

Herstellung und Charakterisierung eines durch mikrofibrillierten Cellulose verstärkten Melamin- Harnstoff-Formaldehyd-Schaums

Masterarbeit

Verfasst von Max Weissmann

h0840737

Betreut von:

Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.nat.techn. Wolfgang Gindl-Altmutter

Fachlich mitbetreut von:

Assoc.Prof. Dipl.-Ing. Dr. Johannes Konnerth

Institut für Holztechnologie und Nachwachsende Rohstoffe
Department für Materialwissenschaften und Prozesstechnik
Universität für Bodenkultur Wien (MAP)



Jänner 2017

Herstellung und Charakterisierung eines durch mikrofibrillierten Cellulose verstärkten Melamin- Harnstoff-Formaldehyd-Schaums

Masterarbeit

Verfasst von Max Weissmann

h0840737

Betreut von:

Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.nat.techn. Wolfgang Gindl-Altmutter

Fachlich mitbetreut von:

Assoc.Prof. Dipl.-Ing. Dr. Johannes Konnerth

Institut für Holztechnologie und Nachwachsende Rohstoffe
Department für Materialwissenschaften und Prozesstechnik
Universität für Bodenkultur Wien (MAP)



Jänner 2017

Danksagung

Die nachfolgende Masterarbeit wurde im Zeitraum zwischen September 2015 und Jänner 2017 am Institut für Holztechnologie und Nachwachsende Rohstoffe der Universität für Bodenkultur Wien verfasst.

Zunächst möchte ich mich recht herzlich bei meinen Betreuern Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.nat.techn. Wolfgang Gindl-Altmutter und Assoc.Prof. Dipl.-Ing. Dr. Johannes Konnerth bedanken. Durch äußerst kompetente Beratung bezüglich Vorgehensweise und Schulungen an Prüfmaschinen wurden mir die Durchführung der Versuche sowie das Verfassen der Masterarbeit um einiges erleichtert.

Zudem möchte ich dem Unternehmen DOKA, insbesondere Dipl.-Ing. Dr. techn. Raimund Mauritz für die finanzielle Unterstützung im Rahmen des Josef-Umdasch Forschungspreises danken.

Des Weiteren möchte ich mich bei Dipl.-Ing. Dr. Stefan Veigel sowie Dipl.-Ing. Stefan Pinkl für die durchgehend engagierte, jederzeit abrufbare Hilfe bedanken. Einerseits schulten sie mich in alle relevanten Bereiche des Arbeitens im Labor sowie im Technikum ein, andererseits waren sie auch stets vor Ort falls etwas benötigt wurde.

Außerdem möchte ich dem UFT-Tischlerteam bestehend aus Bakk. techn. Veronika Knoblich, Johannes Wallisch und Evelyn Ruppert für die Herstellung einiger für diese Forschungsarbeit benötigter Utensilien danken.

Zuletzt möchte ich meinen Eltern sowohl für die mentale Hilfestellung und Motivation als auch für finanzielle Unterstützung danken.

Abstract

Recently, much research effort has been expended into creation of enhanced, superior composite materials. Nanocellulose has raised special interest as a reinforcement material due to its extraordinary mechanical performance and the fact that it is derived from renewable resources. This study aims to create and characterize a nanocellulose reinforced foam, whereas the reinforced matrix is composed of a mixture of urea-formaldehyd adhesive and melamine-formaldehyd adhesive. Applying a foaming agent, this reinforced foam was produced in 27 different variations and characterized in means of flexural, pressure and impact examinations. Results showed that there is a positive, reinforcing effect of the nanocellulose, nonetheless marginal. Further research and improvement in terms of detecting the optimal process parameters and developing more suitable components on the input-side has to be conducted.

Keywords: MUF, adhesive, cellulose, nanofibres, foaming agent, reinforcement, mechanical properties

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung.....	7
1.1 Kunstharze und Mikrofibrillierte Cellulose	7
1.2 Zielsetzung	10
2. Material & Methoden.....	11
2.1 Eingesetzte Materialien	11
2.2 Eingesetzte Geräte und Software.....	15
2.3 Basisrezeptur	17
2.4 Versuchsplan.....	18
2.5 Vorversuche	19
2.6 Herstellungsverfahren und Lagerung	25
2.7 Prüfverfahren und Statistische Auswertung	26
2.8 Mikroskopische Untersuchung	29
3. Ergebnisdarstellung	30
3.1 Schlagzähigkeit	30
3.2 Biegefestigkeit	33
3.3 Biegemodul	35
3.4 Druckfestigkeit.....	38
3.5 Kompressionsmodul	40
3.6 Bestimmung der spezifischen Kennwerte	43
3.7 Mikroskopaufnahmen	45
4. Diskussion	52
5. Zusammenfassung	59
Literaturverzeichnis	60
Materialen, Geräte & Software	62

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Schematischer Aufbau einer Mikrofibrille (Deepak & Ganti, 2013)

Abgerufen am 17. Januar 2017 von:

[https://www.researchgate.net/figure/236592532_fig13_Structure-of-microfibril-and-](https://www.researchgate.net/figure/236592532_fig13_Structure-of-microfibril-and-elementary-fibril-simulated-in-model-Cellulose-is-group-of-.....)

elementary-fibril-simulated-in-model-Cellulose-is-group-of.....	9
Abbildung 2: Reines, unexpandiertes Expancel bei 1000-facher Vergrößerung.....	13
Abbildung 3: Holzform aus MDF-Platte	15
Abbildung 4: Mit Expancel versetzte Leimmischungen in Eprouvetten, in aufsteigender Reihenfolge der Temperaturen (103/120/140/160/180/200°C von links nach rechts) ausgehärtet.....	20
Abbildung 5: Temperaturverlauf im Inneren des mit Harz befüllten Hohlraums während des Aushärteprozesses	23
Abbildung 6: Rissbildung als Folge von Wasserdampf.....	24
Abbildung 7: Zugeschnittene Prüfkörper vor der Lagerung	26
Abbildung 8: Aufbau der Zwick020 für Messung der Biegefestigkeit.....	28
Abbildung 9: Das Hitachi TM3030 Rasterelektronenmikroskop (Metrohm Inula, 2017)	
Abgerufen am 17. Januar 2017 von: http://www.metrohm.com/de-at/products-overview/hitachi/hitachi_elektronenmikroskopie	29
Abbildung 10: Schlagzähigkeit der Zieldichtegruppe 0,5g/cm ³	31
Abbildung 11: Schlagzähigkeit der Zieldichtegruppe 0,6g/cm ³	32
Abbildung 12: Schlagzähigkeit der Zieldichtegruppe 0,7g/cm ³	33
Abbildung 13: Biegefestigkeit der Zieldichtegruppe 0,5g/cm ³	34
Abbildung 14: Biegefestigkeit der Zieldichtegruppe 0,6g/cm ³	34
Abbildung 15: Biegefestigkeit der Zieldichtegruppe 0,7g/cm ³	35
Abbildung 16: Biegemodul der Zieldichtegruppe 0,5g/cm ³	36
Abbildung 17: Biegemodul der Zieldichtegruppe 0,6g/cm ³	37
Abbildung 18: Biegemodul der Zieldichtegruppe 0,7g/cm ³	37
Abbildung 19: Druckfestigkeit der Zieldichtegruppe 0,5g/cm ³	38
Abbildung 20: Druckfestigkeit der Zieldichtegruppe 0,6g/cm ³	39
Abbildung 21: Druckfestigkeit der Zieldichtegruppe 0,7g/cm ³	40
Abbildung 22: Kompressionsmodul der Zieldichtegruppe 0,5g/cm ³	41

Abbildung 23: Kompressionsmodul der Zieldichtegruppe 0,6g/cm ³	41
Abbildung 24: Kompressionsmodul der Zieldichtegruppe 0,7g/cm ³	42
Abbildung 25: Aufnahme einer 0,5g/cm ³ ,0% MFC,0% Expancel Variante bei 30-facher Vergrößerung (Variante 500)	48
Abbildung 26: Aufnahme einer 0,5g/cm ³ ,0% MFC,0% Expancel Variante bei 100-facher Vergrößerung (Variante 500)	48
Abbildung 27: Aufnahme einer 0,5g/cm ³ ,1% MFC,0% Expancel Variante bei 30-facher Vergrößerung (Variante 510)	49
Abbildung 28: Aufnahme einer 0,5g/cm ³ ,1% MFC,0% Expancel Variante bei 100-facher Vergrößerung (Variante 510)	49
Abbildung 29: Aufnahme einer 0,5g/cm ³ ,0% MFC,1% Expancel Variante bei 30-facher Vergrößerung (Variante 501)	50
Abbildung 30: Aufnahme einer 0,5g/cm ³ ,0% MFC,1% Expancel Variante bei 100-facher Vergrößerung (Variante 501)	50
Abbildung 31: Aufnahme einer 0,5g/cm ³ ,1% MFC,1% Expancel Variante bei 100-facher Vergrößerung (Variante 511)	51
Abbildung 32: Schema des Spray-drying-prozesses; Verändert nach [14]	54
Abbildung 33: Verteilung der Bläschen an der Oberfläche einer ausgehärteten Probe .	56
Abbildung 34: Wasserdampfdruck im Zuge des Aushärteprozesses	57

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Mechanische Kennwerte ausgewählter Materialien; Verändert nach [2][4][5] .	9
Tabelle 2: Basisrezeptur des Unternehmens DOKA	18
Tabelle 3: Versuchsplan der Studie	18
Tabelle 4: Detaillierter Versuchsplan	19
Tabelle 5: Ermittlung spezifischer Kennwerte aus mechanischen Eigenschaften und dazugehöriger Dichte I	44
Tabelle 6: Ermittlung spezifischer Kennwerte aus mechanischen Eigenschaften und dazugehöriger Dichte II	45

1. Einleitung

Im Zuge dieser Passage soll die Problemstellung sowie die Zielsetzung dieser Arbeit erläutert und mittels einiger einführender Worte eingebunden werden.

1.1 Kunstharze und Mikrofibrillierte Cellulose

Im Heute immer vielfältiger werdenden Feld der Holzwerkstoffindustrie kommen unterschiedlichste Klebstoffe, sprich Leime zum Einsatz. Je nach angestrebtem Einsatzgebiet werden verschiedene Strukturelemente aus Holz oder anderen Werkstoffen mittels eines bestimmten Leims verklebt. Die sogenannten aminoplastischen Harze spielen hierbei eine zentrale Rolle. Sie zeichnen sich durch den Herstellungsprozess einer Polykondensation von Formaldehyd an Verbindungen welche Aminogruppen, wie zum Beispiel Harnstoff enthalten, aus. Die zwei größten Vertreter der Aminoplastharze lassen sich in das Harnstoff-Formaldehyd-Harz, abgekürzt auch „UF-Harz“ genannt, sowie das Melamin-Formaldehyd-Harz, welches auch als „MF-Harz“ bezeichnet wird, einteilen. Beide Kunstharze haben das Merkmal eines duroplastischen Aushärtens gemeinsam und werden in wässriger Lösung verarbeitet. Dem meist überwiegenden Einsatz von Harnstoff-Formaldehyd-Harz liegen einige Vorteile zu Grunde. Zunächst ist es recht preiswert im Vergleich zu anderen Leimsystemen, thermisch sehr beständig und gut mit anderen Leimsystemen aminoplastischer Harze mischbar. Außerdem weist UF-Harz hohe Elastizitätsmodule auf, allerdings verbunden mit einer sehr geringen Bruchdehnung, was die ausgehärtete Leimfuge sehr spröde macht. Weiteres Problem ist die Emission von Formaldehyd während des Verarbeitungsprozesses aber auch nachfolgend im Laufe der Zeit. Des Weiteren ist UF-Harz sehr anfällig gegenüber Hydrolyse, da teilweise reversible Reaktionen zwischen Formaldehyd und Harnstoff auch nach dem Aushärten bestehen. Im Gegensatz dazu ist Melamin-Formaldehyd-Harz aufgrund dessen molekularer Struktur weitaus beständiger gegenüber Hydrolyse. Ein Einsatz von MF-Harz wird für Verwendungszwecke im Außenbereich, wie beispielsweise Gartenmöbel angestrebt. Das vergleichsweise teure MF-Harz wird in der Praxis aus Kostengründen gemischt, meist mit UF-Harz. Das sogenannte Melamin-Harnstoff-Formaldehyd-Mischharz, kurz auch als „MUF-Harz“ bezeichnet, soll einen Kompromiss zwischen chemischer Beständigkeit und Preis darstellen [3][16].

Ebenso kommt dem Gebiet der Verstärkungsmaterialien für spezielle Anwendungszwecke immer mehr Bedeutung zugehen. Von besonderem Interesse ist hier Nanocellulose aus verschiedensten Roh- und Reststoffen. Cellulose ist neben Lignin und Hemicellulosen eine der drei Hauptstrukturmaterialien pflanzlicher Lebewesen, kann aber auch von ausgewählten Mikroorganismen gebildet werden. Es ist ein Polysaccharid das Kettenförmig aus Glucose-Molekülen aufgebaut ist. Mehrere dieser Ketten bilden zusammen spiralförmig eine Elementarfibrille, und diese wiederum Mikrofibrillen. Oftmals tritt Verwirrung über mögliche unterschiedliche Bedeutungen der Begriffe „Nanocellulose“ und „Mikrofibrillierte Cellulose“ auf. Die Bedeutungen dieser Ausdrücke unterscheiden sich im Grunde nicht, sondern sollen nur veranschaulichen dass es sich um Cellulose-Kleinstbestandteile handelt die sich in Größenordnungen der Skala von Mikro- und Nanometern bewegen.

Des Weiteren weisen Cellulose-Mikrofibrillen Bereiche hoher und niedriger Ordnung auf, welches auf die Anordnung der Elementarfibrillen zurückzuführen ist. Bereiche hoher Ordnung, auch kristalline Bereiche genannt, zeichnen sich dadurch aus, dass die Elementarfibrillen streng parallel zueinander angeordnet sind. Im Bereich der niedrigen Ordnung, sprich in den amorphen Bereichen ist dies nicht der Fall. Die sogenannte „Kristallinität“ welche beschreiben soll, wie groß der Anteil an hochgeordneten Bereichen im Verhältnis zum gesamten Polymer ist, ist geprägt vom jeweiligen Ursprung der Faser. Generell werden hohe Anteile an kristalliner Cellulose bevorzugt, da sie wesentlich mehr zu einer geordneten Struktur und somit zur mechanischen Leistungsfähigkeit beitragen. In Abbildung 1 ist der hierarchische Zusammenhang zwischen Elementar- und Mikrofibrillen sichtbar. Die rot gekennzeichneten Bereiche innerhalb der Elementarfibrille deuten auf einen hochgeordneten Bereich hin, die grau gekennzeichneten auf einen ungeordneten, amorphen Bereich. Äußerst reine Nanocellulose mit einer Kristallinität von bis zu 90% kann von Mikroorganismenkulturen entnommen werden. In dieser Studie wurde jedoch ausschließlich mit Mikrofibrillierter Cellulose pflanzlicher Natur gearbeitet [2][6][15].

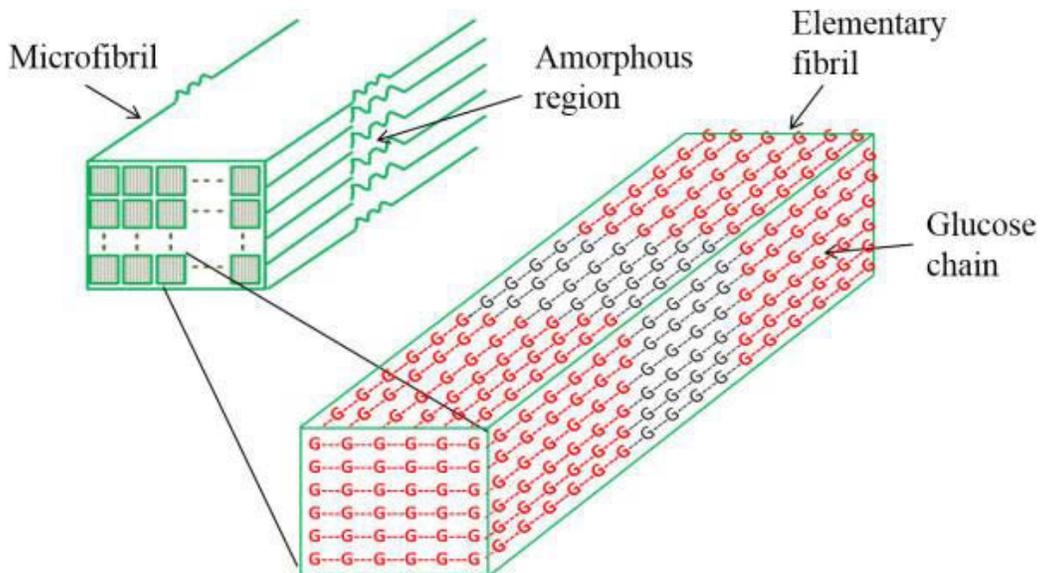


Abbildung 1: Schematischer Aufbau einer Mikrofibrille

Die Isolation von mikrofibrillierter Cellulose, sprich „MFC“ erfolgt meist über einen Zerkleinerungsprozess geeigneter pflanzlicher Ressourcen, dem ein Hochdruckhomogenisierungsverfahren oder ein weiteres Mahlverfahren angeschlossen ist. Aus diesen Arbeitsschritten entsteht eine stark wässrige Lösung [9][12].

Vorausgehende Studien legten dar, welche außerordentlichen Eigenschaften Cellulose besitzt die in einem Kleinstmaßstab aufgetrennt wurde. So wurden den hochgeordneten Bereichen von Cellulose Zugfestigkeiten von bis zu 7,5 GPa und Elastizitätsmodule um die 138 GPa bei einer vergleichsweise niedrigen Dichte von etwa 1,5 g/cm³ zugeordnet [2][4][5]. Tabelle 1 stellt einige ausgewählte Materialien und deren Kennwerte gegenüber.

Tabelle 1: Mechanische Kennwerte ausgewählter Materialien [2][4][5]

Material	Dichte [g/cm ³]	E-Modul [GPa]	Zugfestigkeit [MPa]
Jute	1,3	26,5	400-750
Flachs	1,5	27,6	350-1000
E-Glasfaser	2,6	72	3450
Karbonfaser	1,4	190	1700
Stahl	7,6	207	4100
Nanocellulose	1,5	138	~7500

Es wurden bereits eine Menge an Studien durchgeführt, die sich damit beschäftigten eine Vielzahl an verschiedenen Trägerpolymeren mittels Nanocellulose zu verstärken. Im Bereich von Nanocellulose-verstärkten Klebstoffen gibt es jedoch zum momentanen Zeitpunkt noch vergleichsweise wenige Veröffentlichungen. Dessen ungeachtet wurden besonders im Bereich der Holzverarbeitenden Industrie Anstrengungen gemacht, die mechanische Leistungsfähigkeit von Spanplatten, aber auch von Klebefugen mit Hilfe von Nanocellulose zu steigern. Hierbei konnten nennenswerte Ergebnisse im Sinne einer Erhöhung der Duktilität des Kunstharzes erzielt werden, was eine längere Bruchdehnung und somit verzögertes Materialversagen bewirkt. Ausgehend davon war es ein vielversprechender Ansatz, MFC in ein bis jetzt äußerst sprödes Leimsystem einzubringen. Des Weiteren ist Nanocellulose aufgrund ihrer relativ geringen Dichte überaus attraktiv für den Bereich der Leichtbauweise. Von besonderem Interesse sind hierbei leichte Trägermatrizen wie zum Beispiel porös beschaffene Materialien, die mittels Nanocellulose weiter verstärkt werden könnten, ohne dabei die Gesamtdichte maßgeblich anzuheben [7][10][17][18].

1.2 Zielsetzung

Nun lässt sich folgende Hypothese bilden: „Die Zugabe von mikrofibrillierter Cellulose in die Leimmischung steigert die mechanische Leistungsfähigkeit der daraus hergestellten Prüfkörper.“

Im Sinne der Hypothese dieser Forschungsarbeit sollen etwa einen Zentimeter dicke Prüfkörper aus einem Verbund von Melamin-Harnstoff-Formaldehyd-Harz, einem Schäumungsmittel und Mikrofibrillierter Cellulose hergestellt werden. Wie bereits in Abschnitt 1.1 erwähnt ist MUF-Harz sehr spröde. Ferner war es der Grundgedanke, dass diese geschäumte Leimschicht als Mittellage in eine Dreischichtplatte eingebracht werden soll. Besonderes Augenmerk wurde hierbei auf die Dichte, die Biegefestigkeit und die Zeitbeständigkeit des fertigen Materials gerichtet. Die mikrofibrillierte Cellulose soll dafür sorgen, dass Spannungen im Inneren der Prüfkörper besser aufgenommen und verteilt werden können, um so maßgeblich zu einem widerstandsfähigeren aber auch zeitbeständigerem Verbundmaterial beitragen, während es die Aufgabe des Schäumungsmittels ist, eine poröse, gleichmäßige Struktur im Material auszubilden, um

einerseits Dichte zu reduzieren, andererseits auch deren Stabilität durch Schaffung einer homogenen Struktur zu verbessern. So lassen sich drei Forschungsfragen bilden:

- Inwiefern wird die mechanische Leistung dieser Kunstharzmischung durch die Zugabe von Mikrofibrillierter Cellulose beeinflusst?
- Inwiefern wird die mechanische Leistung dieser Kunstharzmischung durch die Zugabe von einem Schäumungsmittel beeinflusst?
- Können die gewünschten Dichten im Endprodukt erreicht werden?

Diese drei Fragen werden im Zuge dieser Studie im Fließtext bearbeitet und beantwortet.

2. Material & Methoden

Der folgende Abschnitt soll eine Übersicht über verwendete Materialien und Geräte, sowie über die Methodik der Gewinnung der Erkenntnisse dieser Arbeit geben.

2.1 Eingesetzte Materialien

Folgende Materialien wurden im Zuge der Herstellung des Melamin-Harnstoff-Formaldehyd-Schaums („MUF-Schaum“) verwendet.

Prefere 4430

Die Komponente „Prefere 4430“ ist ein wasserlösliches Harnstoff-Formaldehydharz in Pulverform. Es enthält zwischen 0,2-1% Formaldehyd und sollte deshalb unbedingt in gut belüftetem Umfeld verwendet werden, zusätzlich wird das Tragen von Handschuhen empfohlen. Dieser Klebstoff entspricht dem handelsüblichen „UF-Harz“, das in großen Mengen in der Holzwerkstoffindustrie eingesetzt wird. Hersteller und Lieferant ist das Unternehmen Dynea. Dieser Bestandteil wird in den hergestellten und untersuchten Prüfkörpern den mengenmäßig größten Anteil darstellen.

Prefere 4866

Das so genannte „Prefere 4866“ ist ein Melamin-Formaldehydharz, das im Verhältnis zum „Prefere 4430“ einen weitaus kleineren, aber nicht minder wichtigen Anteil in den verwendeten Rezepturen bildet. Es ist ebenfalls in Pulverform, wasserlöslich und wird

auch als „MF-Harz“ bezeichnet. Dieses Harz wird vor allem in Verbindung mit UF-Harz zur Verleimung und Imprägnierung von Spanplatten eingesetzt. Auch hier ist 0,2-0,7% Formaldehyd enthalten, es empfiehlt sich Handschuhe zu tragen und in einem belüfteten Umfeld damit zu arbeiten. Lieferant und Hersteller ist ebenfalls das Unternehmen Dynea.

Härter GBQ

Beim Härter GBQ handelt es sich um 50-75%ige Ameisensäure in wässriger Lösung. Die Ameisensäure spielt die Rolle eines sauren Katalysators, der die Kondensation von Harnstoff-Melamin-Formaldehydharzen vorantreiben soll. Die zusätzliche Bezeichnung „GBQ“ weist darauf hin, dass es sich um einen schnellhärtenden Härter hält. Neben Zufuhr von Wärme ist dieser für das vollständige Aushärten des Harzes verantwortlich, wobei relativ kleine Mengen davon schon ausreichen um eine Reaktion in Gang setzen zu können. Diese Komponente stammt ebenfalls vom Unternehmen Dynea.

Wasser

Die Zugabe von Wasser spielt klarerweise eine wichtige Rolle im diesem Wasserbasierten Leimsystem. In den verwendeten Rezepturen stellt sie einen Gewichtsanteil von etwa 30%. Das hierbei verwendete Wasser ist einfaches Leitungswasser, wobei der Hinweis des Unternehmens DOKA beachtet wurde kein kaltes Wasser zu verwenden, sondern dabei eine Temperatur von mindestens 20°C einzuhalten.

Expancel

Expancel ist ein Schäumungsmittel des Unternehmens Akzonobel, das es erlaubt eine definierte Porengröße zu erreichen. Es besteht aus Mikrosphären die mit Pentan gefüllt sind. Durch Zufuhr von Wärme expandieren diese Sphären bis zu einem gewissen Ausmaß, das Pentan verbleibt in den Hohlräumen. Diese Zutat spielt eine entscheidende Rolle in der Modifikation der relevanten Prozessparameter, da die gewünschten Dichten nur durch eine hinreichende Leistung des Expancel erreicht werden können. Akzonobel bietet eine breite Produktpalette verschiedener Arten von

Expancel an, die sich im Wesentlichen anhand des benötigten Temperaturniveaus und deren erwarteten Größen im Zuge der Expansion unterscheiden. Für diese Arbeit wurde die Variante „Expancel 031 WUF 40“ gewählt, da deren Expansionstemperatur innerhalb der gewünschten Prozesstemperaturen lag. Abbildung 2 zeigt reines Expancel bei 1000-facher Vergrößerung vor dem Expansionsvorgang.

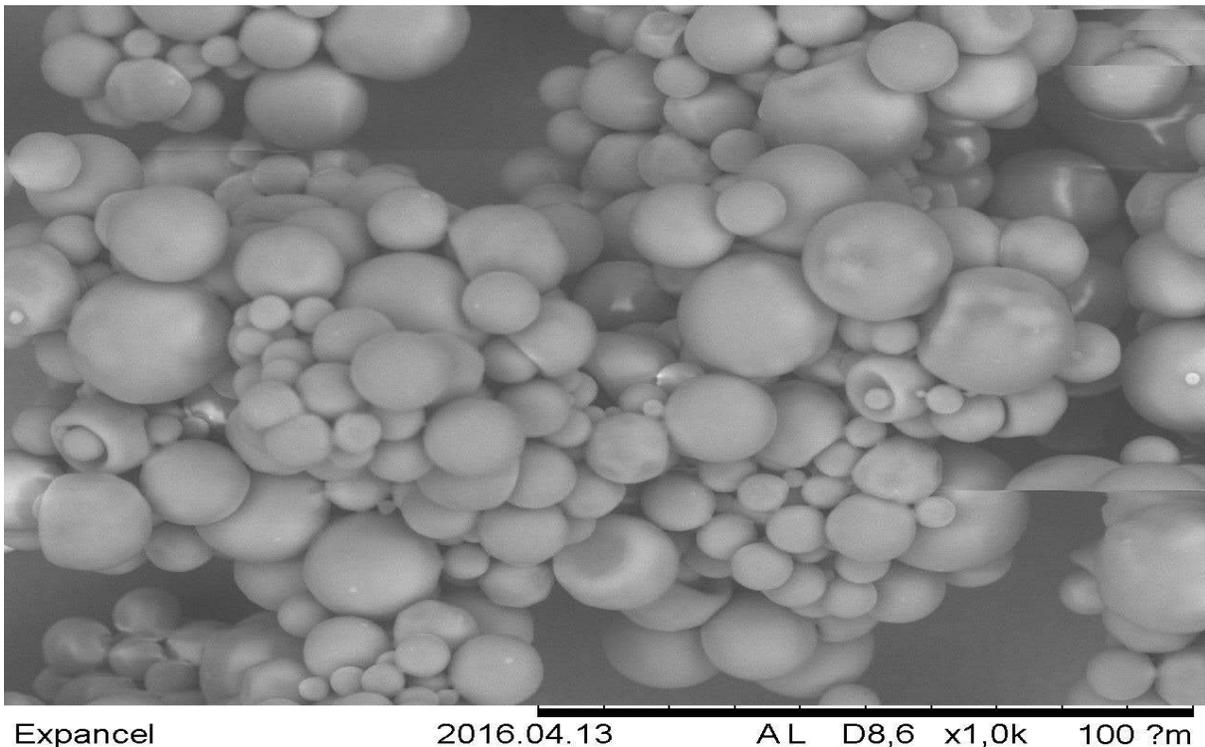


Abbildung 2: Reines, unexpandiertes Expancel bei 1000-facher Vergrößerung

Mikrofibrillierte Cellulose

Im Zuge dieser Arbeit wird MFC verwendet, das vom Schweizer Institut EMPA produziert wurde. Der Trockenmassegehalt wurde mit 5,89% deklariert, dennoch wurde er im Zuge der Vorversuche ein weiteres Mal bestimmt.

Holz-Form

Die wässrige Mischung aller Komponenten sollte in Holz-Formen eingebracht werden um sie danach in der Presse Aushärten zu lassen. Holz-Formen wurden deshalb gewählt, da sie Wasser im Zuge des Prozesses des Aushärtens des Harzes aufnehmen können. Ist dies nämlich nicht der Fall, so hat das verdampfende Wasser keinen freien

Ausweg aus dem Hohlraum der Form, da die Ober- und Unterseite der Form durch das Aufliegen der Pressfläche sowie einer Lage Backpapier bedeckt ist. Die Konsequenz daraus sind große Dampfblasen die sich unregelmäßig durch den ausgehärteten Prüfkörper ziehen. Ein heterogener Prüfkörper eignet sich weder zur repräsentativen Bestimmung mechanischer Eigenschaften, noch zu einem sinnvollen Einsatz in Dreischichtplatten. Aufgabe des Backpapiers war es, die Presse vor Verunreinigungen zu schützen.

Anfangs standen drei verschiedene Materialien zur Auswahl aus deren man solche Formen herstellen konnte: Grobspanplatten, Mitteldichte Faserplatten („MDF“) und Weichfaserplatten. Erstere fiel weg, da Versuche ergaben dass sie im Vergleich zu den anderen Alternativen die Wärme nur stark verzögert an die Leimmischung weitergeben konnten, das Harz konnte kaum aufschäumen. Die Alternative eine Weichfaserplatte zu nutzen wurde ebenfalls verworfen, da sie schlichtweg zu wenig formstabil war. Obwohl in der Presse ohne Druck gearbeitet wurde, so verformte sie sich zu stark, rechteckige Prüfkörper konnten damit nicht mehr hergestellt werden. Letztlich wurde die MDF-Platte als Ausgangsmaterial zur Herstellung von Formen gewählt, da sie eine Art Kompromiss beider anderer Alternativen darstellte (Abb.:3).

Insgesamt wurden 14 Formen in den Abmessungen 350x350x12mm mit Hilfe einer CNC-Fräsmaschine angefertigt. Wie in Abbildung 3 ersichtlich, wies jeder dieser Formen füllbare Hohlräume in den Abmessungen 100x100x11mm auf. Der verbleibende 1mm dicke „Boden“ sollte einerseits ein Auslaufen der Mischung verhindern, zusätzlich sollte er einen zügigen Wärmedurchgang ermöglichen.



Abbildung 3: Holzform aus MDF-Platte

2.2 Eingesetzte Geräte und Software

Dieser Abschnitt beinhaltet neben verwendeter Software, Apparaturen zur Herstellung der Rezepturmischungen, sowie Messgeräte und Prüfmaschinen zur Bestimmung der mechanischen Eigenschaften.

Dispergierer Ultra-Turrax T18B

Der Ultra-Turrax ist ein Hochgeschwindigkeitsdispergierer des Herstellers IKA, der eine optimale Verteilung aller Komponenten in der Leimmischung garantieren soll. Im Zuge fortschreitender Versuche wurde allerdings von ihm abgesehen, da besonders jene Mischungen welche einen hohen Nanocellulose-Gehalt aufwiesen außerordentlich viskos waren, was bei einer hohen Umdrehungszahl zu hohen Reibungskräften und somit zu einer starken Hitzeentwicklung führte.

Stabmixer Braun Multiquick 3

Da eine händische Durchmischung keine optimale Verteilung versprach und ein Einsatz des Ultra-Turrax nicht möglich war, bediente man sich eines konventionellen Stabmixers der Marke Braun.

Temperaturfühler PCE-T390

Das Temperaturmessgerät des Herstellers PCE verfügt über vier Kanäle und einen internen Datenspeicher. Dieses Gerät wurde vor allem im Zuge von Vorversuchen zur Ermittlung von Temperaturen der Mischung innerhalb der Form und Presse verwendet.

Messuhr Mitutoyo C125B

Diese Messuhr des japanischen Herstellers MITUTOYO wurde benutzt um die Volumina der möglichst rechteckigen Prüfkörper, und somit deren Dichte mit Hilfe einer Waage zu bestimmen.

Rasterelektronenmikroskop Hitachi TM3030

Um die Mikrostruktur der verschiedenen produzierten MUF-Schäume tatsächlich sichtbar machen zu können, wurde das TM3030 des Fabrikanten HITACHI verwendet. So konnte man überprüfen, ob die verschiedenen Komponenten wahrhaftig gleichmäßig gut verteilt waren und welche Ausmaße die expandierten Mikrosphären annahmen.

Presse Langzauner LZT-OK 175L

Die Versuchspresse LZT-OK 175L, hergestellt von der österreichischen Firma Langzauner wurde zur Produktion der gewünschten Prüfkörper herangezogen. Die Pressflächen wiesen Abmessungen von 50x50cm auf und waren somit groß genug für die verwendeten Formen. Darüber hinaus konnte man sie programmieren, sprich automatisch Vorgänge einander abfolgen lassen.

Darrschrank Memmert UF55

Der Darrschrank der Firma MEMMERT wurde besonders intensiv im Vorfeld der eigentlichen Versuche verwendet, um Geschwindigkeit des Aushärtens,

Aushärtetemperatur und Zunahme des Volumens im Kleinstmaßstab ermitteln zu können.

Zwick 020

Die Zwick 020 des gleichnamigen Unternehmens Zwick ist eine Prüfmaschine die sich gut für Druck-, Zug-, und Biegeversuche eignet. Je nach gewünschtem Versuchsaufbau können verschiedene Elemente entfernt oder angebracht werden. Sie kann eine Maximalkraft von 20kN aufbringen. Mit ihr wurden Biegefestigkeit, Biegemodul, Druckfestigkeit und Kompressionsmodul der Prüfkörper ermittelt.

Zwick HIT50P

Die Zwick HIT50P ist ein Schlagpendel, mit Hilfe dessen man die Schlagzähigkeit einzelner Prüfkörper bestimmen konnte. An dieser Prüfmaschine sind ebenfalls verschiedene Aufbauten möglich, wie beispielsweise Auswahl verschiedener Pendel oder Auflagerstützweiten.

Statistiksoftware SPSS21

Diese Software des Unternehmens SAS diene der übersichtlichen Darstellung, Gruppierung und Auswertung der gewonnenen Daten.

2.3 Basisrezeptur

Zu Beginn bedurfte es einer Basisrezeptur die bereits erwiesenermaßen funktionierte und die es erlaubte modifiziert zu werden. Das Basisrezept des Unternehmens DOKA für deren Leimsystem für Schalungsplatten war einfach konzipiert und bereits vielfach erprobt. So wurde es als Ausgangsrezept für weitere, zu modifizierende Rezepturen gewählt (Tab.:2)

Tabelle 2: Basisrezeptur des Unternehmens DOKA

Gewichtsanteile	Komponente
100	Prefere 4430
24	Prefere 4866
8	Härter GBQ
60	Wasser

Wie aus der obigen Tabelle erkenntlich, beinhaltet diese Rezeptur noch keinerlei Schäumungsmittel oder mikrofibrillierte Cellulose. Diese Rezeptur sollte lediglich den Zweck eines Klebstoffes erfüllen und keine eigene „geschäumte Schicht“ bilden. Nun galt es, diese Rezeptur zu erweitern. Es sollten verschiedene Kombinationen aus Zugabe von Expancel und mikrofibrillierter Cellulose hergestellt werden. Denn einerseits sollte das Harz aufschäumen, sprich das Volumen sollte sich erhöhen, zusätzlich sollte die mikrofibrillierte Cellulose Spannungen im Material aufnehmen und es etwas flexibler und vor allem beständiger machen. Zusätzlich mussten wichtige Prozessparameter wie Presstemperatur und Verweilzeit empirisch bestimmt, das heißt über umfassende Versuchsreihen ermittelt werden.

2.4 Versuchsplan

Um mögliche Variationen der mechanischen Eigenschaften verschiedener Rezepturen besser vergleichbar und miteinander in Verbindung bringen zu können, bedarf es eines Versuchsplans. Es wurde beschlossen, die Rezepturen anhand dreier verschiedener Parameter zu variieren, und das in drei unterschiedlichen Abstufungen (Tab.:3).

Tabelle 3: Versuchsplan der Studie

Zieldichte [g/cm ³]	Gehalt Expancel [%]	Gehalt MFC [%]
0,5	0	0
0,6	1	1
0,7	2	2

Jede Abstufung eines Parameters wurde mit jeder anderen kombiniert und hergestellt, dies ergibt insgesamt 27 verschiedene Rezepturen (Tab.:4). Die Mengen von zugegebenem MFC und Expancel wurden jeweils auf die Masse des Trockenharzes bemessen, sprich Gesamtmasse minus Wassergehalt der Leimmischung. Um ausreichend Prüfkörper zu erhalten, wurden je zwei 10x10x11mm Hohlräume pro Variante befüllt. Anschließend sollten die Prüfkörper vorsichtig in gleichmäßige Stäbe zerschnitten werden, um dann mechanische Eigenschaften anhand von Prüfmaschinen ermitteln zu können.

Tabelle 4: Detaillierter Versuchsplan

Variante	Dichte [g/cm ³]	MFC [%]	Expancel [%]	Variante	Dichte [g/cm ³]	MFC [%]	Expancel [%]
1	0,5	0	0	15	0,6	1	2
2	0,5	0	1	16	0,6	2	0
3	0,5	0	2	17	0,6	2	1
4	0,5	1	0	18	0,6	2	2
5	0,5	1	1	19	0,7	0	0
6	0,5	1	2	20	0,7	0	1
7	0,5	2	0	21	0,7	0	2
8	0,5	2	1	22	0,7	1	0
9	0,5	2	2	23	0,7	1	1
10	0,6	0	0	24	0,7	1	2
11	0,6	0	1	25	0,7	2	0
12	0,6	0	2	26	0,7	2	1
13	0,6	1	0	27	0,7	2	2
14	0,6	1	1				

2.5 Vorversuche

Zu Beginn der Vorversuche experimentierte man unter anderem auch mit einem alternativen Schäumungsmittel, nämlich Ammoniumcarbonat. Diese Substanz ist im Wesentlichen als Treibmittel im handelsüblichen Backpulver bekannt. Um das Verhalten

von Expancel und Ammoniumcarbonat gegenüberstellen zu können, setzte man eine Versuchsreihe an. Man füllte Mischungen in Eprouvetten und versetzte diese entweder mit Expancel oder Ammoniumcarbonat. Eine dritte Kontrollgruppe wurde ebenfalls mit einbezogen, die keinerlei Schäumungsmittel beinhaltete. Im Anschluss wurden die Reagenzgläser in den Darrschrank eingebracht und dort für zehn Minuten stehen gelassen. Dieser Vorgang wurde dreimal pro Temperaturniveau (103/120/140/160/180/200°C) durchgeführt. Die Erkenntnisse dieses Versuchs waren sehr eindeutig. Die Mischungen die mit Ammoniumchlorid versetzt waren, reagierten schon ab 103°C, bei höheren Temperaturen schien es so rapide zu expandieren, dass Teile des Glasinhaltes sogar nach oben hinausgeworfen wurden. Insgesamt ergab sich ein sehr heterogenes Material, das von großen Blasen durchzogen und sehr brüchig war. Die Eprouvetten denen Expancel beigemischt waren, zeigten ein weitaus gemäßigeres Verhalten. Eine nennenswerte Expansion wurde ab 140°C bemerkt, bei steigender Temperatur verhältnismäßig ausgeprägter.



Abbildung 4: Mit Expancel versetzte Leimmischungen in Eprouvetten, in aufsteigender Reihenfolge der Temperaturen (103/120/140/160/180/200°C von links nach rechts) ausgehärtet

Abbildung 4 soll eine kleine Teilmenge jener Gläser die mit Expancel versetzt waren, sortiert nach aufsteigender Reihenfolge der verwendeten Temperaturen darstellen. Die schwarze Linie auf dem Reagenzglas markiert die Füllhöhe der Mischung vor der Wärmezufuhr. Ein weiteres, zu bemerkendes Phänomen war, dass die Leimmischung während des Aushärtens offenbar vom entweichenden Wasserdampf nach oben gedrückt wurde. Letztendlich beschloss man, dass die erforderliche Prozesstemperatur bei mindestens 140°C liegen sollte.

Die benötigten Temperaturniveaus des Härterers sowie des Schäumungsmittels Expancel waren bereits bekannt, wobei zu beachten war, dass der Härter auch bei niedrigeren Temperaturen bereits eine Erhärtung bewirkt, allerdings langsamer. Es war hingegen ungewiss, welches Temperaturniveau im Verbund all dieser Komponenten benötigt wird, um garantieren zu können das einerseits das Schäumungsmittel aktiv werden kann, andererseits auch der Härter seine Aufgabe verrichten kann. Wesentlich ist hier dass das MUF-Harz nicht vollständig ausgehärtet ist, noch bevor es vollständig aufgeschäumt ist, ansonsten ist eine gewünschte Zieldichte kaum erreichbar. Diese Tatsache bedingt, dass die erforderliche Temperatur zum Expandieren der Mikrosphären möglichst schnell vorhanden sein sollte, damit ein frühzeitiges Aushärten des Harzes verhindert werden kann. Dies wäre der Fall wenn man die noch flüssige Mischung in eine Presse oder einen Ofen einbringen würde, die/der sich langsam erhitzt. Das Harz würde erstarren, die Wirkung des Schäumungsmittels würde ausbleiben.

Da die Prüfkörper in Holzformen hergestellt werden sollen, ist davon auszugehen dass die Oberflächentemperatur der Presse nicht augenblicklich der Temperatur der wässrigen Mischung entspricht. Erstens muss eine dünne Schicht MDF-Platte erhitzt werden, danach die Mischung selbst. Da diese relativ viel Wasser beinhaltet, und Wasser eine vergleichsweise hohe spezifische Wärmekapazität aufweist, vergeht einige Zeit bevor die gewünschte Temperatur erreicht ist [1].

Um die gewünschte Temperatur möglichst schnell zu erreichen, bedarf es eines Temperaturgradienten. Nun wurde ein Pressversuch auf drei unterschiedlichen Temperaturniveaus (160/180/200°C) durchgeführt. Die Veränderung der Temperatur im Inneren des Hohlraums, sprich der Leimmischung wurde im Abstand von fünf Sekunden

gemessen und festgehalten. Die Platten der Presse waren stets auf die entsprechende Temperatur vorgeheizt. Wie aus Abbildung 5 ersichtlich, funktioniert der Wärmetransport dank des dünnen Bodens und des Backpapiers nun sehr gut. Die Wärme ist sofort vorhanden, bis zu dem Zeitpunkt an dem das in der Mischung enthaltene Wasser so stark erhitzt wird, dass es zu verdampfen beginnt. Dieser Vorgang bewirkt eine vorübergehende „Abkühlung“ der Mischung, die Temperatur sinkt nun weit unter 100°C und steigt nur langsam wieder an. Um eine entsprechende Aushärtung innerhalb von vier Minuten gewährleisten zu können, sollte die Kerntemperatur der Mischung um etwa 130°C liegen. Letztendlich wurde eine Pressplattentemperatur von 180°C gewählt, da sie für die erwünschten Ergebnisse ausreichend hoch war. Von der Alternative die Platten auf 200°C vorzuheizen wurde abgesehen, da sie erstens Energieaufwendiger war, zweitens dauerte es um einige Zeit länger die Platten um weitere zwanzig Grad aufzuheizen, und drittens vermutete man dass sie nicht zuträglich für die Qualität der Prüfkörper war.

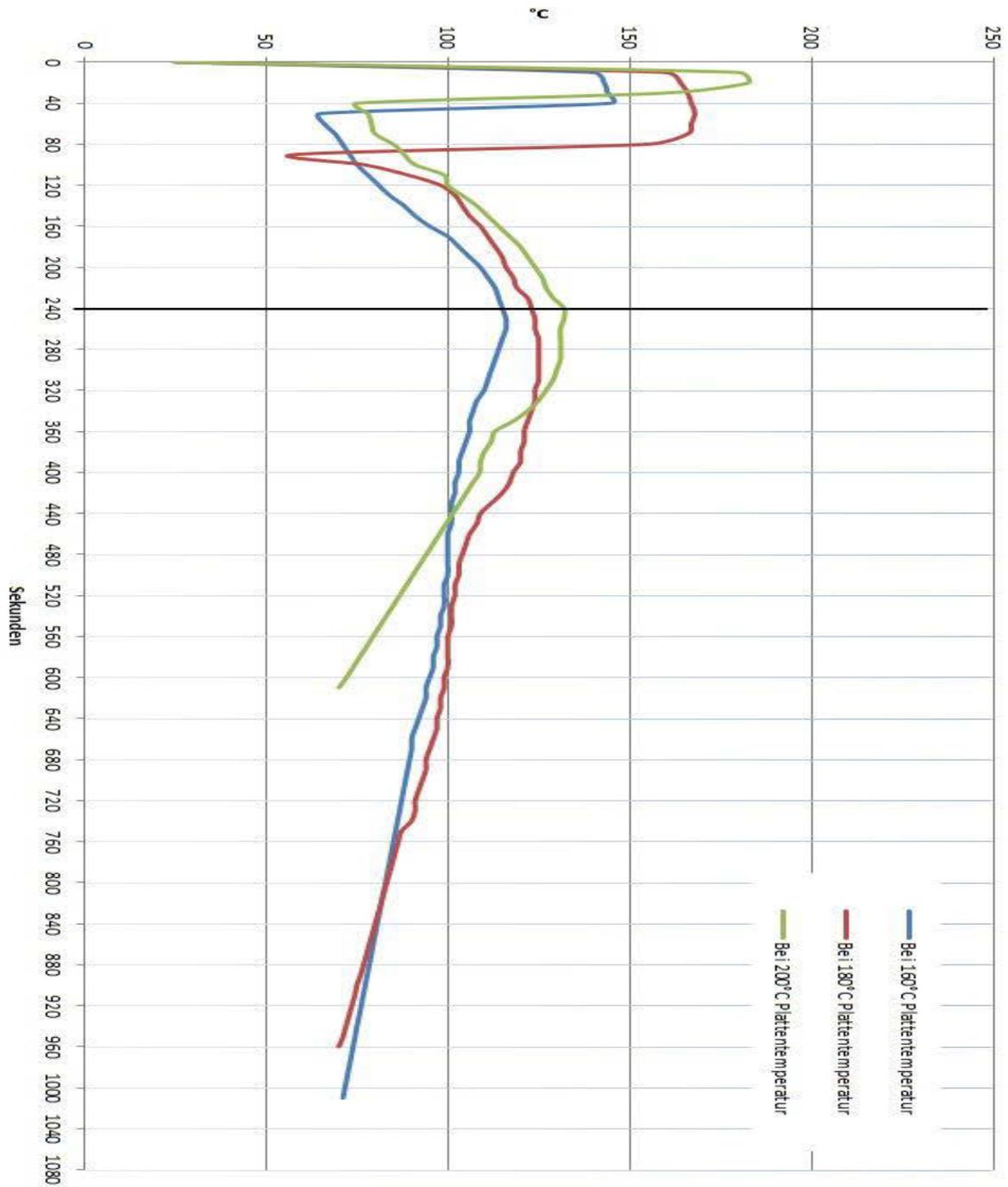


Abbildung 5: Temperaturverlauf im Inneren des mit Harz befüllten Hohlraums während des Aushärteprozesses

Die optimale Verweilzeit der gefüllten Holzformen in der Versuchspresse wurde ebenfalls experimentell ermittelt. Aus mehreren Versuchen ergab sich, dass längere Verweilzeiten zu starker Rissbildung innerhalb der Prüfkörper führen können, während zu kurze Verweilzeiten kein vollständiges Aushärten der Leimmischung garantieren

können. Weiter fand man heraus, dass es unter diesen Herstellungsbedingungen unerlässlich war, die ausgehärteten Prüfkörper in der Form von der Presse für weitere 15 Minuten aktiv kühlen zu lassen. Grund dafür war es Dampfbrisse zu verhindern, die durch das stark erhitzte Wasser verursacht werden wenn sie den Hohlraum schlagartig durch das Öffnen der Presse verlassen (Abb.:6). Nach etwa 13 bis 14 Minuten Kühlung sollte die Kerntemperatur im ausgehärteten Harz bereits unter 80°C liegen. Zur Sicherheit wurde eine weitere Minute aufgeschlagen.



Abbildung 6: Rissbildung als Folge von Wasserdampf

Um bestimmen zu können, wie groß der Trockenmasseanteil der stark wässrigen Cellulose-Lösung war, bediente man sich eines gravimetrischen Verfahrens. Mehrere Stichproben wurden aus dem Großbehälter im Kühlraum entnommen, abgewogen und im Anschluss 24 Stunden im Darrschrank bei 103°C belassen. Dasselbe Verfahren wurde angewendet um die Restfeuchtigkeit der bereits gelagerten Prüfstäbe zu erfassen.

Des Weiteren entstanden weitere, nicht unerhebliche Probleme bezüglich einer adäquaten Durchmischung aller Komponenten, bevor sie in die Presse eingebracht wurden. Um einen homogenen, möglichst isotropen Werkstoff herzustellen ist eine vollkommene Durchmischung aller Bestandteile unabdingbar. Wesentliches Problem war hierbei die hohe Viskosität des MFC-Wasser-Verbands.

Zu Anfang sollte der „Ultra-TurraxT18B“ Dispergierer hierfür eingesetzt werden, da er sich generell gut für eine optimale Durchmischung von Flüssigkeiten eignet. Jedoch stellte sich nach dem ersten Versuch heraus, dass der Dispergierer für diese Aufgabe ungeeignet war, als das sich die stark viskose Mischung aufgrund von Reibung an und im Gerät so stark erhitzte, sodass die Mischung bereits im Aufbewahrungsbehälter erhärtete.

Da händische Durchmischung ebenfalls nicht erfolgsversprechend war, verblieb die Möglichkeit der Nutzung eines Stabmixers. Durch dessen geringere Drehzahl und kleinerer Kontaktfläche konnte er wesentlich besser angewendet werden als der Dispergierer.

2.6 Herstellungsverfahren und Lagerung

Anfangs wurden die einzelnen Komponenten gemäß dem Mischungsplan abgewogen und dosiert. Dadurch dass eine Holz-Form vier quadratische Hohlräume hat, wurden je zwei Varianten pro Presszyklus ausgefertigt. Im Anschluss wurden alle Komponenten außer Expancel und Härter entsprechend durchmischt. Die verbleibenden zwei Komponenten wurden nach einer Stunde untergemischt. Grund dessen war der Gedanke, der Nanocellulose etwas Zeit zu geben in ihrer Umgebung „aufquellen“ zu können. Das von ihr gebundene Wasser sollte sich in diesem Zeitraum etwas besser auf die restlichen Komponenten verteilen. Expancel und Härter wurden beide von Anfang an nicht beigemischt, da deren Wirkung zu diesem Moment noch ausbleiben sollte. Nach dem zweiten Mischungsvorgang wurden die benötigten Mengen nochmals gewogen und anschließend in die Holz-Form eingebracht.

Zu diesem Zeitpunkt wurde die Versuchspresse bereits auf 180°C Plattentemperatur vorgeheizt. Die gefüllte Form wurde nun in die Presse gelegt und mit Backpapier auf der Ober- und Unterseite versehen um die Oberfläche der Presse vor Verunreinigungen zu schützen. Nachdem die Presse für vier Minuten geschlossen war, wechselte man auf den Kühlmodus und ließ sie für weitere 15 Minuten verschlossen.

Nach dem Entnehmen aus der Presse wurden die quadratischen Prüfkörper mit Hilfe einer Kreissäge aus der Holz-Form geschnitten, wobei stets darauf geachtet wurde ein möglichst feines Sägeblatt zu verwenden um Kantenbrüche während des Schneidens zu vermeiden. Je nach Abundanz von Rissen wurden möglichst viele rechteckige, längliche Prüfkörper zugeschnitten (Abb.:7).

Im Anschluss wurden diese im Klimaraum des Instituts bei 20°C und 65% relativer Luftfeuchtigkeit gelagert. Da das Anfertigen von Prüfkörpern zweier Varianten bereits mehrere Stunden in Anspruch nahm, konnten nicht alle Proben innerhalb eines kurzen Zeitraums hergestellt werden. Um möglichen Unterschieden, besonders im Bereich der

verbleibenden Feuchtigkeit im Material entgegen zu wirken, wurden alle Prüfkörper für mindestens zwei Wochen im Klimaraum belassen. Auffällig war, dass sich die Prüfkörper bereits innerhalb einiger Tage verformten. Sie nahmen eine gebogene Form, meist gepaart mit einer leichten Längsdrehung ein. Dies führte zu Erschwernissen betreffend der ordnungsgemäßen Prüfung der Stäbe.

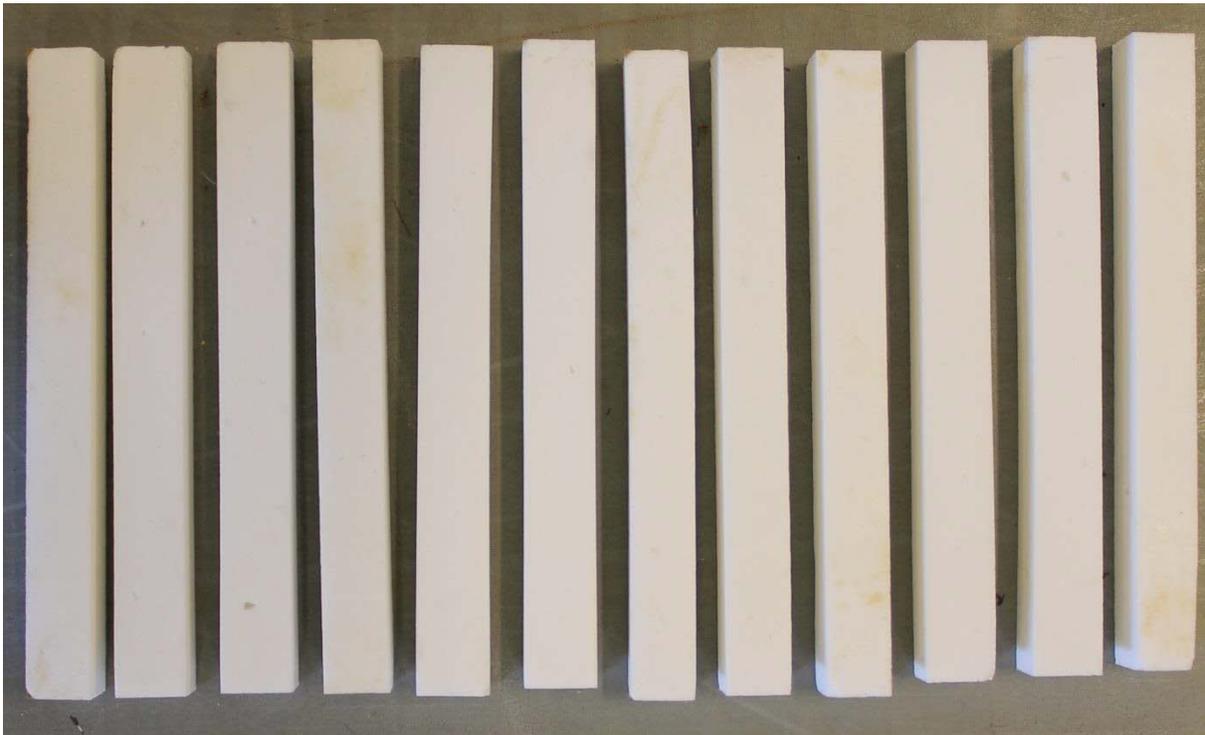


Abbildung 7: Zugeschnittene Prüfkörper vor der Lagerung

2.7 Prüfverfahren und Statistische Auswertung

Die nun mindestens zwei Wochen gelagerten Prüfstäbe wurden nun hinsichtlich folgender Kenngrößen untersucht:

- Biegefestigkeit und Biegemodul
- Druckfestigkeit und Kompressionsmodul
- Schlagzähigkeit

Die ersten vier Größen wurden mit Hilfe des Zwick020 Prüfgerätes festgestellt. Letztere wurde mittels des Zwick HIT50P Prüfgerätes gemessen. Insgesamt wurden 834 Messungen durchgeführt.

Für die Erfassung der Biegefestigkeit wurde ein Drei-Punkt-Biegeversuch mit einer Auflagerstützweite von 40mm durchgeführt. Da die auftretenden Kräfte im Zuge eines Biegeversuches wesentlich geringer als jene bei einem Druckversuch sind, empfahl es sich eine 2,5kN Messdose zu verwenden, da diese den zu messenden Bereich optimal abdeckte und genauere Messungen versprach. Um den unglücklicherweise entstandenen Verformungen der Prüfkörper entgegen zu wirken, wurde ein Kugelförmiger Messkopf montiert, um die wirkenden Kräfte spannungsfreier verteilen zu können (Abb.:8). Für die Berechnung des Biegemoduls wurde der Raum zwischen 10% und 40% der erfassten Maximalkraft herangezogen.

Die Bestimmung der Druckfestigkeit und des Kompressionsmoduls verlief wesentlich unkomplizierter. Da auch in den hierbei verwendeten, wesentlich kleineren Prüfkörpern immer noch Unebenheiten vorhanden waren, wurde eine schwenkbare Bodenplatte untergelegt. Berechnungsgrundlage des Kompressionsmoduls war ebenfalls der Bereich zwischen 10% und 40% der Maximalkraft.

Die Schlagzähigkeit wurde mit Hilfe eines 5 Joule Schlagpendels ermittelt. Hierbei wurde eine Auflagerstützweite von 30mm gewählt. Grund für die Wahl einer etwas geringeren Stützweite war, eine größere Anzahl an Messungen zu erreichen, da der Materialverschleiß bei kürzeren Prüfstäben etwas geringer war.

Nun wurden die gewonnenen Daten in das Datenverarbeitungsprogramm SPSS21 importiert um diese nach Gemeinsamkeiten zu gruppieren und mögliche Tendenzen feststellen zu können. Es wurde eine Vielzahl an t-tests durchgeführt, deren Repräsentativität unglücklicherweise unter der Tatsache litt, als dass die theoretischen Zieldichten nicht den tatsächlich gemessenen Dichten entsprachen. Die Rezepturen der unterschiedlichen Varianten waren alle so konzipiert und berechnet ausgehend von dem Gedanken, dass sich das in der Mischung enthaltene Wasser während des Aushärtprozesses vollständig verflüchtigt. Aus Messungen des Restfeuchtegrades der Prüfkörper ging aber hervor, dass diese immer noch weit mehr Wasser beinhalteten als vermutet. Die gemessenen Werte lagen zwischen 10% und 18%. Das bedeutet, dass die Prüfkörper um einiges dichter, sprich schwerer waren als erwartet. Des Weiteren bedeutet dies, dass die Prüfkörper ebenfalls unterschiedliche Feuchtigkeit aufweisen,

die im vorig genannten Bereich schwanken. Diese Gegebenheit erschwert die direkte Vergleichbarkeit der gemessenen mechanischen Eigenschaften ungemein.

Um die Ergebnisse dennoch sinnvoll darstellen zu können, bediente man sich eines vierdimensionalen Diagramms. Die gewonnen Resultate wurden zuerst nach ihrer Zieldichte(0,5; 0,6; 0,7g/cm³) gruppiert und im Anschluss gegenübergestellt ohne dabei ihre tatsächlich gemessene Dichte zu verlieren. Es beinhaltet nun alle relevanten Parameter und erlaubt es Vergleiche zu ziehen.



Abbildung 8: Aufbau der Zwick020 für Messung der Biegefestigkeit

2.8 Mikroskopische Untersuchung

Nach abgeschlossener quantitativer Messung wurde nun ein Blick auf die verbleibenden Prüfkörper geworfen. Ziel dessen war es, auf qualitative Weise festzustellen ob die gewünschte Durchmischung, sowie eine zufriedenstellende Porengröße- und Verteilung vorhanden war. Hierfür wurde ein HITACHI TM3030 Rasterelektronenmikroskop eingesetzt (Abb.:9). Eine ausführliche Darstellung der Aufnahmen findet sich in der Ergebnisdarstellung.



Abbildung 9: Das Hitachi TM3030 Rasterelektronenmikroskop

3. Ergebnisdarstellung

Im folgenden Abschnitt werden alle wesentlichen Erkenntnisse der praktischen Arbeit, im Besonderen der mechanischen Prüfverfahren dargestellt.

Um die Vielzahl der Rezepturen besser überblicken und handhaben zu können, wurden die 27 verschiedenen Varianten nach einem einfachen Schema kodiert. Die Bezeichnung einer Variante besteht aus drei aufeinanderfolgenden Ziffern, wobei jede Ziffer Auskunft über die jeweilige Intensität einer Komponente gibt. Die erste Ziffer beschreibt die Zieldichte, die zweite den Prozentsatz an zugefügtem MFC, die dritte Ziffer illustriert den eingesetzten Prozentsatz an Expancel. Dies wird an folgenden Beispielen veranschaulicht:

- Variante 502 – Zieldichte $0,5\text{g/cm}^3$, 0% MFC, 2% Expancel
- Variante 611 – Zieldichte $0,6\text{g/cm}^3$, 1% MFC, 1% Expancel
- Variante 720 – Zieldichte $0,7\text{g/cm}^3$, 2% MFC, 0% Expancel

3.1 Schlagzähigkeit

Hier werden jeweils drei gruppierte Datenmengen gegenübergestellt. Sie alle entstammen derselben ursprünglichen Zieldichte und unterscheiden sich in ihrer Zusammensetzung lediglich durch ihren MFC- sowie ihren Expancelgehalt. Abbildung 10 zeigt die gemessenen Mediane der Schlagzähigkeit aller möglichen Variationen der Dichteklasse $0,5\text{g/cm}^3$, insgesamt neun verschiedene. Im Folgenden werden nun alle mechanisch erfassten Kennwerte in aufsteigender Reihenfolge der Dichteklassen abgehandelt.

Es ist anzumerken, dass Messwerte mit Vorsicht einander zu vergleichen sind. Die Tatsache, dass zwei Varianten derselben Dichtegruppe angehören, mag deren Vergleichbarkeit zwar erheblich vereinfachen, allerdings weisen zwei unterschiedliche Varianten auch zwei unterschiedliche gemessene Dichten auf. So relativiert sich der Erfolg einer beispielsweise erhöhten Schlagzähigkeit mit einer einhergehenden Dichtesteigerung.

Auf den ersten Blick vermag diese Diagrammreihe sehr unübersichtlich wirken, ist aber notwendig um alle erhobenen Daten auf einmal nebeneinander darstellen zu können, ohne dabei den zweidimensionalen Raum verlassen zu müssen.

Es ist ersichtlich, dass die real gemessenen Dichten der Prüfkörper weit über der theoretisch zu erreichenden Dichte liegen. In der Tat müssten alle Punkte des Koordinatensystems auf der Y-Achse liegen. Die realen Werte liegen hier jedoch zwischen 0,6-0,7g/cm³. Die Wirkung des Schäumungsmittels Expancel ist klar zu erkennen. Der Unterschied zwischen jenen Varianten welche 0% Expancel beinhalten im Vergleich zu jenen welche 1% oder 2% enthalten ist markant. Ungereimtheiten wie beispielsweise höhere gemessene Dichten bei 2% Expancelgehalt als bei 1% konnten nicht ausgeschlossen werden.

Der höchste Median für Schlagzähigkeit dieser Dichteklasse ist hier der Variante 512 mit einem Wert von 1,10kJ/m² zuzuordnen, wenn auch nur knapp. Generell betrachtet scheint die Zugabe von MFC zu einem leichten Aufwärtstrend bezüglich der Schlagzähigkeit führen, konnte von t-tests allerdings nicht als signifikant belegt werden.

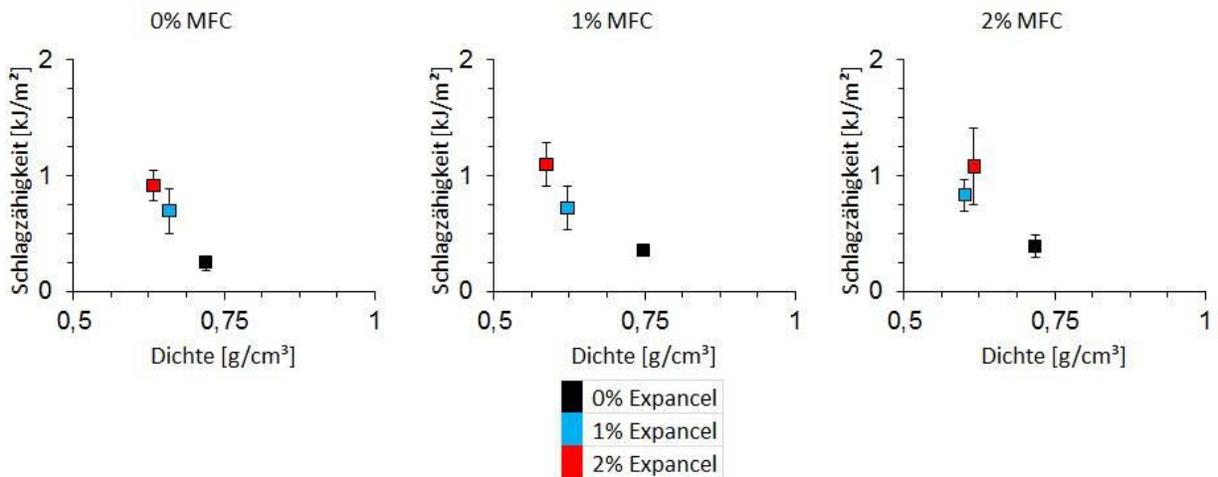


Abbildung 10: Schlagzähigkeit der Zieldichtegruppe 0,5g/cm³

In der Dichtegruppe 0,6g/cm³ bietet sich eine weitaus unterschiedliche, nicht unbedingt logische Einsicht (Abb.:11). Bei Varianten welche kein MFC enthalten, ist die Wirkung des Expancel im Sinne einer Dichtereduktion und Zunahme der Schlagzähigkeit eindeutig zu vermerken. Im Gegensatz dazu zeigen jene Varianten welche MFC enthalten ein unerwartetes Ergebnis. Die Zugabe von Expancel scheint hier zwar die

Schlagzähigkeit zu erhöhen, in Bezug auf Dichte wurde aber kaum ein Effekt, wenn nicht sogar ein negativer Effekt erzielt. Diese Erscheinung wirft Fragen auf, die im Zuge dieser Arbeit nicht mehr beantwortet werden können. Der höchste Medianwert in dieser Gruppe liegt bei 1,36kJ/m² und wird von Variante 622 eingenommen.

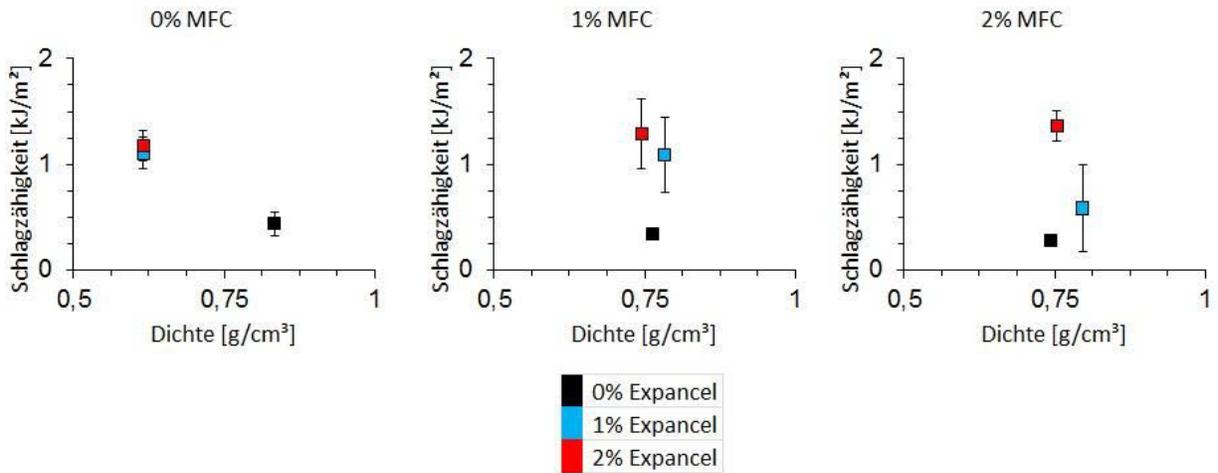


Abbildung 11: Schlagzähigkeit der Zieldichtegruppe 0,6g/cm³

Die Dichtegruppe 0,7g/cm³ zeigt ein ähnliches Bild (Abb.:12). Ohne Einsatz von MFC scheint das Expancel hervorragend im Sinne einer Dichtereduktion und Zunahme der Schlagzähigkeit zu funktionieren. Aber sobald MFC beigemischt wird, entsteht eine Art Wechselwirkung die sogar zu erhöhten Dichten führt, wobei die Dichte bei Zugabe von 1% MFC am höchsten ist, und bei 2% wieder etwas abnimmt. Der höchste Median liegt hier bei 1,63kJ/m², ausgehend von Variante 712.

Wichtig anzumerken ist, dass jene Varianten die MFC enthielten, denjenigen ohne MFC bezüglich der Schlagzähigkeit meist überlegen waren. Dies gilt für alle Dichtegruppen. Die vorteilhafteste Mischung bezüglich Schlagzähigkeit dürfte entweder eine 1% MFC + 2% Expancel Variante, oder eine 2% MFC + 2% Expancel Variante sein.

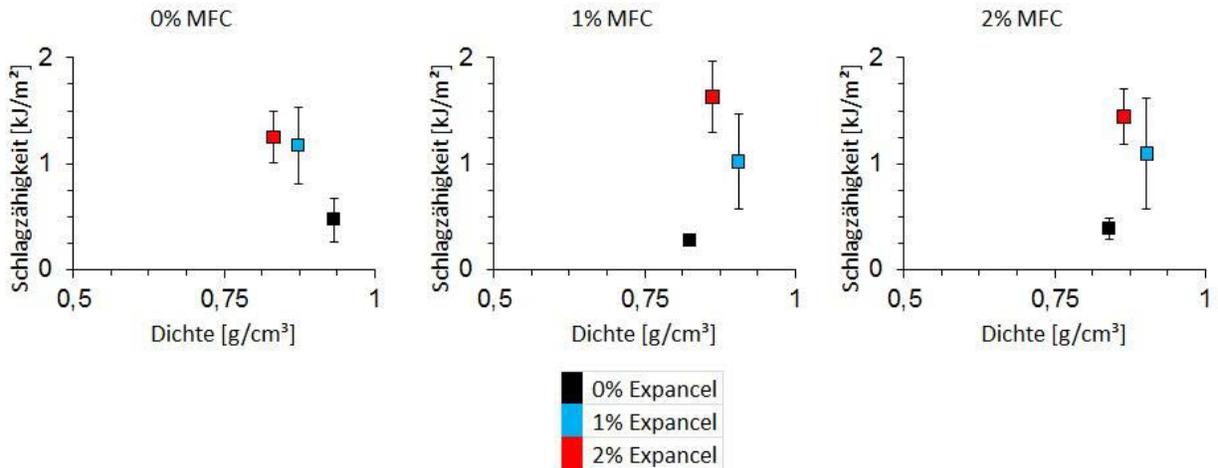


Abbildung 12: Schlagzähigkeit der Zieldichtegruppe 0,7g/cm³

3.2 Biegefestigkeit

Die Wirkung des Expancel ohne Wechselwirkung mit MFC ist bereits hervorgehoben worden. Auch in Bezug auf die Biegefestigkeit in der Dichtegruppe 0,5g/cm³ trifft dies zu. Da die Prüfkörper für alle verschiedenen Prüfverfahren aus denselben Leimblöcken der zugehörigen Variante herausgeschnitten wurden, sind die aufgezeigten Dichten in den Diagrammen durchwegs ident mit den folgenden und vorherigen Darstellungen.

Die Zugabe von Expancel hat bei Varianten welche 1% MFC enthalten, oftmals einen etwas stärkeren Effekt als bei jenen mit 2% MFC. Ohne Expancel ist das Material so spröde, dass es bereits bei geringer Belastung zu versagen vermag, unabhängig vom MFC-Gehalt. Der höchste Medianwert der Zieldichtegruppe 0,5g/cm³ liegt bei 11,04MPa zugehörig zur Variante 512 (Abb.:13). Weiters kann man feststellen das die Beimengung von 1% oder eventuell 2% MFC zu einer 2% Expancel Variante dessen Biegefestigkeit um ein gutes Stück erhöhen kann. Diese Erscheinung konnte auch bei den beiden anderen Dichteklassen beobachtet werden.

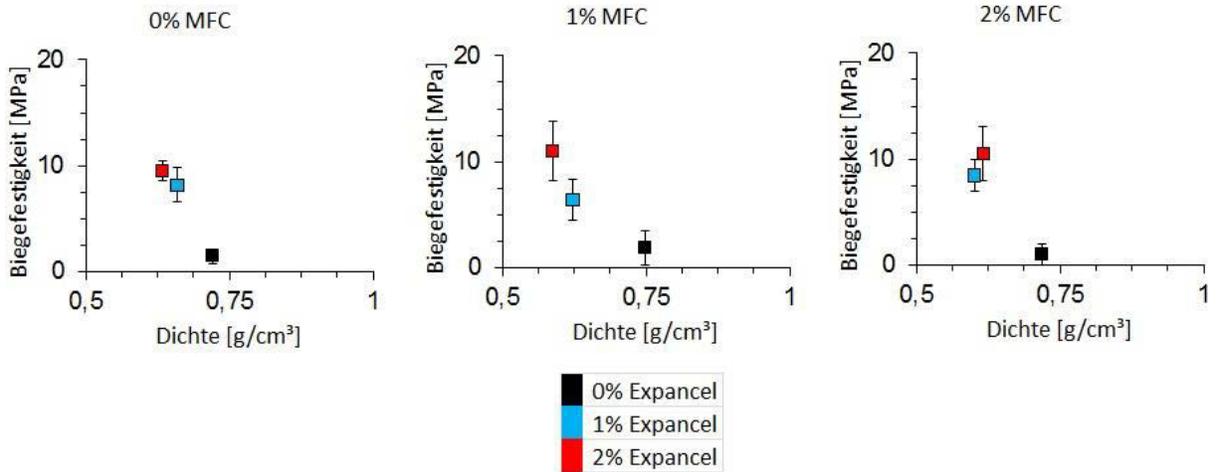


Abbildung 13: Biegefestigkeit der Zieldichtegruppe 0,5g/cm³

Da der Prozess der Ermittlung der Schlagzähigkeit anhand eines Schlagpendels ebenfalls eine Art Biegeversuch ist, könnte man vermuten dass die Verhältnisse der erhobenen Werte beider Versuche einander ähneln. Bei näherer Betrachtung der nachfolgenden Dichtegruppe 0,6g/cm³ kann man erkennen, dass diese nahezu ident mit jener 0,6g/cm³ Gruppe bezogen auf die Schlagzähigkeit sind (Abb.:14). Einzig jene Varianten welche 2% MFC beinhalten weichen leicht davon ab, als das die Erhöhung der Schlagzähigkeit durch Zugabe von 1% Expancel einen etwas stärkeren Effekt auf die Biegefestigkeit erzielt hat, als es auf die Schlagzähigkeit hatte. Der Höchstwert eines Medians liegt bei 15,37MPa, gemessenen bei Variante 622.

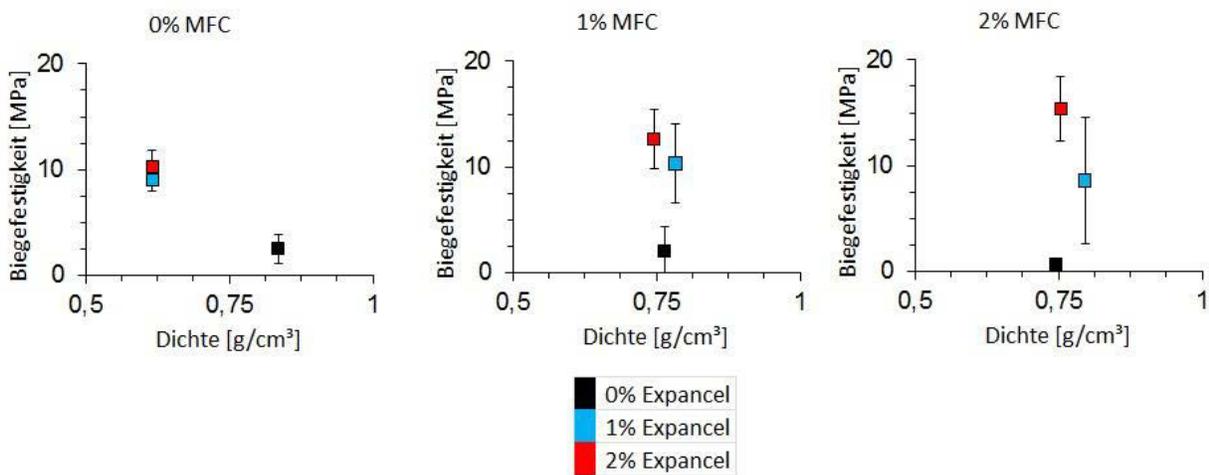


Abbildung 14: Biegefestigkeit der Zieldichtegruppe 0,6g/cm³

In der $0,7\text{g/cm}^3$ Dichtegruppe zeigt sich einerseits ein sehr wünschenswertes Ergebnis, andererseits folgt der Großteil der gewonnenen Werte weiterhin einer undurchschaubaren Wechselwirkung welche Varianten mit 1% Expancel dichter werden lässt als jene ohne Expancel (Abb.:15). Sogar Varianten mit 2% Expancel sind immernoch schwerer als diejenigen ohne. Dies gilt hier allerdings nicht für die 0% MFC Varianten. Diese zeigen ein sehr erfreuliches Bild, als dass sowohl die Biegefestigkeit erhöht, als auch die Dichte durch Zugabe von Expancel gesenkt werden konnte. $17,24\text{MPa}$ wurde als stärkster Median bei Variante 712 erfasst. Bis jetzt kann man sagen, dass 2% Expancel Varianten jenen mit nur 1% Expancel, bezüglich der mechanischen Kennwerte stets überlegen waren. Eine einhergehende Erhöhung der Dichte in manchen Fällen ist allerdings als negativ zu bewerten.

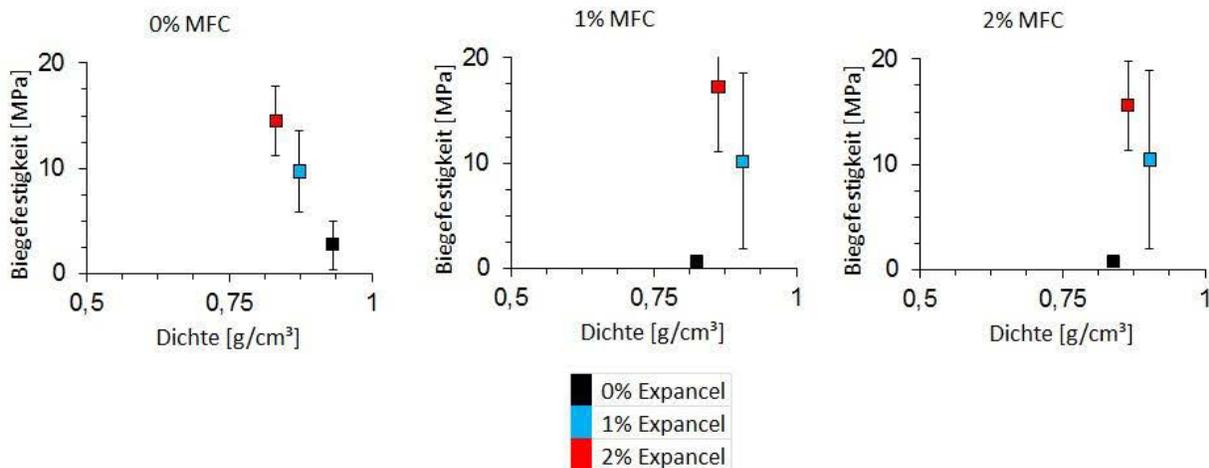


Abbildung 15: Biegefestigkeit der Zieldichtegruppe $0,7\text{g/cm}^3$

3.3 Biegemodul

Der Biegemodul wurde im Zuge des Drei-Punkt Biegeversuches gleichzeitig mit der Biegefestigkeit der jeweiligen Varianten ermittelt.

Außergewöhnlich ist hier ein höherer erzielter Biegemodul der Variante 501 im Vergleich zur danebenliegenden Variante 502. Dieser Trend scheint sich jedoch nicht fortzusetzen (Abb.:16). Die 1% MFC Varianten zeigen eine sehr positiv zu beurteilende Verteilung, die 2% MFC Varianten wiederum weniger. Der Höchstwert der Mediane mit $0,36\text{GPa}$, zugehörig zur Variante 501 spricht entgegen der Zusammensetzung der Varianten

welche die bisherigen Maximalwerte dargeboten haben. Eine Zugabe von MFC scheint hier wohl zu keinem verbesserten Ergebnis zu führen.

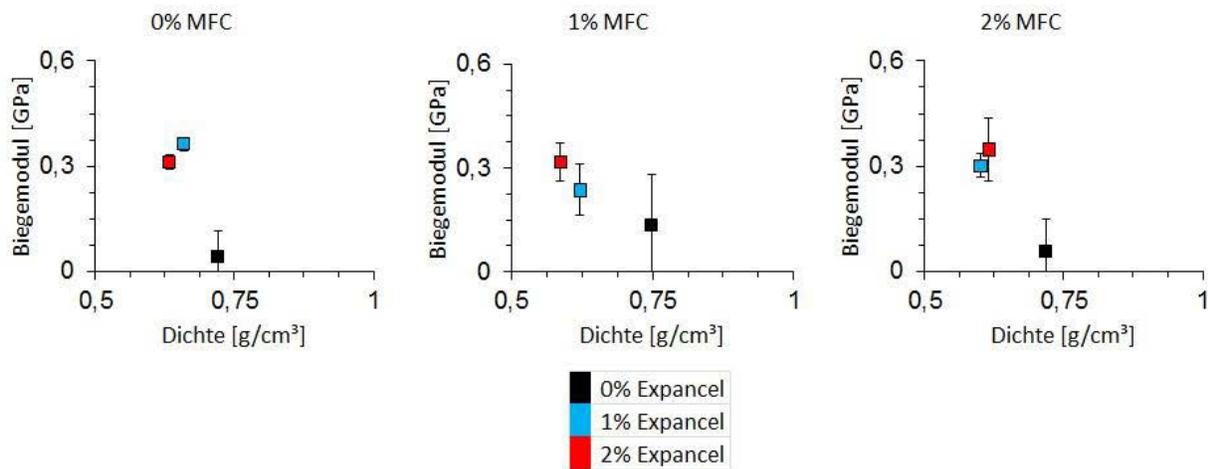


Abbildung 16: Biegemodul der Zieldichtegruppe 0,5g/cm³

Wirft man hier einen vergleichenden Blick auf die verschiedenen MFC-Konzentrationen, so erkennt man dass sich die Gruppen sehr stark unterscheiden (Abb.:17). Ausgenommen der 0% MFC Varianten scheint eine Dichtereduktion kaum stattgefunden zu haben. Es ist ebenfalls nicht klar erkennbar ob die 1% den 2% MFC Varianten überlegen sind. Ganz eindeutig sichtbar ist allerdings der Unterschied des gemessenen Biegemoduls zwischen Variante 601 und 611, beziehungsweise zwischen Variante 602 und 612. Eine weitere Erhöhung des MFC-Gehalts auf 2% scheint hingegen nur mehr einen sehr geringen Effekt zu erzielen. Eine Beimengung von 1% MFC erscheint durchaus sinnvoll. Der höchste Median eines Biegemoduls liegt aber bei Variante 622 mit 0,47GPa.

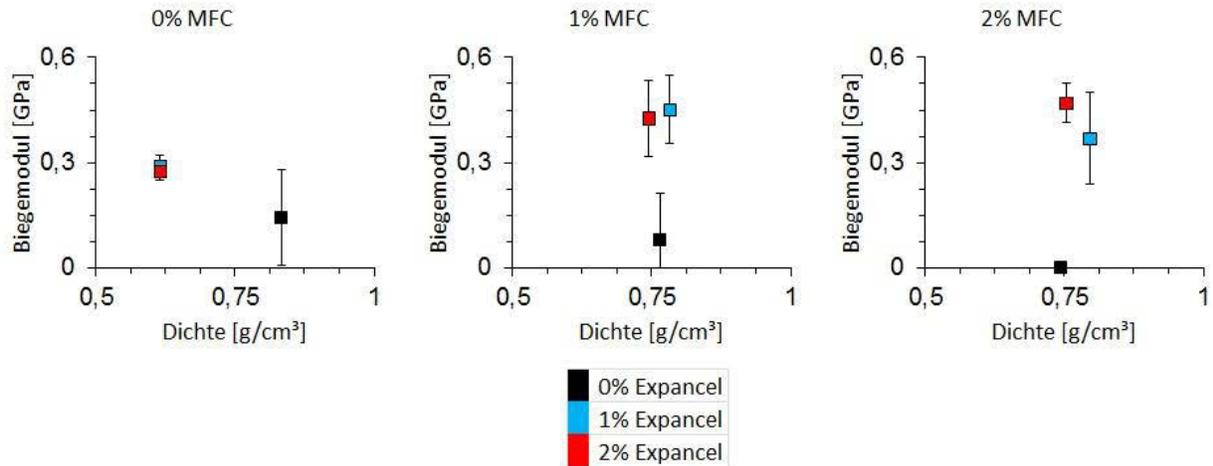


Abbildung 17: Biegemodul der Zieldichtegruppe 0,6g/cm³

In der Zieldichtegruppe 0,7g/cm³ scheint sich das frequente Phänomen der Expancel-MFC-Wechselwirkung zu wiederholen (Abb.:18). Ohne Zugabe von MFC scheint alles einwandfrei zu funktionieren. Mengt man etwa 1% oder 2% MFC bei, so steigt die Dichte sogar. Der stärkste Medianwert wurde an Variante 712 mit 0,49GPa erfasst. Eine Beimengung von 1% MFC und 2% Expancel erscheint im Angesicht der vorausgegangen Erkenntnisse als sinnvoll.

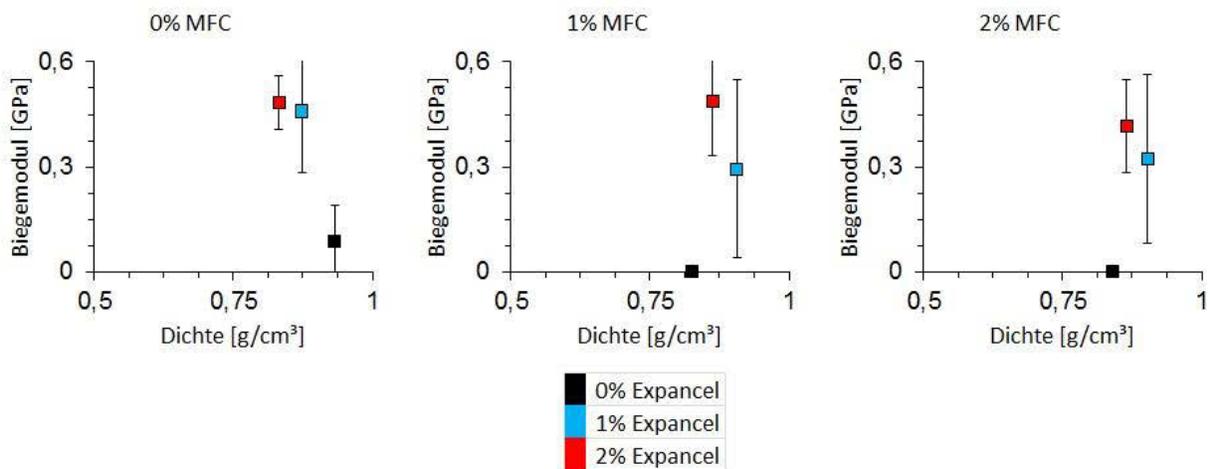


Abbildung 18: Biegemodul der Zieldichtegruppe 0,7g/cm³

3.4 Druckfestigkeit

In Anbetracht der $0,5\text{g/cm}^3$ Zieldichtegruppe entsteht der Eindruck, dass das MFC in diesem Aspekt kaum etwas beitragen könne (Abb.:19). Eine Dichtereduktion mittels Schäumungsmittel scheint zu funktionieren, allerdings hat weder das Expancel noch das MFC einen signifikanten Einfluss auf eine Steigerung der Druckfestigkeit. Variante 501 führt die Medianwerte mit $19,76\text{MPa}$ an.

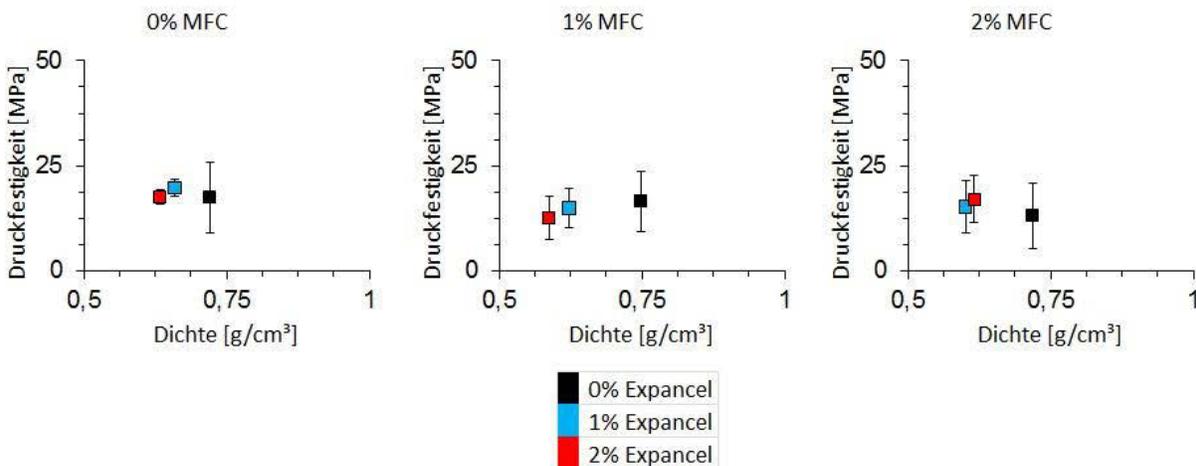


Abbildung 19: Druckfestigkeit der Zieldichtegruppe $0,5\text{g/cm}^3$

Was man aus vorhergehenden Diagrammen ableiten kann, ist das sich 1% und 2% MFC Varianten ähnlich zueinander verhalten, ganz im Gegensatz zu jenen ohne MFC, welche zwar ein durchaus wünschenswertes Ergebnis zeigen, allerdings in Abwesenheit von Nanocellulose, welche im Zentrum dieser Arbeit stehen soll.

Die nachfolgende Zieldichtegruppe $0,6\text{g/cm}^3$ zeigt ein Bild, das zwar aufgrund vergangener Erkenntnisse zu erwarten, allerdings trotzdem auf momentanen Grundlagen kaum zu verstehen war (Abb.:20). Variante 601 und 602 liegen quasi aufeinander, was gegen eine Differenz in der Wirkung verschiedener Konzentrationen von Expancel spricht. Jedoch liegt die Druckfestigkeit der Variante 600 um ein gutes Stück über derer der 601 und 602. Im Bereich von 1% MFC scheint unter Zugabe von Expancel zumindest eine Erhöhung der Druckfestigkeit stattgefunden zu haben, auch wenn eine Dichtereduktion ausgeblieben ist. Für den Bereich von 2% MFC gilt dasselbe,

allerdings wurde die Dichte unglücklicherweise sogar erhöht. Der Höchstwert des Medians liegt bei Variante 621 mit 30,70MPa.

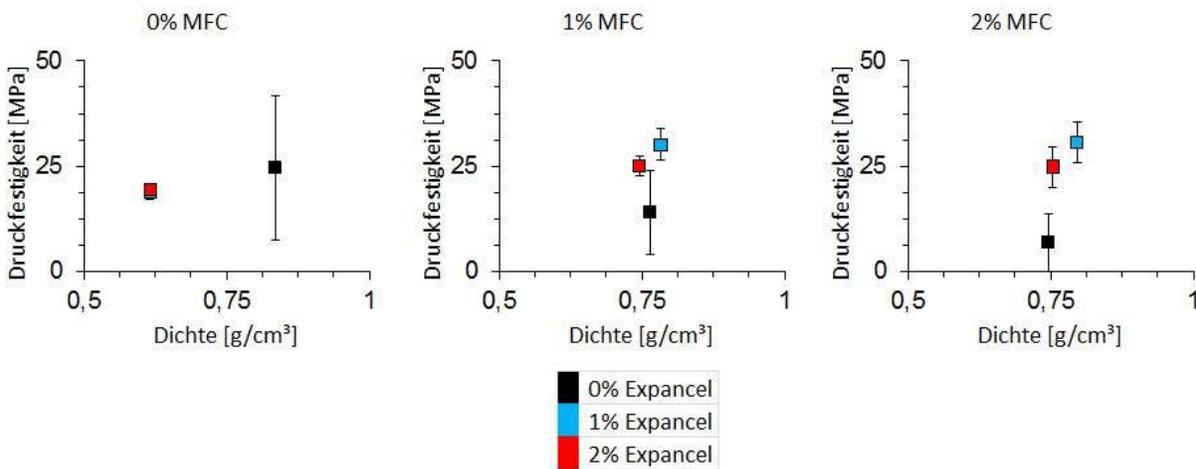


Abbildung 20: Druckfestigkeit der Zieldichtegruppe 0,6g/cm³

Auffällig in der letzten Dichtegruppe von 0,7g/cm³ ist, dass alle Varianten welche 1% Expancel enthalten eine höhere Druckfestigkeit aufweisen, allerdings auch schwerer sind als jene mit 2% Expancel (Abb.:21). Wie gehabt scheint die Dichtereduktion unter 0% MFC zu funktionieren, in beiden anderen Fällen nicht. Nichts desto trotz konnte die Druckfestigkeit bei den 1% und 2% MFC Varianten unter Zugabe von Expancel um ein erhebliches Stück gesteigert werden. Der höchste Median liegt bei 43,10MPa zugehörig zu Variante 711. Ferner kann man beobachten, dass jene Varianten welche kein Expancel beinhalten, besonders stark in den gemessenen Werten schwanken. Diese Tatsache lässt sich an Hand der stark ausgeprägten heterogenen Struktur dieser Varianten erklären.

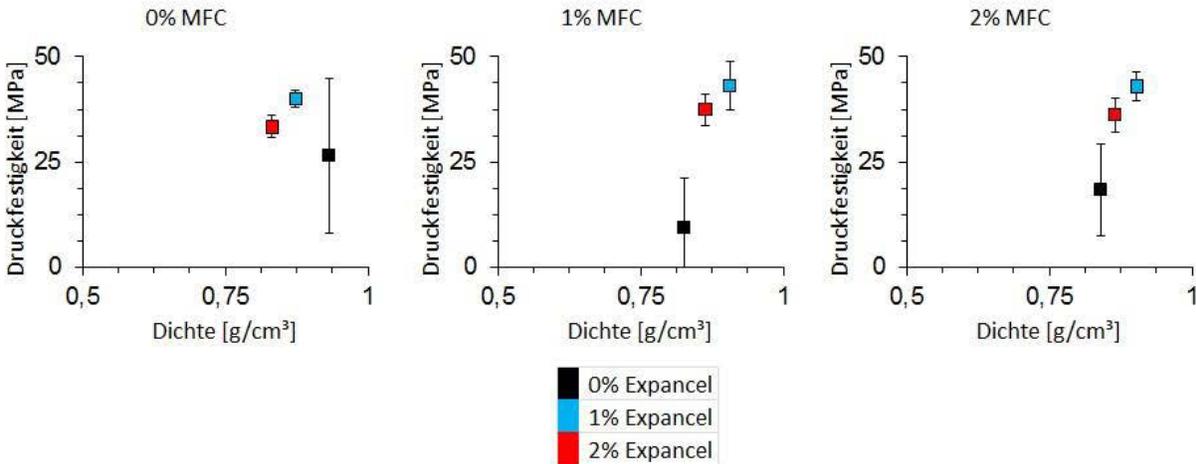


Abbildung 21: Druckfestigkeit der Zieldichtegruppe 0,7g/cm³

3.5 Kompressionsmodul

Das Kompressionsmodul wurde im Verlauf der Erhebung der Druckfestigkeit gleichzeitig mitbestimmt.

Die Darstellung der 0,5g/cm³ Zieldichtegruppe in Bezug auf die Druckfestigkeit sieht jener des Kompressionsmoduls sehr ähnlich (Abb.:22). In den 0% und 2% MFC-Varianten findet eine Zunahme des Kompressionsmoduls unter Zugabe von Expancel statt, bei den 1% MFC-Varianten stagniert sie. Der erfasste Höchstwert der Mediane liegt bei Variante 510 mit 0,58GPa. Diese Tatsache unterstreicht, dass eine Beimengung von Expancel zu den 1% MFC-Varianten in diesem Falle möglicherweise nicht vorteilhaft ist. Betrachtet man ausschließlich die 0% Expancel-Varianten, so kann man erkennen, dass Kompressionsmodul sowie Dichte von 0% MFC auf 1% MFC ansteigen, bei 2% MFC aber wieder absinken.

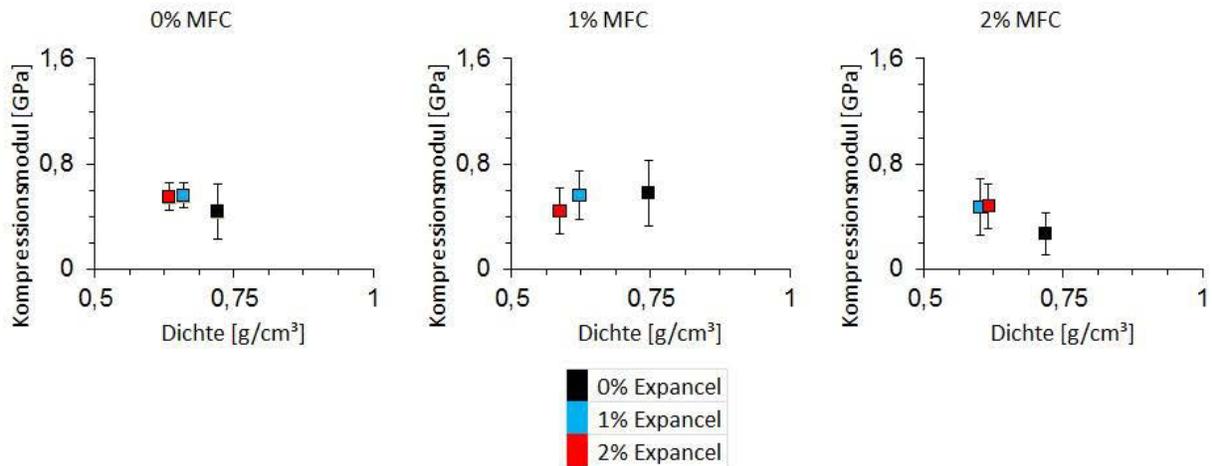


Abbildung 22: Kompressionsmodul der Zieldichtegruppe 0,5g/cm³

Die Werte dieser 0,6g/cm³ Zieldichtegruppe zeigen Verhältnisse die ebenfalls mit allen vorausgegangen Diagrammen dieser Gruppe im Einklang stehen (Abb.:23). Betrachtet man jene Varianten ohne Expancel, so bemerkt man eine Verringerung des gemessen Spektrums an Werten im Bereich zwischen 0% und 1% MFC. Mit steigendem Anteil an Expancel sollte die Variation der Messwerte weiter reduziert werden. Diese Feststellungen treffen ebenfalls auf die meisten Diagramme der vorherig beschriebenen mechanischen Eigenschaften zu. Der bestimmte Spitzenwert mit 0,86GPa liegt bei Variante 621, knapp vor Variante 611 mit 0,85GPa.

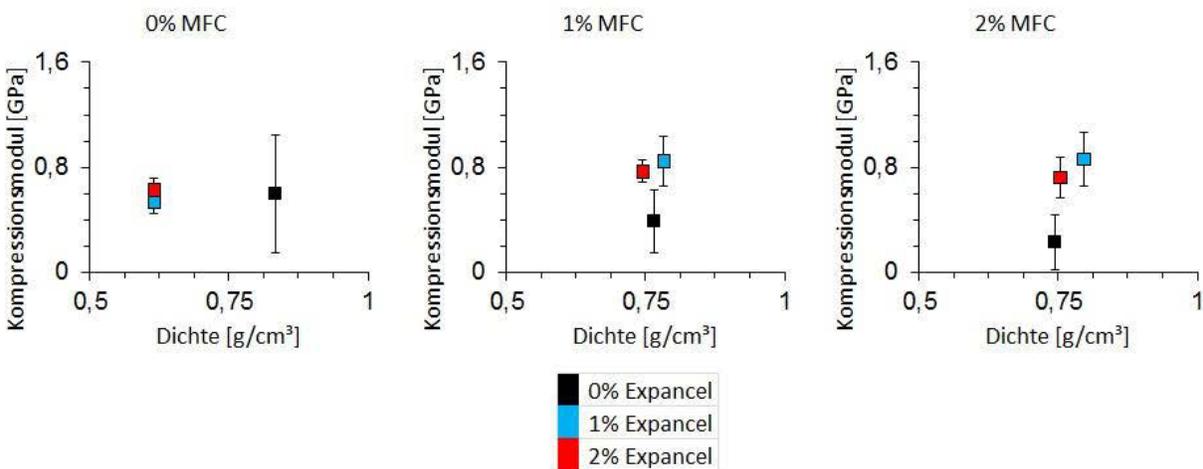


Abbildung 23: Kompressionsmodul der Zieldichtegruppe 0,6g/cm³

Des Weiteren kann man in dieser 0,7g/cm³ Dichtegruppe gut erkennen, dass der Kompressionsmodul in Anbetracht der Varianten ohne Expancel im Bereich zwischen

0% und 1% MFC um ein gutes Stück absinkt (Abb.:24). In wenigen Fällen steigt der Modul im Bereich von 1% bis 2% MFC wieder etwas an, meist sinkt er jedoch. Dieser Effekt ist auch aus dem Großteil der anderen Darstellungen, auch in Bezug auf andere mechanische Eigenschaften ersichtlich. Die Bestimmung des führenden Medians war hierbei außerordentlich knapp. Variante 722 liegt mit 1,06GPa an erster Stelle, gefolgt von Variante 711 und 712 mit jeweils 1,05GPa.

Nun galt es herauszufinden, welche die erfolgversprechendste Rezeptur unter der Vielzahl aller getesteten war. Um dem Problem der schwankenden Dichten entgegen zu wirken, bediente man sich der Erstellung einer Verhältniszahl aus gemessenen Eigenschaften und zugehörigen Dichten der Varianten.

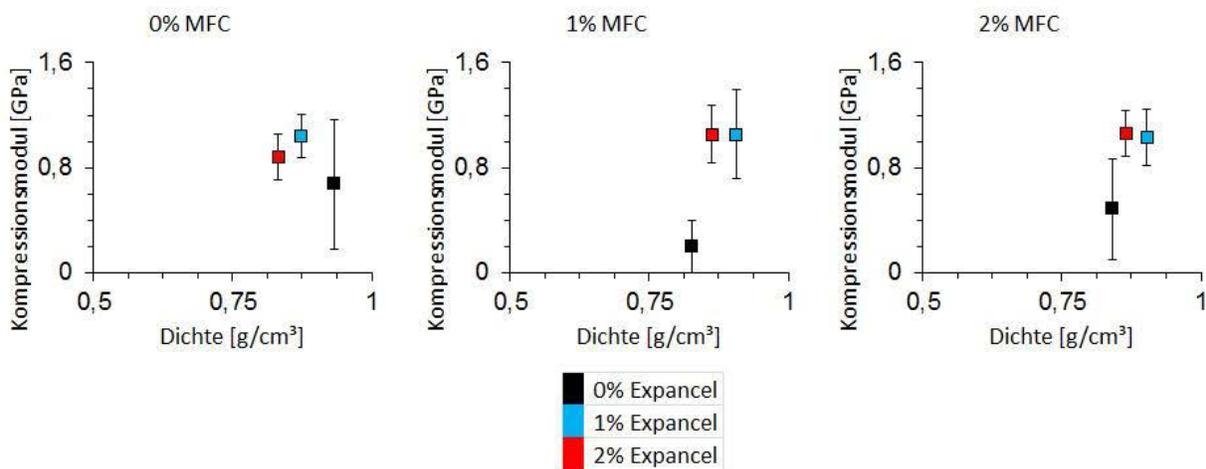


Abbildung 24: Kompressionsmodul der Zieldichtegruppe 0,7g/cm³

3.6 Bestimmung der spezifischen Kennwerte

In diesem simplen Verfahren wurden alle erfassten Werte nochmals in einer Tabelle aufgetragen, und Verhältniszahlen gebildet. Da eine erhöhte mechanische Eigenschaft meist Hand in Hand mit einer Dichteerhöhung einhergeht, empfiehlt es sich ein Verhältnis von gemessener Eigenschaft zu Dichte zu bilden. Mit Hilfe dieser Zahl kann nun jede Variante anhand jedes Gesichtspunktes miteinander verglichen werden. Umso größer der Quotient, umso mehr kann die Variante im Verhältnis zu ihrer Dichte leisten (Tab.:5 und 6).

Kennwert 1 entspricht dem Verhältnis von Schlagzähigkeit zu Dichte. Variante 602 weist hinsichtlich dieser Eigenschaft die vorteilhafteste Ratio auf.

Kennwert 2 beschreibt das Verhältnis von Biegefestigkeit zu Dichte. Variante 622 ist hier mit einem Quotient von 20,384 am vielversprechendsten.

Kennwert 3 stellt das Verhältnis von Biegemodul zu Dichte dar. Hier ist ebenfalls Variante 622 mit einer Ratio von 0,622 am stärksten.

Kennwert 4 repräsentiert das Verhältnis von Druckfestigkeit zu Dichte. An der Spitze liegt Variante 711 mit einem Quotient von 47,555.

Kennwert 5 charakterisiert die Ratio von Kompressionsmodul zu Dichte. Variante 722 ist die vielversprechendste hinsichtlich dieser Eigenschaft.

Tabelle 5: Ermittlung spezifischer Kennwerte aus mechanischen Eigenschaften und dazugehöriger Dichte I

Variante	Dichte [g/cm ³]	Schlagzähigkeit [kJ/m ²]	Biegefestigkeit [MPa]	Biegemodul [GPa]	Kennwert 1	Kennwert 2	Kennwert 3
500	0,720	0,247	1,442	0,042	0,343	2,002	0,058
501	0,659	0,697	8,170	0,363	1,058	12,398	0,551
502	0,633	0,915	9,526	0,312	1,445	15,049	0,493
510	0,748	0,350	1,876	0,132	0,468	2,508	0,176
511	0,622	0,726	6,388	0,236	1,167	10,271	0,379
512	0,587	1,099	11,038	0,318	1,872	18,805	0,542
520	0,718	0,391	1,001	0,055	0,545	1,394	0,076
521	0,601	0,835	8,442	0,302	1,389	14,047	0,502
522	0,616	1,083	10,482	0,348	1,758	17,016	0,564
600	0,835	0,435	2,489	0,142	0,521	2,981	0,170
601	0,616	1,109	9,061	0,289	1,801	14,710	0,470
602	0,616	1,178	10,254	0,274	1,913	16,647	0,445
610	0,765	0,336	2,003	0,080	0,439	2,618	0,104
611	0,783	1,087	10,347	0,451	1,388	13,214	0,576
612	0,745	1,292	12,673	0,425	1,734	17,011	0,571
620	0,745	0,273	0,630	0,000	0,366	0,846	0,000
621	0,796	0,586	8,607	0,369	0,737	10,813	0,463
622	0,754	1,364	15,369	0,469	1,809	20,384	0,622
700	0,933	0,470	2,689	0,085	0,504	2,882	0,091
701	0,873	1,174	9,694	0,459	1,345	11,104	0,526
702	0,832	1,253	14,493	0,483	1,506	17,419	0,581
710	0,826	0,270	0,577	0,000	0,327	0,698	0,000
711	0,906	1,023	10,151	0,294	1,129	11,204	0,325
712	0,863	1,633	17,244	0,487	1,892	19,982	0,565
720	0,841	0,387	0,738	0,000	0,460	0,878	0,000
721	0,903	1,097	10,451	0,322	1,215	11,573	0,356
722	0,865	1,445	15,601	0,417	1,671	18,036	0,482

Tabelle 6: Ermittlung spezifischer Kennwerte aus mechanischen Eigenschaften und dazugehöriger Dichte II

Variante	Dichte [g/cm ³]	Druckfestigkeit [MPa]	Kompressionsmodul [GPa]	Kennwert 4	Kennwert 5
500	0,720	17,409	0,436	24,179	0,605
501	0,659	19,758	0,559	29,982	0,849
502	0,633	17,673	0,550	27,919	0,869
510	0,748	16,389	0,578	21,911	0,772
511	0,622	14,933	0,561	24,008	0,902
512	0,587	12,646	0,444	21,543	0,757
520	0,718	12,968	0,267	18,061	0,372
521	0,601	15,264	0,472	25,398	0,785
522	0,616	16,996	0,481	27,592	0,780
600	0,835	24,575	0,594	29,431	0,712
601	0,616	18,904	0,539	30,688	0,875
602	0,616	19,382	0,626	31,464	1,017
610	0,765	14,015	0,387	18,320	0,506
611	0,783	30,069	0,846	38,402	1,080
612	0,745	25,135	0,767	33,738	1,029
620	0,745	6,774	0,232	9,093	0,311
621	0,796	30,675	0,859	38,536	1,079
622	0,754	24,843	0,723	32,948	0,959
700	0,933	26,417	0,673	28,314	0,722
701	0,873	39,914	1,043	45,721	1,195
702	0,832	33,305	0,883	40,030	1,062
710	0,826	9,440	0,200	11,429	0,242
711	0,906	43,085	1,053	47,555	1,163
712	0,863	37,441	1,053	43,385	1,220
720	0,841	18,439	0,483	21,925	0,574
721	0,903	42,911	1,030	47,520	1,141
722	0,865	36,178	1,059	41,824	1,225

3.7 Mikroskopaufnahmen

Die nun im Anschluss abgebildeten Aufnahmen sollen ein besseres Verständnis bezüglich der gewonnenen Ergebnisse vermitteln. Sie sollen die gesammelten Daten auf logische Weise widerspiegeln und erklären können. Im Folgenden werden vier charakteristische Varianten näher betrachtet. Diese stammen aus derselben Dichteklasse, sollten von daher ähnlich sein und unterscheiden sich lediglich durch ihren Expancel- oder MFC-Gehalt.

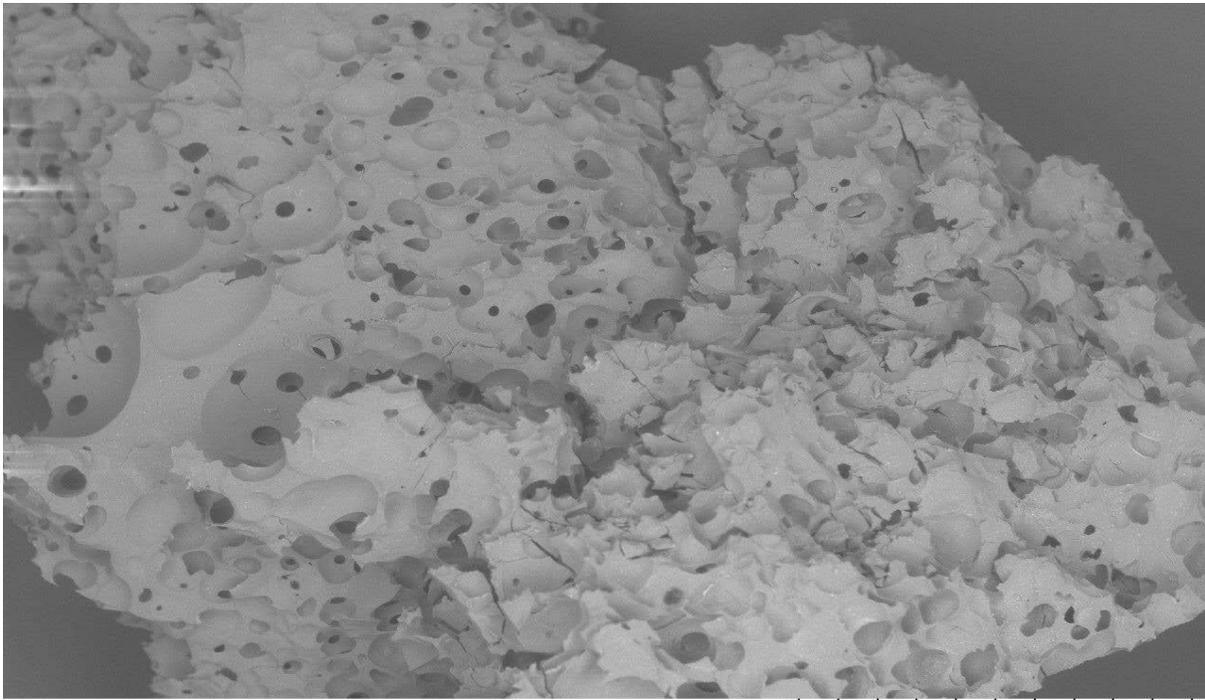
Variante „500“ bedeutet dass diese der Zieldichtegruppe 500kg/m^3 angehört, sowie weder Expancel noch MFC beinhaltet. Aus dieser 30-fachen Vergrößerung kann man sehen, dass sich verschiedenartige Hohlräume auch unter Abstinenz von Expancel bilden können (Abb.:25). Insgesamt wirken diese aber sehr spröde, unregelmäßig und scharfkantig. Auf hundertfacher Vergrößerung findet sich ein ähnliches Bild (Abb.:26). Sie zeigt ein Korallenartiges Relief, das keinem bestimmten Muster zu folgen scheint. Der Gedanke, dass eine einwirkende Kraft auf dieser Struktur kaum gleichmäßig verteilt werden könne, ist naheliegend. Tatsächlich waren die Proben denen weder Schäumungsmittel noch MFC beigemischt wurde, diejenigen die bei den mechanischen Prüfverfahren am schlechtesten abschnitten. Man kann den Schluss ziehen, dass die beobachteten Eigenschaften dieser Rezeptur von den Aufnahmen bestätigt werden.

Im Gegensatz zur Variante 500 verfügt die Variante 510 über einen Prozent mikrofibrillierte Cellulose im Trockenharz (Abb.:27). Auffällig ist hier die weitaus geringere Anzahl an Hohlräumen im Vergleich zu Variante 500. Generell wirkt die gesamte Oberfläche etwas „flacher“ als die der zuvor betrachteten Rezeptur. Dafür sind hier aber noch wesentlich mehr Risse zu sehen. Maßgebliche Beobachtung hier ist aber die Verteilung beziehungsweise Agglomeration der mikrofibrillierten Cellulose. Besonders im Bereich des Bildviertels rechts unten ist sie gut sichtbar, wahrzunehmen als Art „Erdhäufchen“. Anstatt sie wie gewollt auf die gesamte Leimmasse zu verteilen, scheint sie agglomeriert und teilweise Hohlräume aufgefüllt zu haben. Sinn und Zweck der Zugabe von MFC war es, mögliche einwirkende Kräfte im Verbund aufzunehmen und gleichmäßig zu verteilen zu können. Bei 100-facher Vergrößerung wird noch deutlicher erkennbar, dass dies nicht funktionieren kann (Abb.:28). Eine Gleichverteilung des MFC in der Leimmischung wurde offenstichtlich nicht erreicht. Offen bleibt allerdings

die Frage ob es entweder an einem unzureichenden oder fehlerhaften Mischverfahren, oder an einer Art Entmischungsprozesses während der Produktion liegt. Nichts desto trotz machte die Cellulose diese Mischung weitaus Zeitbeständiger, sie konnten zumindest über zwei Wochen hinweg gelagert werden, was beispielsweise bei Variante 500 sehr schwer zu bewerkstelligen war.

Die nächste betrachte Variante 501 soll einen Kontrast zur vorherigen Variante aufzeigen (Abb.:29). Sie verfügt über keine Nanocellulose, allerdings über ein Prozent Schäumungsmittel. Auf 30-facher Vergrößerung lässt sich noch nicht allzu viel erkennen, auffällig auf den ersten Blick sind hier aber die hohe Anzahl und die kleinen Durchmesser der entstandenen Poren. Das Schäumungsmittel scheint gut funktioniert zu haben, der betrachtete Körper wirkt weit homogener als dessen Vorgänger. Auf näherer Ebene betrachtet scheint sich diese Vermutung zu bestätigen (Abb.:30). Die Porengrößen variieren in einem gewissen Spektrum, wie vom Hersteller angegeben, sind aber weitaus gleichmäßiger verteilt und dimensioniert. Ein positiver Effekt im Sinne erhöhter mechanischer Kennwerte im Vergleich zu jenen Vorgängern ohne Expancel konnte hier eindeutig bemessen werden.

Variante 511, welche sowohl Expancel als auch MFC in einem Umfang von einem Prozent beinhaltet, schien schwer zu beurteilen (Abb.:31). Sie zeigt eine Porenverteilung die sehr ähnlich zu jener der Variante 501 ist, allerdings ist nicht ersichtlich inwiefern beziehungsweise wo sich die Nanocellulose manifestiert hat. Einerseits kann diese Tatsache optimistisch gedeutet werden, im Sinne einer guten, flächigen Verteilung. Andererseits zeigt es im Vergleich mit jenen ähnlichen Varianten ohne MFC kaum Unterschiede positiver Natur.

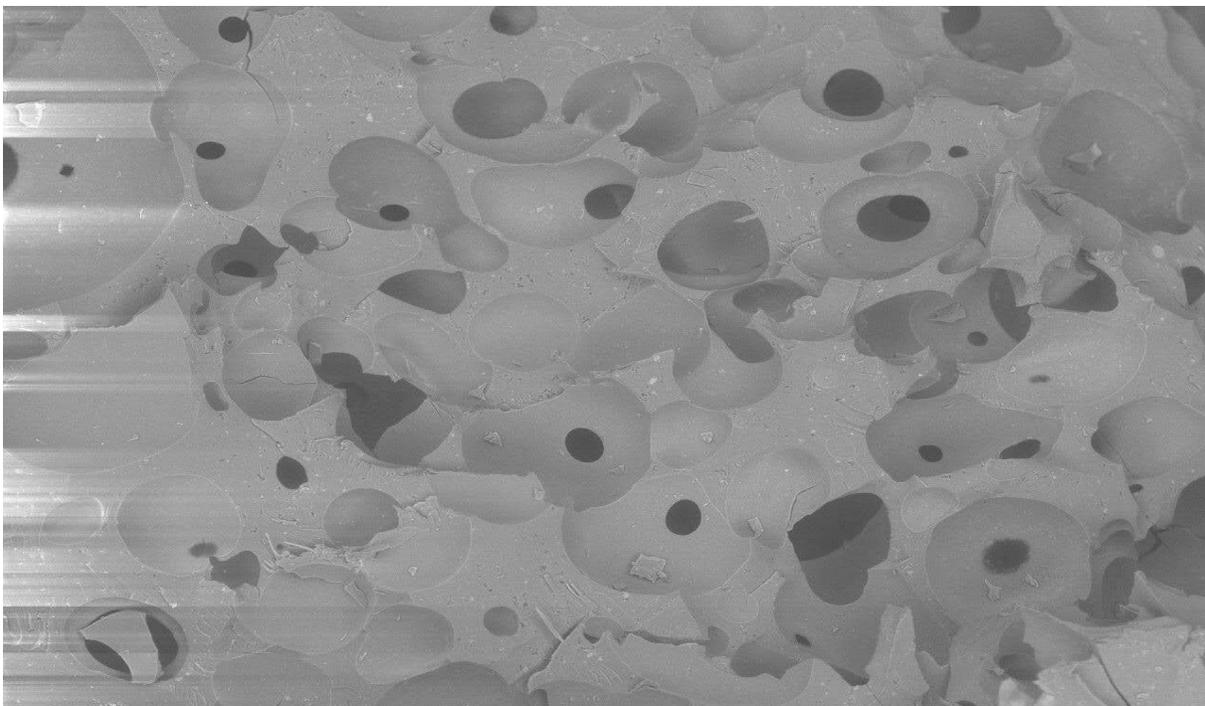


500

2016.04.13

AL D10,1 x30 2 mm

Abbildung 25: Aufnahme einer 0,5g/cm³,0% MFC,0% Expancel Variante bei 30-facher Vergrößerung (Variante 500)

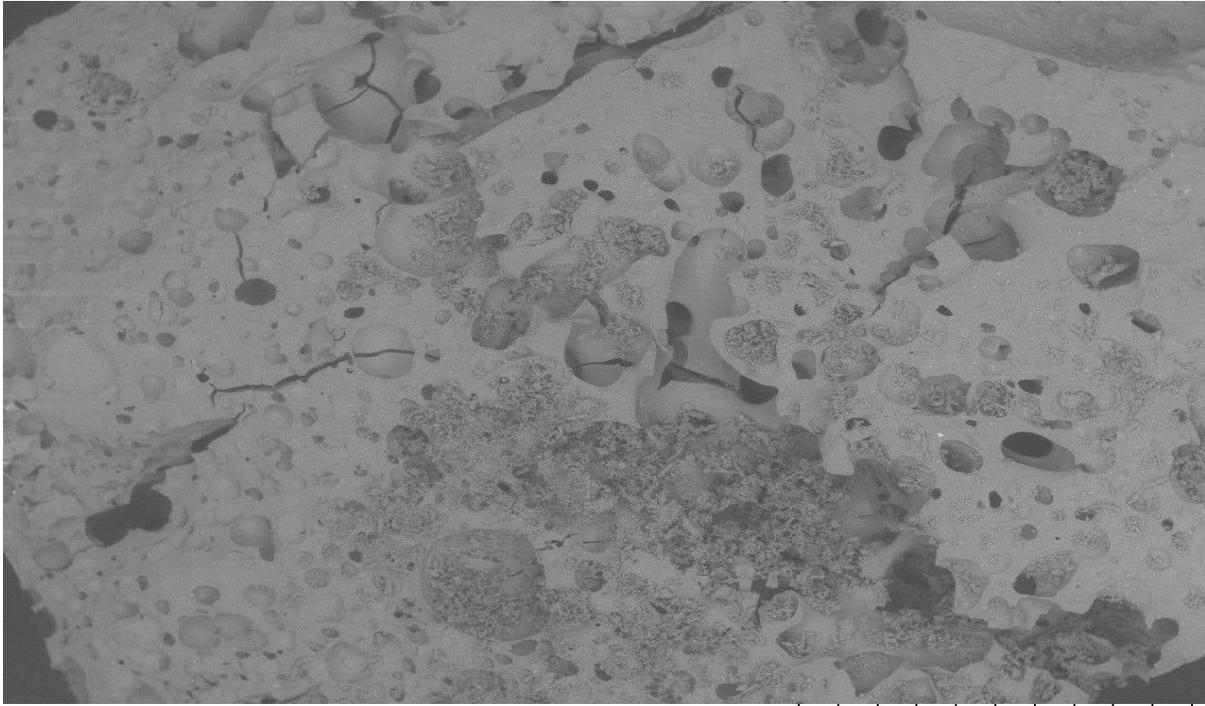


500

2016.04.13

AL D10,1 x100 1 mm

Abbildung 26: Aufnahme einer 0,5g/cm³,0% MFC,0% Expancel Variante bei 100-facher Vergrößerung (Variante 500)

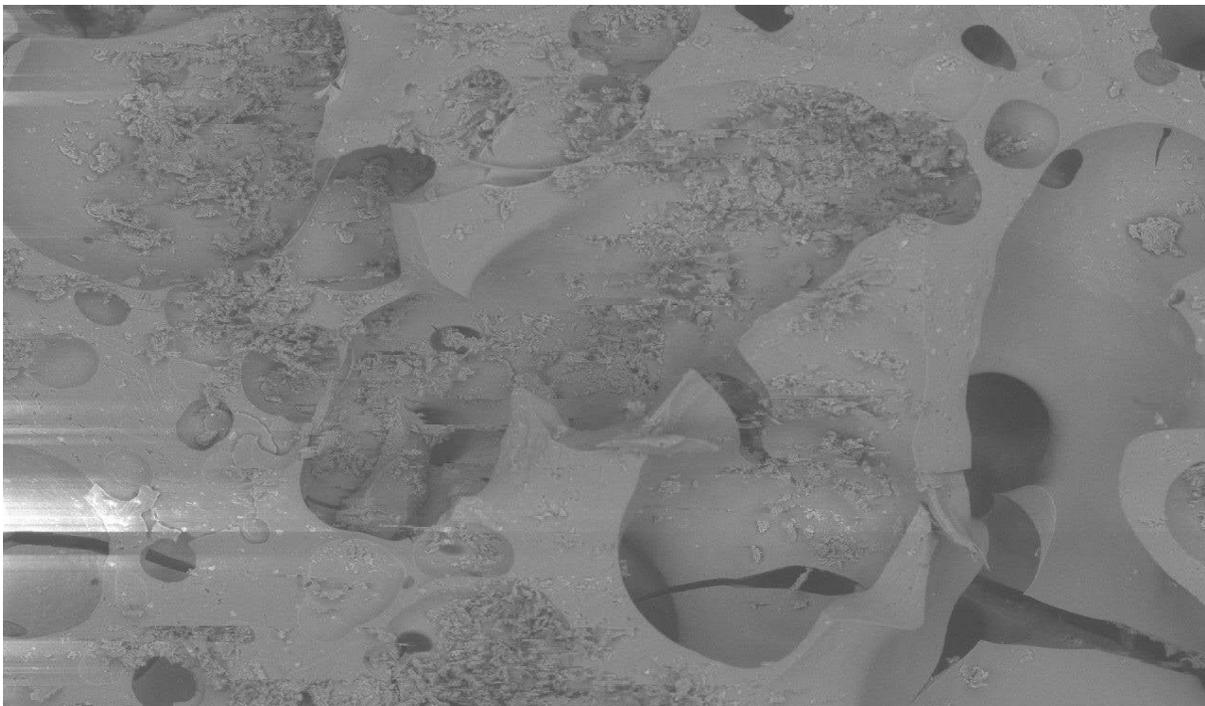


510

2016.04.13

AL D11,0 x30 2 mm

Abbildung 27: Aufnahme einer 0,5g/cm³,1% MFC,0% Expancel Variante bei 30-facher Vergrößerung (Variante 510)

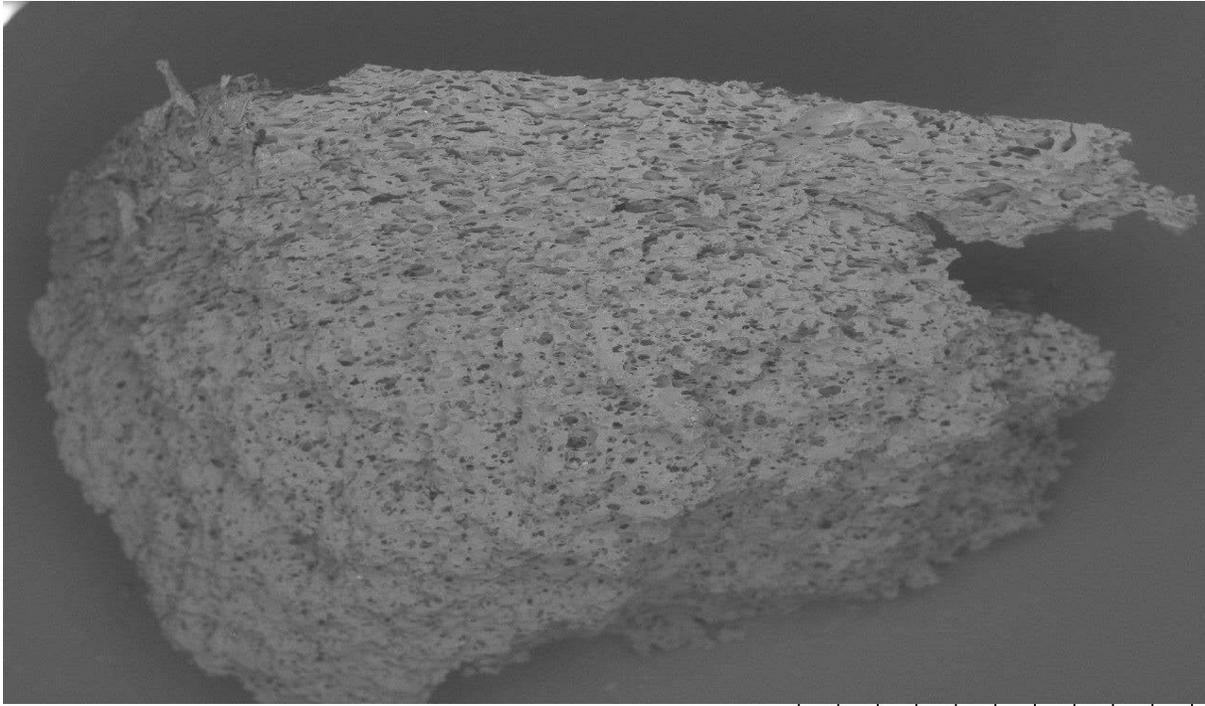


510

2016.04.13

AL D11,5 x100 1 mm

Abbildung 28: Aufnahme einer 0,5g/cm³,1% MFC,0% Expancel Variante bei 100-facher Vergrößerung (Variante 510)

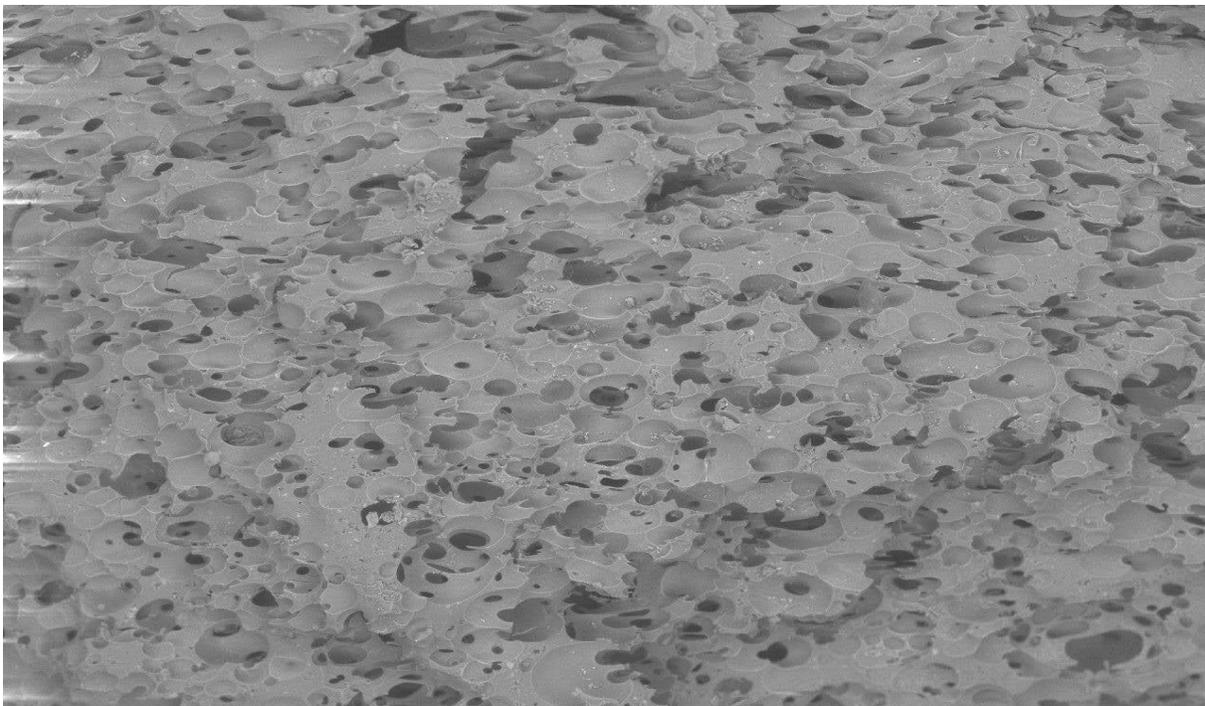


501

2016.04.13

AL D9,2 x30 2 mm

Abbildung 29: Aufnahme einer $0,5\text{g}/\text{cm}^3$, 0% MFC, 1% Expancel Variante bei 30-facher Vergrößerung (Variante 501)

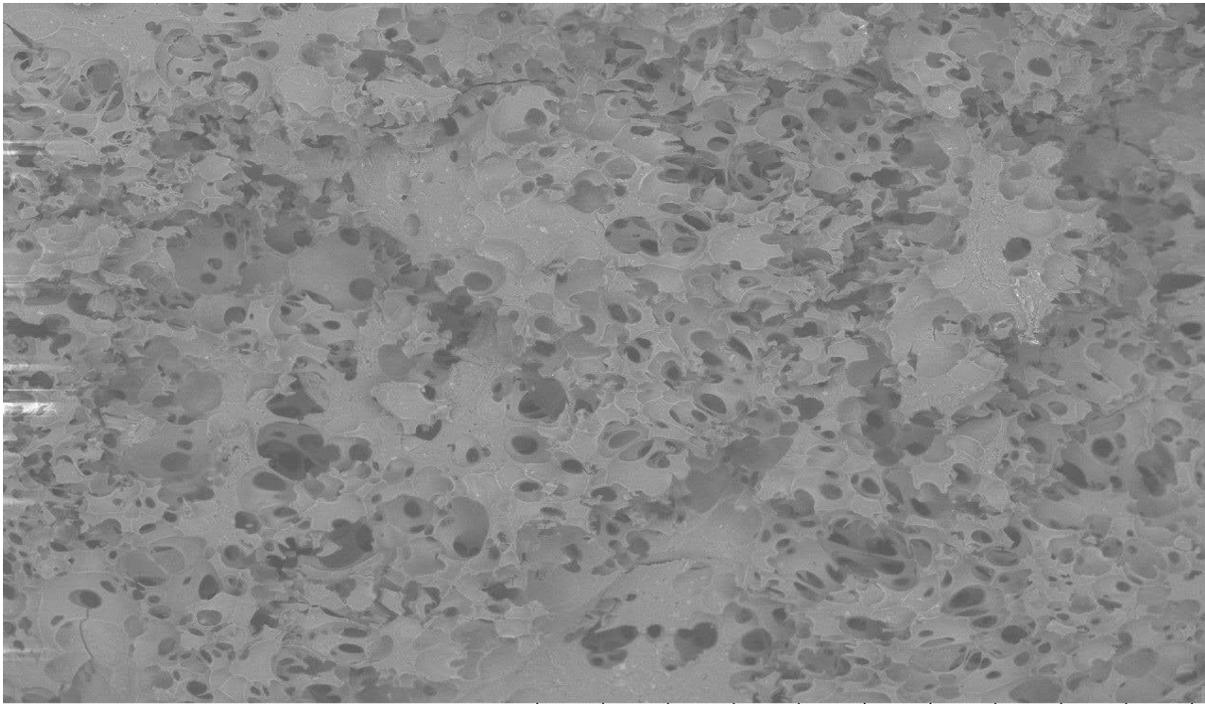


501

2016.04.13

AL D9,3 x100 1 mm

Abbildung 30: Aufnahme einer $0,5\text{g}/\text{cm}^3$, 0% MFC, 1% Expancel Variante bei 100-facher Vergrößerung (Variante 501)



511

2016.04.13

AL D11,1 x100

1 mm

Abbildung 31: Aufnahme einer 0,5g/cm³,1% MFC,1% Expancel Variante bei 100-facher Vergrößerung (Variante 511)

4. Diskussion

In diesem Abschnitt sollen die Ergebnisse im Kontext anderer Werte aus Literatur und Praxis verglichen und diskutiert werden.

Zunächst gilt es festzustellen, ob die mechanischen Kennwerte dieses MUF-MFC-Verbunds im Bereich des gebräuchlichen MUF-Harzes liegen oder davon abweichen. Da die Eigenschaften des ausgehärteten Harzes nicht nur von dessen Rezeptur, sondern ebenso von den Trocknungsbedingungen wie Temperatur und Verweilzeit abhängen ist es äußerst schwer vergleichbare Werte zu finden. Die Tatsache, dass im Zuge dieser Arbeit keine Zugversuche durchgeführt, und somit keine Elastizitätsmodule bestimmt wurden ist ein weiteres Hindernis [3].

Ein ansatzweise, mit Vorsicht zu vergleichendes Material liefert hingegen eine Publikation von Ma et. al. Im Zuge dieser Forschungsarbeit wurde ebenfalls ein MUF-Schaum hergestellt und charakterisiert, allerdings mit dem Unterschied das eine wesentlich komplexere Rezeptur zum Einsatz kam und keine Mikrofibrillierte Cellulose verwendet wurde. Unter Beimengung des Schäumungsmittels n-Pentan in Mengen zwischen 1,5% und 3,5% konnten weitaus geringere Dichten um die 100kg/m^3 erreicht werden. Expancel hingegen beinhaltet das durchaus ähnliche Isopentan, deren maximale räumliche Expansion jedoch zwecks einheitlicher Ausdehnung begrenzt ist. Der Einsatz eines Schäumungsmittels, welches bei Expansion räumlich nicht begrenzt ist, kann zu sehr hohen Porengrößen führen. Im Gegensatz zur hier bearbeiteten Forschungsarbeit konnte die Dichte direkt über die Zugabe von Schäumungsmittel gesteuert werden, was unter Beimengung von MFC wesentlich schlechter funktionierte. Die hierbei gewonnen Werte führen zu dem Schluss, dass eine abnehmende Dichte des Materials eine geringere mechanische Leistung bewirkt [11].

Aus der Ergebnisdarstellung ist ersichtlich, dass dieser Rückschluss in dieser Arbeit wohl kaum gültig ist. Es besteht kein zwingender, proportionaler Zusammenhang zwischen Dichte und mechanischer Leistung. Im Angesicht aller 0%-MFC Rezepturen kann durch den Einsatz von Expancel sowohl die Dichte reduziert als auch die mechanische Leistung geringfügig erhöht werden. Dies entspricht einem großen Vorteil des Expancels gegenüber dem freien n-pentan, da das n-pentan keine homogenen

Strukturen bildet. In Bezug auf die 1% und 2%-MFC Varianten scheint das Expancel in seiner Wirkung eingeschränkt. Diese Tatsache kann möglicherweise anhand zweier Beobachtungen erklärt werden:

- Das MFC wird im Zuge des Durchmischungsprozesses kaum gleichmäßig verteilt und trägt kaum etwas zur mechanischen Leistung bei.
- Das vom MFC gebundene Wasser im bereits ausgehärteten Verbundstoff verfälscht die tatsächliche Dichte, da auf Basis einer vollständigen Evaporation des Wassers kalkuliert wurde.

Diese Beobachtungen werden im Absatz 2.5, 2.6, 3.7, sowie in Abbildung 27 und 28 näher erläutert. Nichts desto trotz enthielten mit Ausnahme der Schlagzähigkeit, die leistungsstärksten Mischungen bezogen auf ihre Dichte alle mindestens 1% MFC. Weitere Recherche suggerierte, dass das Aggregieren des hydrophilen MFCs gar nicht das Problem in erster Linie war, sondern der unzureichende Durchmischungsprozess selbst. In der Forschungsarbeit von Peng et. al wurde ein Batch-Mixer verwendet um verschiedene Formen von Cellulose in eine Polyamid-Matrix einzubringen. Hierbei wurde besonders die schlechte Leistung des Verbunds in Bezug auf Schlagzähigkeit bemängelt. Gleichet man diese Aussage mit eigenen Werten ab, so erkennt man dass die absolut stärksten Varianten zwar MFC enthalten, im Verhältnis zur zugehörigen Dichte ist jedoch Variante 602 ohne MFC an der Spitze. Der Durchmischungsprozess der in dieser Arbeit zum Einsatz kam, kommt einem Chargenmischvorgang durchaus gleich. Man kann vermuten, dass große, wesentliche Einschnitte in der Leistung des Verbunds bedingt durch eine unvollkommene Durchmischung stattgefunden haben. Nun stellt sich die Frage, ob es gegenwärtig adäquate Mischungstechniken gibt. Peng et. al verweist auf Elektronenmikroskop-aufnahmen, die zeigen das sogenannte „spray-dried cellulose“ besser auf eine Polyamidmatrix verteilt werden konnte, und das vor allem ohne Agglomerationen. Grundgedanke der „getrockneten Cellulose“ ist es, das von der Cellulose gebundene Wasser abzutrennen, um hydrophile Interaktionen seitens der Cellulose auf ein Minimum zu begrenzen (Abb.:32). Um dem sogenannten Vorgang der „hornification“, einem weiteren Versuch der Cellulose nach dem Trocknungsprozess zu agglomerieren, möglichst zu verhindern, werden weitere Oberflächenmodifizierende

Verfahren eingesetzt. Dies wäre ein äußerst interessanter und vielversprechender Ansatz für eventuell folgende Versuchsreihen ähnlicher Natur [14].

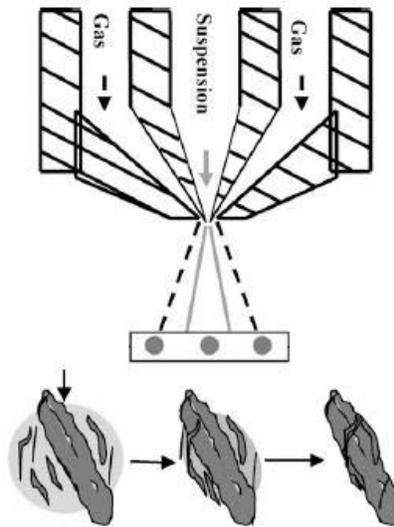


Abbildung 32: Schema des Spray-drying-prozesses

Des Weiteren fasste Islam et. al in einem Review über Modifikation von Nanocellulose zusammen, auf welchen Prinzipien die typische Agglomeration von Nanocellulose beruhte, und wie man diese im positiven Sinne einschränken könne. Aufgrund ihrer sehr geringen Abmessungen verfügt jede individuelle MFC-Faser über eine sehr hohe spezifische Oberfläche. Diese Tatsache bringt ein sehr hohes thermodynamisches Potential der Fasern mit sich. Um einen thermodynamisch stabileren Zustand zu erreichen, muss der betroffene Körper sein thermodynamisches Potential verringern, sprich dessen spezifische Oberfläche verringern. Nanocellulose verfügt über große Mengen an $-OH$ -Gruppen an deren Oberflächen, welche versuchen, einander über Wasserstoffbrücken zu verbinden. Dies führt unweigerlich zu Agglomeration und unerwünschten Ergebnissen in der Verbundmatrix. Grundprinzip für eine eventuelle Verbesserung ist hier das Aufbringen von stabilen, positiven oder negativen Ladungen auf Oberflächen von Nanocellulosefasern [8].

Im Falle der vorliegenden Prüfkörper kann man nach Einsicht der SEM-Bilder und der mechanischen Werte vermutlich nicht von einem Verbundwerkstoff reden, da kaum positive Synergien zwischen mikrofibrillierter Cellulose und den restlichen Komponenten zu erkennen waren. Es war äußerst schwer abzuschätzen ob das MFC und dessen

Matrix nun miteinander in einem zumindest partiellen Verbund standen oder nicht. Die herausragenden mechanischen Kennwerte der mikrofibrillierten Cellulose kommen schwerlich zur Geltung, da sie aufgrund ihrer Klumpen-förmigen Verteilung nur geringfügig in der Lage sind Kräfte aufzunehmen und gleichmäßig zu verteilen. Darüber hinaus bringt sie eine nicht unerhebliche Menge an Restwasser in die Matrix ein, was eines der eigentlichen Ziele dieser Arbeit, nämlich einen leichten Verbundwerkstoff herzustellen, nicht mehr realisierbar macht. Des Weiteren besteht ebenfalls der Verdacht, dass die MFC-Agglomerate die Funktion des Expancel an bestimmten Stellen räumlich einschränken.

Es gilt nochmals zu bemerken, dass die in dieser Forschungsarbeit eingesetzten Vorgänge, Rezepturen, Prozessparameter und weitere, im Zuge von Vorversuchen auserwählt und festgesetzt wurden. Ein Vorwurf, jene eingesetzte Methoden entsprächen nicht dem neusten Stand des Wissens, wären deshalb suboptimal und ineffizient, ist durchaus gerechtfertigt. Im Nachhinein kann so gut wie jedem bekannten Einflussfaktor unterstellt werden, dass er nicht optimal genutzt oder vermieden wurde. Besonders im Bereich der unmittelbaren Umgebung des Verbundwerkstoffes während des Aushärtens kann aus Sicht des Autors noch einiges verbessert werden. Die Holz-Form, in der das Harz während des drucklosen Pressvorgangs aushärtet, könnte maßgeblich für den hohen Restwassergehalt der gewonnenen Prüfkörper sein. Folgende Größen sind hierbei ausschlaggebend:

- Die spezifische Wärmekapazität der Form
- Die Wasserdurchlässigkeit der Form

So ist einerseits eine geringe spezifische Wärmekapazität von Nöten, um sicher zu gehen, dass die Temperatur der Form möglichst schnell derer der Pressplatten entspricht. Während die spezifische Wärmekapazität von Holz bei etwa $1,7 \text{ kJ}/(\text{kg}\cdot\text{K})$ liegt, so bieten sich einige andere Materialien an, welche über weitaus geringere spezifische Wärmekapazitäten verfügen. Die spezifischen Wärmekapazitäten verschiedener Formen von Glas liegen in etwa zwischen $0,5\text{-}0,8 \text{ kJ}/(\text{kg}\cdot\text{K})$, sprich es wird ungefähr nur halb so viel Wärme benötigt um die Temperatur der Form um 1°K zu erhöhen, als wie es bei einer Holz-Form der Fall wäre. Ebenfalls interessant

heranzuziehen wäre eine Form aus Kalksandstein, welcher eine spezifische Wärmekapazität von etwa $1 \text{ kJ}/(\text{kg}\cdot\text{K})$ aufweist [1].

Andererseits wird ebenfalls erwartet dass die verwendete Form äußerst Wasserdurchlässig ist, ohne dabei dessen Formbeständigkeit zu verlieren oder gar etwas von der Leimmischung aufzunehmen. Es besteht daher die Notwendigkeit, eine Form aus einem geeigneten Material, in einem gewissen Spektrum an Porosität zu erzeugen, die es dem siedenden Wasser erlaubt die Form über Poren zu verlassen, die sehr zähflüssige Leimmischung jedoch zurückzuhalten. Im Falle der in diesen Versuchsreihen eingesetzten Form, angefertigt aus einer Mitteldichten Faserplatte, konnte beobachtet werden, dass Wasser während des Aushärteprozesses bis zu einem gewissen Grad in die Form abtransportiert wurde. Allerdings zeichnete sich hier ein Bild von ungleichmäßigem Wassertransport ab. Jene Bereiche in der quadratischen Form, welche näher zum begrenzenden Holz-Rand lagen wiesen im Vergleich zu den Stellen im Bereich der Mitte der Form kaum sichtbare Dampfblasen auf (Abb.:33).



Abbildung 33: Verteilung der Bläschen an der Oberfläche einer ausgehärteten Probe

Diese Beobachtung suggeriert, dass eine Wasseraufnahme der Holz-Form zwar vorhanden war und funktionierte, jedoch nicht im hinreichenden und vor allem gleichmäßigen Maß stattfand. Zusätzlich muss man bedenken dass die nach oben offene Holz-Form, von einer Lage konventionellem, wasserundurchlässigem Backpapier bedeckt wurde. Nach Vollendung des Aushärteprozesses konnte stets beobachtet werden, dass die Oberfläche des Backpapiers mit einem Film aus Wasser bedeckt war. Wenn man sich den Hohlraum der Form dreidimensional vorstellt so stellt man fest, dass die Ober- und Unterseite der Form die jeweils Flächengrößten sind. Problem hierbei ist, dass exakt diese Bereiche es nicht erlauben Wasser abzutransportieren. Im Falle der Unterseite befindet sich zwar noch ein dünner „Holz-Boden“ von einem Millimeter Stärke dazwischen, dennoch war kaum ein Unterschied zwischen Ober- und Unterseite der Prüfkörper zu differenzieren. Ein erhebliches Problem im Bereich der Bodenplatte war die Gegebenheit, dass sich große Wasserdampfblasen auf der Unterseite des Prüfkörpers bildeten, die sich nur langsam verflüchtigen konnten (Abb.:34). Dies führte dazu dass die ausgehärteten Prüfkörper niemals vollständig gerade waren, sondern seitlich betrachtet immer etwas nach oben geschwungen waren, was sich während der Lagerung im Klimaraum noch weiter verstärkte. Nichts desto trotz ist es der Verdienst der mikrofibrillierten Cellulose, dass die Prüfkörper überhaupt gelagert werden konnten.



Abbildung 34: Wasserdampfdruck im Zuge des Aushärteprozesses

Eine zusätzliche Problematik in Bezug auf das in der Leimmischung enthaltene Wasser war jene, als dass das Temperaturprofil der Mischung im Verlauf der Aushärtung schlagartig einbrach und nur langsam wieder anstieg. Dieser Temperatureinbruch tritt ein wenn das Wasser zu kochen beginnt. Dies stellt

möglicherweise einen weiteren Störfaktor dar, der einer Produktion eines vollständig gleichmäßigen Produkts im Wege steht.

Ein möglicher Ansatz wäre die Herstellung einer feinporigen Form mit Hilfe eines Sinterverfahrens. So könnte man aus beispielsweise keramischen Materialien eine schnell erhitzbare, wasserdurchlässige und formbeständige Form produzieren. Die Tatsache, dass die Form zerstört werden muss um die fertigen Prüfkörper wieder herauszubekommen, vermag die Motivation der Herstellung einer weitaus komplizierteren und gewiss auch teureren Form schmälern. Es liegt auf der Hand, dass eine Großproduktion von MFC-verstärkten Leimen in diesem Produktionsmuster wohl kaum ökonomisch wäre [13].

Zusammengefasst kann man behaupten, dass das in der Leimmischung enthaltene Wasser ein beachtliches Problem darstellt. Da eine Beimengung von MFC in Leimmischungen bis auf einige wenige Ausnahmen immer zu einem insgesamt verbesserten Ergebnis geführt hat, könnte man annehmen dass jene hergestellte Prüfkörper unter Abwesenheit ihres Restwassergehalts wohl wirklich herausragende mechanische Eigenschaften im Verhältnis zu ihrer nun reduzierten Dichte aufweisen würden. Da dieses Leimsystem ein wasserbasiertes ist, ist es vermutlich nicht möglich unter vollständigem fernbleiben von Wasser zu arbeiten. Zwei mögliche Ansatzpunkte lassen sich festlegen:

- Möglichst weitgehende Reduktion von Wasser in den Eingangskomponenten
- Umfassende Elimination von Wasser aus der Leimmischung während des Produktionsvorgangs

Wobei ersteres durch den Einsatz von „spray-dried Cellulose“ und einer Abänderung der Rezeptur realisierbar wäre, zweiteres durch eine Optimierung von Prozessparametern und dem Formgebenden Medium.

5. Zusammenfassung

Eine positive Wirkung des Einsatzes von MFC lässt sich trotzdem nicht bestreiten. Aus Abschnitt 3.6. ist ersichtlich, dass die leistungsstärksten Varianten im Verhältnis zu ihrer Dichte mit Ausnahme des Aspektes der Schlagzähigkeit stets MFC beinhalteten. In den meisten Fällen führte die Zugabe von MFC zwar zu einer erhöhten mechanischen Leistung, dies aber immer einhergehend mit einer Erhöhung der Dichte. Dennoch wird letzteres von der zugewonnenen mechanischen Leistung überwogen, und so entsteht ein geringfügig besseres Performance- zu Dichteverhältnis. Dies unterstreicht das enorme Potential das im Einsatz der mikrofibrillierten Cellulose liegt. So konnte bereits unter äußerst suboptimalen Bedingungen ein Material geschaffen werden, das geradezu leistungsfähiger war, wenn auch nur marginal.

Die im Zuge dieser Studie gebildete Hypothese kann weitestgehend angenommen werden, auch wenn die tatsächlichen Steigerungen der mechanischen Leistungsfähigkeit weitaus geringer ausfielen als erwartet.

Die erste und wichtigste Forschungsfrage kann im überwiegend positiven Sinne beantwortet werden, wenn auch mit einigen Abstrichen.

Die zweite Forschungsfrage kann zweifelsfrei im positiven Sinne beantwortet werden, da das Schäumungsmittel Expancel beachtlich zur mechanischen Leistung beitrug.

Die dritte und letzte Forschungsfrage muss leider negativ beantwortet werden, da es aufgrund der Fehlkalkulation zu Beginn der Versuche sowie dem unterschätzten Restwassergehalt der Prüfkörper nicht möglich war idente und präzise Dichten zu erreichen.

Nichts desto trotz ist eine Vielzahl an weiteren Versuchen beziehungsweise Modellierungen notwendig um eine Produktion eines MFC-verstärkten MUF-Schaums auf sinnvolle Art und Weise vorantreiben zu können. Die wesentlichen Eckpunkte sind hierbei der hohe Wassergehalt der Rezepturen und die mangelhafte Dispersion des MFCs in der Mischung. Die wie in Abschnitt 3.6 bestimmten „spezifischen Kennwerte“ könnten durch geringfügige Reduktion von Wasser im Endprodukt bereits drastisch verbessert werden.

Literaturverzeichnis

1. Chemie.de. (2017). *Spezifische Wärmekapazität*. Abgerufen am 17. Januar 2017 von:
http://www.chemie.de/lexikon/Spezifische_W%C3%A4rmekapazit%C3%A4t.html
2. Dufresne, A. (2013). Nanocellulose: a new ageless bionanomaterial. *Materials Today Volume 16*, S. 220-227.
3. Dunky, M., & Niemz, P. (2002). *Holzwerkstoffe und Leime*. Berlin: Springer.
4. Eichhorn, S., Dufresne, A., Aranguren, M., Marcovich, N., Capadona, J., Rowan, S., et al. (2010). Review: current international research into cellulose nanofibres and nanocomposites. *J Mater Sci Volume 45*, S. 1–33.
5. Gindl-Altmutter, W. (2012). VO Composite - Vorlesungsunterlagen. BOKU Wien.
6. Gindl-Altmutter, W. (2015). VO Naturfaserrohstoffe - Vorlesungsunterlagen. BOKU Wien.
7. Gindl-Altmutter, W., & Veigel, S. (kein Datum). Nanocellulose-modified wood adhesives.
8. Islam, M., Alam, M., & Zoccola, M. (2013). Review on Modification of Nanocellulose for Application in Composites. *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology Volume 2*, S. 5444-5451.
9. Josset, S., Orsolini, P., Siqueira, G., Tejado, A., Tingaut, P., & Zimmermann, T. (2014). Energy consumption of the nanofibrillation of bleached pulp, wheat straw and recycled newspaper through a grinding process. *Nordic Pulp & Paper Research Journal Volume 29*, S. 167-175.
10. Lee, K.-Y., Aitomäki, Y., Berglund, L., Oksman, K., & Bismarck, A. (2014). On the use of nanocellulose as reinforcement in polymer matrix composites. *Composites Science and Technology Volume 105*, S. 15-27.

11. Ma, Y., Zhang, W., Wang, C., Xu, Y., Li, S., & Chu, F. (2013). Preparation and Characterization of Melamine Modified Urea-Formaldehyde Foam. *Intern. Polymer Processing Volume 28*, S. 188-198.
12. Mautner, A. (Januar 2016). Green Materials - Nanocellulose. *Plus Lucis*, S. 45-48.
13. Otto, C., Handge, U., Abetz, V., & Aschenbrenner, O. (2016). *Patentnr. EP 2982492 B1*.
14. Peng, Y., Han, Y., & Gardner, D. (2012). Spray-drying cellulose nanofibrils: Effect of drying process parameters on particle morphology and size distribution. *Wood and Fiber Science Volume 44*, S. 1-14.
15. Schurz, J. (1980). Die Struktur der Zellulose. *Lenzinger Berichte Volume 49*, S. 15-24.
16. Stoeckel, F., Konnerth, J., & Gindl-Altmutter, W. (2013). Mechanical properties of adhesives for bonding wood - A review. *International Journal of Adhesion & Adhesives Volume 45*, S. 32-41.
17. Veigel, S., Müller, U., Keckes, J., Obersriebnig, M., & Gindl-Altmutter, W. (2011). Cellulose nanofibrils as filler for adhesives: effect on specific fracture energy of solid wood-adhesive bonds. *Cellulose Volume 18*, S. 1227-1237.
18. Veigel, S., Rathke, J., Weigl, M., & Gindl-Altmutter, W. (2012). Particle Board and Oriented Strand Board Prepared with Nanocellulose-Reinforced Adhesive. *Journal of Nanomaterials Volume 2012*.

Materialen, Geräte & Software

Prefere 4430.....	http://www.dynea.com/
Prefere 4866.....	http://www.dynea.com/
Härter GBQ.....	http://www.dynea.com/
Expancel 031 WUF 40.....	http://www.akzonobel.com/
Mikrofibrillierte Cellulose.....	http://www.empa.ch/
Dispergierer Ultra-Turrax T18B.....	http://www.ika.de/
Stabmixer Braun Multiquick 3.....	http://www.braun.de/
Temperaturfühler PCE-T390.....	http://www.pce-instruments.com/
Messuhr Mitutoyo C125B.....	http://www.mitutoyo.co.jp/
Rasterelektronenmikroskop Hitachi TM3030.....	http://www.hitachi-hightech.com/
Presse Langzauner LZT-OK 175L.....	http://www.langzauner.at/
Darrschrank Memmert UF55.....	http://www.memmert.com/
Zwick 020.....	http://www.zwick.de/
Zwick HIT50P.....	http://www.zwick.de/
Statistiksoftware SPSS21.....	http://www.sas.com/

2.8 Mikroskopische Untersuchung

Nach abgeschlossener quantitativer Messung wurde nun ein Blick auf die verbleibenden Prüfkörper geworfen. Ziel dessen war es, auf qualitative Weise festzustellen ob die gewünschte Durchmischung, sowie eine zufriedenstellende Porengröße- und Verteilung vorhanden war. Hierfür wurde ein HITACHI TM3030 Rasterelektronenmikroskop eingesetzt (Abb.:9). Eine ausführliche Darstellung der Aufnahmen findet sich in der Ergebnisdarstellung.



Abbildung 9: Das Hitachi TM3030 Rasterelektronenmikroskop