10wt%. This softening effect is not found for the MAH-PE. This could be due to the processing (the grafting) of the compatibilizers itself, because the MFR of the MAH-PE is quite low compared to the MFR of the MAH-PP (Table 1) – even if the MAH-PP is measured at a higher temperature.

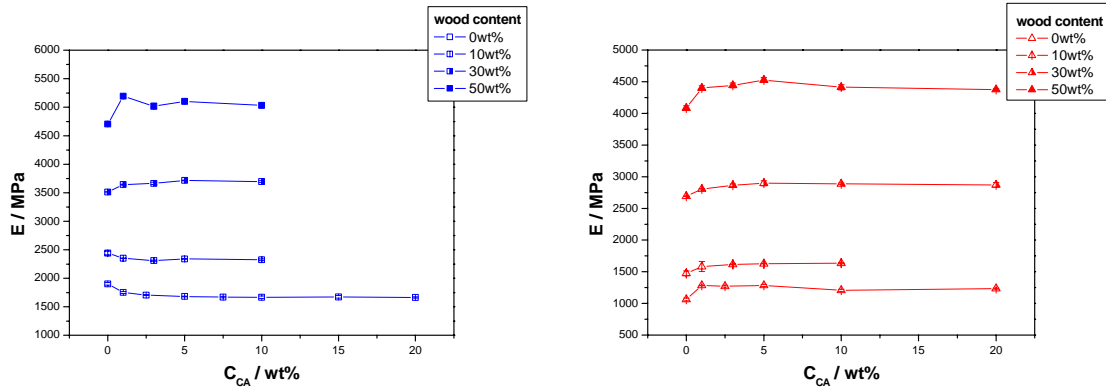


Figure 1: Elastic modulus vs. compatibilizer concentration for different WPC based on PP (left) and HDPE (right)

In Figure 2, the tensile strength of the WPC is shown. In both cases the compatibilizer improves the tensile strength with increasing concentration. An interesting point is emerging when the compatibilizer concentration is recalculated to the matrix share (meaning 5wt% of MAH-PP in the WPC with 30wt% wood will equal $5/70 = 0.071$), which is shown in Figure 3. When we compare these plots, one can see that the improvement is depending on the concentration of compatibilizer in the matrix. This means, that the compatibilizer is dispersed well throughout the polymer matrix (due to the fact that the polymer and the compatibilizer are molten and mixed together in the compounding before the wood particles are introduced into the melt via a side-feeder). Furthermore, the lines in this graph are the fits based on a simple exponential model (Equation 1). Taking a closer look at the point where these fits reach the saturation level, one can see that these points are shifted towards higher concentrations of compatibilizer with higher concentrations of wood in the formulation. This is a good indication for the activity of the compatibilizer improving the interface between the wood and the polymer. Furthermore, with the application of this model, we yield the maximum improvement (which equals $C_2/(C_2+C_3)$) as well as the initial or maximum slope ($C_1 \cdot C_2$), which can be used for comparing the efficacy of different compatibilizer systems.

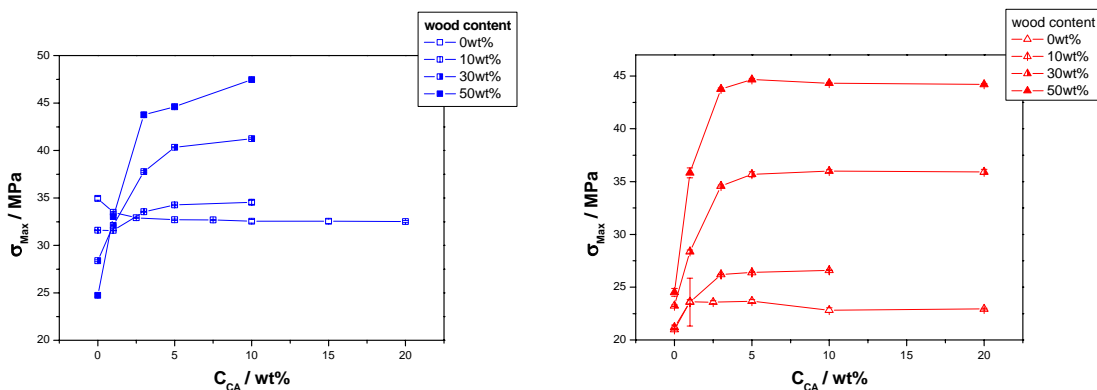


Figure 2: Tensile strength vs. compatibilizer concentration for different WPC based on PP (left) and HDPE (right)

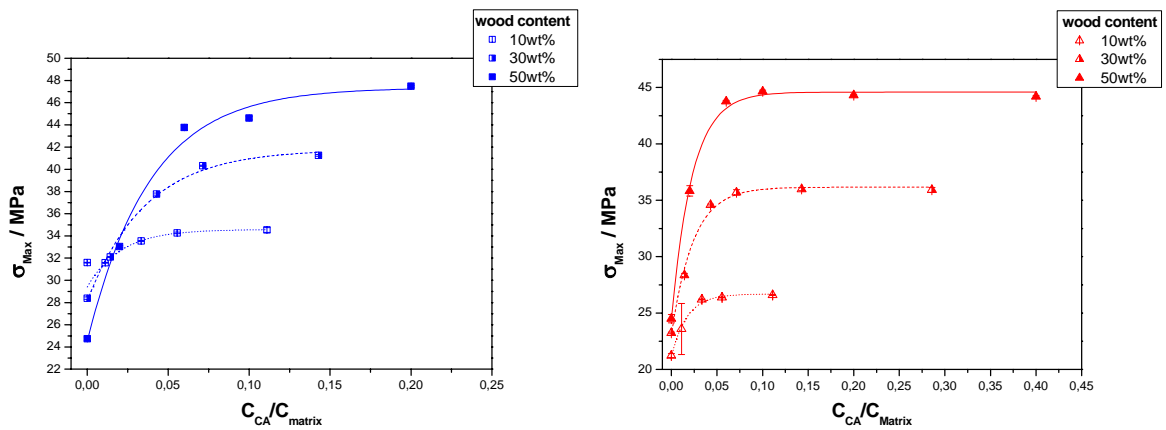


Figure 3: Tensile strength vs. reduced compatibilizer concentration for different WPC based on PP (left) and HDPE (right)

$$\sigma_{\text{Max}} = C_2 \left[1 - e^{-C_1 \frac{C_{CA}}{C_{\text{matrix}}}} \right] + C_3 \quad (1)$$

where σ_{Max} is the tensile strength, C_{CA}/C_{matrix} is the reduced compatibilizer concentration, C_1 , C_2 and C_3 are the fit constants representing offset strength, maximum strength and the initial slope of the fitting curve.

The unnotched impact strength (Figure 4) is also improved with the addition of a compatibilizer, especially for the PE based WPC, while for the PP based ones this effect is only minor. This again could be due to the fact, that the MAH-PE, which exhibits lower MFR, has longer chains that the MAH-PP, which is advantageous in that case.

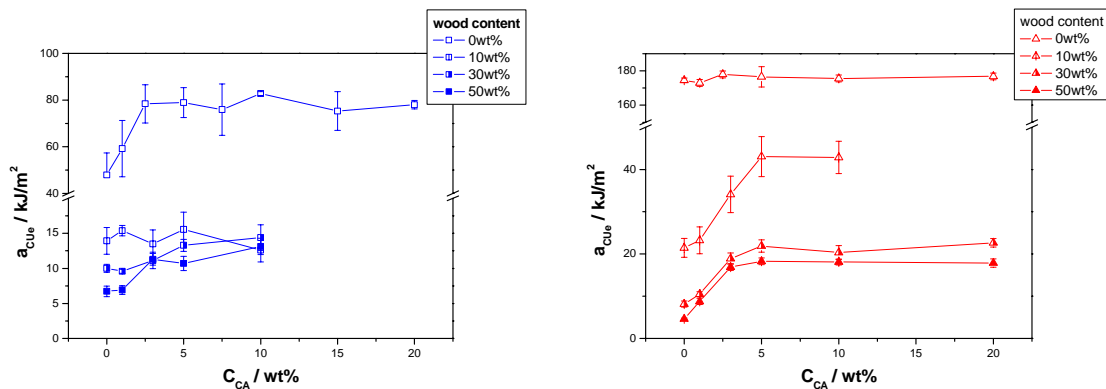


Figure 4: Unnotched Charpy impact strength vs. compatibilizer concentration for different WPC based on PP (left) and HDPE (right)

Influence on processing related parameters

The investigations shown in this section of the paper are related to injection moulding processing. As can be seen in Figure 5, the melt volume-flow rate (MVR) is increasing with increasing content of compatibilizer. This effect is reduced with increasing wood content, which is obvious due to the fact, that the solid particles are increasing the viscosity of the melt. The WPC containing 50wt% of wood were not measurable due to the small diameter of the capillary used in this test setup.

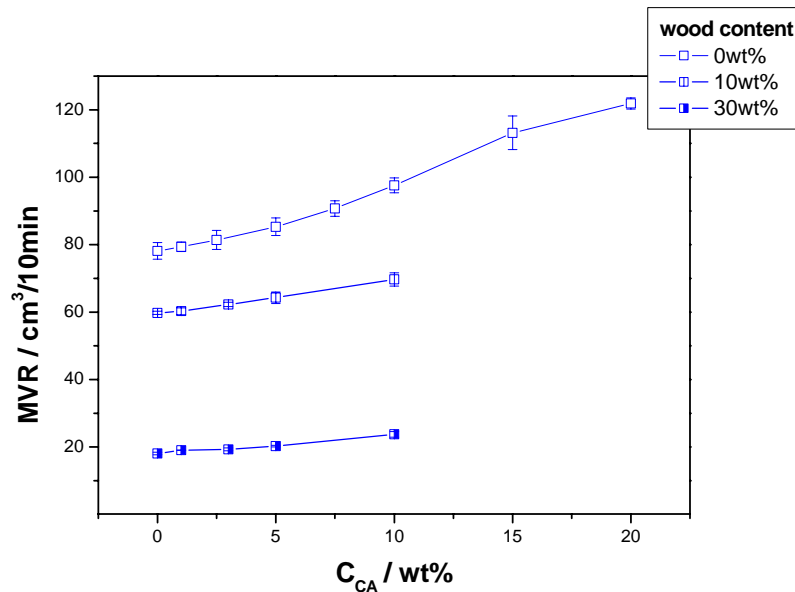


Figure 5: Melt volume-flow rate vs. compatibilizer concentration for different WPC based on PP

In case of the shrinkage (Figure 6) we find a decrease with increasing wood content, but an increase with increasing compatibilizer content. This could be due to the increased wetting of the wood particles (which is a result from the compatibilisation), which is in good agreement with the composite density, which is also slightly increasing with increasing compatibilizer content.

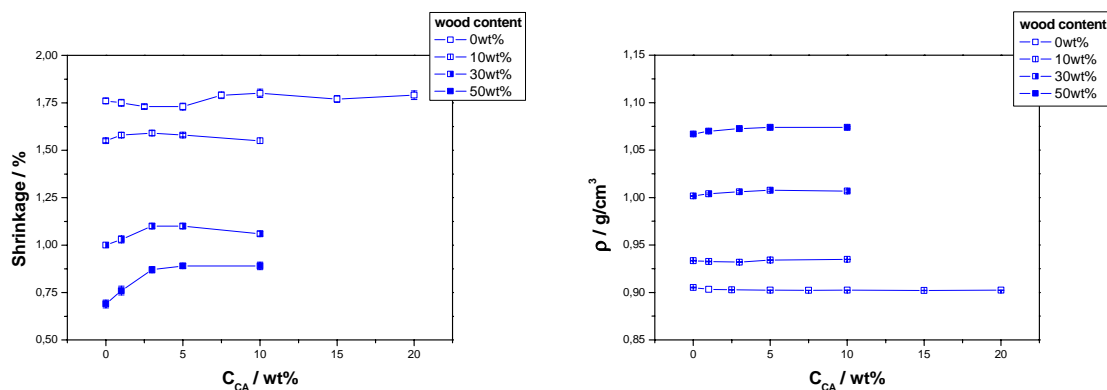


Figure 6: Shrinkage (parallel to flow, left) and density (right) vs. compatibilizer concentration for different WPC based on PP

When taking a closer look at the polymer morphology, we can see that the morphology is changing – it exhibits a finer structure with the addition of the compatibilizer, which seem to increase with increasing compatibilizer content. From this fact one can conclude that the compatibilizer promotes nucleation, which could result in the change of morphology as we can see from the micrographs in Figure 7. Interesting to note is, that the enthalpy of crystallisation as well as the crystallisation temperature are not changing significantly (Figure 8). Although the authors are aware of the fact, that DSC measurements can be quite imprecise for determining absolute data about crystallisation, this shows that there is no change in crystallinity, but in morphology in this case, which is also shown by the micrographs from the DSC samples (Figure 9).

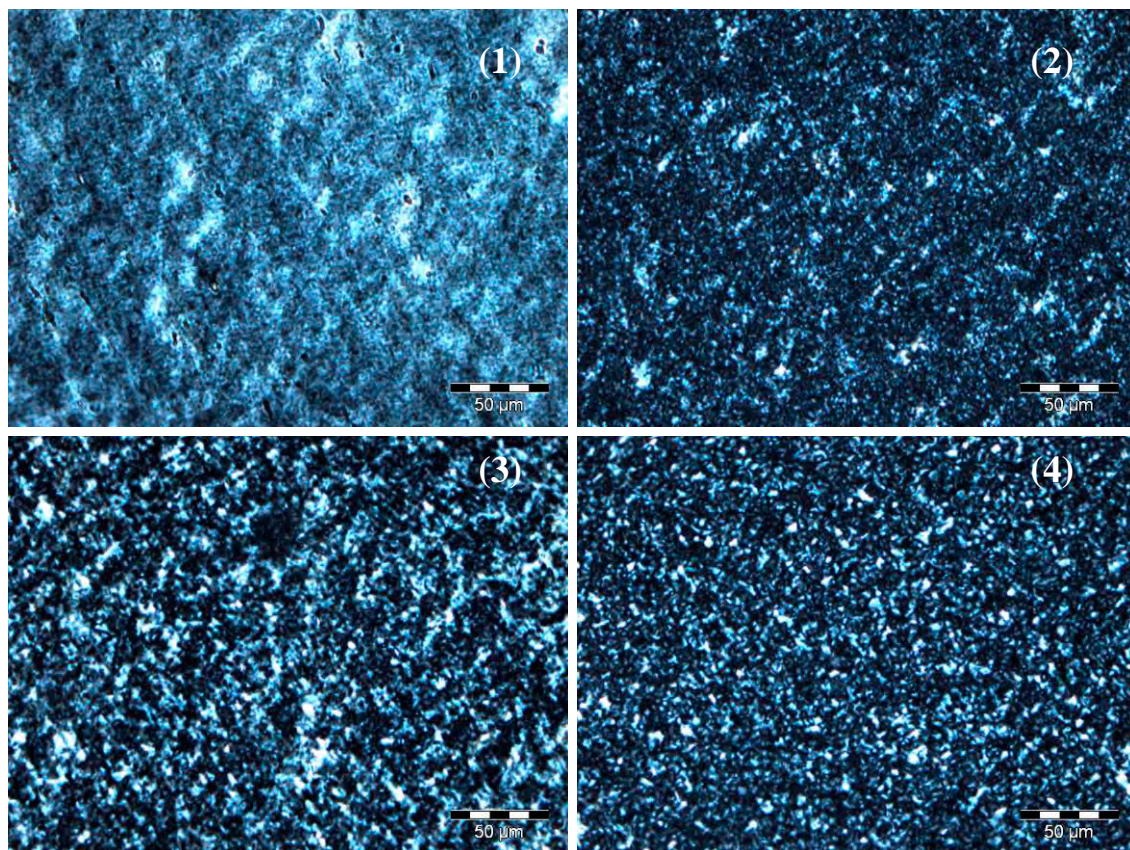


Figure 7: Morphology (thin section under crossed polars in transmitted light microscopy) of injection moulded universal test specimen of PP with different contents of MAH-PP; (1) ... 0wt%, (2) ... 1wt%, (3) ... 5wt%, (4) ... 10wt%; scale bar represents 50 µm

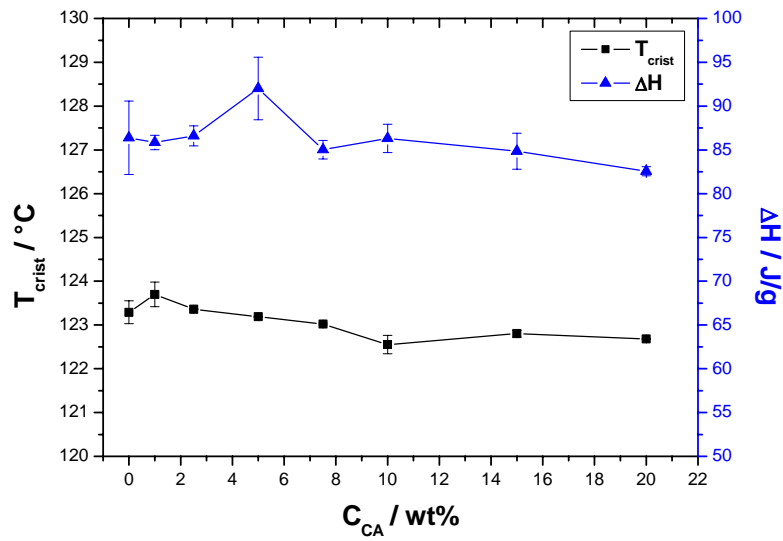


Figure 8: Crystallisation peak temperature and enthalpy of crystallisation for PP with different amounts of MAH-PP, measured via DSC experiments (heating rate 10 K/min, under nitrogen)

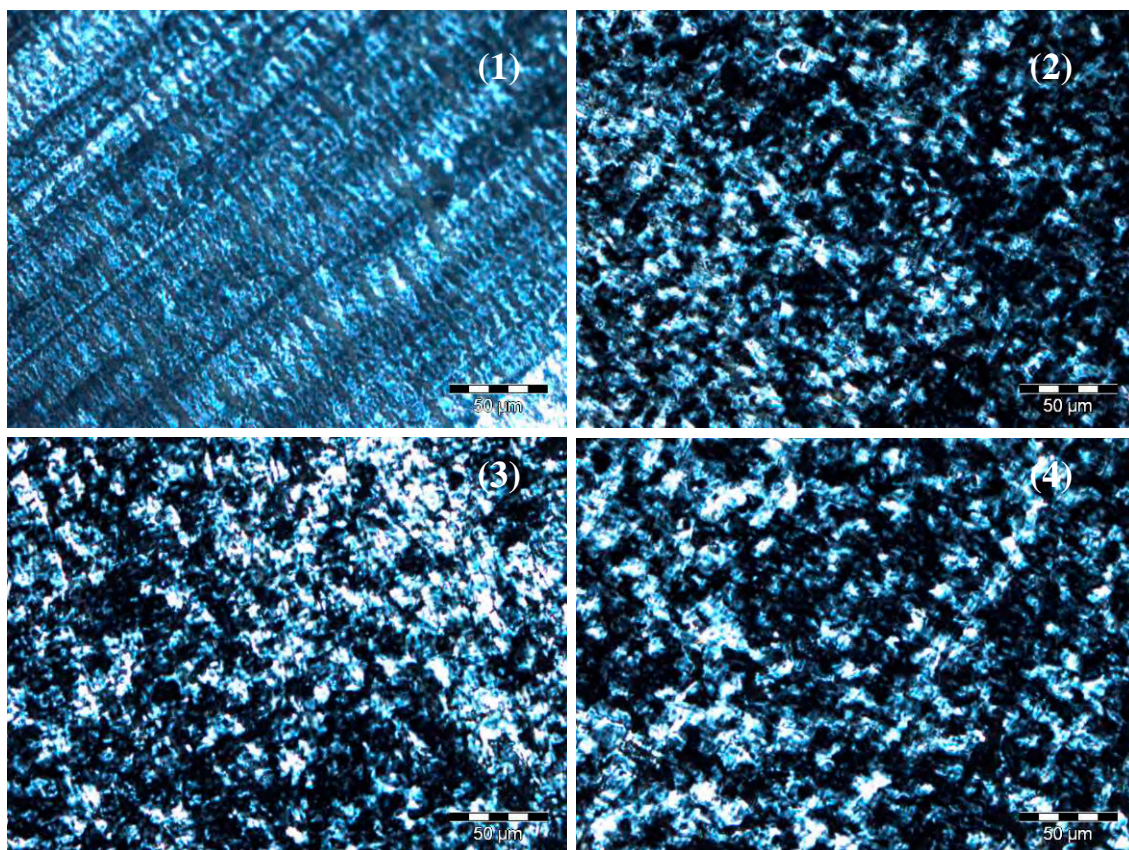


Figure 9: Morphology (thin section under crossed polars in transmitted light microscopy) of DSC-samples of PP with different contents of MAH-PP; (1) ... 0wt%, (2) ... 1wt%, (3) ... 5wt%, (4) ... 10wt%; scale bar represents 50 μm

4. Conclusions

We found that compatibilizers, based on maleic anhydride grafted polyolefins, improve the properties of a WPC significantly. Not only is the tensile strength improved, but also the elastic modulus (at least at higher wood contents) and the impact strength. Furthermore the compatibilizer shows an influence on shrinkage, rheology and crystallisation, although the latter should be investigated more in detail in the future. Furthermore, we were successful to apply a simple exponential model, which can be helpful in comparing different compatibilizer types as well as in understanding the mechanisms which are taking place with the compatibilisation.

In conclusion, we think that a compatibilizer should be an integral part of every WPC formulation; nevertheless the dosage should be related to the properties necessary for the application and to cost considerations.

5. Acknowledgements

The author wish to thank the Austrian Funding Agency (FFG) and the Austrian Ministry of Transportation, Innovation and Technology (BMVIT) for funding the project “Wood Plastic Composites – New Value from WPC through injection moulding application” in the scope of the program “Factory of the Future”.

6. References

1. Bledzki, A. K., and O. Faruk. "Wood Fibre Reinforced Polypropylene Composites: Effect of Fibre Geometry and Coupling Agent on Physico-Mechanical Properties" *Applied Composite Materials* 10 (2003): 365-79
2. Danyadi L, Renner K, Moczo J, and Pukansky B. "Wood Flour Filled Polypropylene Composites: Interfacial Adhesion and Micromechanical Deformations" *Polymer Engineering and Science* 47 (2007): 1246-55
3. Gauthier R, Joly C, Coupas AC, Gauthier H, and Escoubes M. "Interfaces in Polyolefin/Cellulosic Fiber Composites: Chemical Coupling, Morphology, Correlation with Adhesion and Aging in Moisture" *Polymer Composites* 19, no. 3 (1998): 287-300
4. Herrera-Franco PJ and Valadez-Gonzalez A. "A Study of the Mechanical Properties of Short Natural Fibre Reinforced Composites" *Composites Part B* 36 (2005): 597-608
5. Hristov V, and Vlachopoulos J. "Influence of Coupling Agents on Melt Flow Behaviour of Natural Fiber Composites" *Macromolecular Materials and Engineering* 292, no. 5 (2007): 608-19
6. Sanadi AR, Rowell RM, and Young RA. "Evaluation of Wood Thermoplastic Interphase Shear Strength" *Journal of Materials Science* 28 (1993): 6347-52

Influence of Processing Parameters on the Mechanical Performance of Injection-Molded Wood-Plastic Composites

Christoph Burgstaller and Wolfgang Stadlbauer

Abstract

The aim of this work was to investigate the influences of the processing parameters in injection molding, such as dwell pressure, melt- and mold-temperature on the performance of wood-plastic composites (WPCs). Compounds from different amounts of wood (10–50 wt%), compatibilizer, and polypropylene were produced using a co-rotating twin-screw extruder. After drying the granules, injection molding with variations in melt- and mold-temperature as well as in dwell pressure and cycle time was carried out to retrieve universal test specimens. These specimens were tested for tensile strength and modulus (according to ISO-527) as well as for impact properties (ISO-179). Furthermore, the composite density and the color of the composites was measured. To regain the wood particles from the composites, extractions with xylene were carried out. The wood particles were scanned for length and width by means of a light microscope. In conclusion, we found that the main influence parameters on the mechanical properties are melt- and mold-temperature. Especially with raised mold-temperature, the mechanical performance is increased significantly. This effect was also found for the neat polypropylene. We also discuss the correlations between injection-molding parameters and the performance of WPCs.

Burgstaller:

Researcher and Project Leader, Transfercenter für Kunststofftechnik GmbH, Wels, Austria

Stadlbauer:

Managing Director, Transfercenter für Kunststofftechnik GmbH, Wels, Austria

Introduction

The processing of wood-plastic composites (WPCs) is, compared to the processing of unreinforced plastic, a very demanding topic due to various factors. On the one hand, wood particles can be damaged through the application of temperature and shear in the mixing process (Burgstaller 2007). These effects vary depending on the intensity of shear as well as on the residence time, which is applied to the material during processing. On the other hand, the polymer can also be degraded through other mechanisms, which leads to chain scission and to changes in the mechanical performance.

When taking a closer look at the products that are created with WPC nowadays, we find that most are produced via extrusion. This is obviously because the profiles for decking and siding are produced in that way, but when thinking of other plastic materials, grades for extrusion and injection molding are usually available. While several authors have dealt with the processing of WPC via extrusion in regard to different processing routes and compounding equipment (Bledzki and Letman 2005), wall slip phenomena (Hristov et al. 2006), and mechanical properties (Wang et al. 2001), only few articles can be found for injection-molded WPCs.

One of these works is a presentation about a cassette intended for decking—in combination with profiles (Golombek 2007). The authors mentioned some issues in the processing of WPCs, such as the problem of thermal degradation with high residence times, as well as some issues with weld lines. Nevertheless, there are several unanswered questions remaining for detailed investigation.

The aim of this work was to investigate the influence of the processing parameters, such as dwell pressure,

and melt- and mold-temperature on the performance of WPCs. Further, we wanted to discover what mechanisms are behind such influences, in order to develop a knowledge-base for the development of WPC formulations for injection-molded applications.

Materials and Methods

For this work, 10, 30, and 50 wt% softwood particles, type CB200 (supplied by LaSoLe Est, Italy), as well as 1, 3, and 5 wt% of the compatibilizer (Exxelor PO1020, Exxon Mobile Chemicals, Houston, TX) were compounded into the polypropylene (type HD120MO, supplied by Borealis, Austria) by means of a co-rotating twin-screw extruder Thermo-Prism TSE24HC, with a length-to-diameter ratio of 28, equipped with a gravimetric dosing system (Process Control). The wood particles were fed into the molten polymer via a side-feeder at barrel zone 4 and the processing parameters were held constant for each formulation. After the compounding step, the melt strands were cooled via a waterbath and subsequently cut into granules by a strand cutter. Subsequently, the compounds were dried at 80°C for about 4 h (Motan Luxor drier) prior to further processing.

Injection molding was carried out with a conventional Engel VC80 machine in accordance to ISO-3167 to yield universal test specimens. The residence time was kept constant for each formulation, namely 10, 30, and 50 wt% of wood. The melt-temperature (also referred to as barrel temperature) varied from 170 to 230°C. The dwell pressure varied between 200 and 400 bar. The mold temperature (also referred to as wall temperature) varied from 15 to 70°C.

These specimens were stored at 23°C with 50% relative humidity for at least 88 h prior to mechanical testing. Tensile strength and modulus were acquired with a Zwick-Roell Z020 universal testing machine complying to ISO-527, with a crosshead speed of 1 mm/min for determining the elastic modulus, followed by 2 mm/min until break of the samples. Unnotched Charpy impact strength was determined with a Zwick-Roell 5113.300 impact testing machine according to ISO-179. Color measurements were carried out with an X-Rite color meter (Lab Color Sphere).

To regain the particles from the polymer, 1 g of the sample, taken from the parallel part of the universal test specimen, was extracted in boiling xylene under reflux for 3 h (Takase and Shiraishi 1989). The hot solution was then vacuum-filtered to yield the wood particles, which were dried afterwards. Particle-size distribution scans were carried out on an Olympus BX61 light microscope with a CCD camera and a motorized, fully automated stage. The wood particles were illuminated by transmitted light. Image analysis was carried out with analySIS Five from Soft Imaging Systems to yield the length of the different particles. To get reliable values, at least 1000 particles were detected with the image analysis. This was

accomplished by multiple-image alignment, a method where the microscope takes multiple pictures by altering stage position along a grid; these are then assembled to get a bigger display window. The weighted lengths were calculated from these results to get reliable key values for fiber length.

Thin sections (thickness of 20 μm) were prepared by means of a Leica RM2255 rotational microtome. These thin sections were investigated under crossed polarisers with the Olympus BX61 light microscope in transmitted light mode.

Results and Discussion

Influence of Barrel Temperature

While the elastic modulus of the WPC is relatively uninfluenced by increased barrel temperature (**Fig. 1**), the tensile strength shows some reduction at higher temperatures, especially for the WPC with higher wood content (**Fig. 2**). In our opinion, this is due to the reduction in interfacial shear strength with the higher temperatures. That fact is supported with the results from particle size measurements (**Fig. 3**). We found that the particle size is reduced with higher wood content—due to the higher internal shear applied in processing—but the barrel temperature does not have a significant influence on that. Therefore, the only possibility for a reduction in tensile strength is a reduction in the interfacial strength. This correlates well with the results from color measurements. The lightness of the composites is reduced with increasing barrel temperature (**Fig. 4**), which is due to the thermal degradation. Furthermore, the effect gets stronger with increased wood content, which indicates that it is related to the wood particles themselves. A similar decrease can be found for the unnotched impact strength (**Fig. 5**), although the effect is not that pronounced due to

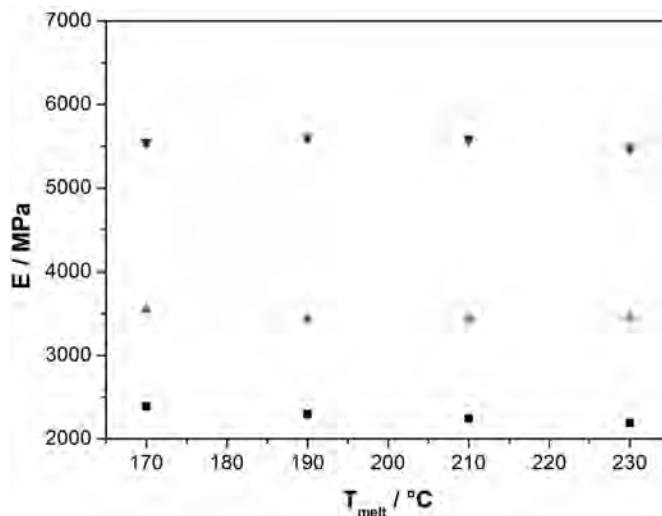


Figure 1. ~ Elastic modulus vs. barrel temperature of injection-molded WPC with different wood contents ■ = 10 wt% wood, ▲ = 30 wt% wood, ▼ = 50 wt% wood.

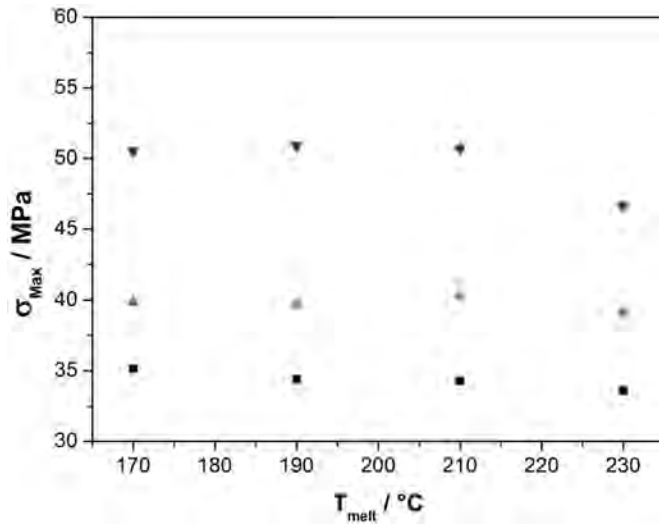


Figure 2. ~ Tensile strength vs. barrel temperature of injection-molded WPC with different wood contents ■ = 10 wt% wood, ▲ = 30 wt% wood, ▼ = 50 wt% wood.

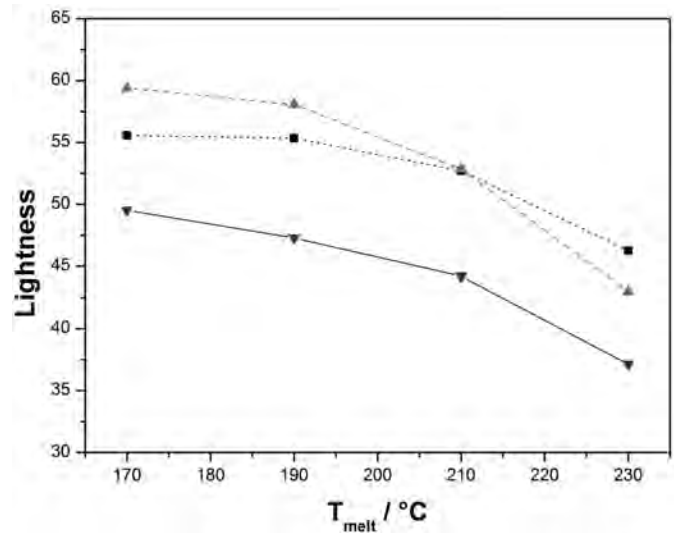


Figure 4. ~ Lightness vs. barrel temperature of injection-molded WPC with different wood contents ■ = 10 wt% wood, ▲ = 30 wt% wood, ▼ = 50 wt% wood.

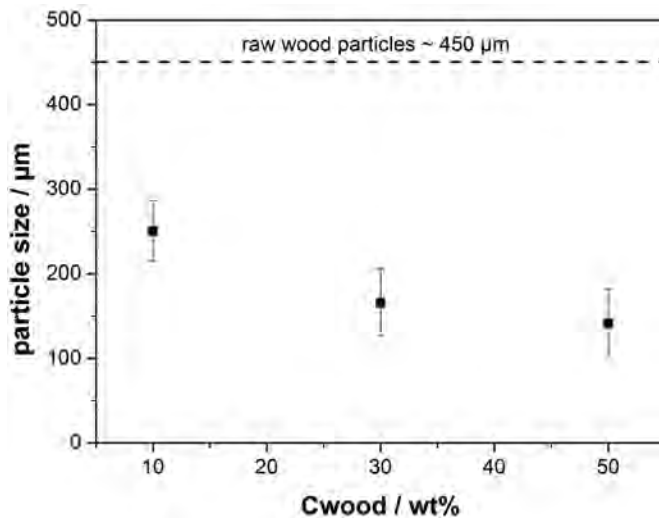


Figure 3. ~ Unnotched impact strength vs. barrel temperature of injection-molded WPC with different wood contents ■ = 10 wt% wood, ▲ = 30 wt% wood, ▼ = 50 wt% wood.

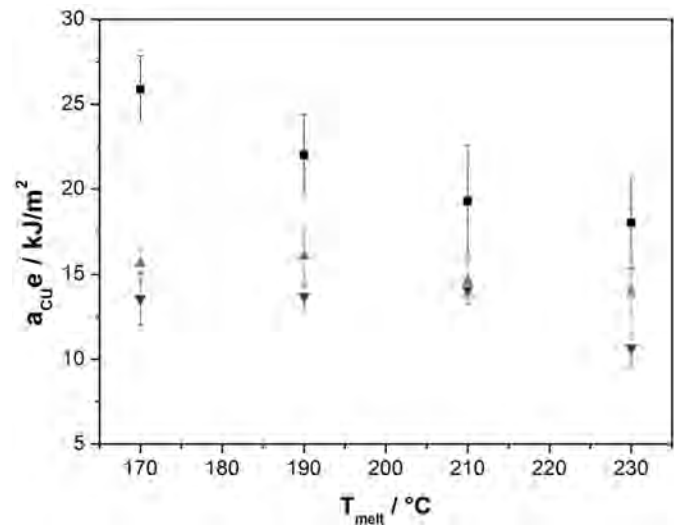


Figure 5. ~ Wood particle size vs. wood content for WPC, processed at different barrel and mold temperatures.

the high scattering of the data, which emerges from the test method itself.

Influence of Dwell Pressure

The influence of the dwell pressure is very low. As shown exemplarily in **Fig. 6**, the application of a high dwell pressure (400 bar in that case) does not significantly improve the composite strength compared to the composites produced with a low dwell pressure of 200 bar. Also the density is nearly uninfluenced (**Fig. 7**). This is due to the fact that we cannot choose the dwell pressure arbitrarily, but we have some constraints. On the one hand, the mold has to be filled completely (which equals the low pressure), and on the other hand, the pressure must not be so high that the mold is not pressed open.

Within these limits, the dwell pressure does not influence the investigated properties significantly, although the authors are aware of the fact, that other properties, e.g., shrinkage, can be a more serious influence.

Influence of Mold-Temperature

When increasing the mold-temperature in injection-molding, we can see a slight increase in elastic modulus for the different WPC as well as for the neat matrix (**Fig. 8**). The same trend, even more pronounced, can be found for the tensile strength (**Fig. 9**). This is due to the crystallisation of the polypropylene matrix. As we can see from **Fig. 10**, with increasing mold-temperature the spherulite size increases and the number of the spherulites decreases. These effects have also been reported in literature for

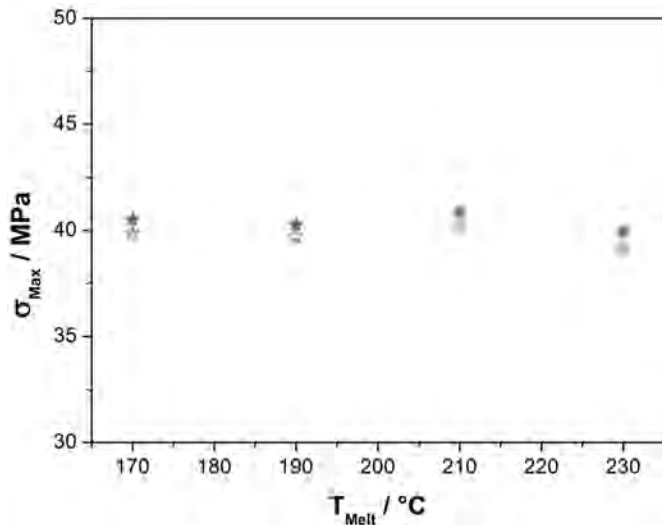


Figure 6. ~ Tensile strength vs. barrel temperature of WPC containing 30 wt% of wood, produced with low (☆) and high (★) dwell pressure.

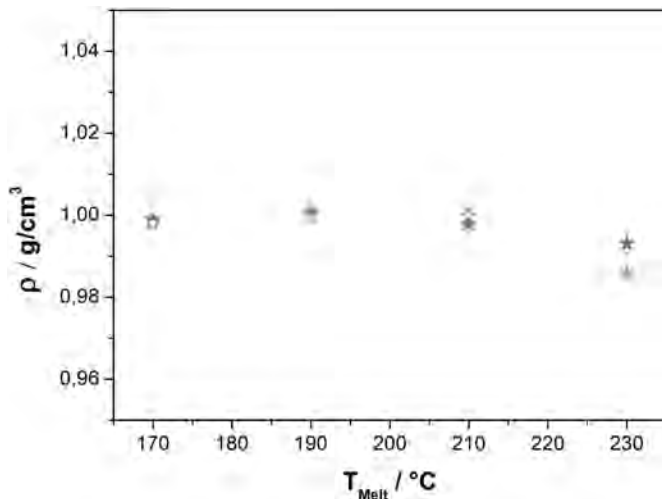


Figure 7. ~ Composite density vs. barrel temperature of WPC containing 30 wt% of wood, produced with low (☆) and high (★) dwell pressure.

isotactic polypropylene (Eder and Janeschitz-Kriegl 1997). While the growth rate of the spherulites shows a maximum of about 90°C and a decrease afterwards, the number of spherulites, which means the nucleation, increases with decreasing temperature (Fig. 11). In our case, we are somewhere below that maximum temperature, and, although we are aware of the fact that we get a temperature distribution throughout the universal test specimen in injection-molding, a higher average temperature leads to bigger (and fewer) spherulites. This also can be seen from the microscopic investigations (Fig. 10). With that, the matrix itself exhibits higher tensile strength and modulus, and, in succession, these effects also can be found for the WPC, both in the morphology (Fig. 12) as well as in the mechanical properties.

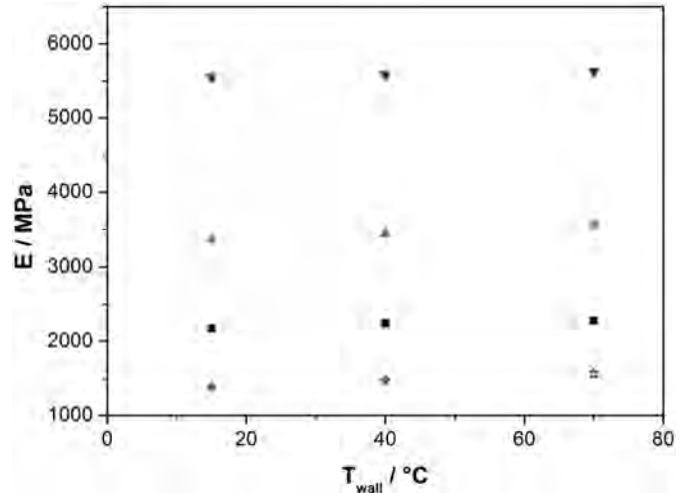


Figure 8. ~ Elastic modulus vs. mold temperature of injection-molded WPC with different wood contents: ☆ = 0 wt% wood, ■ = 10 wt% wood, ▲ = 30 wt% wood, ▼ = 50 wt% wood.

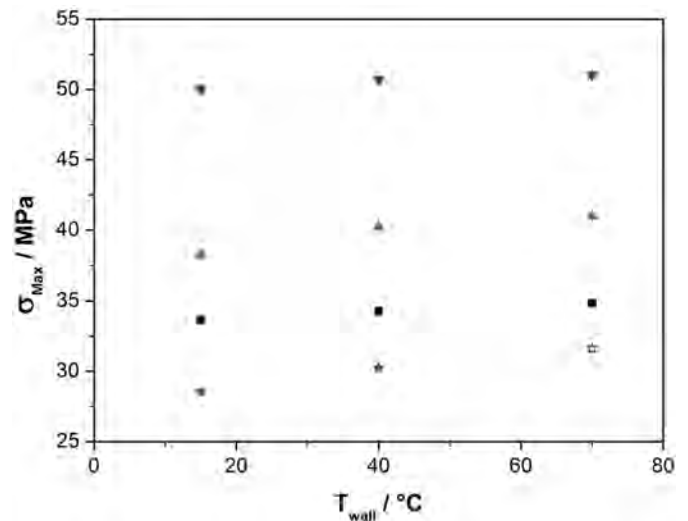


Figure 9. ~ Tensile strength vs. mold temperature of injection-molded WPC with different wood contents: ☆ = 0 wt% wood, ■ = 10 wt% wood, ▲ = 30 wt% wood, ▼ = 50 wt% wood.

Conclusions

In conclusion, we found that the mechanical properties of different WPCs (10, 30, and 50 wt%) can be influenced via the processing parameters in injection-molding. While the dwell pressure shows only minor influences in the investigated region, the melt-temperature, as well as the mold-temperature, influence the mechanical properties in different ways. While with increased melt-temperature (and constant residence time) some thermal degradation takes place, which reduces the lightness of the composites as well as the mechanical properties via the reduction of the interfacial shear strength in the composite, the variations in mold-temperature influences the crystallisation of the matrix. With increased mold-temperature, the polypropylene exhibits bigger and fewer



Figure 10. ~ Polarized light micrographs of thin sections of polypropylene with compatibilizer, produced with different mold temperatures (left 15°C, middle 40°C, right 70°C).

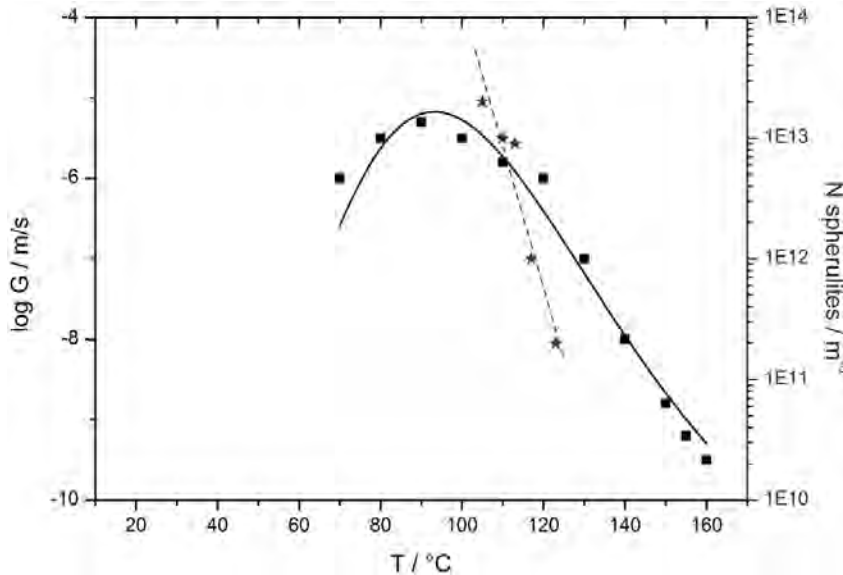


Figure 11. ~ Spherulite growth rate (■) and number of spherulites (★) of isotactic polypropylene vs. crystallisation temperature in quiescent melts; taken from (Eder and Janeschitz-Kriegl 1997).



Figure 12. ~ Polarized light micrographs of thin sections of WPC containing 10 wt% of wood, produced with different mold temperatures (left 15°C, middle 40°C, right 70°C).

spherulites, which results in higher modulus and tensile strength. This effect also can be found in the WPCs, and the effect is reduced with increasing wood content, which is a clear indication that this effect is due to the matrix.

As a consequence, one has to be careful in regard to which parameters are applied in injection-molding, because with the appropriate settings, the quality of injection-molded WPC can be influenced positively and the mechanical properties can be enhanced significantly.

Acknowledgments

The authors wish to thank the Austrian Funding Agency (FFG) and the Austrian Ministry of Transportation, Innovation, and Technology (BMVIT) for funding the project “Wood Plastic Composites—New Value from WPC through injection-molding applications” in the scope of the program, “Factory of the Future.”

Literature Cited

- Bledzki, A.K., and M. Letman. 2005. A Comparison of Compounding Processes and Wood Type for Wood Fibre PP Composites. *Composites Part A: Appl. Sci. and Man.* 36:789–797.
- Burgstaller, C. 2007. Processing of thermal sensitive materials—A case study for wood-plastic composites. *Chemical Monthly.* 138:343–346.
- Eder, G., and H. Janeschitz-Kriegl. 1997. Crystallization. In R.W. Cahn et al. (ed.) *Materials Science and Technology—Vol.18.* VCH, Germany.
- Golombek, J. 2007. Besonderheiten beim WPC-Spritzguss: Technik und Produkte. In *Proceedings: 2nd German WPC Congress.*
- Hristov, V., E. Takacs, and J. Vlachopoulos. 2006. Surface tearing and wall slip phenomena in extrusion of highly filled HDPE wood flour composites. *Polym. Eng. Sci.* 46:1204–1214.
- Takase, S., and N. Shiraishi. 1989. Studies on composites from wood and polypropylenes. *J. Appl. Polym. Sci.* 37:645–659.
- Wang, Y., H.-C. Chan, S.-M. Lai, and H.-F. Shen. 2001. Twin screw compounding of PE-HD Wood Flour Composites. *International Polymer Processing.* 16:100–107.