



Masterarbeit

# **Bohrschlamm als Füllstoff in thermoplastischen Kunststoffen**

verfasst von

Martin Johannes Begusch, BSc



Vorstand: Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Clemens Holzer

Leoben, Juli 2013

## **Eidesstattliche Erklärung**

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

## **Affidavit**

I declare in lieu of oath, that I wrote this thesis and performed the associated research myself, using only literature cited in this volume.

---

Datum

---

Unterschrift

## **Danksagung**

Besonderer Dank gilt dem Leiter des Lehrstuhls für Kunststoffverarbeitung der Montanuniversität Leoben, Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Clemens Holzer, für das Zustandekommen und die Begutachtung der Masterarbeit.

Mein aufrichtiger Dank gilt vor allem folgenden Personen:

Dipl.-Ing Andreas Witschnigg für die ausgezeichnete Betreuung, Unterstützung und Zusammenarbeit.

Alexander Eder für die Hilfe beim Compoundieren der Materialmischungen.

## Kurzfassung

Ziel dieser Arbeit war die Einarbeitung von drei verschiedenen aufbereiteten Bohrschlammtypen in drei unterschiedliche thermoplastische Kunststoffmatrizen mit drei unterschiedlichen Füllgraden, sowie die Bestimmung der mechanischen und rheologischen Eigenschaften dieser Mischungen. Die Grundpolymere bildeten ein Polypropylen (PP) HC600TF (Borealis), ein Polystyrol (PS) 168 N (Styrolution) und ein Polyvinylchlorid (PVC) Decelith 65138 glasklar 0211 (Polyplast CW). Das PVC ist ein Weich-PVC, welches bereit zur Verarbeitung ist und im Bereich von Kabelummantelungen sowie zur Produktion von Profilen und Schläuchen angewendet wird. Die drei Füllstoffe wurden per Hammermühle, Rüttelsieb (Shaker) und Zentrifuge aufbereitet und wiesen unterschiedliche Konzentrationen an Wasser/Öl auf. Durch Kombination der Polymermatrizen mit den drei Füllstoffen bei drei unterschiedlichen Füllgraden ergaben sich somit 27 Compounds und drei Nullproben die hinsichtlich verschiedenster Materialeigenschaften untersucht wurden.

Diese Materialien wurden, bezüglich des rheologischen Aspekts, zum einen mittels Rotations-Schwingungs-Rheometer, in Kegel-Platte Ausführung, zur Ermittlung der komplexen Viskosität untersucht und zum anderen per Rheotens-Test die Schmelzesteifigkeit der Kunststoffstränge bestimmt.

Die mechanischen Eigenschaften der Bohrschlamm-Compounds wurden durch Zug- und Kerbschlagbiegeversuch nach Charpy ermittelt.

Weitere materialspezifische Stoffdaten wurden per thermogravimetrischer Analyse (TGA), Differential Scanning Calorimetry (DSC) und Glühverlustmessung ermittelt.

Im rheologischen Bereich zeigte der Hammermühlen-Füllstoff, insbesondere bei der Kombination mit PP, bei den unterschiedlichen Füllstoffgraden die besten Materialeigenschaften. Diese Materialkombination verringert die Viskosität um bis zu 92 % gegenüber dem reinen Polypropylen. Auch bei der Rheotensuntersuchung zeichnet sich der Hammermühlen Füllstoff durch die geringste Abnahme der Schmelzesteifigkeit aus.

In puncto mechanischer Eigenschaften konnte im Bereich der Kerbschlagbiegeprüfung bei den mit 10 Gew.-% gefüllten PVC Materialien bessere Werte detektiert werden als dies beim reinen PVC der Fall ist. Beim Zugversuch ergab die Untersuchung der Compounds bei allen Füllgraden und Polymertypen eine Erhöhung der E-Moduln, um 4 % bis 243 %, sowie eine mit steigendem Füllstoffgehalt stetige Abnahme der Zugfestigkeit.

Das Fazit dieser Arbeit ist, dass die Einarbeitung von Bohrschlamm durch Compoundierung problemlos möglich ist. Der Einsatz von Bohrschlamm als Füllstoff in thermoplastischen Kunststoffen ist vom rheologischen und mechanischen Aspekt gesehen empfehlenswert. Es ist jedoch darauf zu achten, dass die Aufbereitungsart des Füllstoffs erheblichen Einfluss auf die Performance des Thermoplasten hat.

## Abstract

The aim of this work was the incorporation of three different cuttings in three thermoplastic matrices at three different loading levels and the determination of the mechanical and rheological properties of these compounds. The base polymers used were a polypropylene (PP) HC600TF (Borealis), a polystyrene (PS) 168 N (Styrolution) and a polyvinyl chloride (PVC) Decelith 65138 glasklar 0211 (Polyplast CW). The PVC is a flexible PVC, which is ready for processing and is used in the field of cable sheaths and for the production of profiles and hoses. The three fillers were prepared by hammer mill, shaker and centrifuge and had different concentrations of water/oil. By combining the polymer matrices with the three fillertypes at three different loading levels 27 compounds and three zero samples were produced and tested, regarding diverse material properties.

These composites were investigated on one hand by a rotation-oscillation rheometer in cone-plate design to measure the complex viscosity. On the other hand by a rheotens investigation the elongational behavior of the melt strands was determined.

The mechanical properties of the cutting compounds were determined by tensile and Charpy impact test.

Other specific material data were determined by thermogravimetric analysis (TGA), differential scanning calorimetry (DSC) and ignition loss measurement.

In rheological aspect, the hammer mill filler could particularly mark up in combination with PP at the different loading levels. This combination of materials reduces the viscosity by up to 92 % compared to pure polypropylene. Even regarding the rheotens investigation the hammer mill filler is characterized by the smallest decrease in melt stiffness.

In term of mechanical properties the Charpy impact test showed better values of the compounds with a filler content of 10 wt.-% than for pure PVC. Regarding the tensile test, the investigations of the compounds revealed in all polymer types and loading levels an increase in the elastic moduli from 4 % up to 243 % and a continuous decrease in tensile strength with increasing filler content.

The conclusion of this work is, that the incorporation of cuttings is easily possible by compounding. The use of cuttings as filler in thermoplastics is by rheological and mechanical aspect recommendable. However, it is important to take care that the preparation type of the filler has a significant impact on the performance of thermoplastics.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG .....</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>THEORETISCHE GRUNDLAGEN .....</b>	<b>2</b>
2.1	THERMOPLASTISCHE KUNSTSTOFFE.....	2
2.2	HERKÖMMLICHE FÜLLSTOFFE .....	2
2.3	BOHRSCHLAMM.....	3
<b>3</b>	<b>EXPERIMENTELLER TEIL.....</b>	<b>4</b>
3.1	MATERIALIEN.....	4
3.2	COMPOUNDIERUNG.....	6
3.4	PROBEKÖRPERHERSTELLUNG .....	8
3.5	GLÜHVERLUSTBESTIMMUNG .....	9
3.6	ROTATIONS-SCHWINGUNGS-RHEOMETER .....	9
3.7	RHEOTENS 71.97 .....	11
3.8	KERBSCHLAGBIEGEVERSUCH NACH ISO 179.....	15
3.9	ZUGVERSUCH NACH ISO 527 .....	15
3.10	THERMOGRAVIMETRISCHE ANALYSE – TGA .....	16
3.11	DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY – DSC.....	17
<b>4</b>	<b>ERGEBNISSE UND DISKUSSION .....</b>	<b>18</b>
4.1	GLÜHVERLUSTBESTIMMUNG .....	18
4.2	ROTATIONS-SCHWINGUNGS-RHEOMETER .....	19
4.2.1	<i>PP .....</i>	<i>19</i>
4.2.2	<i>PVC.....</i>	<i>24</i>
4.2.3	<i>PS.....</i>	<i>28</i>
4.2.4	<i>Zusammenfassung der Viskositätsergebnisse .....</i>	<i>32</i>
4.3	RHEOTENS .....	32
4.3.1	<i>PP.....</i>	<i>33</i>
4.3.2	<i>PVC.....</i>	<i>35</i>
4.3.3	<i>PS.....</i>	<i>38</i>
4.3.4	<i>Zusammenfassung der Rheotens Ergebnisse .....</i>	<i>41</i>
4.4	KERBSCHLAGBIEGEVERSUCH.....	42
4.4.1	<i>PP.....</i>	<i>42</i>
4.4.2	<i>PVC.....</i>	<i>43</i>
4.4.3	<i>PS.....</i>	<i>44</i>
4.4.4	<i>Zusammenfassung der Ergebnisse des Kerbschlagbiegeversuchs.....</i>	<i>45</i>
4.5	ZUGVERSUCH .....	46
4.5.1	<i>PP.....</i>	<i>46</i>
4.5.2	<i>PVC.....</i>	<i>47</i>
4.5.3	<i>PS.....</i>	<i>48</i>
4.5.4	<i>Zusammenfassung der Zugversuche .....</i>	<i>49</i>
4.6	TGA - THERMOGRAVIMETRISCHE ANALYSE .....	50
4.6.1	<i>PP.....</i>	<i>50</i>
4.6.2	<i>PVC.....</i>	<i>52</i>
4.6.3	<i>PS.....</i>	<i>54</i>
4.6.4	<i>Zusammenfassung der TGA-Ergebnisse .....</i>	<i>56</i>
4.7	DSC – DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY .....	56
4.7.1	<i>PP.....</i>	<i>56</i>
4.7.2	<i>PS.....</i>	<i>58</i>
4.7.3	<i>PVC.....</i>	<i>59</i>
4.7.4	<i>Zusammenfassung der DSC-Ergebnisse .....</i>	<i>59</i>
<b>5</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG .....</b>	<b>60</b>
<b>6</b>	<b>LITERATURVERZEICHNIS .....</b>	<b>63</b>
<b>7</b>	<b>ABKÜRZUNGEN UND SYMBOLE.....</b>	<b>64</b>

1. Einleitung und Zielsetzung

---

<b>8</b>	<b>TABELLENVERZEICHNIS .....</b>	<b>66</b>
<b>9</b>	<b>ABBILDUNGSVERZEICHNIS .....</b>	<b>68</b>
<b>10</b>	<b>ANHANG .....</b>	<b>70</b>
10.1	DSC DIAGRAMME .....	70
10.2	VERWENDETE GERÄTE.....	74
10.3	MATERIALDATENBLÄTTER .....	75

## 1 Einleitung und Zielsetzung

Der Recyclingboom der letzten zwei Jahrzehnte erobert und eröffnet immer mehr Bereiche der Kunststoffbranche. Neben dem klassischen Polymer-Recycling, z.B. PET-Flaschen, ergeben sich im Gebiet des Compoundierens weitere neue Möglichkeiten durch Einarbeitung von sogenanntem „Waste Material“. Fortwährend sollen Stoffe neue Wege, als „Wertstoffe“, im Bereich des Recyclings beschreiten, was neben Kostengründen auch oftmals auf das Verlangen der Öffentlichkeit nach „grünere Produkten“ zurückzuführen ist. Diese Wertstoffe sollen somit als Rohstoff für diverse Anwendungen dienen, was zu einer Verlängerung der Lebensdauer des Wertstoffes führt.

Da Kunststoffe in den verschiedensten Varianten existieren, sind diese aus dem täglichen Leben nicht mehr wegzudenken. Mit traditionellen Werkstoffen, wie Metall und Holz, wären viele technische Entwicklungen wie beispielhaft in der Luft- und Raumfahrt, im Automobilbau, der Textilindustrie oder in der Elektro- und Kommunikationstechnik nicht realisierbar. Polymere Werkstoffe zeichnen sich besonders durch ihren günstigen Preis, ihr breit gefächertes Eigenschaftsspektrum sowie die relativ einfache Formgebung aus. Die unterschiedlichsten Kunststoffvarianten und -produkte bieten somit die besten Bedingungen mit „Waste Material“ Kunststoffe zu modifizieren und meist kostengünstig in entsprechenden Bereichen der Kunststoffwelt unterzubringen.

Ein sogenanntes „Waste Material“ ist Bohrschlamm, auch Cutting genannt, welcher sowohl an Land als auch auf See bei der Suche nach Erdöl und Erdgas zu Tage gefördert wird. Dieser Schlamm, welcher ein Gemenge aus Wasser, Gestein, synthetischem Kühl- und Spülöl ist, wird bis dato als Abfallstoff gesehen und nach entsprechender Aufbereitung verbrannt, womit für die jeweiligen Firmen Kosten entstehen und zusätzlich die Umwelt durch die thermische Entsorgung belastet wird.

Ziel dieser Masterarbeit war die Einarbeitung von drei unterschiedlich aufbereiteten Bohrschlämmen in drei Polymertypen bei drei verschiedenen Füllstoffgraden mit einem Doppelschneckenextruder. Mittels Kegel-Platte-Rheometer und Rheotens-Test sollten die komplexe Viskosität sowie die Schmelzesteifigkeit bestimmt werden. Kerbschlagbiegeversuch nach Charpy und Zugversuch wurde verwendet um die mechanischen Eigenschaften der insgesamt 27 Cutting-Compounds zu messen. Diverse Analysemethoden wie DSC, TGA und Glühverlust sollten weitere Stoffdaten liefern. Schlussendlich war eine Aussage bezüglich der besten Aufbereitungsart des Bohrschlammes auf Grundlage sämtlicher Messergebnisse zu treffen.



## 2 Theoretische Grundlagen

### 2.1 Thermoplastische Kunststoffe

Die Thermoplaste sind neben den Elastomeren und Duroplasten wohl die Kunststoffgruppe mit dem breitesten Anwendungsspektrum. Die Relevanz für die Masterarbeit bestand darin, dass es sich bei Thermoplasten zumeist um Massenkunststoffe handelt und zum anderen die Einbringung von Füllstoffen in Thermoplaste sehr gut möglich ist. Die besondere Fähigkeit der Thermoplaste besteht darin, dass diese durch genügend Wärmezufuhr plastisch verformbar oder schmelzflüssig werden, jedoch nach Abkühlung auf Normaltemperatur wieder fest und belastbar sind. Diese, durch kombiniertes Erwärmen und Abkühlen verursachten Zustandsänderungen lassen sich beim gleichen Material mehrfach wiederholen. Ihr Verhalten lässt sich vom Molekülaufbau ableiten, der eine räumlich unvernetzte Kettenstruktur voraussetzt. Wohl besitzen Thermoplastmoleküle je nach chemischer Struktur verschiedene Gestalt, doch zwischen ihren Ketten wirken lediglich Nebervalenzkräfte. Die Erweich- bzw. Schmelzbarkeit der Thermoplaste bringt Vor- und Nachteile. So sind Formteile und Halbzeuge aus Thermoplasten z.B. schweißbar, oder es lassen sich Betriebsabfälle recyceln. Nachteilig ist, dass eine beim Erwärmen auftretende Erweichung die Einsatztemperaturen für einige Thermoplaste, vor allem bei gleichzeitiger Einwirkung von Kräften, nach oben stark begrenzt [9]. In Bezug auf die Masterarbeit ist die Einmischung von Füllstoffen in Thermoplastmatrizen sehr gut möglich und es handelt sich hierbei um Massenkunststoffe mit einem geringen Materialpreis.

Bei den Thermoplasten unterscheidet man nach der Ordnung, in welcher sich die Makromoleküle befinden, zwischen amorphen und teilkristallinen Thermoplasten. Die Fadenmoleküle der amorphen Thermoplaste sind völlig ungeordnet und ineinander verschlungen. Teilkristalline Thermoplaste zeichnen sich dadurch aus, dass Teilbereiche der Makromoleküle in einer bestimmten Ordnung vorliegen, z.B. im einfachsten Fall in einer parallelen Ausrichtung von Molekülfadenstücken [9]. Die fadenförmige amorphe und teilkristalline Struktur von Thermoplasten ist in Abbildung 1 dargestellt.

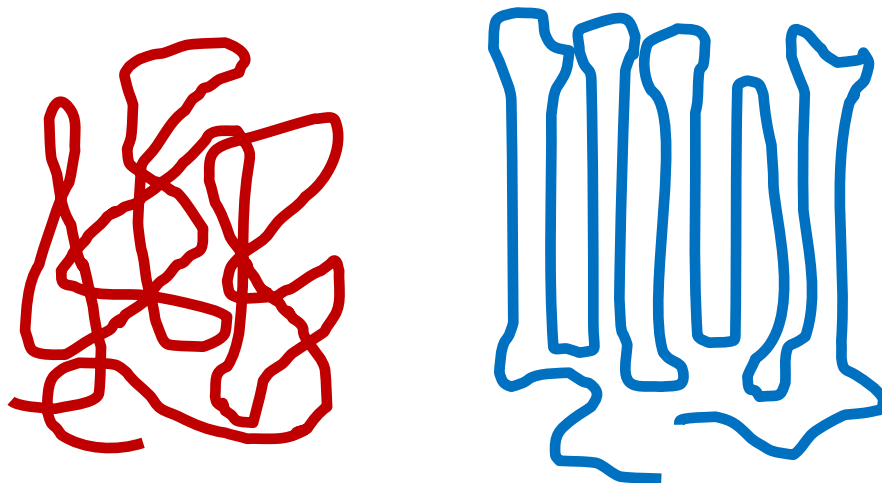


Abbildung 1: Fadenförmige amorphe und teilkristalline Struktur von Thermoplasten

### 2.2 Herkömmliche Füllstoffe

In der ersten Hälfte des letzten Jahrhunderts wurden für neuartige Anwendungen spezielle Polymere durch Variation der Monomerbausteine, sowie der Polymerisationsmethode entwickelt. Heute ist man dazu übergegangen, das Eigenschaftsprofil kostengünstiger Standardpolymere den geforderten Eigenschaften

anzupassen. Dabei spielen neben Polymerblends anorganische Füllstoffe eine große Rolle. Wurden mineralische Füllstoffe früher überwiegend zur Kostenreduktion zugesetzt, werden heute durch Wahl des richtigen Füllstoffs die mechanischen, thermischen, elektrischen und chemischen Eigenschaften des Matrixpolymers gesteuert [1].

Als Füllstoffe dienen zahlreiche anorganische Materialien wie z.B. Kreide, Ton, Talk, Glaskugeln, Magnesium- oder Aluminiumhydroxid [12]. Weitere wichtige Füllstoffe sind Kaolin, Wollastonit, Glimmer und Bariumsulfat [15]. Die Eigenschaften der Composites hängen unter anderem von den Eigenschaften der Ausgangskomponenten, der Größe, der Gestalt und der Konzentration der Füllstoffpartikel sowie den zwischen Füllstoff und Matrix bestehenden Wechselwirkungen ab [12].

### **2.3 Bohrschlamm**

Erdöl und Erdgas sind in der heutigen Zeit für den Großteil der Weltbevölkerung unerlässlich. Durch die Förderung dieser Rohstoffe entstehen durch diverse Bohrungsverfahren hunderte Tonnen an Bodenschlamm, welcher an die Oberfläche transportiert werden muss. Dies gelingt den Unternehmen durch den Einsatz von Bohrspülmittel, welche eine breiartige Konsistenz besitzen und außerdem auch als Kühl- und Spülmittel für den Bohrkopf dienen. Durch die Vermischung des Bohrspülmittels und des Bodenschlammes wird der Schlamm im weiteren Prozessverlauf als Bohrschlamm bezeichnet, welcher große Mengen an Calciten und Schichtsilikaten enthält. In der Vergangenheit wurden ausschließlich Bohrspülungen mit ölhaltigen Bestandteilen verwendet, dagegen werden in der heutigen Zeit, wo möglich, Bohrspülungen auf Wasserbasis eingesetzt. Bis 1993 wurde der ölhaltige Bohrschlamm bei Meeresbohrungen direkt in das Meer geleitet und verschmutzte den Meeresboden im Umkreis von mehreren hundert Metern der Bohrplattform erheblich. Seither muss der ölhaltige Bohrschlamm entweder aufbereitet und deponiert oder thermisch verbrannt werden [6].

## 3 Experimenteller Teil

### 3.1 Materialien

Als Grundpolymere wurden Polypropylen PP, Polyvinylchlorid PVC und Polystyrol PS gewählt, da diese eine breite Anwendung besitzen und der Bedarf dieser Kunststoffe am Weltmarkt, abgesehen von Polyethylen, prozentual gesehen am größten ist (siehe Abbildung 2 [7]). Gewählt wurden diese Polymere, da PP ein teilkristalliner, PS ein amorpher und PVC ebenfalls ein amorpher Thermoplast ist, welcher jedoch grundlegend andere Eigenschaften besitzt als andere thermoplastische Kunststoffe. Beim PVC handelte es sich um einen Weich-Typ, welcher bereit zur Verarbeitung per Extrusion ist. Anwendungsgebiete des PVC sind die Herstellung von Kabelummantelungen, Schläuchen und Profilen.

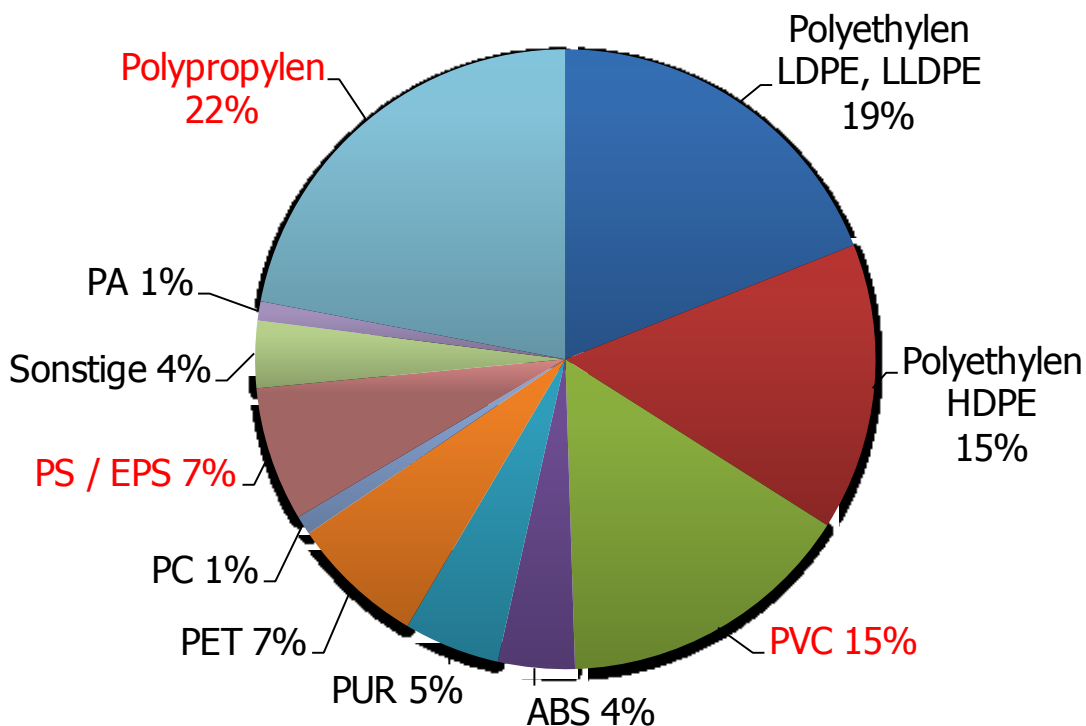


Abbildung 2: Kunststoffbedarf nach Materialien, weltweit 2012 [7]

In Tabelle 1 sind die Grundmaterialien hinsichtlich Materialart, Typenbezeichnung und Hersteller aufgelistet. Die entsprechenden Materialdatenblätter sind im Anhang zu finden.

Tabelle 1: Grundmaterialien der Nanocomposites

Materialart	Type	Hersteller
<b>Polypropylen</b>	HC600TF	Borealis
<b>Polyvinylchlorid-Weich</b>	Decelith	Polyplast CW
<b>Polystyrol</b>	168 N	Styrolution

Insgesamt wurden 30 unterschiedliche Materialien hinsichtlich deren rheologischen und mechanischen Eigenschaften untersucht, wobei es sich hierbei um 27 Bohrschlammcompounds und um je eine Nullprobe aus reinem Matrixmaterial handelte.

Die Zusammensetzungen der 27 hergestellten Compounds bezüglich Füllstoff und Polymermatrix sind in Tabelle 2 ersichtlich.

*Tabelle 2: Zusammensetzung der Compounds in Gewichtsprozent*

Compound	Polymer			Füllstoff		
	PP (Gew.-%)	PVC (Gew.-%)	PS (Gew.-%)	Zentrifuge (Gew.-%)	Shaker (Gew.-%)	Hammermühle (Gew.-%)
1	90			10		
2	70			30		
3	50			50		
4		90		10		
5		70		30		
6		50		50		
7			90	10		
8			70	30		
9			50	50		
10	90				10	
11	70				30	
12	50				50	
13		90			10	10
14		70			30	30
15		50			50	50
16			90		10	10
17			70		30	30
18			50		50	50
19	90					10
20	70					30
21	50					50
22		90				10
23		70				30
24		50				50
25			90			10
26			70			30
27			50			50
28	100					
29		100				
30			100			

Bei der Aufbereitung mittels Zentrifuge werden die Partikel durch die gegenseitige Reibungs- und Stoßbelastung zerkleinert. Dies liefert die engste Partikelgrößenverteilung sowie kleinsten Partikelgrößen der drei untersuchten Füllstofftypen (siehe Tabelle 3). Läuft der Bohrschlamm über ein Rüttelsieb, um zu große Partikel auszuscheiden, wird dies als Shakerverfahren bezeichnet. Während dem Rüttelvorgang stoßen die Partikel aneinander und werden dadurch zerkleinert. Die Aufbereitungsvariante mittels Hammermühle entölt und entwässert zunächst den vorhandenen Bohrschlamm während des Zerkleinerungsprozesses in der Mühle. Dabei schlagen mehrere bewegliche Hämmer während einer Rotationsbewegung auf das zu mahlende Gut. Die weitere Zerkleinerung erfolgt, aufgrund der Beschleunigung der Partikel durch den Hammer, beim Aufprall auf die Gehäusewand. Der dadurch entstandene Sand muss im weiteren Ablauf wieder befeuchtet werden um den Materialtransport zu gewährleisten. Der Materialtransport erfolgt durch ein Sieb, welches die zu großen Partikel vom Weitertransport hindert.

Die Korngrößenverteilung der drei Füllstoffe ist in Tabelle 3 dargestellt. Hierbei zeigt sich, dass der D50 Wert bei Zentrifugen-Material am geringsten ist und beim Shaker-Material am höchsten. Der mittlere Teilchendurchmesser (D50) teilt die Masse-Verteilungskurve in zwei Bereiche von gleichem Gewicht, so dass 50 Gew.-% des Teilchen-Kollektives einen Durchmesser besitzen, der größer als D50 ist, und 50 Gew.-% einen Durchmesser aufweisen, der kleiner als D50 ist. Der Top Cut gibt an, dass 98 % der Partikel unter der angegebenen Partikelgröße sind. Es zeigt sich, dass der Hammermühlen-Füllstoff die größten Partikel und die größte Partikelgrößenverteilung gegenüber den ölhaltigen Füllstoffen besitzt. Die kleinsten Partikel und die kleinste Partikelgrößenverteilung besitzt der Zentrifugen-Füllstoff. Das Aspektverhältnis gibt das Verhältnis von Partikellänge zu Partikelhöhe wieder. Die Partikel des Zentrifugen-Füllstoffs sind kugel-/würfelförmig und die Partikel vom Shaker- und Hammermühlen-Füllstoff sind quaderförmig.

*Tabelle 3: Korngrößenverteilung der Füllstoffe*

<b>Größen</b>	<b>Zentrifuge</b>	<b>Shaker</b>	<b>Hammermühle</b>
1. Quartile ( $\mu\text{m}$ )	2	10	6
Median / D50 ( $\mu\text{m}$ )	9	75	57
3. Quartile ( $\mu\text{m}$ )	32	155	164
Top Cut ( $\mu\text{m}$ )	250	630	800
Aspektverhältnis	1	3,6	3,3

Eine chemische Untersuchung der ölhaltigen Füllstoffe ergab bei dem Shaker-Füllstoff ein Verhältnis von Wasser/Öl von 70/30 Vol.-% und bei der Zentrifuge 68/32 Vol.-%. Wie bereits erwähnt ist der Hammermühlen-Füllstoff nicht ölhaltig und besitzt somit nur Wasser als fluiden Bestandteil. Der fluide Anteil der Füllstoffe, welcher per Glühverlustmessung ermittelt wurde, ist in Tabelle 4 dargestellt.

*Tabelle 4: Fluider Bestandteil der Füllstoffe*

<b>Füllstoff</b>	<b>Fluider Bestandteil (Gew.-%)</b>
Zentrifuge	20,7
Shaker	29,5
Hammermühle	28,8

## 3.2 Compoundierung

Die Füllstoffe wurden laut Tabelle 2 mit den entsprechenden Grundpolymeren vermischt. Diese Mischungen wurden, mit passendem Temperaturprofil (siehe Tabelle 5), in einem Doppelschneckenextruder (DSE) mit einer Drehzahl von  $60 \text{ min}^{-1}$  compoundiert (siehe Abbildung 3). Die hergestellten Kunststoffstränge wurden in einem nachgeführten Wasserbad abgekühlt und anschließend per Stranggranulator abgeschlagen. Die reinen Polymere wurden am Compounder nicht mehr verarbeitet. Die Daten, der im Rahmen der Masterarbeit verwendeten Geräte, sind im Anhang (Kapitel 10.2) gelistet.



Abbildung 3: Doppelschneckenextruder im Labormaßstab

In folgender Tabelle sind die polymerabhängigen Temperaturprofile des Compoundierprozesses dargestellt.

Tabelle 5: Temperaturprofile beim Compoundieren

	<b>PP</b>	<b>PVC</b>	<b>PS</b>
<b>Temperatur Einfüllöffnung (°C)</b>	50	50	50
<b>Temperatur Zone 1 (°C)</b>	180	160	200
<b>Temperatur Zone 2 (°C)</b>	200	180	220
<b>Temperatur Zone 3 (°C)</b>	200	180	220
<b>Temperatur Zone 4 (°C)</b>	200	180	220
<b>Temperatur Düse (°C)</b>	200	180	220

### 3.4 Probekörperherstellung

Die Granulate wurden durch vorherige Behandlung im Knetter (Firma Haake) als Schmelzekuchen in der Vakuumpresse (Firma Collin), mittels Metallrahmen, in je eine 2 mm und je drei 4 mm dicke Platten übergeführt. Die entsprechenden Temperaturen, Drücke und Zeiten sind in Tabelle 6 bis Tabelle 8 abgebildet. Diese wurden für die entsprechenden Polymere angepasst. Aus den vakuumgepressten 2 mm Platten wurden je drei Proben für die Viskositätsuntersuchungen am Kegel-Platte-Rheometer mit einem Durchmesser von 25 mm ausgestanzt. Die Prüfkörper für Zug- und Kerbschlagbiegeversuch sind aus den drei 4 mm dick gepressten Platten ausgefräst bzw. geschnitten worden.

*Tabelle 6: Einstellparameter des Kneters und der Vakuumpresse für die PP-Plattenerzeugung*

<b>Knettemperatur (°C)</b>	180				
<b>Drehzahl (min<sup>-1</sup>)</b>	60				
<b>Knetzeit (min)</b>	10				
<b>Presstemperatur (°C)</b>	200	200	200	200	50
<b>Pressdruck (bar)</b>	1	65	100	100	100
<b>Presszeit (min)</b>	5	5	5	5	7

*Tabelle 7: Einstellparameter des Kneters und der Vakuumpresse für die PVC-Plattenerzeugung*

<b>Knettemperatur (°C)</b>	160				
<b>Drehzahl (min<sup>-1</sup>)</b>	60				
<b>Knetzeit (min)</b>	10				
<b>Presstemperatur (°C)</b>	190	190	190	190	50
<b>Pressdruck (bar)</b>	1	65	100	100	100
<b>Presszeit (min)</b>	5	5	5	5	8

*Tabelle 8: Einstellparameter des Kneters und der Vakuumpresse für die PS-Plattenerzeugung*

<b>Knettemperatur (°C)</b>	180				
<b>Drehzahl (min<sup>-1</sup>)</b>	60				
<b>Knetzeit (min)</b>	10				
<b>Presstemperatur (°C)</b>	200	200	200	200	50
<b>Pressdruck (bar)</b>	1	65	100	100	100
<b>Presszeit (min)</b>	5	5	5	5	10

### 3.5 Glühverlustbestimmung

Bei der Bestimmung des Glühverlusts wird die Probe inklusive des Tiegels abgewogen und nachfolgend in einem Muffelofen bei 550 °C so lange geglüht, bis keine Gewichtsabnahme mehr feststellbar ist. Abgekühlt wird Probe und Tiegel in einem Exsikkator und anschließend erfolgt eine erneute Bestimmung der Masse. Die Differenz zwischen der anfänglichen Gesamtmasse und des Gewichts des Glührückstands ergibt den Glühverlust, welcher in Gewichtsprozent angegeben wird. Der Glühverlust entspricht dem organischen Anteil und der Glührückstand dem mineralischen Anteil der Probe.

### 3.6 Rotations-Schwingungs-Rheometer

Fließkurven von Polymeren werden im Bereich der Nullviskosität und im Übergangsbereich durch Rotations-Schwingungs-Rheometrie beschrieben. Damit wird ein Schergeschwindigkeitsbereich von zirka  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  bis  $100 \text{ s}^{-1}$  untersucht. Es kann sowohl stationär als auch dynamisch gemessen werden. Im stationären Messbetrieb wird die Drehzahl der oberen Platte variiert, wodurch ein Schergeschwindigkeitsbereich von  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$  bis  $10^2 \text{ s}^{-1}$  abgedeckt wird. Im dynamischen Versuch, welcher angewendet wurde, wird die Kreisfrequenz  $\omega$  variiert wobei die Auslenkung des Drehwinkels konstant gehalten wird. Der Bereich der Variation der Kreisfrequenz beträgt dabei  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  bis  $500 \text{ s}^{-1}$ .

Den prinzipiellen Aufbau eines Rotations-Schwingungs-Rheometers in Kegel-Platte Ausführung zeigt Abbildung 4.

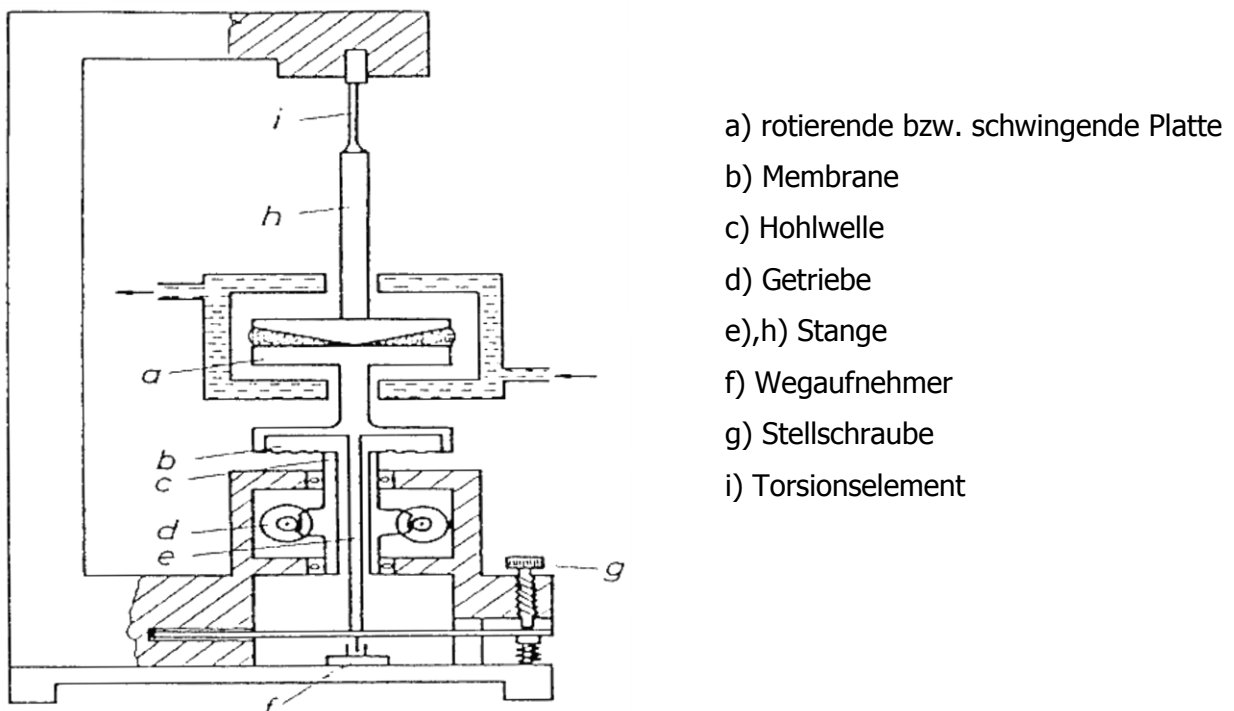


Abbildung 4: Prinzipieller Aufbau eines Kegel-Platte Rheometers [11]

Die hergestellten Proben (siehe Kapitel 3.4) wurden bei geöffnetem Spalt eingelegt, die Probenkammer geschlossen der Probekörper aufgeschmolzen. Anschließend wurde ein Abstand von 20  $\mu\text{m}$  zwischen Kegelspitze und Platte eingestellt. Die überstehende Schmelze wurde abgeschabt, die Probenkammer geschlossen und auf die entsprechende Temperatur gebracht (siehe Tabelle 9). Nach vollständiger Relaxation der Probe wurde das



Messprogramm gestartet. Die weiteren Versuchsparameter der Viskositätsmessungen sind in Tabelle 10 ersichtlich.

Tabelle 9: Prüftemperaturen der Materialien bei der Viskositätsbestimmung

<b>Polymermatrix</b>	<b>Temperatur (°C)</b>
PP	200
PVC	190
PS	220

Tabelle 10: Versuchsparameter für die Messungen am Kegel-Platte-Rheometer

<b>Abmessungen</b>	Radius r	12,5 mm
	Kegelwinkel $\alpha$	1 rad
<b>Frequency Sweep</b>	max. Strain	12 %
	Frequenzbereich	0,1 – 500 rad/s
<b>Messreihenanzahl</b>	3	

Für eine Kegel-Platte-Anordnung können die Zusammenhänge zwischen den auftretenden Kräften im Scherspalt und den zu ermittelnden rheologischen Größen mit Hilfe der Gleichungen ( 1 ) bis ( 8 ) mathematisch beschrieben werden [2].

Bei kleinen Winkeln  $\alpha$  ist die Spalthöhe  $h(r)$  gleich der Länge des Bogens an der Stelle r.

$$h(r) = r \tan \alpha = r\alpha \quad ( 1 )$$

Betrachtet man ein System einer drehenden Platte und eines ruhenden Kegels, so nimmt die Umfangsgeschwindigkeit an der Plattenoberfläche proportional zum Radius zu.

$$\tilde{\omega}(r) = r\omega \quad ( 2 )$$

Die Schergeschwindigkeit  $\dot{\gamma}$  ist daher unabhängig vom Plattenradius.

$$\dot{\gamma} = \frac{\partial \tilde{\omega}(r)}{\partial h(r)} = \frac{\tilde{\omega}(r)}{h(r)} = \frac{r\omega}{r \tan \alpha} = \frac{\omega}{\alpha} \quad ( 3 )$$

Zur Berechnung der Schubspannungen  $\sigma_{xy}$  im Scherspalt werden die Drehmomente  $M_d(\text{Platte})$  und  $M_d(\text{Kegel})$ , die auf die Platte und den Kegel wirken, gleichgesetzt. Dieses Drehmoment wird durch das Fluid übertragen.

$$M_d(\text{Platte}) = M_d(\text{Kegel}) = M_d(\text{Fluid}) \quad ( 4 )$$

Wegen der konstanten Schergeschwindigkeit im Scherspalt ist die Schubspannung  $\tau_{xy}$  im Spalt ortsunabhängig.

$$\tau_{xy}(r, h) = \text{konst} \neq f(r, h) \quad (5)$$

Das Drehmoment ergibt sich aus

$$M_d = \int_A r \tau_{xy} \partial A = \int_0^R r \tau_{xy} 2\pi r dr \quad (6)$$

woraus die Schubspannung errechnet wird.

$$\tau_{xy} = \frac{3}{2\pi R^3} M_d \quad (7)$$

Die wahre Viskosität ergibt sich aus

$$\eta = \frac{\tau_{xy}}{\dot{\gamma}} = \frac{3M_d}{2\pi R^3} \frac{\tan \alpha}{\omega} \quad (8)$$

### 3.7 Rheotens 71.97

Um Aussagen über das Dehnverhalten von Kunststoffen zu erhalten, wird unter anderem der Rheotensversuch verwendet. Eine prinzipielle Darstellung des Messaufbaus ist in Abbildung 5 ersichtlich.

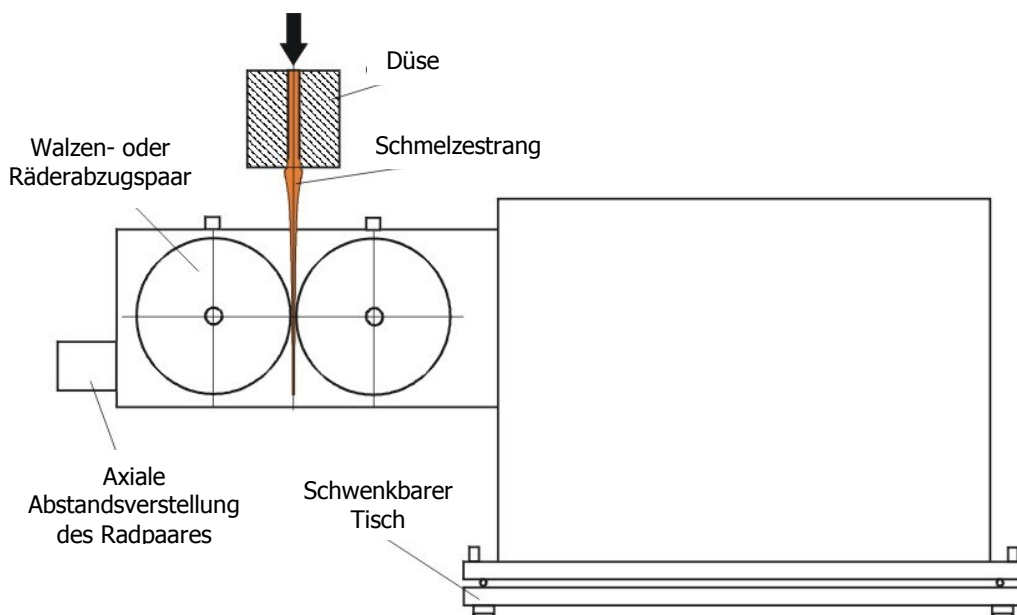


Abbildung 5: Schematischer Aufbau des Rheotensversuches [4]

Das Kunststoffgranulat wird in einem Kapillarviskosimeter (KVM) aufgeschmolzen und tritt auf Grund der konstanten Kolbenbewegung mit gleichbleibender Geschwindigkeit  $v_0$  aus der Düse des KVM aus. Das Rheotensgerät bzw. das gegenläufige Radpaar wird zentrisch unterhalb des Düsenaustritts positioniert (siehe Abbildung 5). Mit Walzen, einem oder zwei Zahnradpaaren (ZR) wird der Kunststoffstrang (KS), welcher mit  $v_0$  aus der Düse gedrückt wird, verstreckt. Das Zahnradpaar wird über einen Motor (M) angetrieben. Gleichzeitig wird über einen induktiven Wegaufnehmer (W) und den Wiegebalken (WB) die Zugkraft  $F_N$  gemessen. Eine prinzipielle Darstellung des beschriebenen Messgeräts zeigt Abbildung 6.

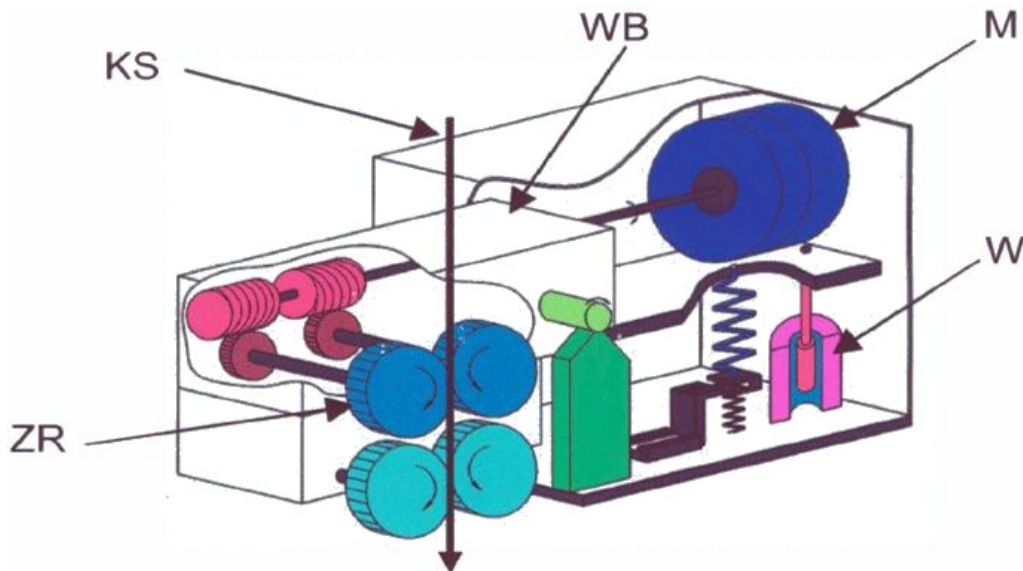


Abbildung 6: Prinzipdarstellung eines Rheotens-Dehnungstesters (Fa. Göttfert); KS: Kunststoffstrang, ZR: Zahnradpaar, WB: Wiegebalken, M: Motor, W: induktiver Wegaufnehmer [5]

Die Dehnfähigkeit kann bei konstanter Abzugsgeschwindigkeit, konstanter Beschleunigung oder exponentieller Beschleunigung gemessen werden. Es ist allerdings mit dem Rheotens lediglich möglich einen vertikal austretenden Kunststoffstrang abzuziehen.

Den Weg zur Ermittlung der mittleren Dehngeschwindigkeit zeigen die Formeln ( 9 ) bis ( 11 ) [14].

Die Abzugsgeschwindigkeit  $v_1 = \pi d_K n$  wird linear mit der Zeit erhöht, gleichzeitig wird die Abzugskraft  $F_N$  gemessen. Die Gesamtdehnung beträgt

$$\varepsilon = \ln \frac{L}{L_0} = \ln \frac{v_1}{v_0} \quad ( 9 )$$

Die mittlere Dehngeschwindigkeit kann näherungsweise durch

$$\bar{\varepsilon} \frac{L_0}{v_1 - v_0} = \varepsilon \quad ( 10 )$$

bzw.

$$\bar{\varepsilon} = \frac{v_1 - v_0}{L_0} \ln \frac{v_1}{v_0} \quad (11)$$

beschrieben werden.

Die Zugspannung  $\sigma$  am Fadenende, welche durch die Formeln ( 12 ) bis ( 17 ) mathematisch beschrieben wird, errechnet sich aus der Abzugskraft  $F_{Ab}$  und dem Fadenquerschnitt  $A$  [14].

$$A = \pi R^2 e^{-\varepsilon} \quad (12)$$

$$L_0 A_0 = LA \quad (13)$$

bzw.

$$\ln \frac{L}{L_0} = \ln \frac{A}{A_0} \quad (14)$$

$$A = A_0 e^{-\varepsilon} \quad (15)$$

$$A = \pi R^2 \frac{v_0}{v_1} \quad (16)$$

zu

$$\sigma = \frac{v_1 F_{Ab}}{v_0 \pi R^2} \quad (17)$$

dabei ist  $R$  der halbe Düsendurchmesser.

Folgende Aussagen können getroffen werden [11]:

- Die Kraft  $F_{Ab}$  nimmt mit wachsender Abzugsgeschwindigkeit  $v_1(n)$  zu, bis der verstreckte Faden schließlich reißt.
- Aufgrund der abnehmenden Dehnviskosität verringert sich die maximale Zugkraft mit steigender Temperatur.
- Bei hohen Verstreckungsgeschwindigkeiten beobachtet man den Effekt der sogenannten „Draw Resonance“.
- „Draw Resonance“ ist auf hydrodynamische Instabilitäten zurückzuführen, da ab einer kritischen Verstreckung die Masseverteilung in der Spinnstrecke instationär wird und periodisch oszilliert.
- Experimentelle Untersuchungen zeigen, dass die Düsengeometrien einen starken Einfluss auf maximale Zugkraft und Ausziehfähigkeit haben.
- Der Rheotensversuch liefert eine relativ gute, aber keine absolute Aussage bezüglich der Schmelzesteifigkeit.

Der Zylinder des Hochdruckkapillarrheometers wurde auf die entsprechende Temperatur geheizt und anschließend mit dem Kunststoffgranulat befüllt. Das Granulat schmilzt auf und wird verdichtet um eventuelle Lunkerbildung im Kunststoffstrang zu vermeiden. Sollte es zu starker Lunkerbildung kommen, wird die Messung verfälscht, da der Querschnitt durch die Hohlräume geschwächt wird. Mit einer konstanten vertikalen Kolbenbewegung wird der Kunststoffstrang aus einer Rundlochdüse gepresst und zwischen dem gegenläufigen Zahnradpaar eingespannt. Anschließend wird der Messzyklus gestartet, was eine lineare Beschleunigung der Räderpaare zur Folge hat. Diese Beschleunigung wird solange erhöht, bis der Kunststoffstrang schlussendlich abreißt. Die Prüftemperaturen und für alle drei Polymertypen identen eingestellten Messparameter sind in Tabelle 11 und Tabelle 12 aufgelistet.

Tabelle 11: Prüftemperaturen der Materialien bei der Rheotensmessung

<b>Polymermatrix</b>	<b>Temperatur (°C)</b>
PP	200
PVC	190
PS	220

Tabelle 12: Versuchsparameter für die Rheotensmessungen

<b>Zylinderdurchmesser</b>	12 mm	<b>Kolbengeschwindigkeit</b>	1,9 mm/s
<b>Düse L/D</b>	30/2 mm	<b>Schergeschwindigkeit</b>	273,6 s <sup>-1</sup>
<b>Räderbeschleunigung</b>	60 mm/s <sup>2</sup>	<b>Räderabstand</b>	0,6 mm
<b>Messreihenanzahl</b>	6		

### 3.8 Kerbschlagbiegeversuch nach ISO 179

Der Kerbschlagbiegeversuch ist ein Verfahren der zerstörenden Werkstoffprüfung, womit relativ schnell und einfach Zähigkeitseigenschaften von Werkstoffen bestimmt werden können. Der prinzipielle Aufbau der Prüfapparatur ist in Abbildung 7 dargestellt. Das Schlagpendel beschleunigt hierbei aus der Ruhelage und durchschlägt die genormte gekerbte Probe, welche an den Widerlagern anliegt. Die dafür notwendige Energie wird als Kerbschlagarbeit definiert. Die Widerstandsfähigkeit des Probekörpers auf die Einwirkung des Pendels wird als Kerbschlagzähigkeit  $a_{cN}$  bezeichnet [13]. Diese entspricht der geleisteten Kerbschlagarbeit bezogen auf die Bruchfläche des Probekörpers mit der Einheit  $J/m^2$ . Das Schlagpendel hatte bei den Versuchen eine Schlagenergie von 0,5 J. PP und PS wurden bei Raumtemperatur und PVC auf Grund der Weichheit des Materials bei RT mit einer Temperatur von  $-30\text{ °C}$  geprüft. Pro Material wurden zehn Prüfkörper getestet.

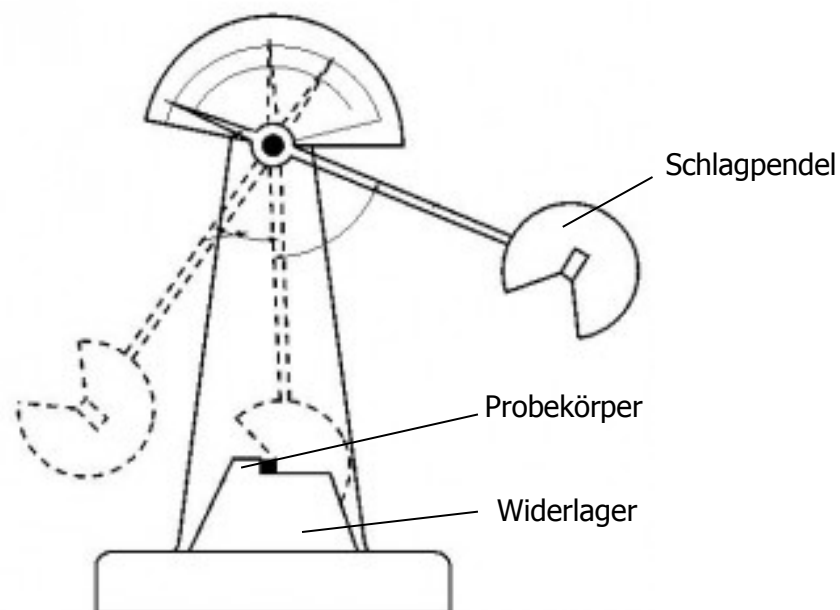


Abbildung 7: Schematischer Aufbau der Prüfapparatur beim Kerbschlagbiegeversuch [8]

### 3.9 Zugversuch nach ISO 527

Der Zugversuch ist ein normiertes quasistatisches zerstörendes Verfahren der Werkstoffprüfung zur Ermittlung mechanischer Werkstoffkennwerte wie z.B. E-Modul und Zugfestigkeit. Hierbei werden die Schultern der genormten Probekörper zwischen den Klemmbacken eingespannt und durch die Bewegung einer Klemme bis zum Bruch der Probekörper auf Zug beansprucht [13]. In Abbildung 8 sind der Probekörper und die beiden Klemmbacken zu sehen. Der E-Modul, welcher unter Berücksichtigung der Geometrie ein Steifigkeitskennwert ist, wurde mittels Clip-On-Extensometer bei einer Dehnrage von  $1\text{ mm/min}$  bestimmt und entspricht dem Widerstand des Materials gegen linear elastische Verformung. Die Zugfestigkeit entspricht der Spannung bei maximaler Zugkraft bezogen auf die ursprüngliche Probekörperquerschnittsfläche. Diese wurde nach Ermittlung des E-Moduls bei einer Dehnrage von  $50\text{ mm/min}$  gemessen [12].

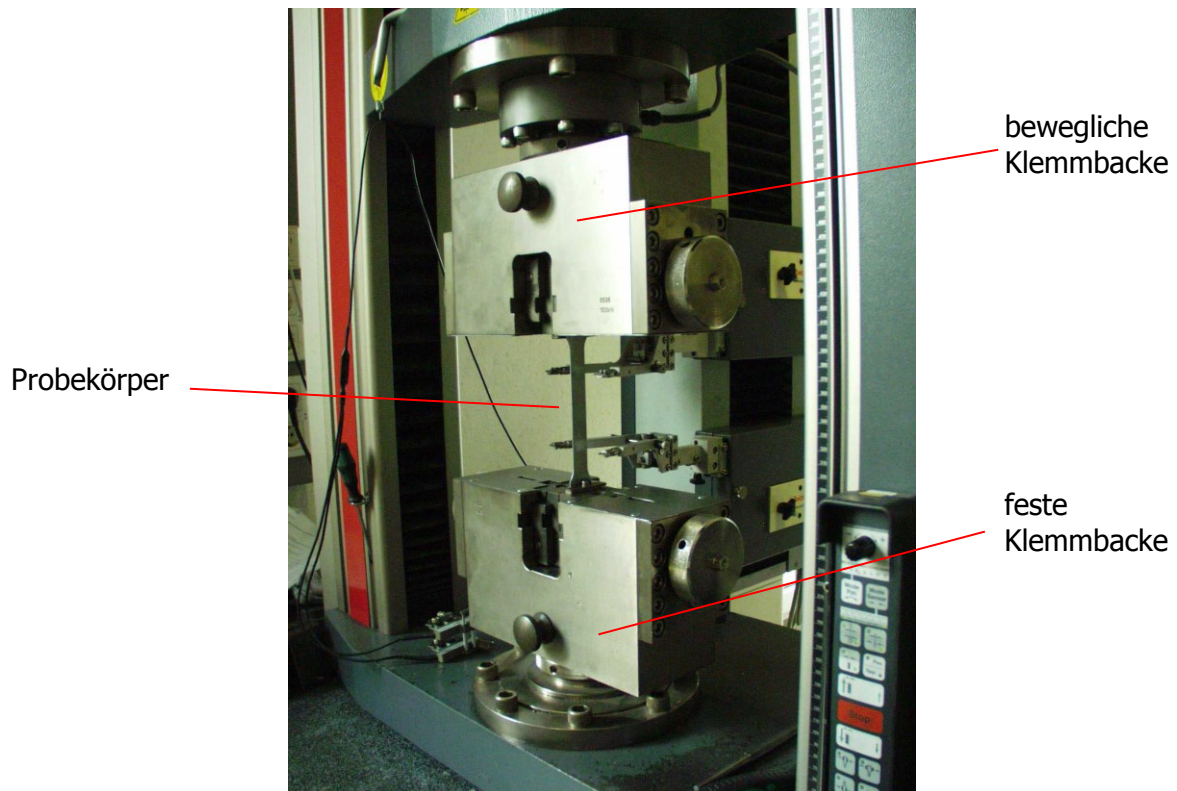


Abbildung 8: Aufbau beim Zugversuch

### 3.10 Thermogravimetrische Analyse – TGA

Unter Thermogravimetrie versteht man die Messung der Massenänderung einer (festen) Substanz durch physikalische oder chemische Vorgänge in Abhängigkeit von der Temperatur und/oder Zeit mit einer Thermowaage. Aus dem Verlauf der thermogravimetrischen Kurve lassen sich Rückschlüsse auf das Verhalten der Substanz bei Temperaturerhöhung ziehen, die für die Analytik von Bedeutung sind. Die Messung kann unter Normaldruck (gegebenenfalls Inertgas-Atmosphäre) oder im Vakuum ausgeführt werden und erfolgt im Prinzip mit einer Balkenwaage, bei der eine Waagschale mit der Probe im elektrischen Ofen aufgeheizt wird (siehe Abbildung 9). Die Massenänderung beim Erhitzen wird auf der anderen Seite elektromagnetisch kompensiert und ergibt durch entsprechende Umwandlung der elektrischen Größen die Messwertkurve [10].

Die Heizrate bei den Versuchen unter Stickstoffatmosphäre betrug von 10 K/min bis zu einer Temperatur von 900 °C.

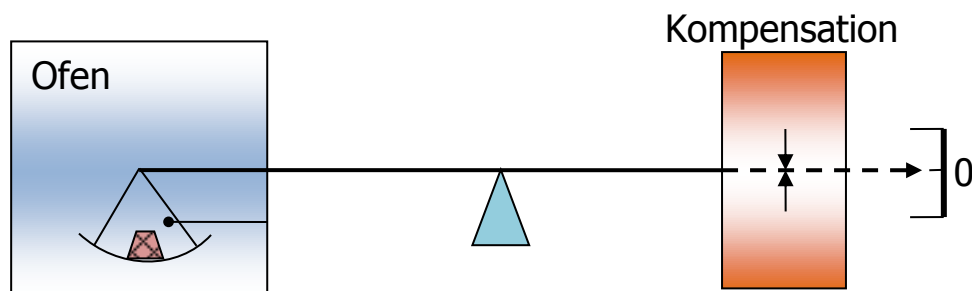


Abbildung 9: Schematische Darstellung einer horizontalen Thermowaage

### 3.11 Differential Scanning Calorimetry – DSC

Die Differential Scanning Calorimetry (DSC) ist eine thermische Untersuchungsmethode um die abgegebene oder aufgenommene Wärmemenge einer Probe bei Erwärmung oder Abkühlung zu messen. Aufgrund der Wärmekapazität der Probe und des exothermen oder endothermen Prozesses bzw. der Phasenübergangstemperatur, treten Unterschiede zwischen dem Probentiegel und einem leeren Referenztiegel auf, wodurch Informationen über die Probe gewonnen werden [3]. Die Proben wurden bei einer Kühlrate von 5 °C/min bei Stickstoffatmosphäre untersucht. Eine prinzipielle Tiegelanordnung im DSC-Gerät ist in Abbildung 10 ersichtlich.

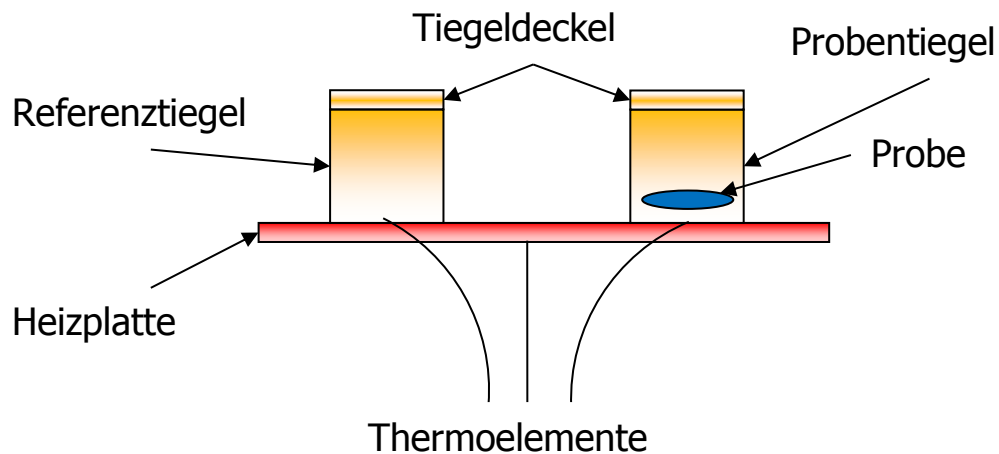


Abbildung 10: Prinzipielle Darstellung der Tiegel im DSC-Messgerät



## 4 Ergebnisse und Diskussion

### 4.1 Glühverlustbestimmung

Wie in den Tabellen Tabelle 13 bis Tabelle 15 ersichtlich, liegt der reale Füllstoffgehalt stets unter dem theoretischen Füllstoffgehalt von 10, 30 und 50 Gew.-%. Dies ist darauf zurückzuführen, dass flüchtige Anteile, wie Wasser und Öl, verdampfen. Ein weiterer Grund für die Abweichung wäre die Einarbeitbarkeit der Füllstoffe am Labordoppelschneckenextruder sowie die Dosierbarkeit. Der Glührückstand in den Tabellen zeigt somit den Anteil an mineralischen Partikeln in den Compounds. Eine erneute Herstellung der Compounds mit korrigiertem Füllstoffgehalt wurde im Rahmen des fortlaufenden Projekts durchgeführt, ist aber nicht Teil dieser Masterarbeit. Es ist ersichtlich, dass der Öl/Wasser-Anteil beim Shaker- und Zentrifugen-Füllstoff in etwa dem Wasser-Anteil des Hammermühlen-Füllstoff entspricht.

Im folgenden Verlauf der Masterarbeit sind sämtliche Beschriftungen, Diagramme und Tabellen mit dem theoretischen Füllstoffgehalt ausgeführt.

*Tabelle 13: Gegenüberstellung des Soll-Füllstoffgehalts und des Ist-Füllstoffgehalts den PP-Compounds*

<b>Füllstoffgehalt (Gew.-%)</b>	<b>Material</b>	<b>Glührückstand (Gew.-%)</b>
10	PP Zentrifuge	7,4
	PP Shaker	6,4
	PP Hammermühle	7,3
30	PP Zentrifuge	23,3
	PP Shaker	18,9
	PP Hammermühle	21,9
50	PP Zentrifuge	39,9
	PP Shaker	35,3
	PP Hammermühle	38,5

*Tabelle 14: Gegenüberstellung des Soll-Füllstoffgehalts und des Ist-Füllstoffgehalts den PVC-Compounds*

<b>Füllstoffgehalt (Gew.-%)</b>	<b>Material</b>	<b>Glührückstand (Gew.-%)</b>
10	PVC Zentrifuge	8,5
	PVC Shaker	7,2
	PVC Hammermühle	8,0
30	PVC Zentrifuge	26,0
	PVC Shaker	23,1
	PVC Hammermühle	22,4
50	PVC Zentrifuge	39,6
	PVC Shaker	35,3
	PVC Hammermühle	39,2

Tabelle 15: Gegenüberstellung des Soll-Füllstoffgehalts und des Ist-Füllstoffgehalts den PS-Compounds

Füllstoffgehalt (Gew.-%)	Material	Glührückstand (Gew.-%)
10	PS Zentrifuge	8,0
	PS Shaker	6,4
	PS Hammermühle	6,9
30	PS Zentrifuge	22,3
	PS Shaker	19,5
	PS Hammermühle	22,0
50	PS Zentrifuge	38,5
	PS Shaker	34,5
	PS Hammermühle	37,0

## 4.2 Rotations-Schwingungs-Rheometer

### 4.2.1 PP

Die Untersuchungen der PP-Materialien erfolgten bei 200 °C. Abbildung 11 zeigt die Viskositätsverläufe des reinen PP und der mit 10 Gew.-% gefüllten Compounds, welche sich aus dem Mittelwert von drei Messreihen ergeben. Keines der gefüllten Systeme, welche deutlich unterhalb von PP liegen, erreicht die Viskosität des PP über den gesamten untersuchten Schergeschwindigkeitsbereich. Die Verringerung der Viskosität fällt bei dem Hammermühlen-Compound am größten aus und erniedrigt diese im geringen Schergeschwindigkeitsbereich um zirka 92 %, im höheren Bereich noch um etwa 82 %. Die Ursache für das untypische Phänomen der massiven Viskositätsabsenkung durch Zugabe von Bohrschlamm in PP, kann möglicherweise mit der Einbettung der Partikel zwischen die Polymerketten erklärt werden. Durch die sehr gute und gleichmäßige Einbettung, würde das Abgleiten der Polymerketten viel leichter vor sich gehen können, was zu einer Verringerung der Viskosität führt. Die Untersuchungen zur Untersuchung dieses Phänomens finden im Rahmen eines Folgeprojekts statt. Sämtliche Viskositätsunterschiede aller hergestellten PP-Compounds gegenüber dem Grundpolymer sind in Tabelle 16 aufgelistet.

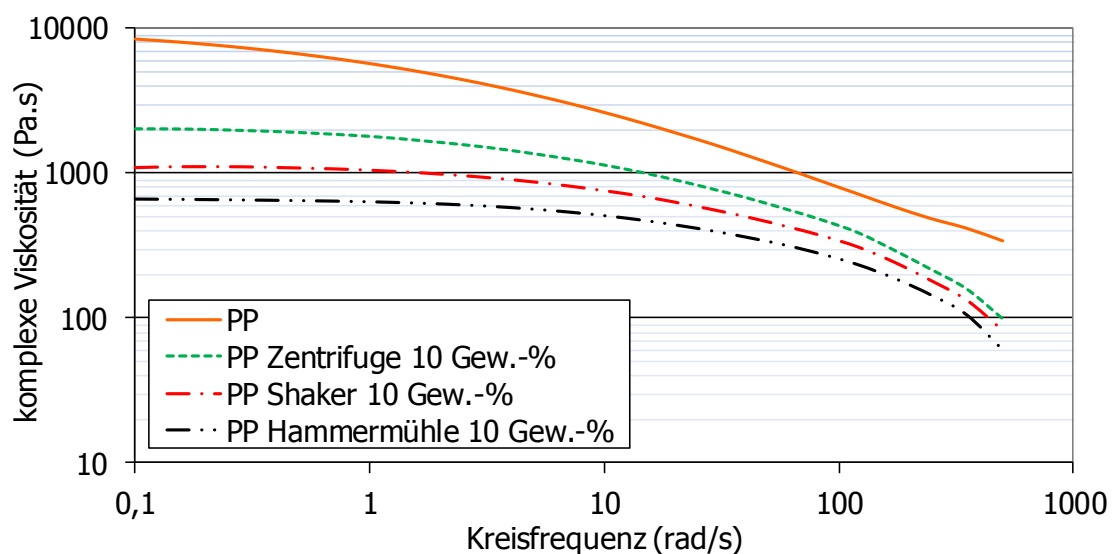


Abbildung 11: Gegenüberstellung der Viskositätskurven der 10 Gew.-% gefüllten PP-Compounds mit dem reinen PP

Im folgenden Diagramm (siehe Abbildung 12) sind die PP-Compounds mit 30 Gew.-% Füllstoffgehalt dargestellt. Hierbei zeigt sich wiederum eine starke Verringerung der Viskositätswerte durch Füllung mittels Zentrifugen- und Hammermühlen-Füllstoff. Die Viskositätswerte vom Shaker-Compound beschreiben jedoch fast identisch die Kurve des reinen PP. Die Untersuchung des Shaker-Compounds wurde wiederholt und lieferte dasselbe Ergebnis. Mögliche Gründe für dieses spezielle Materialverhalten werden im Rahmen eines Folgeprojekts untersucht. Es wurde eine weitere Messreihe des Shaker-Materials durchgeführt um einen eventuellen Messfehler auszuschließen. Die Verringerung der Viskosität fiel beim Hammermühlen-Compound wiederum am größten aus und betrug im geringen Schergeschwindigkeitsbereich zirka 89 % und im höheren Bereich etwa 65 %.

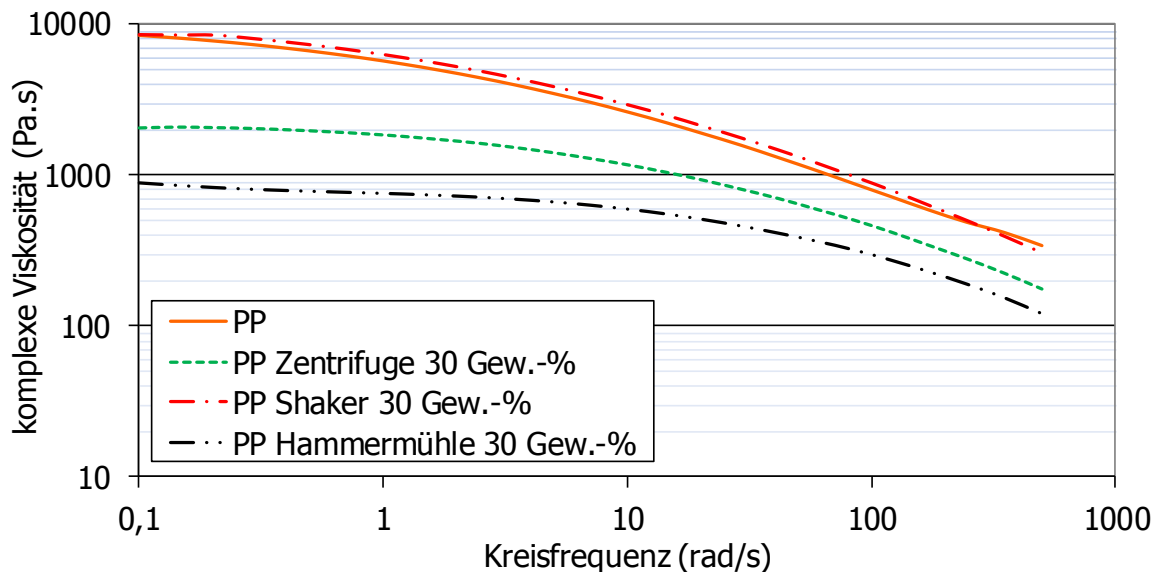


Abbildung 12: Gegenüberstellung der Viskositätskurven der 30 Gew.-% gefüllten PP-Compounds mit dem reinen PP

Bei den mit 50 Gew.-% gefüllten Systemen ist der Trend der verringerten Viskosität wiederum klar erkenntlich, was Abbildung 13 zeigt. Analog zu den 10 Gew.-% und 30 Gew.-% Diagrammen erreicht die Erniedrigung der Viskosität beim Hammermühlen-Compound einen Wert von etwa 81 % bei 0,1 rad/s bzw. zirka 41 % bei 500 rad/s und kann mit den vorhin erwähnten Ansätzen möglicherweise beschrieben werden.

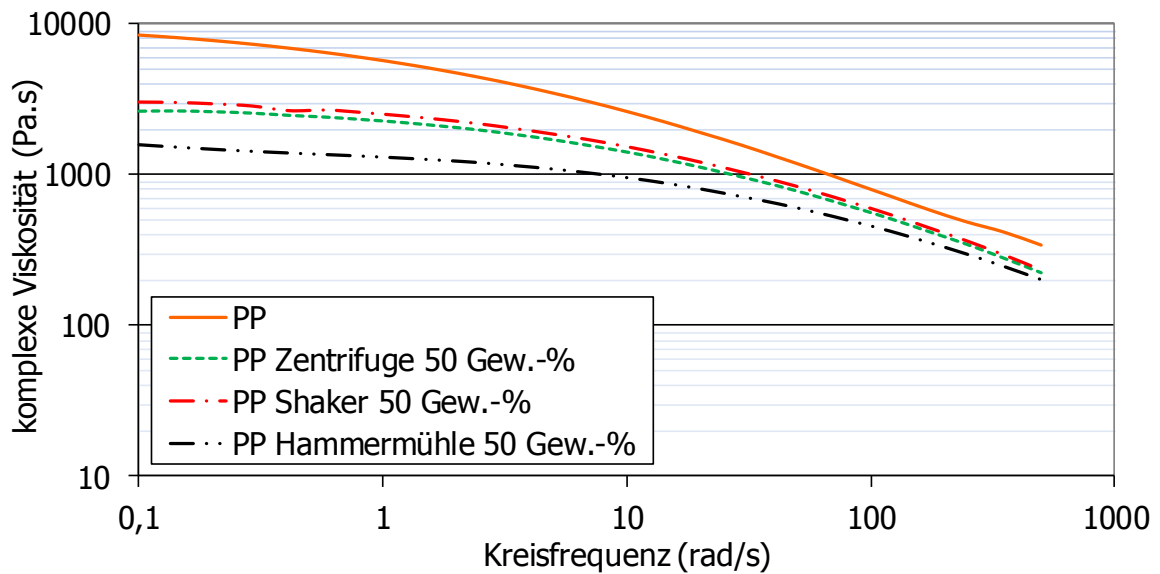


Abbildung 13: Gegenüberstellung der Viskositätskurven der 50 Gew.-% gefüllten PP-Compounds mit dem reinen PP

Eine derartige Verringerung der Viskosität aller PP-Compounds, ausgenommen des mit 30 Gew.-% gefüllten Shaker-PP, ist oftmals auf den Einsatz von Weichmachern oder Verarbeitungshilfsmitteln zurückzuführen. In diesen Fällen kann dies mit dem Restbestand an Wasser bzw. Öl im Füllstoff/Compound erklärt werden. Durch die geringere Viskosität kann eine hohe Energieersparnis bei der Produktion von Kunststoffgütern und -halbzeugen erreicht werden, da diese Prozesse somit bei einer niedrigeren Temperatur möglich sind. Weiters wird die Verarbeitbarkeit verbessert, was zu einer besseren Produkt-Qualität führt. Die Viskositätsunterschiede des reinen PP gegenüber den PP-Compounds sind in Tabelle 16 ersichtlich.

Tabelle 16: Viskositätsunterschiede der PP-Compounds gegenüber dem PP Grundpolymer

Füllgrad (Gew.-%)	Material	Kreisfrequenz (rad/s)	$ \eta^* $ (Pa.s)	Unterschied (%)
-	PP	0,1	8400	-
		500	340	
10	PP Zentrifuge	0,1	2017	-76
		500	99	-71
	PP Shaker	0,1	1089	-87
		500	82	-76
	PP Hammermühle	0,1	661	-92
		500	61	-82
30	PP Zentrifuge	0,1	2047	-76
		500	175	-49
	PP Shaker	0,1	8500	+1
		500	305	+10
	PP Hammermühle	0,1	885	-89
		500	120	-65
50	PP Zentrifuge	0,1	2627	-69
		500	223	-34
	PP Shaker	0,1	3020	-64
		500	233	-31
	PP Hammermühle	0,1	1573	-81
		500	201	-41

In nachfolgender Abbildung 14 sind die Standardabweichungen der PP-Compounds vom entsprechenden Mittelwert für den niedrigen Schergeschwindigkeitsbereich als Fehlerbalken dargestellt. Es sind die signifikanten Unterschiede der Compounds gegenüber dem reinen PP, sowie der nicht signifikante Unterschied des 30 Gew.-% gefüllten Shaker-Materials gegenüber dem Grundpolymer zu erkennen. Des Weiteren sind die signifikanten Unterschiede unter den Compounds im niedrigen Kreisfrequenzbereich, sowie ein nahezu linearer Anstieg der Viskosität, mit steigendem Füllgrad, bei den Zentrifugen- und Hammermühlen-Compounds zu erkennen. Die Bestimmung der Signifikanz der Unterschiede zwischen den Materialien wurde mit einer ANOVA Analyse (Einfaktorielle Varianzanalyse durchgeführt).

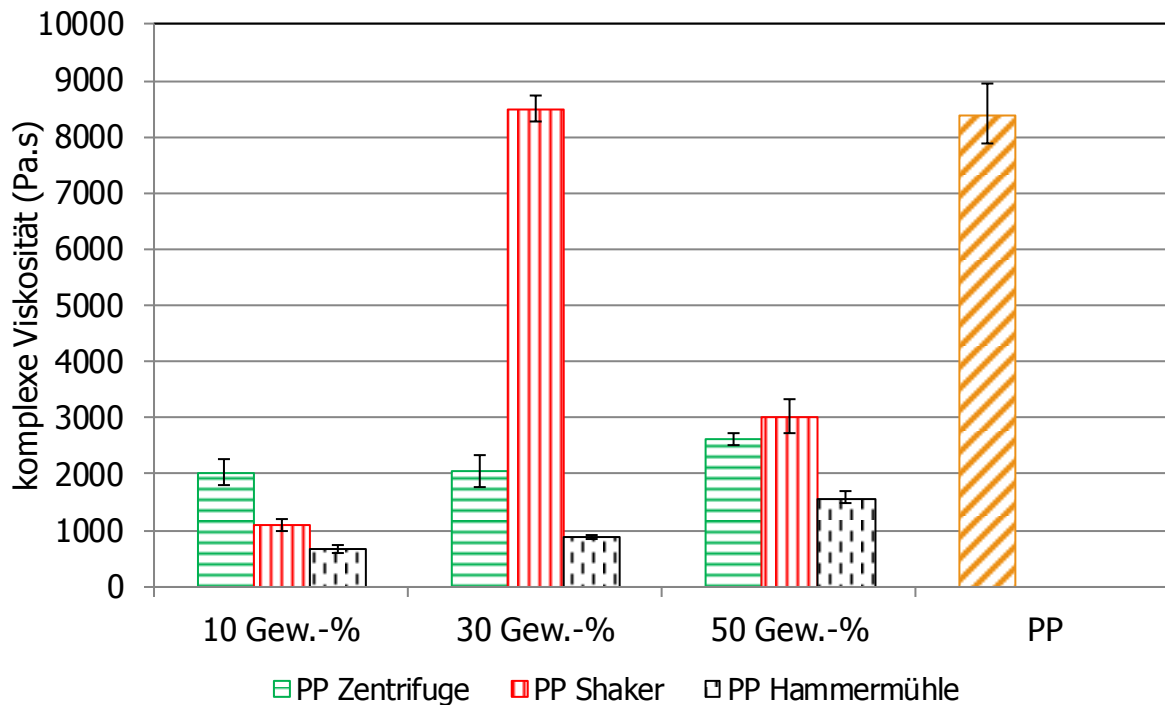


Abbildung 14: Fehlerbalkendiagramm von den Viskositäten der PP-Materialien bei einer Kreisfrequenz von 0,1 rad/s

Die signifikanten Unterschiede unter den Compounds, sowie gegenüber dem reinen PP, sind in Abbildung 15 für den hohen Schergeschwindigkeitsbereich dargestellt. Die einzige Ausnahme des linearen Anstiegs der Viskosität mit dem Füllgrad bildet auch hier das, gegenüber dem reinen PP nicht signifikante Shaker-Material mit 30 Gew.-% Füllung.

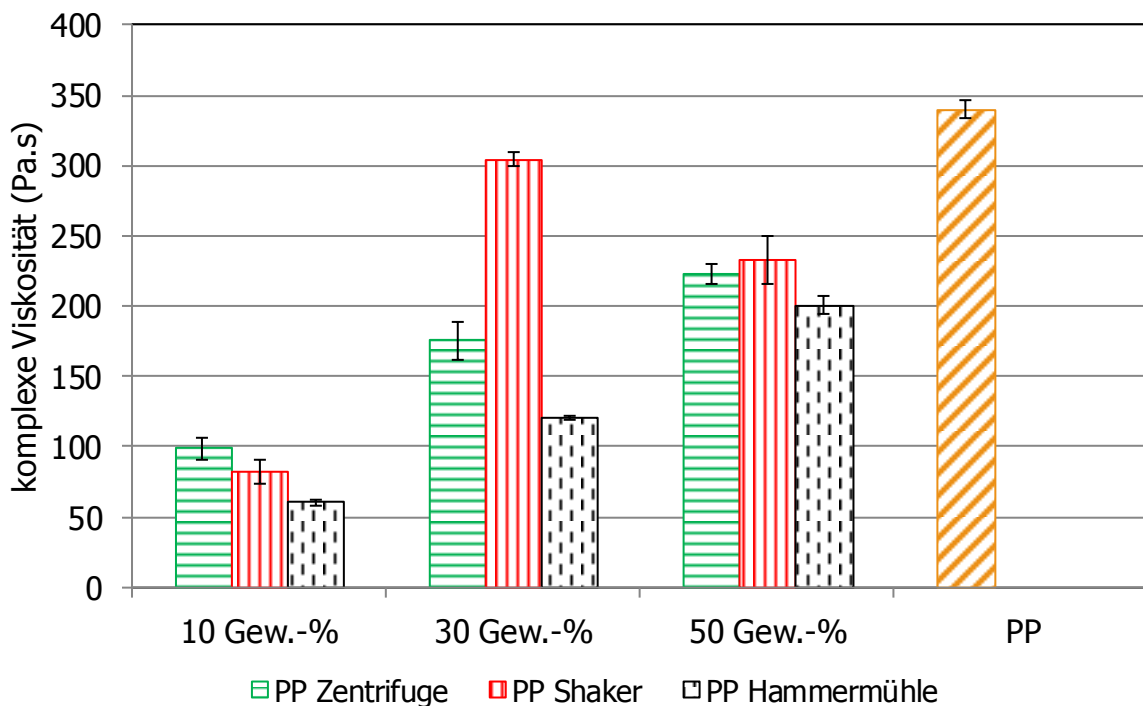


Abbildung 15: Fehlerbalkendiagramm von den Viskositäten der PP-Materialien bei einer Kreisfrequenz von 500 rad/s

### 4.2.2 PVC

Die PVC-Materialien wurden bei einer Temperatur von 190 °C untersucht. Bei einem Füllgrad von 10 Gew.-% zeigt sich nur im Bereich von etwa 500 s<sup>-1</sup> eine signifikante Verringerung der Viskosität (Abbildung 16). Ansonsten erreicht die Viskosität einen höheren Wert und somit sind diese Materialien in dem niedrigeren Bereich zäher. Es ist sehr schwer eine konkrete Aussage darüber zu treffen, da PVC generell zu Schmierfilmbildung neigt und dies die Messung bzw. Vergleichbarkeit erschwert. Die weichmachende Wirkung der Füllstoffe wirkt sich beim Weich-PVC nicht aus, da dies bereits durch Weichmacher modifiziert wurde. Somit ist die Erhöhung der Viskosität, wie bei herkömmlichen Füllstoffen, bei allen Füllgraden zu erkennen.

Die Auflistung der Viskositätsunterschiede der PVC-Compounds gegenüber dem reinen PVC ist in Tabelle 17 ersichtlich.

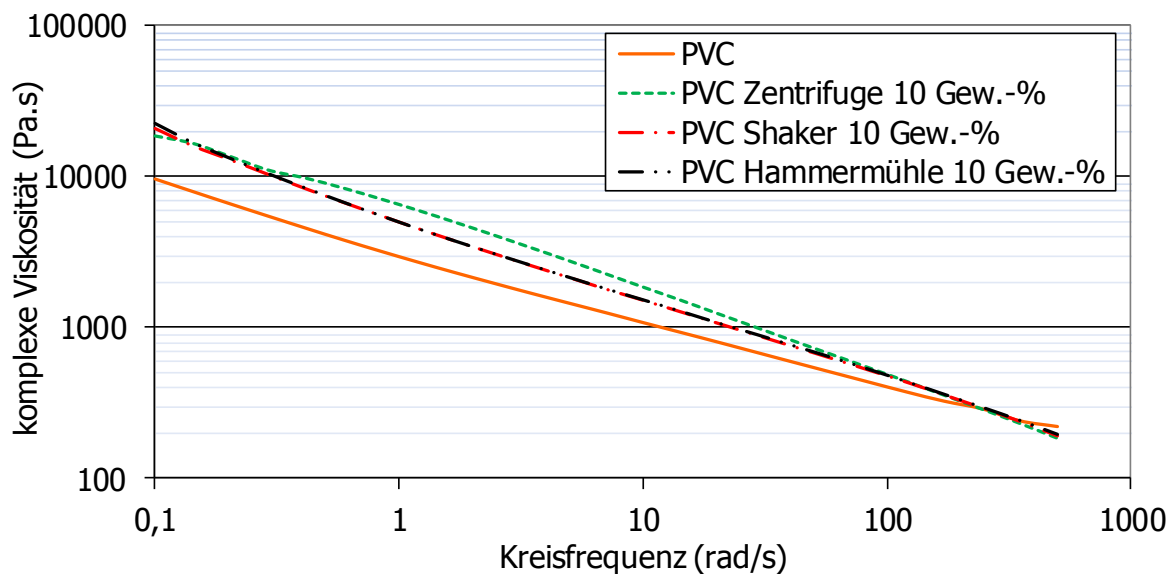


Abbildung 16: Gegenüberstellung der Viskositätskurven der 10 Gew.-% gefüllten PVC-Compounds mit dem reinen PVC

Die 30 Gew.-% gefüllten PVC-Systeme verhalten sich ähnlich wie die 10 Gew.-% Compounds. Es ergibt sich, siehe Abbildung 17, über den gesamten Schergeschwindigkeitsbereich eine erhöhte Zähigkeit des Materials durch die Zugabe des Füllstoffs. Die Erhöhung ist im höheren Schergeschwindigkeitsbereich jedoch nicht signifikant. Die Zähigkeitsunterschiede zwischen PVC und den 30 Gew.-% Compounds ist gegenüber den mit 10 Gew.-% gefüllten Compounds höher.

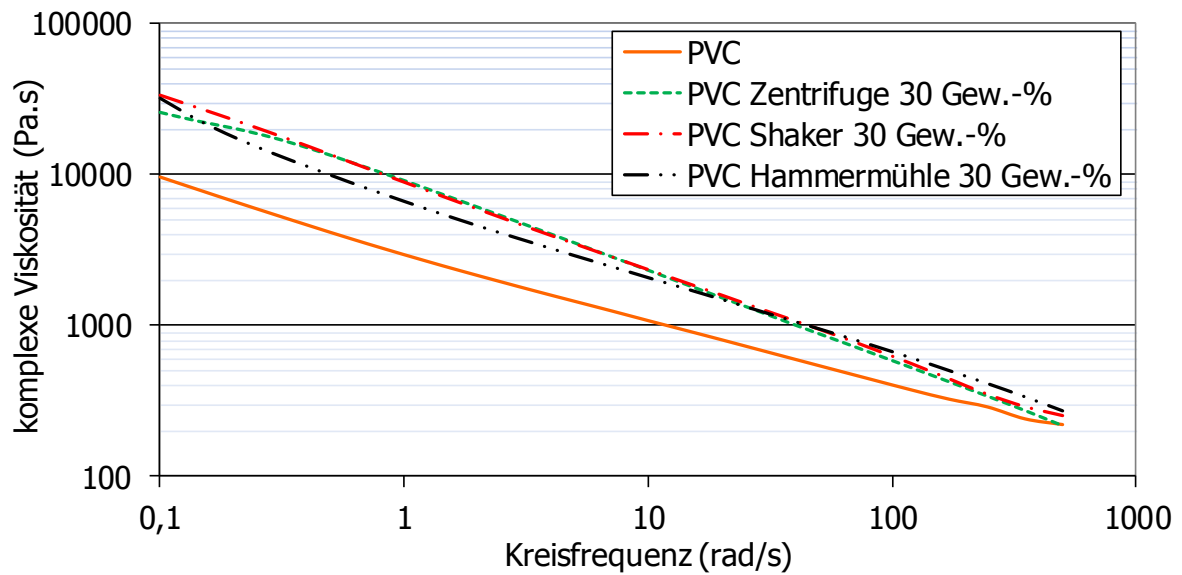


Abbildung 17: Gegenüberstellung der Viskositätskurven der 30 Gew.-% gefüllten PVC-Compounds mit dem reinen PVC

Auch bei den 50 Gew.-% gefüllten Materialtypen ist eine höhere Zähigkeit des Kunststoffes gegenüber dem PVC zu erkennen (siehe Abbildung 18) und diese Verhalten sich ähnlich wie die Materialien der beiden anderen Füllgrade. Hierbei ergibt sich im niedrigen Schwergeschwindigkeitsbereich, eine Viskositätserhöhung um das Achtefache verglichen mit dem ungefüllten PVC, im höheren Bereich um zirka 130 %.

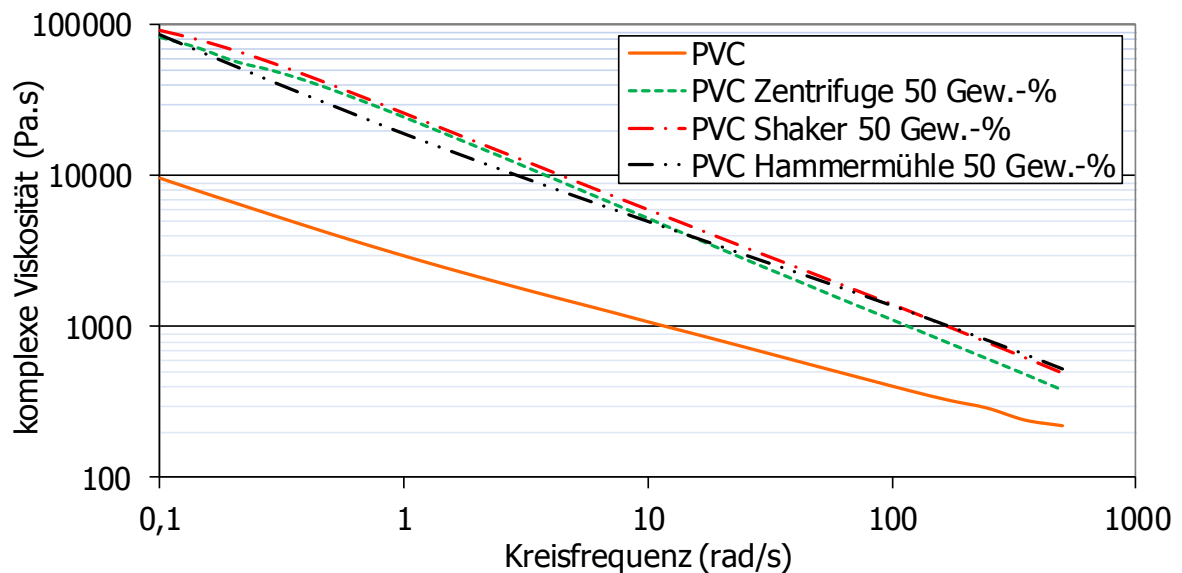


Abbildung 18: Gegenüberstellung der Viskositätskurven der 50 Gew.-% gefüllten PVC-Compounds mit dem reinen PVC

Die Unterschiede der Viskositäten der PVC-Materialien sind in Tabelle 17 dargestellt. Es zeigt sich, dass die PVC-Cutting-Compounds bezüglich der Viskosität untereinander ähnlicher sind, als dies bei PP und PS der Fall ist.



Tabelle 17: Viskositätsunterschiede der PVC-Compounds gegenüber dem PVC Grundpolymer

Füllgrad (Gew.-%)	Material	Kreisfrequenz (rad/s)	$ \bar{\eta}^* $ (Pa.s)	Unterschied (%)
-	PVC	0,1	9600	-
		500	220	
10	PVC Zentrifuge	0,1	18521	+93
		500	184	-16
	PVC Shaker	0,1	20733	+116
		500	191	-13
	PVC Hammermühle	0,1	22400	+133
		500	195	-11
30	PVC Zentrifuge	0,1	25733	+168
		500	216	-2
	PVC Shaker	0,1	33433	+248
		500	252	+15
	PVC Hammermühle	0,1	31900	+232
		500	271	+23
50	PVC Zentrifuge	0,1	82412	+758
		500	379	+72
	PVC Shaker	0,1	91500	+853
		500	492	+124
	PVC Hammermühle	0,1	85500	+791
		500	524	+138

In folgender Abbildung 19 sind die Standardabweichungen der PVC-Compounds und des reinen PVC als Fehlerbalkendiagramm dargestellt. Es sind die signifikanten Unterschiede aller Compounds gegenüber dem reinen PVC im niedrigen Schergeschwindigkeitsbereich zu erkennen.

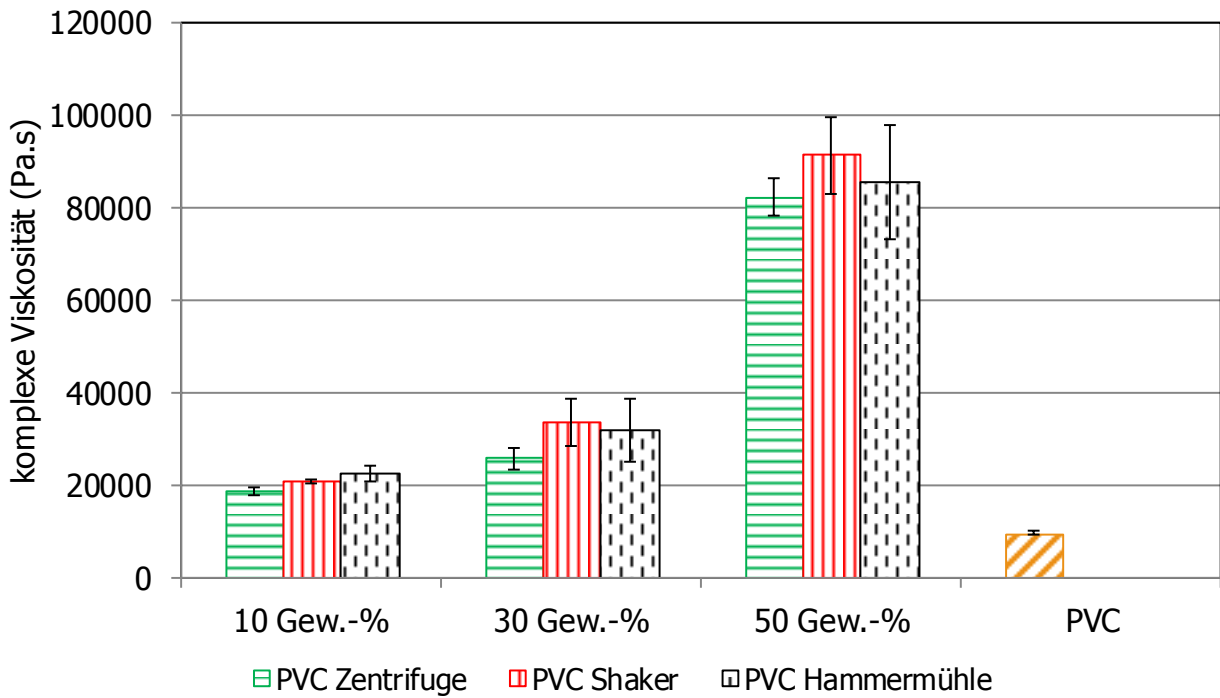


Abbildung 19: Fehlerbalkendiagramm von den Viskositäten der PVC-Materialien bei einer Kreisfrequenz von 0,1 rad/s

Die signifikanten Unterschiede der Compounds, ausgenommen des mit 30 Gew.-% gefüllten Zentrifugen-Compounds, gegenüber dem PVC sind in nachfolgender Abbildung 20 dargestellt. Weiters sind die Standardabweichungen sämtlicher PVC-Materialien ersichtlich. Die Compounds sind signifikant unterschiedlich untereinander.

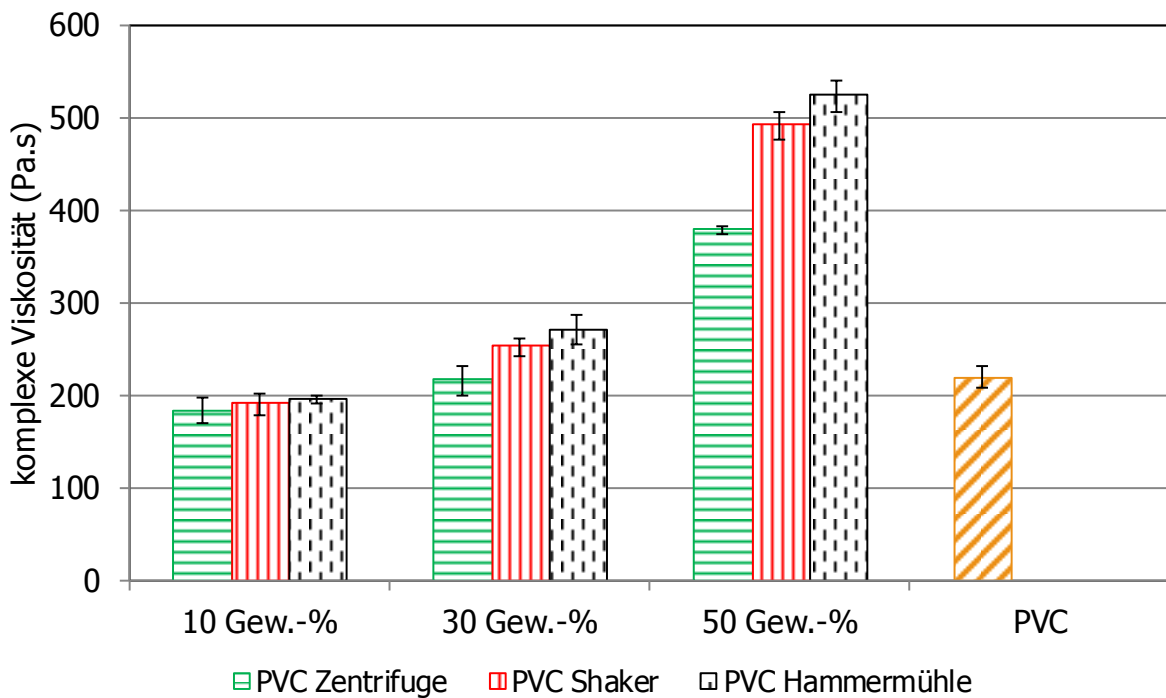


Abbildung 20: Fehlerbalkendiagramm von den Viskositäten der PVC-Materialien bei einer Kreisfrequenz von 500 rad/s

### 4.2.3 PS

Die Ermittlung der Viskositätsverläufe der PS-Materialien fand bei einer Temperatur von 220 °C statt. Es zeigt sich, wie in Abbildung 21 dargestellt, dass die Unterschiede gegenüber dem Grundmaterial weitaus geringer ausfallen als dies bei den PP und PVC Mischungen der Fall ist. Eine Verringerung der Viskosität ist für die drei mit 10 Gew.-% gefüllten Kunststoffe über den gesamten untersuchten Schergeschwindigkeitsbereich zu erkennen, wobei hier die Kurvenverläufe vom Shaker- und Zentrifugen-Compound nahezu identisch sind. Hierbei ergeben sich Unterschiede von ungefähr 21 % bei  $0,1 \text{ s}^{-1}$  und etwa 32 % bei  $500 \text{ s}^{-1}$ , was wiederum eine bessere Fließfähigkeit gegenüber dem Grundpolymer bedeutet.

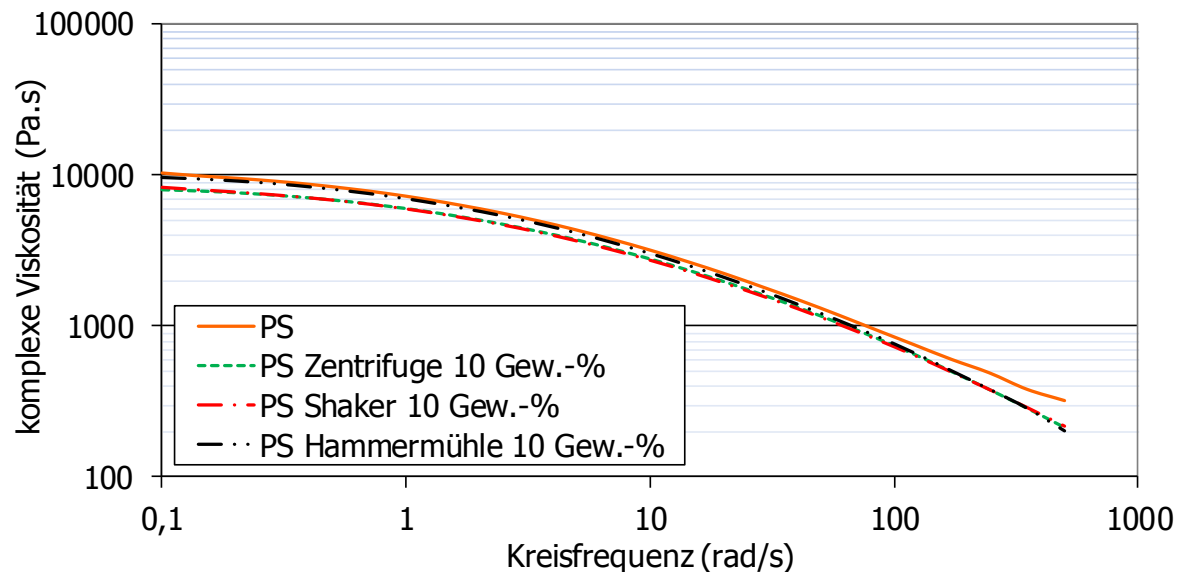


Abbildung 21: Gegenüberstellung der Viskositätskurven der 10 Gew.-% gefüllten PS-Compounds mit dem reinen PS

Das Hammermühlen-Material erweist sich bei den 30 Gew.-% Kurven als zäher gegenüber allen anderen Mischungen, was Abbildung 22 zeigt. Beim Zentrifugen-Material wird die Viskosität sowohl im niedrigen als auch im höheren Schergeschwindigkeitsbereich am stärksten erniedrigt - zirka 55 %. Die höhere Zähigkeit, welche mit dem Hammermühlen-Füllstoff erreicht wird, entspricht dem Verhalten bei Füllung mit einem herkömmlichen anorganischen Füllstoff. Die weichmachende Wirkung der ölhaltigen Füllstoffe, Zentrifuge und Shaker, ist hier deutlich zu erkennen, da diese signifikant unterhalb des Hammermühlen-Compounds liegen.

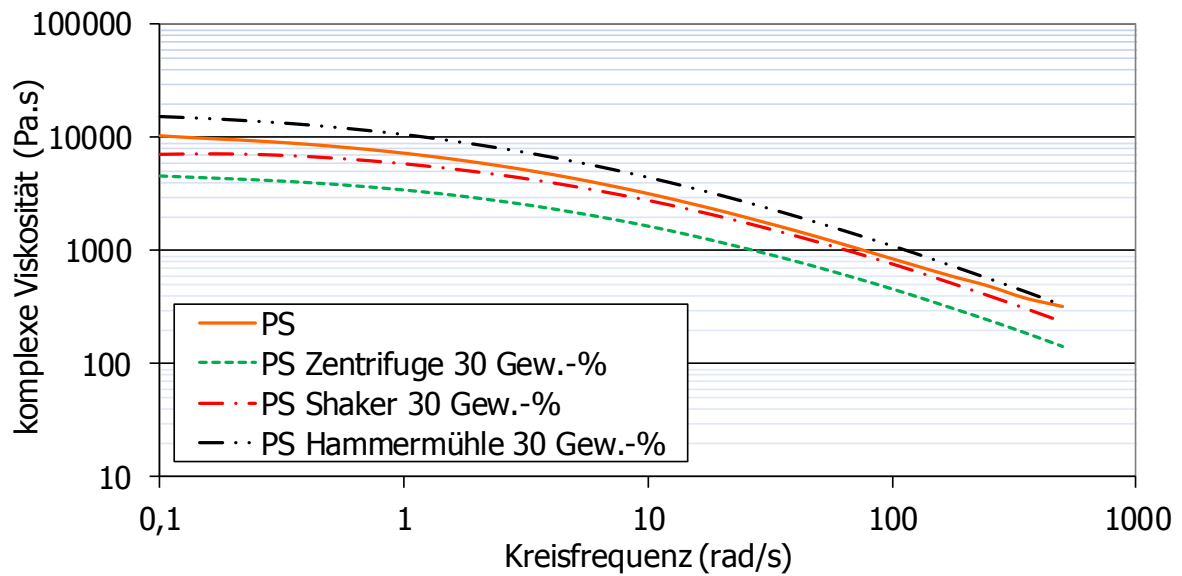


Abbildung 22: Gegenüberstellung der Viskositätskurven der 30 Gew.-% gefüllten PS-Compounds mit dem reinen PS

Mit steigendem Füllstoffgehalt erhöht sich, wie in den vorigen Diagrammen zu sehen war, die Viskosität der Compounds. Die 50 Gew.-% Compounds vom Shaker-Material und Zentrifugen-Material besitzen nun fast die identen Werte des reinen PS (siehe Abbildung 23). Das Hammermühlen-Compound liegt nun signifikant oberhalb des reinen Matrixpolymers. Die Verringerung der Viskosität beträgt hier am Beispiel des Shaker-Compounds bei 21 % bzw. 10 %. Es ist erneut deutlich der weichmachende Effekt der ölhaltigen Füllstoffe, Shaker und Zentrifuge, zu erkennen.

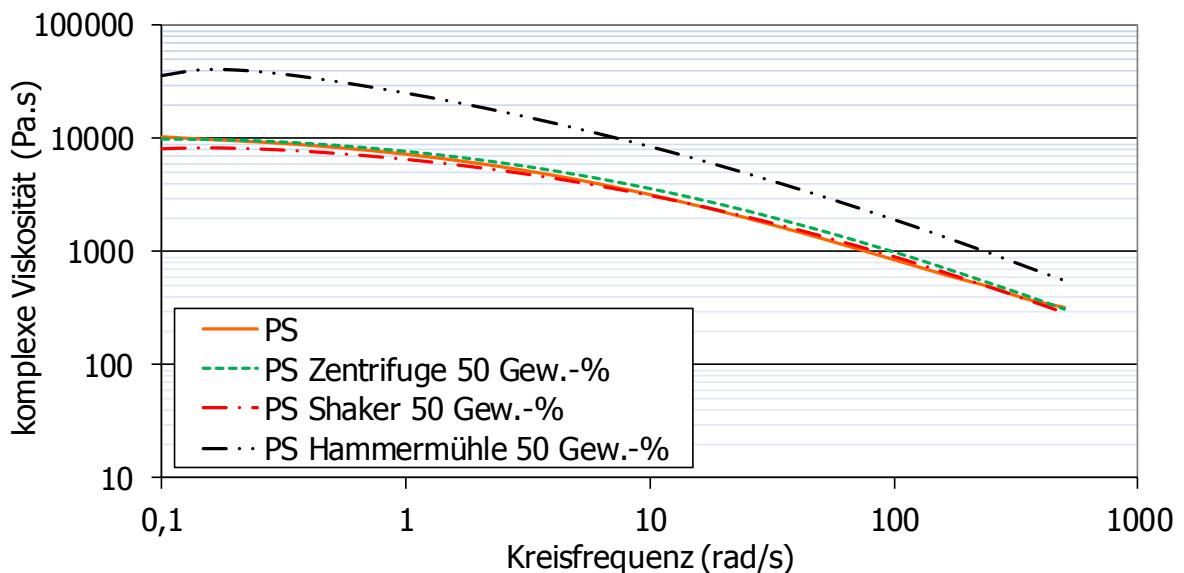


Abbildung 23: Gegenüberstellung der Viskositätskurven der 50 Gew.-% gefüllten PS-Compounds mit dem reinen PS

Die Differenzen der einzelnen PS-Compounds gegenüber dem reinen Polystyrol sind in Tabelle 18 gelistet.

Tabelle 18: Viskositätsunterschiede der PS-Compounds gegenüber dem PS Grundpolymer

<b>Füllgrad (Gew.-%)</b>	<b>Material</b>	<b>Kreisfrequenz (rad/s)</b>	<b><math> \eta^* </math> (Pa.s)</b>	<b>Unterschied (%)</b>
-	PS	0,1	10300	-
		500	320	
10	PS Zentrifuge	0,1	7977	-23
		500	212	-34
	PS Shaker	0,1	8280	-20
		500	217	-32
	PS Hammermühle	0,1	9620	-7
		500	202	-37
30	PS Zentrifuge	0,1	4550	-56
		500	142	-56
	PS Shaker	0,1	7067	-31
		500	234	-27
	PS Hammermühle	0,1	15233	+48
		500	328	+3
50	PS Zentrifuge	0,1	9847	-4
		500	309	-3
	PS Shaker	0,1	8077	-22
		500	287	-10
	PS Hammermühle	0,1	35833	+248
		500	534	+67

Die signifikanten Unterschiede sämtlicher PS-Compounds gegenüber dem reinen Polystyrol sind in Abbildung 24 ersichtlich. Weiters sind die Standardabweichungen sämtlicher PS-Materialien ersichtlich. Ausgenommen des nicht signifikanten Unterschieds zwischen den 10 Gew.-% Zentrifugen- und Shaker-Compounds sind sämtliche Compounds über alle Füllgrade hinweg signifikant unterschiedlich.

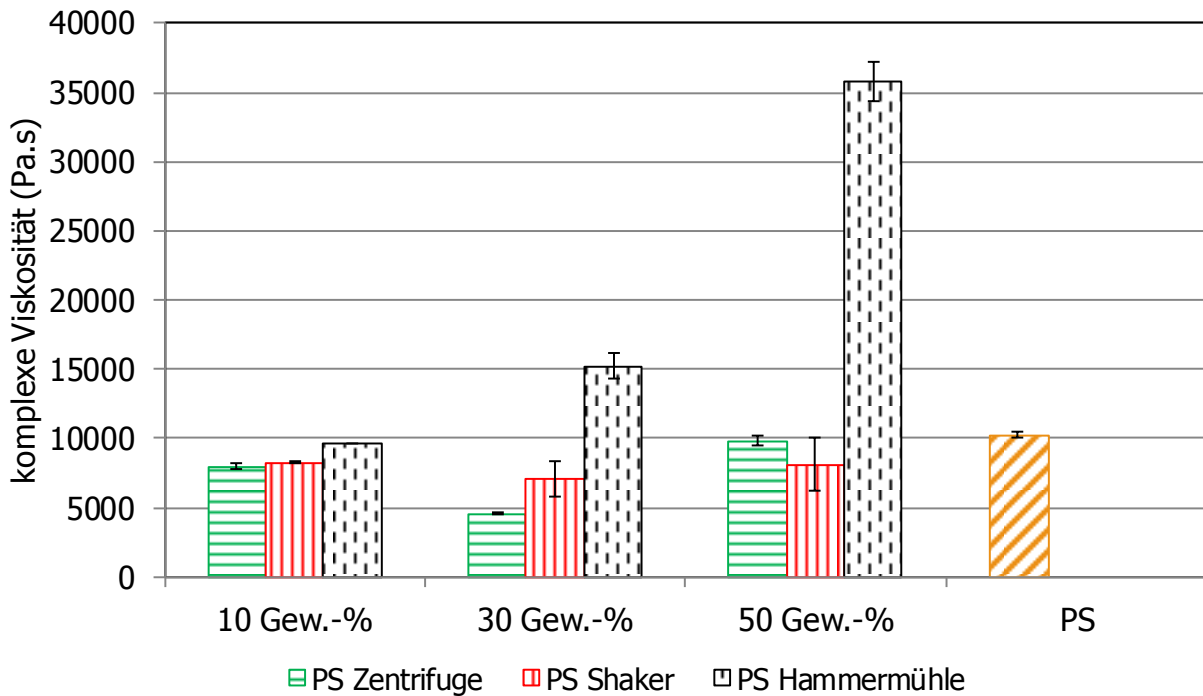


Abbildung 24: Fehlerbalkendiagramm von den Viskositäten der PS-Materialien bei einer Kreisfrequenz von 0,1 rad/s

Die nicht signifikanten Unterschiede der 10 Gew.-% Compounds sowie die Standardabweichungen der Compounds sind in Abbildung 25 dargestellt. Alle Compounds sind signifikant unterschiedlich gegenüber dem PS sowie untereinander. Ein linearer Viskositätsanstieg ist bei den Zentrifugen- und Hammermühlen-Compounds zu erkennen.

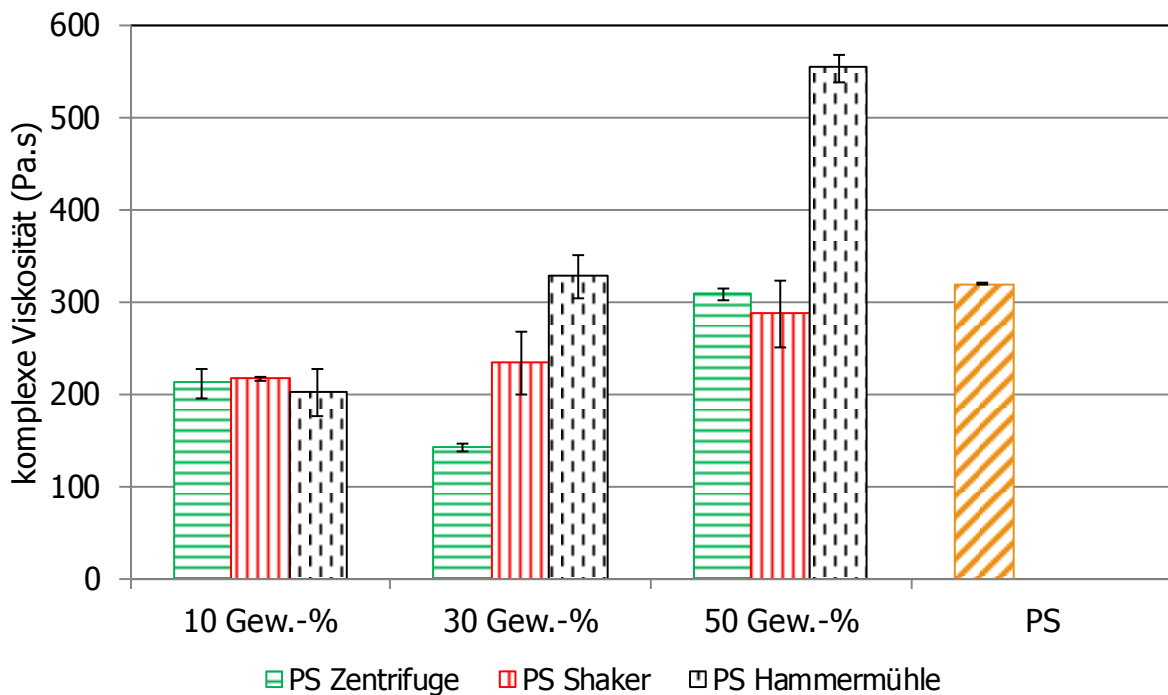


Abbildung 25: Fehlerbalkendiagramm von den Viskositäten der PS-Materialien bei einer Kreisfrequenz von 500 rad/s

### 4.2.4 Zusammenfassung der Viskositätsergebnisse

Bei den PP-Compounds ergibt sich für alle Materialien ein eher untypischer Kurvenverlauf. Die Viskosität sinkt mit Zugabe des Füllstoffs durchwegs bei allen Materialien, einzige Ausnahme bildet hier PP Shaker mit 30 Gew.-% Füllung. Die Ursache für das untypische Phänomen der massiven Viskositätsabsenkung durch Zugabe von Bohrschlamm in PP, kann möglicherweise mit der Einbettung der Partikel zwischen die Polymerketten erklärt werden. Durch die sehr gute und gleichmäßige Einbettung, würde das Abgleiten der Polymerketten viel leichter vor sich gehen können, was zu einer Verringerung der Viskosität führt. Weiters ist bei den ölhaltigen Füllstoffen möglich, dass die weichmachenden Effekte des Öles sowie des Wassers zu einem Teil der Viskositätsabsenkung führt. Die besten Werte, gegenüber PP, erzielten hierbei die Hammermühlen-Compounds (Abfall um bis zu 92 %), wobei die Erklärung hierfür nicht bekannt ist.

Die Viskositätswerte aller PVC-Compounds liegen bei allen Füllgraden stets nahe beieinander und oberhalb des reinen PVC. Bei den 50 Gew.-% gefüllten Compounds ergibt sich eine maximale Erhöhung der Zähigkeit um das bis zu Achteinhalbfache. Die weichmachende Wirkung der ölhaltigen Füllstoffe, Zentrifuge und Shaker, kommt hier kaum zur Geltung, da es sich beim Grundpolymer bereits um ein Weich-PVC handelt, welches bereit mittels Weichmachern modifiziert wurde. Die Kurvenverläufe entsprechen denen herkömmlicher anorganischer Füllstoffe.

Die Shaker- und Zentrifugen-Materialien zeichneten sich bei den PS-Compounds mit den durchwegs niedrigeren Viskositätswerten gegenüber den Hammermühlen-Compounds aus. Die Differenz zwischen den Materialien erhöht sich mit steigendem Füllstoffgehalt. Bei einem Füllgrad von 30 Gew.-% liegen die ölhaltigen Füllstoffe, Shaker und Zentrifuge, um bis zu 56 % unter den Viskositätswerten des reinen PS. Ansonsten besitzen die Shaker- und Zentrifugen-Compounds in etwa die Werte von PS. Das Hammermühlen-Compound mit 50 Gew.-% Füllung erweist sich um das Zweieinhalbfache zäher als das reine Polystyrol. Die detektierten Kurvenverläufe der Hammermühlen-Compounds sind vergleichbar mit dem Einsatz von herkömmlichen anorganischen Füllstoffen. Die Shaker- und Zentrifugen-Materialien liegen, aufgrund der weichmachenden Wirkung von Öl bzw. Wasser, deutlich unterhalb der Hammermühlen-Compounds.

## 4.3 Rheotens

Der Rheotest selbst ist generell stark von der Probenvorbereitung und der Durchführung der Messung abhängig. Als Beispiel kann hier eine unterschiedliche Verdichtung der Schmelze im Kapillarviskosimeter per Hand angeführt werden. Die daher möglichen Lunker führen zu einem vorzeitigen Abreißen des Kunststoffstranges und verfälschen somit das Messergebnis. Um Messungenauigkeiten zu reduzieren, bestand eine Messreihe stets aus sechs Messungen. Bei hohen Abzugsgeschwindigkeiten ist der sogenannte „Draw Resonance“ Effekt zu erkennen. Hierbei beginnt die Schmelze oszillierende Bewegungen auszuführen, welche auf der Messkurve deutlich zu erkennen sind und auf hydrodynamische Instabilitäten in der Schmelze zurückzuführen sind (siehe Kapitel 3.7). Der in den folgenden Diagrammen dargestellte Messbereich liegt unterhalb der „Draw Resonance“, da die Werte im „Draw Resonance-Bereich“ unbrauchbare Ergebnisse liefern. Die Schmelzesteifigkeit ist z.B. für den Schäumprozess und für das Blasformen von großer Wichtigkeit, jedoch weist eine schlechtere Schmelzesteifigkeit nicht auf ein schlechtes Material hin, da diese bei anderen Kunststoffformgebungsprozessen nicht von Nachteil sein muss. Bei sämtlichen Diagrammen weisen die Hammermühlen-Compounds die besten Werte, gegenüber den beiden anderen Füllstofftypen, auf.

### 4.3.1 PP

Abbildung 26 zeigt den Vergleich der Rheotenskurven von PP und den mit 10 Gew.-% gefüllten Compounds. Diese wurden bei einer Temperatur von 200 °C untersucht. Zur besseren Vergleichbarkeit der Kurven dient ein Bezugspunkt, welcher bei einer Abzugsgeschwindigkeit von 110 mm/s gewählt wurde. Über den gesamten dargestellten Abzugsgeschwindigkeitsbereich liegt die Schmelzesteifigkeit der Compounds unter dem Grundpolymer. Im Bereich des Bezugspunkts hat das Hammermühlen-Compound den vergleichsweise besten Wert (Abfall um 17 %). Die ölhaltigen Compounds, mit Shaker- und Zentrifugen-Füllstoff, liegen aufgrund der weichmachenden Effekte unterhalb des Hammermühlen-Compounds. Herkömmliche anorganische Füllstoffe erreichen annähernd die Werte von PP, reißen jedoch früher ab als dies bei den Bohrschlammcompounds der Fall ist. Insbesondere die Kunststoffstränge der ölhaltigen Füllstoffcompounds reißen, auf Grund der weichmachenden Effekte, zu einem späteren Zeitpunkt ab als die Hammermühlen-Materialien.

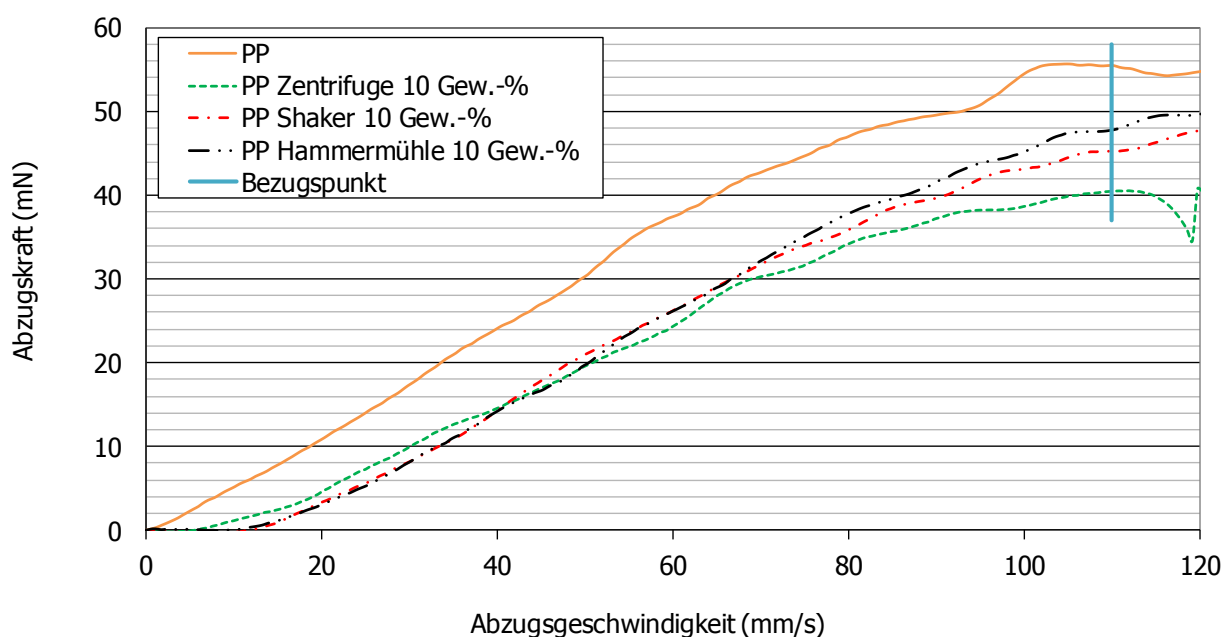


Abbildung 26: Rheotenskurven der 10 Gew.-% gefüllten PP-Compounds und des reinen PP mit Bezugspunkt bei 110 mm/s

Tabelle 19 zeigt die auftretenden Abzugskraftunterschiede der mit 10 Gew.-% gefüllten Materialien.

Tabelle 19: Abweichung der 10 Gew.-% gefüllten PP-Compounds vom reinen PP beim Bezugspunkt von 110 mm/s

Material	Abzugsgeschwindigkeit (mm/s)	Unterschied gegenüber ungefüllten PP (%)
PP	54,5	-
PP Zentrifuge 10 Gew.-%	38,7	-29
PP Shaker 10 Gew.-%	43,0	-21
PP Hammermühle 10 Gew.-%	45,2	-17



Die nachfolgenden Rheotenskurven der 30 Gew.-% Systeme ergeben ein ähnliches Diagramm wie vorhin, jedoch reißen die Stränge schon bedeutend früher ab und somit wurde der Bezugspunkt zum besseren Vergleich der Kurven mit 80 mm/s gewählt. Wiederrum liegt die Steifigkeit der Schmelze stets unter dem des PP. Den besten Wert der Schmelzesteifigkeit erreicht wiederum das Hammermühlen-Compound und entspricht einem Abfall von etwa 26 %. Das Materialverhalten der 30 Gew.-% Compounds, welches den 10 Gew.-% Compounds ähnlich ist, wird ebenfalls mit den vorhin erwähnten Punkten erklärt.

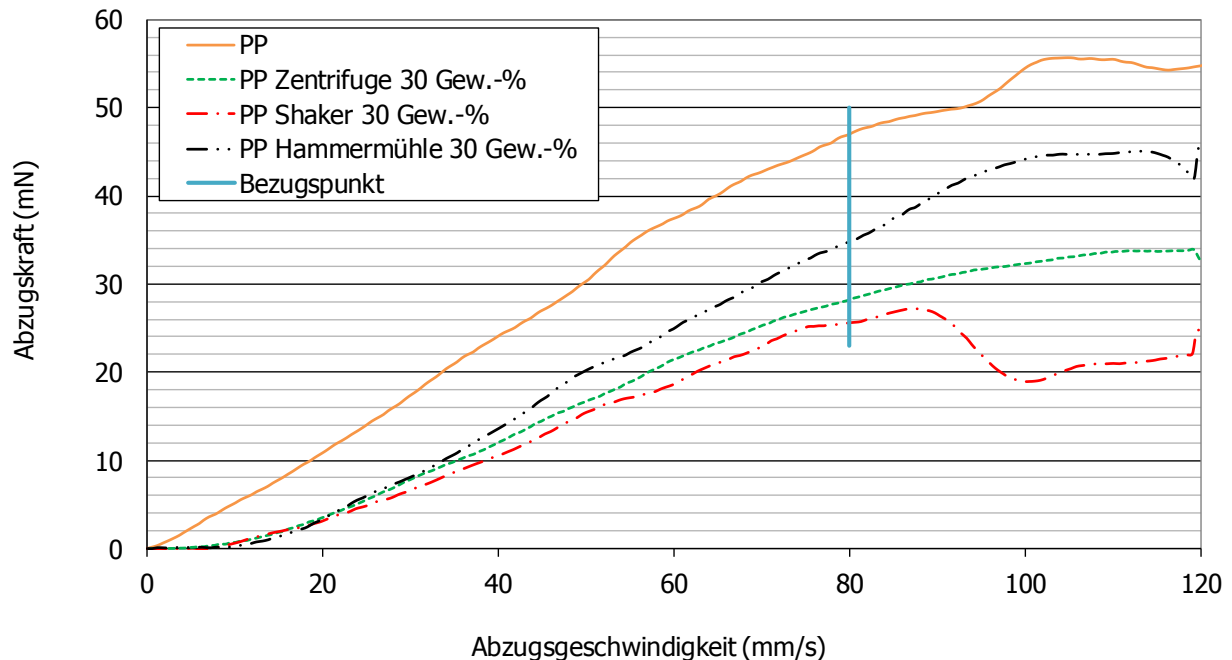


Abbildung 27: Rheotenskurven der 30 Gew.-% gefüllten PP- Compounds und des reinen PP mit Bezugspunkt bei 80 mm/s

Die Unterschiede der Abzugskräfte bei 80 mm/s für die 30 Gew.-% Compounds sind in folgender Tabelle aufgelistet.

Tabelle 20: Abweichung der 30 Gew.-% gefüllten PP-Compounds vom reinen PP beim Bezugspunkt von 80 mm/s

Material	Abzugsgeschwindigkeit (mm/s)	Unterschied gegenüber ungefüllten PP (%)
PP	47,1	-
PP Zentrifuge 30 Gew.-%	28,3	-40
PP Shaker 30 Gew.-%	25,6	-46
PP Hammermühle 30 Gew.-%	34,9	-26

Abbildung 28 zeigt die Viskositätsverläufe der hochgefüllten Compounds. Es zeigt sich beim Bezugspunkt von 80 mm/s, dass das Hammermühlen-Material hierbei den Wert des reinen Grundpolymers bei ungefähr 58 mm/s zu übersteigen beginnt. Die im Hammermühlen-Füllstoff enthaltenen größeren Partikel behindern die Ausrichtung der Polymerkette in Zugrichtung wodurch eine höhere Abzugskraft erreicht wird. Die weiteren beiden Füllstoffe erniedrigen, wie bei geringerem Füllgrad, die Schmelzesteifigkeit aufgrund der

weichmachenden Bestandteile der Füllstoffe. Für das Hammermühlen-Compound ergibt sich hierbei eine Steigerung von etwa 8 % beim Bezugspunkt.

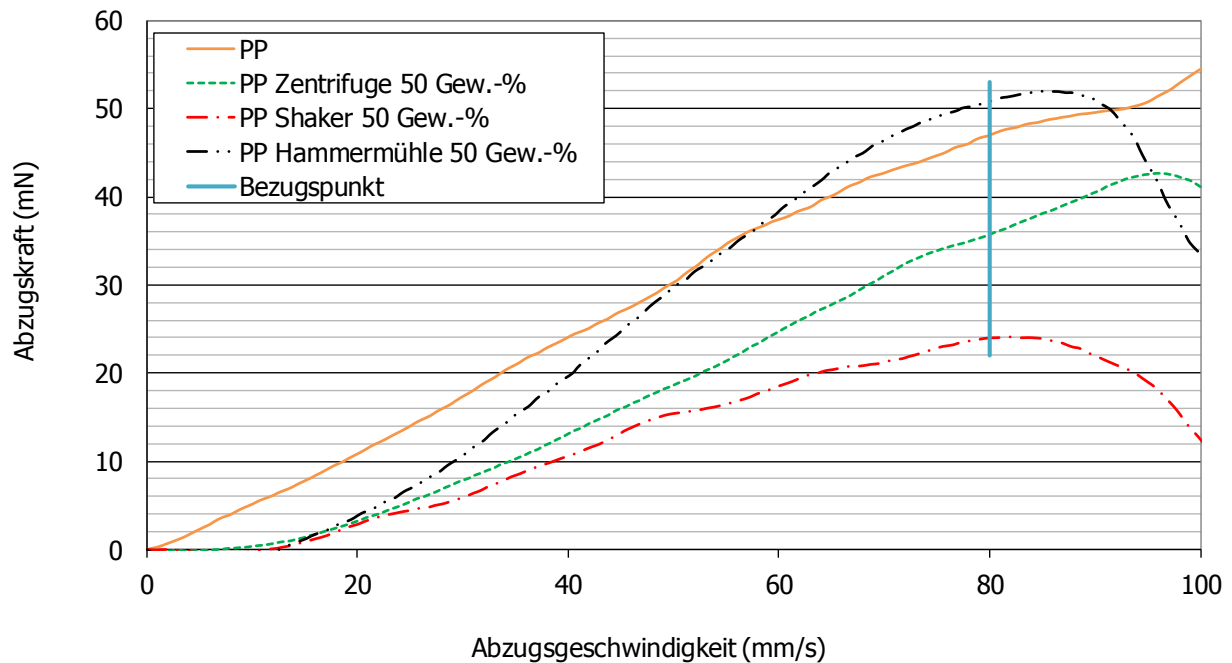


Abbildung 28: Rheotenskurven der 50 Gew.-% gefüllten PP- Compounds und des reinen PP mit Bezugspunkt bei 80 mm/s

Differenz des Polypropylen gegenüber den 50 Gew.-% Compounds ist in nachfolgender Tabelle 21 festgehalten.

Tabelle 21: Abweichung der 50 Gew.-% gefüllten PP-Compounds vom reinen PP beim Bezugspunkt von 80 mm/s

Material	Abzugsgeschwindigkeit (mm/s)	Unterschied gegenüber ungefüllten PP (%)
PP	47,1	-
PP Zentrifuge 50 Gew.-%	35,9	-24
PP Shaker 50 Gew.-%	24,0	-49
PP Hammermühle 50 Gew.-%	50,8	+8

### 4.3.2 PVC

Die PVC-Compounds besitzen, wie in Abbildung 29 dargestellt, gegenüber dem PVC bis zu einer Abzugsgeschwindigkeit von 60 mm/s fast idente Werte, wobei nachfolgend die Differenz gegenüber PVC immer größer wird. Die beste Performance zeigt hier wiederum der Hammermühlen-Füllstoff mit einem Unterschied von zirka 59 % beim Bezugspunkt von 170 mm/s.

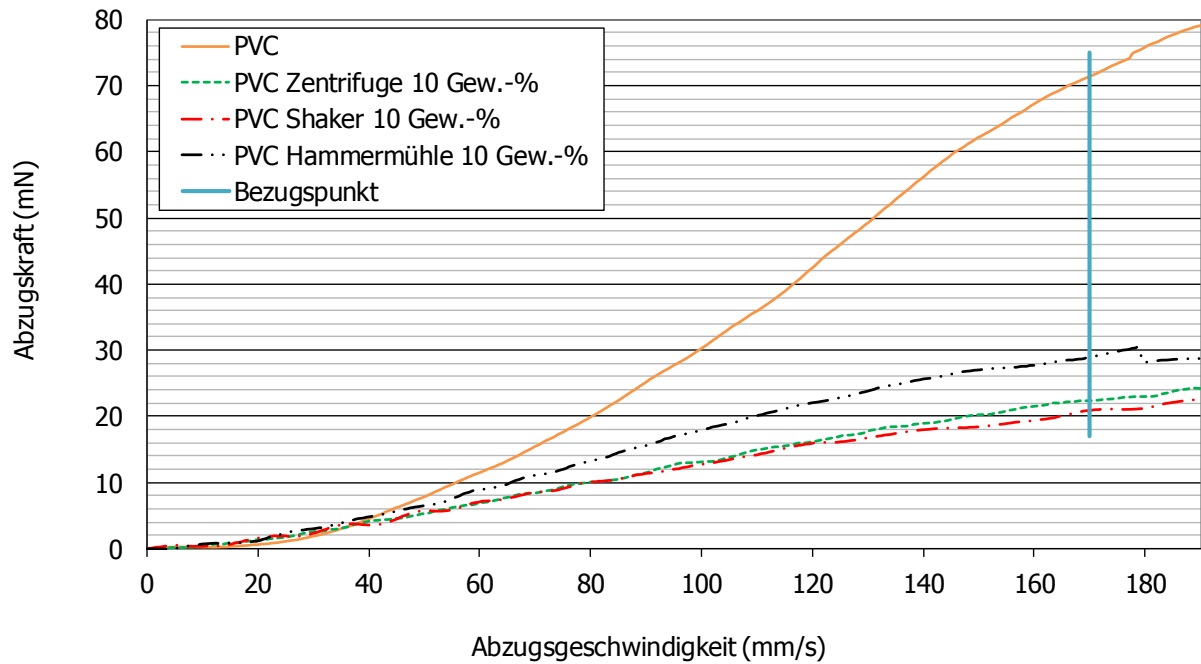


Abbildung 29: Rheotenskurven der 10 Gew.-% gefüllten PVC- Compounds und des reinen PVC mit Bezugspunkt bei 170 mm/s

In nachfolgender Tabelle 22 sind die Abweichungen der PVC-Materialien gegenüber dem PVC dargestellt.

Tabelle 22: Abweichung der 10 Gew.-% gefüllten PVC-Compounds vom reinen PVC beim Bezugspunkt von 170 mm/s

Material	Abzugsgeschwindigkeit (mm/s)	Unterschied gegenüber ungefüllten PVC (%)
PVC	71,4	-
PVC Zentrifuge 10 Gew.-%	22,4	-69
PVC Shaker 10 Gew.-%	20,9	-71
PVC Hammermühle 10 Gew.-%	28,9	-60

Dem Trend folgend, besitzen die PVC-Compounds mit 30 Gew.-% Füllung bis etwa 50 mm/s eine ähnliche bzw. bessere Schmelzsteifigkeit wie das Grundpolymer. Anschließend wird die Differenz wie vorhin ebenfalls größer. Den geringsten Unterschied von etwa 44 % beim Bezugspunkt besitzt wiederum das Hammermühlen-Compound, siehe Abbildung 30.

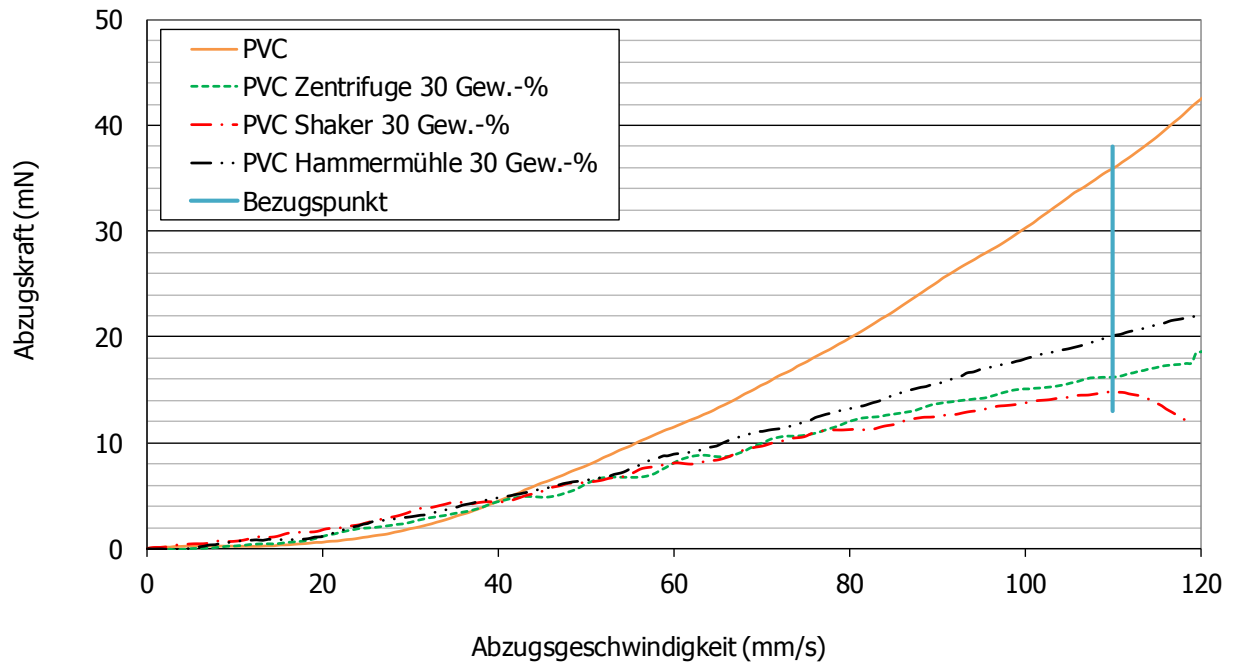


Abbildung 30: Rheotenskurven der 30 Gew.-% gefüllten PVC- Compounds und des reinen PVC mit Bezugspunkt bei 110 mm/s

Die Unterschiede der 30 Gew.-% gefüllten PVC-Systeme gegenüber dem reinen PVC-Polymer sind in Tabelle 23 aufgelistet.

Tabelle 23: Abweichung der 30 Gew.-% gefüllten PVC-Compounds vom reinen PVC beim Bezugspunkt von 110 mm/s

Material	Abzugsgeschwindigkeit (mm/s)	Unterschied gegenüber ungefüllten PVC (%)
PVC	35,9	-
PVC Zentrifuge 30 Gew.-%	16,2	-55
PVC Shaker 30 Gew.-%	14,8	-59
PVC Hammermühle 30 Gew.-%	20,2	-44

In Abbildung 31 zeigt sich abermals, dass die Compounds bis zu 50 mm/s relativ gute Werte gegenüber PVC besitzen. Folgend zeigt sich, dem Trend entsprechend, die Vergrößerung des Unterschiedes gegenüber dem reinen Polyvinylchlorid. Die drei Kurven besitzen fast idente Differenzwerte beim Bezugspunkt von 100 mm/s, welche zirka 53 % bis 57 % entsprechen. Geringe oszillierende Bewegungen des Kunststoffstranges sind hierbei bereits beim Hammermühlen- und Shaker-Compound vor dem Bezugspunkt zu erkennen.

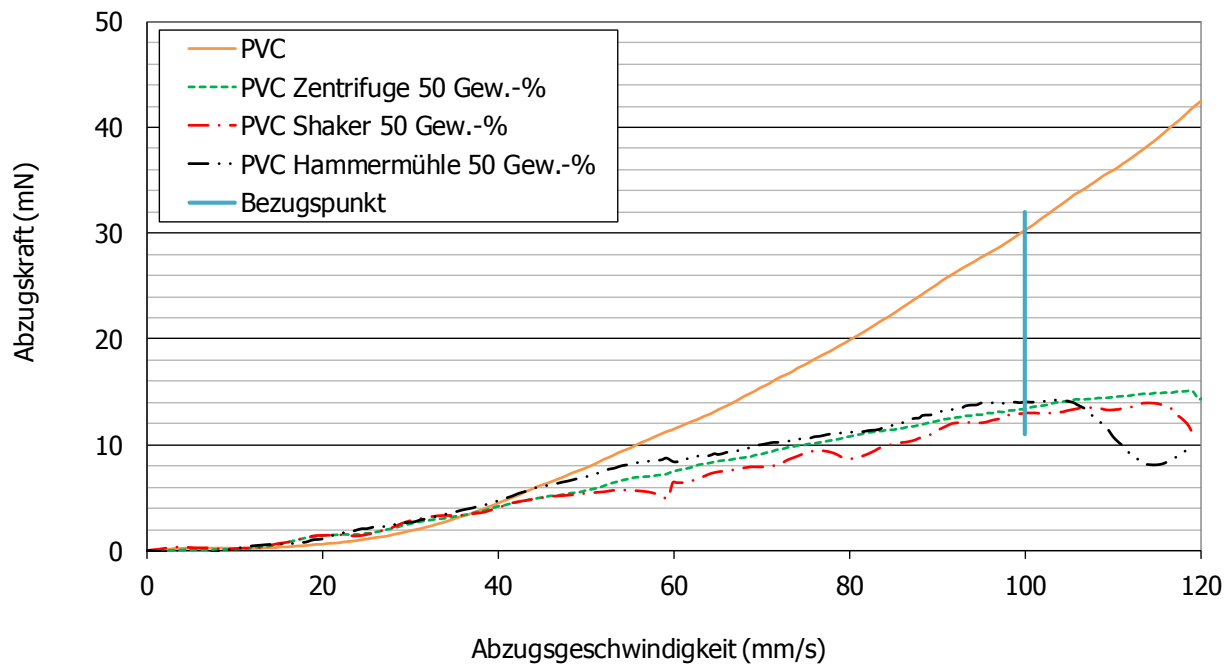


Abbildung 31: Rheotenskurven der 50 Gew.-% gefüllten PVC-Compounds und des reinen PVC mit Bezugspunkt bei 100 mm/s

Die Differenzen der hochgefüllten PVC-Materialien gegenüber dem PVC beim Bezugspunkt sind in Tabelle 24 gelistet.

Tabelle 24: Abweichung der 50 Gew.-% gefüllten PVC-Compounds vom reinen PVC beim Bezugspunkt von 100 mm/s

Material	Abzugsgeschwindigkeit (mm/s)	Unterschied gegenüber ungefüllten PVC (%)
PVC	30,4	-
PVC Zentrifuge 50 Gew.-%	14,1	-52
PVC Shaker 50 Gew.-%	13,0	-57
PVC Hammermühle 50 Gew.-%	14,5	-54

### 4.3.3 PS

Die detektierten Kurven des Rheotensversuchs der 10 Gew.-% gefüllten Compounds zeigt Abbildung 32. Es ist zu erkennen, dass das Hammermühlen-Compound annähernd die Werte von PS erreicht bzw. bis zu 95 mm/s leicht über der PS-Kurve liegt. Die Differenz beim Bezugspunkt beträgt hier etwa 9 %. Die Shaker- und Zentrifugen-Compounds liegen etwa bei 65 % bzw. 60 % des PS und verlaufen fast parallel.

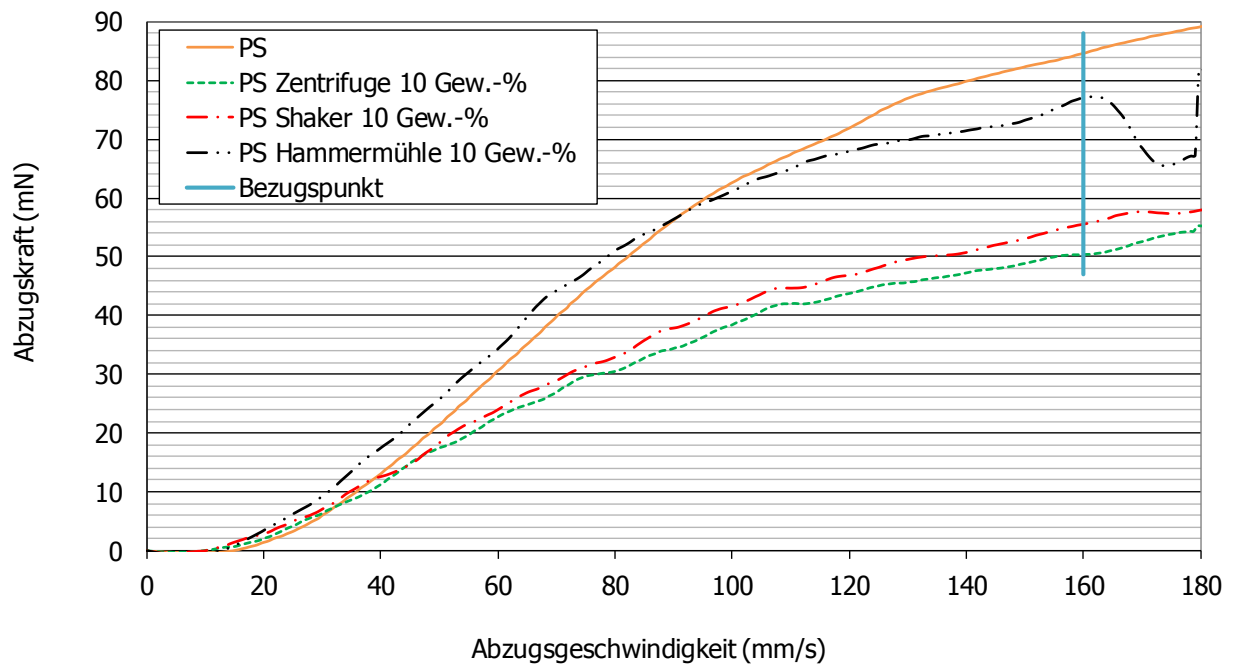


Abbildung 32: Rheotenskurven der 10 Gew.-% gefüllten PS-Compounds und des reinen PS mit Bezugspunkt bei 160 mm/s

In folgender Tabelle 25 sind die Unterschiede der PS-Compounds gegenüber dem PS dargestellt.

Tabelle 25: Abweichung der 10 Gew.-% gefüllten PS-Compounds vom reinen PS beim Bezugspunkt von 160 mm/s

Material	Abzugsgeschwindigkeit (mm/s)	Unterschied gegenüber ungefüllten PS (%)
PS	84,5	-
PS Zentrifuge 10 Gew.-%	50,4	-40
PS Shaker 10 Gew.-%	55,6	-34
PS Hammermühle 10 Gew.-%	77,0	-9

Abbildung 33 zeigt einen ähnlichen Kurvenverlauf wie Abbildung 32. Auch hier liegt das Hammermühlen-Material am Beginn wieder oberhalb der PS-Kurve und fällt gegenüber dieser dann leicht ab. Die Differenz des Hammermühlen-Compounds zum PS beträgt hierbei zirka 13 %. Die beiden anderen gefüllten Systeme beschreiben auch hier annähernd parallele Kurven. Die Kurven reißen aufgrund der höheren Füllung schneller ab und somit wurde ein niedrigerer Bezugspunkt gewählt.

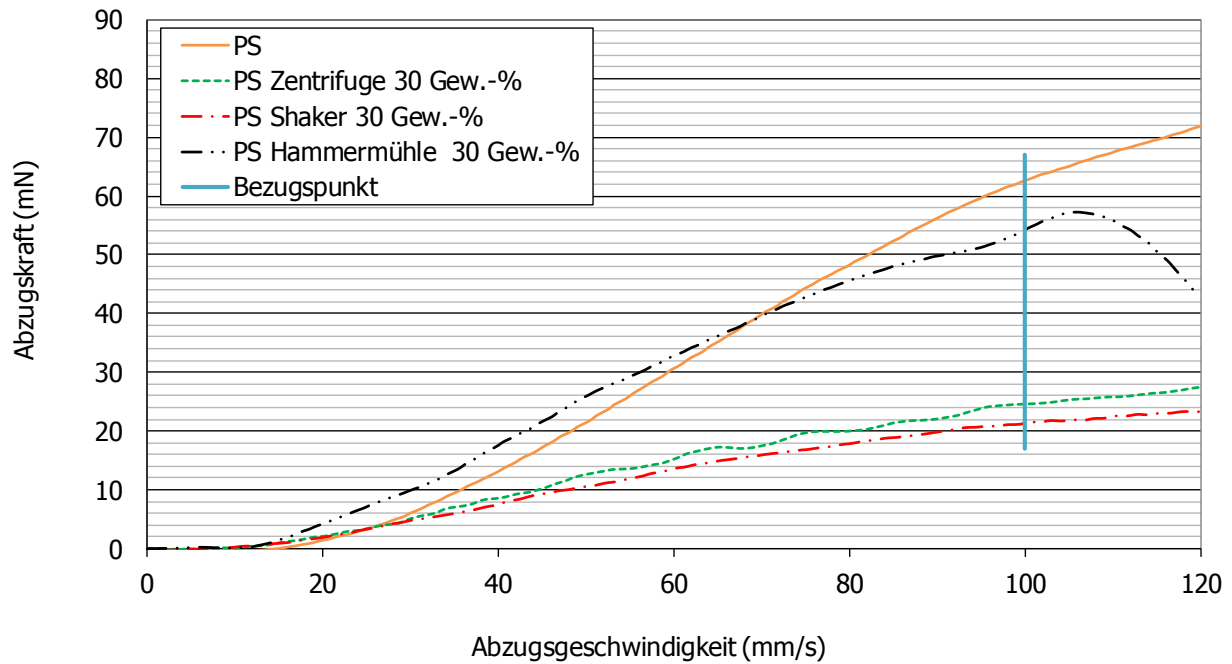


Abbildung 33: Rheotenskurven der 30 Gew.-% gefüllten PS-Compounds und des reinen PS mit Bezugspunkt bei 100 mm/s

Nachfolgend sind die Differenzen der 30 Gew.-% Compounds in Tabelle 26 abgebildet.

Tabelle 26: Abweichung der 30 Gew.-% gefüllten PS-Compounds vom reinen PS beim Bezugspunkt von 100 mm/s

Material	Abzugsgeschwindigkeit (mm/s)	Unterschied gegenüber ungefüllten PS (%)
PS	62,7	-
PS Zentrifuge 30 Gew.-%	24,6	-61
PS Shaker 30 Gew.-%	21,4	-66
PS Hammermühle 30 Gew.-%	54,2	-14

Wie in Abbildung 34 dargestellt zeigt sich neben der leichten Instabilität des Shaker-Kunststoffs, dass das Hammermühlen-Compound für die Füllung mit 50 Gew.-% für den Rheotensversuch am besten geeignet ist (36 % Abfall der Abzugskraft). Die Shaker- und Zentrifugen-Compounds liegen wiederum deutlich darunter und weisen nahezu parallele Kurvenverläufe auf.

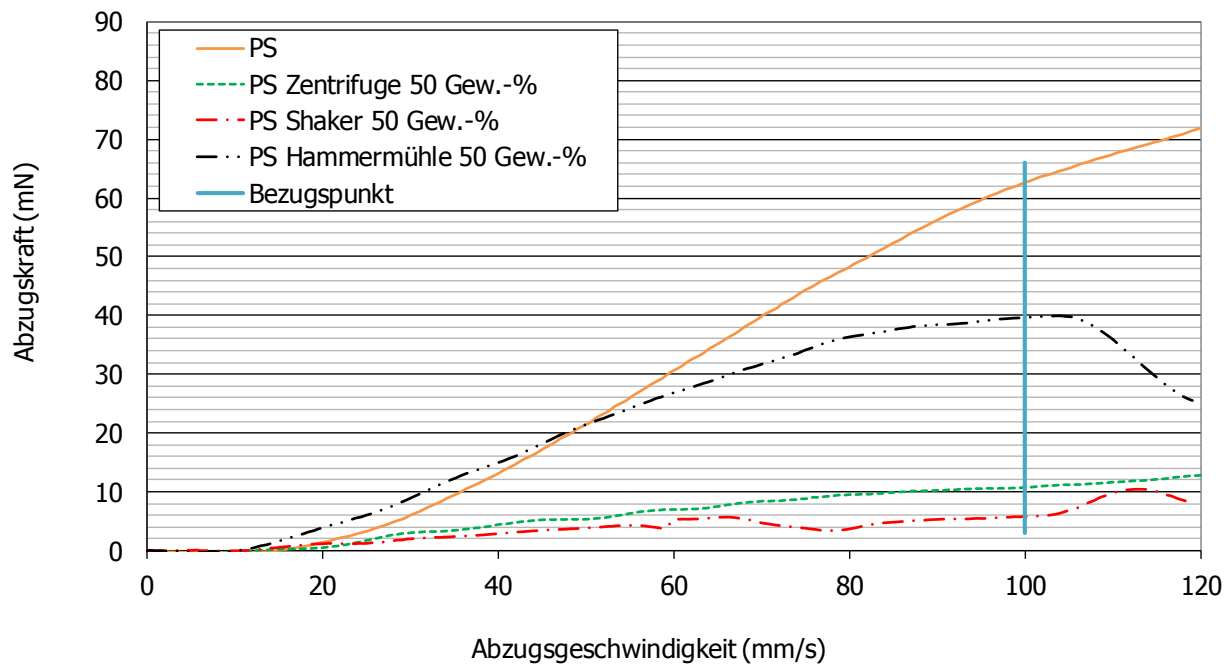


Abbildung 34: Rheotenskurven der 50 Gew.-% gefüllten PS-Compounds und des reinen PS mit Bezugspunkt bei 160 mm/s

Tabelle 27 zeigt den Verlust der Abzugskraft in % gegenüber dem reinen Polystyrol.

Tabelle 27: Abweichung der 50 Gew.-% gefüllten PS-Compounds vom reinen PS beim Bezugspunkt von 160 mm/s

Material	Abzugsgeschwindigkeit (mm/s)	Unterschied gegenüber ungefüllten PS (%)
PS	62,7	-
PS Zentrifuge 50 Gew.-%	39,7	-83
PS Shaker 50 Gew.-%	5,8	-91
PS Hammermühle 50 Gew.-%	39,7	-37

#### 4.3.4 Zusammenfassung der Rheotens Ergebnisse

Bei den PP-Compounds erreichen die Compounds mit einem Füllstoffgehalt von 10 Gew.-% annähernd die Werte des reinen PP. Über alle Füllgrade hinweg gesehen erweisen sich die Hammermühlen-Materialien als die beste Materialkombination hinsichtlich der Rheotensuntersuchung. Bei einem Füllgrad von 50 Gew.-% übersteigt das Hammermühlen-Compound, beim gewählten Bezugspunkt, den Wert des Polypropylens (Steigerung um 8 %).

Die Rheotensuntersuchung der PVC-Compounds bei einem Füllgrad von 10 Gew.-% und 30 Gew.-% zeigt, dass die Kombination des PVC mit Hammermühlen-Füllstoff die etwas besseren Werte erzielt. Beim Füllstoffgehalt von 50 Gew.-% weisen die drei Kunststoffcompounds beinahe idente Werte auf. Der geringste Abfall der Abzugskraft (44 %) wird beim 30 Gew.-% gefüllten Hammermühlen-Compound detektiert.

Über alle Füllgrade gesehen erzielen die Hammermühlen-Compounds, bei der Rheotensuntersuchung der PS-Compounds, die besten Werte. Der geringste Abfall der Abzugskraft (9 %) wird hierbei beim Füllgrad von 10 Gew.-% erreicht. Die ölhaltigen



Füllstoffe, Shaker und Zentrifuge, liegen bei allen Füllgraden deutlich unterhalb des PS und den Hammermühlen-Compounds.

Der Hammermühlen-Füllstoff erweist, über sämtliche Polymertypen und Füllgrade gesehen, stets die besten Werte. Eine Ursache dafür ist die weichmachende Wirkung der Füllstoffe Zentrifuge und Shaker. Weiters besitzt der Hammermühlen-Füllstoff die größten Partikel (siehe Kapitel 3.1), welche die Ausrichtung der Polymerketten, gegenüber den ölhaltigen Füllstoffen, stärker behindern.

## 4.4 Kerbschlagbiegeversuch

### 4.4.1 PP

Die bei RT gemessene Kerbschlagarbeit der PP-Kunststoffe ist in Tabelle 28 dargestellt. Es zeigt sich, dass keines der Materialien den Wert des PP erreichen kann. Die Werte der Hammermühle-Compounds nehmen im Vergleich zu den beiden anderen in Richtung höherer Füllgraden ab. Die besten Werte bei allen Füllgraden weist der Kunststoff mit Zentrifuge-Füllung auf. Die eingebrachten Partikel erwirken bei allen Materialien eine Versprödung, was zu einer geringeren Kerbschlagarbeit gegenüber dem Grundpolymer führt.

Tabelle 28: Mittelwerte der Kerbschlagarbeit der PP-Materialien

Füllstoffgehalt (Gew.-%)	Material	Kerbschlagarbeit (kJ/m <sup>2</sup> )	Unterschied (%)
-	PP	4,00	-
10	PP Zentrifuge	2,67	-33
	PP Shaker	1,87	-53
	PP Hammermühle	2,35	-41
30	PP Zentrifuge	2,35	-41
	PP Shaker	2,28	-43
	PP Hammermühle	1,92	-52
50	PP Zentrifuge	1,81	-55
	PP Shaker	1,62	-60
	PP Hammermühle	1,64	-59

Die signifikanten Unterschiede der Compounds gegenüber dem reinen PP sind in Abbildung 39 ersichtlich. Die Abbildung zeigt die Mittelwerte der Messwerte und die Standardabweichung als Fehlerindikator. Nach durchgeführter ANOVA Analyse (Einfaktorielle Varianzanalyse) sind die 10 Gew.-% gefüllten Zentrifugen- und Hammermühle-Compounds nicht signifikant unterschiedlich. Kein signifikanter Unterschied besteht, bei 30 Gew.-% Füllung, zwischen dem Zentrifugen- und Shaker-Füllstoff. Bei den 50 Gew.-% gefüllten Compounds besteht kein signifikanter Unterschied.

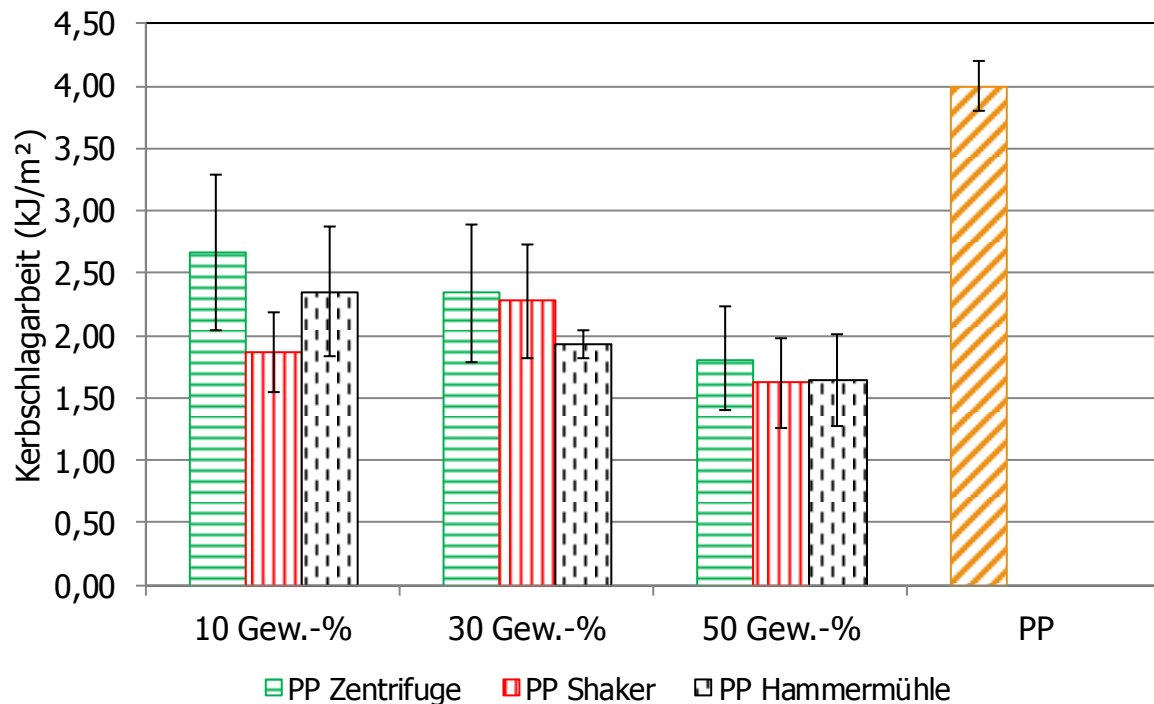


Abbildung 35: Fehlerbalkendiagramm der Kerbschlagarbeit von den PP-Compounds

#### 4.4.2 PVC

Die für PVC, bei -30 °C, ermittelten Werte der Kerbschlagarbeit sind in Tabelle 29 aufgelistet. Es zeigt sich, dass die Einbringung von Zentrifugen-Material hierbei über alle Füllgrade hinweg stets bessere Werte erzielt als das Grundpolymer. Beim Füllgrad von 10 Gew.-% ist das Shaker-Compound noch besser als das Zentrifugen-Compound. In jeder Füllgradklasse weisen die Hammermühlen-Compounds die schlechtesten Werte auf. Wie in Tabelle 3 (Kapitel 3.1) zu sehen ist, besitzt der Hammermühlen-Füllstoff gegenüber den beiden anderen Füllstoffen die größten Partikel. Dies erklärt das sprödere Verhalten der Hammermühlen-Compounds gegenüber den Shaker- und Zentrifugen-Compounds. Beim geringsten Füllgrad sind alle Materialien zäher als das reine Polyvinylchlorid. Mit zunehmenden Füllstoffgehalt steigt wiederum die Versprödung.

Tabelle 29: Mittelwerte Kerbschlagarbeit der PVC-Materialien

Füllstoffgehalt (Gew.-%)	Material	Kerbschlagarbeit (kJ/m²)	Unterschied (%)
-	PVC	2,43	-
10	PVC Zentrifuge	4,88	+101
	PVC Shaker	5,25	+116
	PVC Hammermühle	3,10	+28
30	PVC Zentrifuge	3,43	+41
	PVC Shaker	2,60	+7
	PVC Hammermühle	1,53	-37
50	PVC Zentrifuge	2,75	+13
	PVC Shaker	2,23	-8
	PVC Hammermühle	1,38	-43

Wie in Abbildung 36 ersichtlich, ist kein signifikanter Unterschied zwischen den Zentrifugen- und Shaker-Compounds bei einem Füllgrad von 10 Gew.-%. Bei den 30 Gew.-% gefüllten Compounds ist das Shaker-Compound nicht signifikant unterschiedlich gegenüber dem reinen PVC. Beim höchsten Füllgrad, von 50 Gew.-%, sind die Ergebnisse des Zentrifugen- und Shaker-Compounds nicht signifikant unterschiedlich gegenüber dem reinen Polyvinylchlorid.

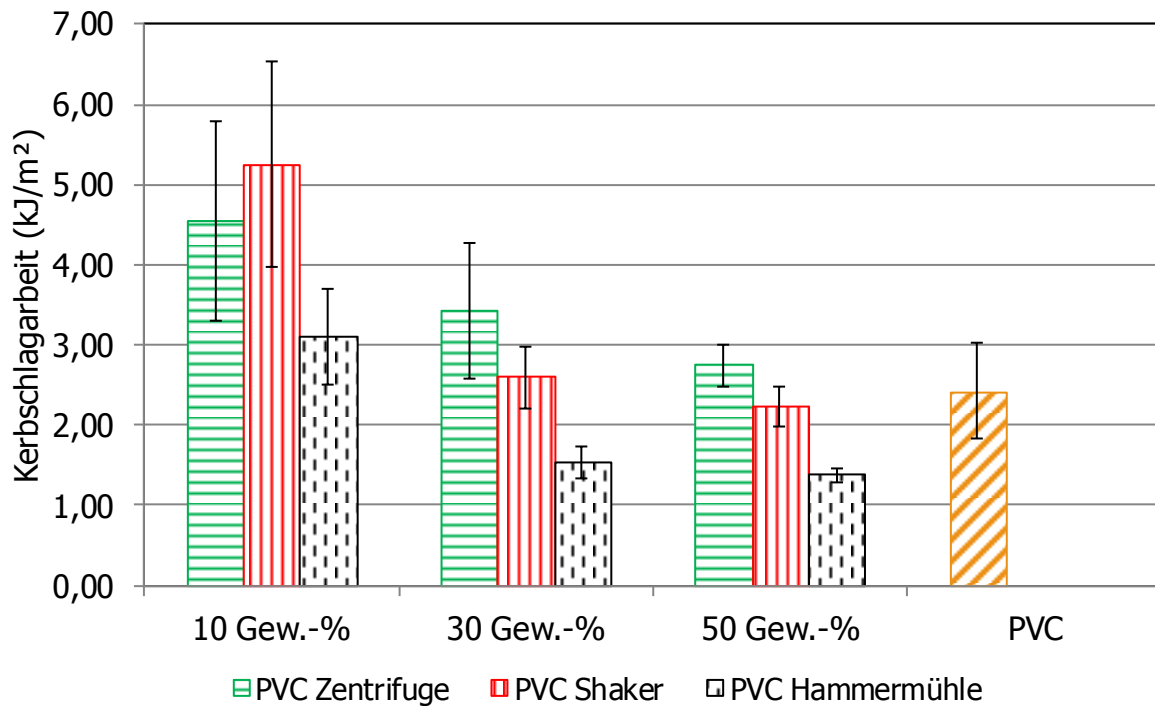


Abbildung 36: Fehlerbalkendiagramm der Kerbschlagarbeit von den PVC-Compounds

#### 4.4.3 PS

Die typische Versprödung von PS durch Füllung mit anorganischen Partikeln zeigt Tabelle 30. Bereits beim geringsten Füllgrad verspröden die Materialien äußerst stark und die Messung der höher gefüllten Systeme bereitete bei der Messung bereits Probleme, da die Schlageenergie des Pendelhammers bereits sehr groß für diese Systeme ist. Es zeigt sich, dass der Zentrifugen-Füllstoff gegenüber den anderen Füllstoffen noch den geringsten Abfall der Kerbschlagarbeit gegenüber dem Grundpolymer PS aufweist.

Tabelle 30: Mittelwerte Kerbschlagarbeit der PS-Materialien

Füllstoffgehalt (Gew.-%)	Material	Kerbschlagarbeit (kJ/m <sup>2</sup> )	Unterschied (%)
-	PS	4,00	-
10	PS Zentrifuge	1,28	-68
	PS Shaker	1,28	-68
	PS Hammermühle	1,13	-72
30	PS Zentrifuge	1,31	-67
	PS Shaker	1,08	-73
	PS Hammermühle	0,75	-81
50	PS Zentrifuge	0,94	-77
	PS Shaker	0,87	-78
	PS Hammermühle	0,77	-81

Abbildung 37 zeigt den signifikanten Unterschied sämtlicher Compounds gegenüber dem reinen PS. Signifikante Unterschiede zwischen den Messwerten ergeben sich, nach ANOVA Analyse, bei den 10 Gew.-% gefüllten Hammermühle- und Zentrifugen-Compounds sowie beim 30 Gew.-% gefüllten Hammermühlen-Compound gegenüber den beiden anderen Compounds.

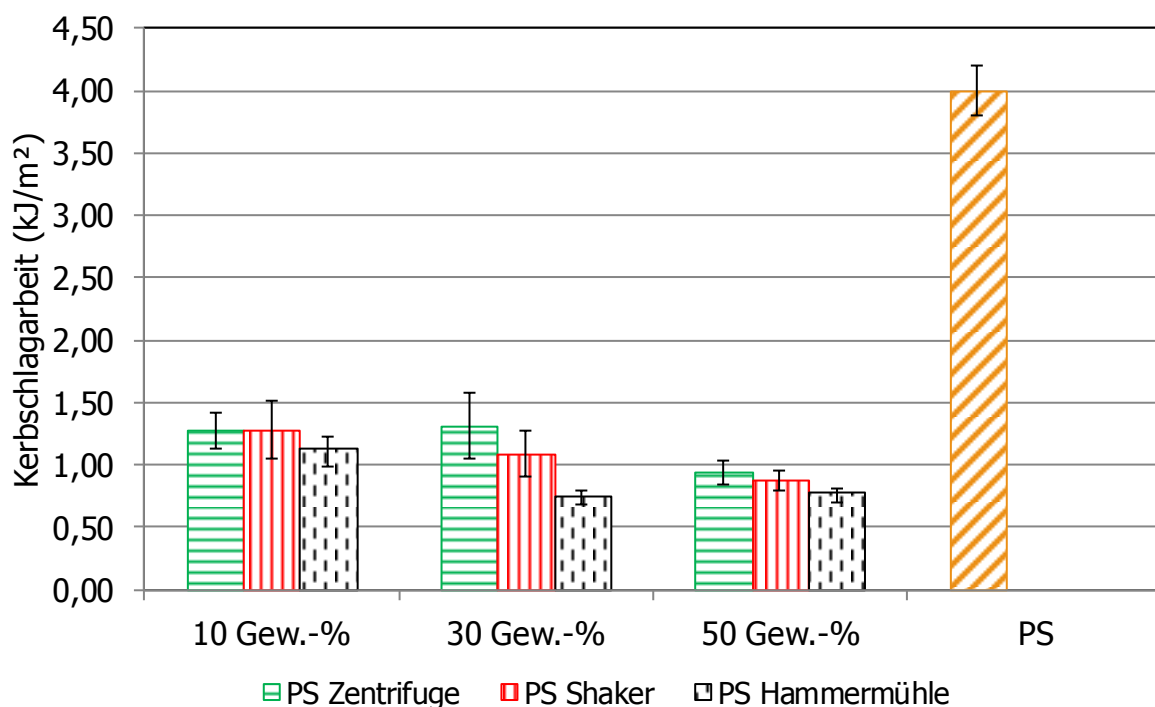


Abbildung 37: Fehlerbalkendiagramm der Kerbschlagarbeit von den PS-Compounds

#### 4.4.4 Zusammenfassung der Ergebnisse des Kerbschlagbiegeversuchs

Bei den Kerbschlagebiegeversuchen zeigte sich, dass der Zentrifugen-Füllstoff über alle Polymertypen und Füllgrade hinweg stets die besten Werte der Kerbschlagarbeit erreichte. Die einzige Ausnahme hierfür ergibt sich bei den 10 Gew.-% Füllungen von PVC. Die besseren Werte der Compounds mit Zentrifugen-Füllstoff gegenüber den beiden anderen

Füllstoffen sind aufgrund der geringeren Partikelgrößen zu erklären (siehe Tabelle 3, Kapitel 3.1).

## 4.5 Zugversuch

### 4.5.1 PP

Die E-Moduln und Zugfestigkeiten der PP-Compounds und des PP sind in Tabelle 31 dargestellt. Eine Erhöhung des E-Moduls ist bei allen Füllstofftypen und Füllgraden zu erkennen, außer beim Zentrifugen-Compound mit 10 Gew.-% bzw. 30 Gew.-%. Die Zugfestigkeit ist bei sämtlichen PP-Compounds merklich vermindert. Die Compounds mit Hammermühlen-Füllstoff liegen über alle Füllgrade gesehen stets über dem reinen Polypropylen, was auch mit herkömmlichen anorganischen Füllstoffen erreicht werden kann. Die größeren Partikel des Hammermühlen-Füllstoffs sind im Compound nicht gebunden und behindern die Ausrichtung der Polymerketten in Zugrichtung, wodurch eine höhere Zugkraft nötig ist um die Ketten auszurichten, was zu einer erhöhten Zähigkeit führt. Außerdem ist der Hammermühlen-Füllstoff gegenüber den beiden anderen entölt und besitzt somit keine weichmachende Wirkung. Die Zugfestigkeit konnte, analog zu den meisten herkömmlichen anorganischen Füllstoffen, mit keinem Compound, jedoch bei geringer Füllung nahezu, erreicht werden.

Tabelle 31: Mittelwerte des E-Moduls und der Zugfestigkeit der PP-Materialien

Füllstoffgehalt (Gew.-%)	Material	E-Modul (MPa)	Unterschied zu E-Modul (%)	Zugfestigkeit Rm (MPa)	Unterschied zu Zugfestigkeit (%)
-	PP	1802	-	34,5	-
10	PP Zentrifuge	1668	-7	32,1	-7
	PP Shaker	1810	0	31,1	-10
	PP Hammermühle	1933	+7	32,5	-6
30	PP Zentrifuge	1690	-6	25,8	-25
	PP Shaker	1927	+7	26,5	-23
	PP Hammermühle	2249	+25	28,4	-18
50	PP Zentrifuge	2147	+19	18,1	-48
	PP Shaker	2164	+20	19,2	-44
	PP Hammermühle	2834	+57	23	-33

In Abbildung 38 sind die Fehlerbalkendiagramme des E-Moduls der PP-Compounds dargestellt. Bei der Füllung mit 10 Gew.-% sind die Werte vom Shaker-Compound gegenüber dem reinen PP nicht signifikant unterschiedlich. Bei den 50 Gew.-% sind die Shaker- und Zentrifugen-Compounds voneinander nicht signifikant unterschiedlich. Die weiteren Variationsmöglichkeiten zwischen sämtlichen Compounds und dem reinen Polymer ergeben stets eine Signifikanz der Messwerte.

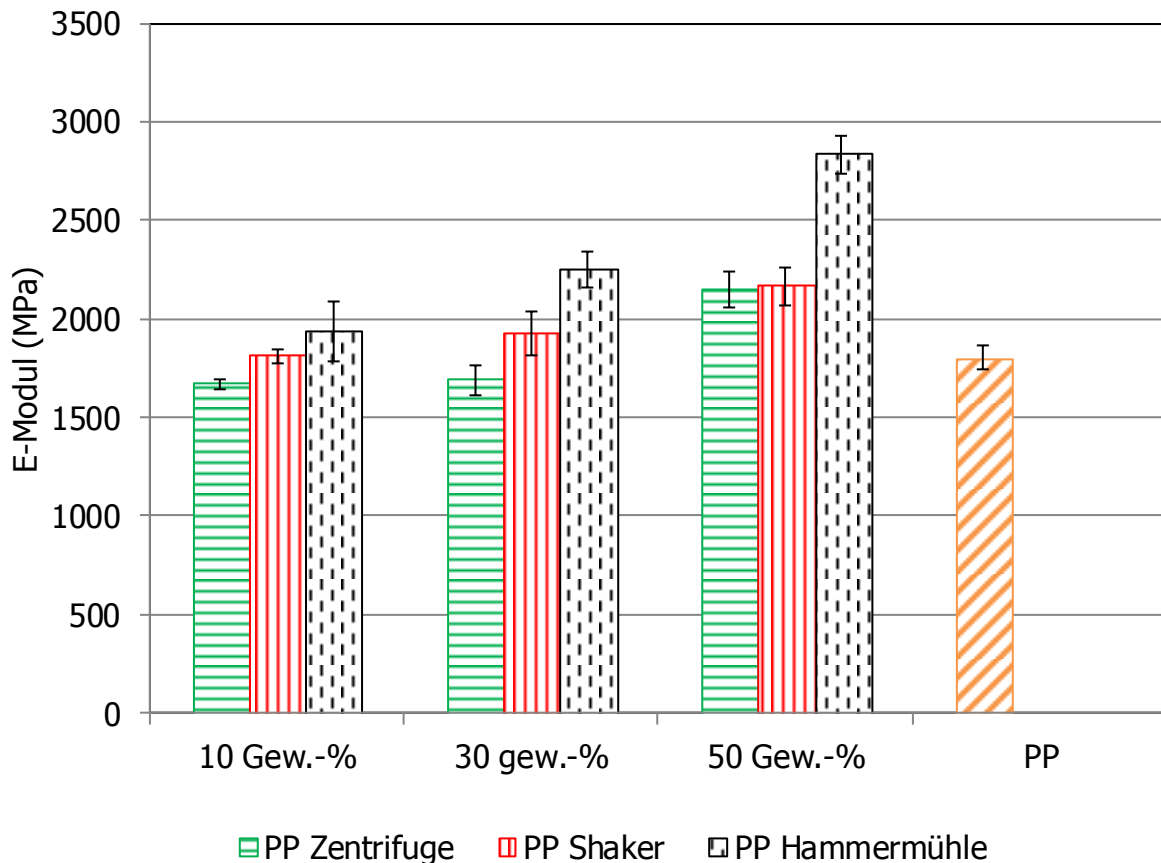


Abbildung 38: Fehlerbalkendiagramm des E-Moduls der PP-Compounds

#### 4.5.2 PVC

Die Ergebnisse des Zugversuchs der PVC-Compounds sind in Tabelle 32 gelistet. Es zeigt sich für alle Materialien, dass sich der E-Modul stetig mit dem Füllgrad steigert, was auch beim Füllen mit herkömmlichen anorganische Füllstoffen der Fall wäre.. Invers dazu sinkt die Zugfestigkeit mit steigendem Füllgrad. Die Hammermühlen-Compounds weisen in jeder Füllgradgruppe den höchsten Wert des E-Moduls und der Zugfestigkeit auf, was auf die vorhin erwähnte Behinderung der Ausrichtung der Polymerketten, aufgrund der größeren Partikel, schließen lässt. Bei der Füllung mit 50 Gew.-% erreicht das Hammermühlen-Compound einer Erhöhung des E-Moduls um mehr als das Dreifache. Die Zentrifugen-Compounds erreichen über alle Füllgrade hinweg stets die geringsten Werte der drei Compounds. Die Partikel des Zentrifugen-Füllstoffs sind am kleinsten, wodurch die Polymerketten beim Ausrichten weniger stark behindert werden gegenüber den Shaker- und Hammermühlen-Compounds. Die Zugfestigkeit des PVC kann, wie auch bei herkömmlichen Füllstoffen, mit keinem Compound erreicht werden.

Tabelle 32: Mittelwerte des E-Moduls und der Zugfestigkeit der PVC-Materialien

Füllstoffgehalt (Gew.-%)	Material	E-Modul (MPa)	Unterschied zu E-Modul (%)	Zugfestigkeit Rm (MPa)	Unterschied zu Zugfestigkeit (%)
-	PVC	15	-	17,3	-
10	PVC Zentrifuge	15,5	+3	13,4	-23
	PVC Shaker	16,4	+9	11,7	-32
	PVC Hammermühle	18,9	+26	13	-25
30	PVC Zentrifuge	20,5	+37	10,4	-40
	PVC Shaker	25,4	+69	9,3	-46
	PVC Hammermühle	27,6	+84	11,2	-35
50	PVC Zentrifuge	33	+120	8,4	-51
	PVC Shaker	41	+173	6,4	-63
	PVC Hammermühle	51,5	+243	8,5	-51

Mittels ANOVA Analyse ergibt sich bei den PVC-Compounds (siehe Abbildung 39), dass sämtliche PVC-Materialien voneinander signifikant unterschiedlich sind.

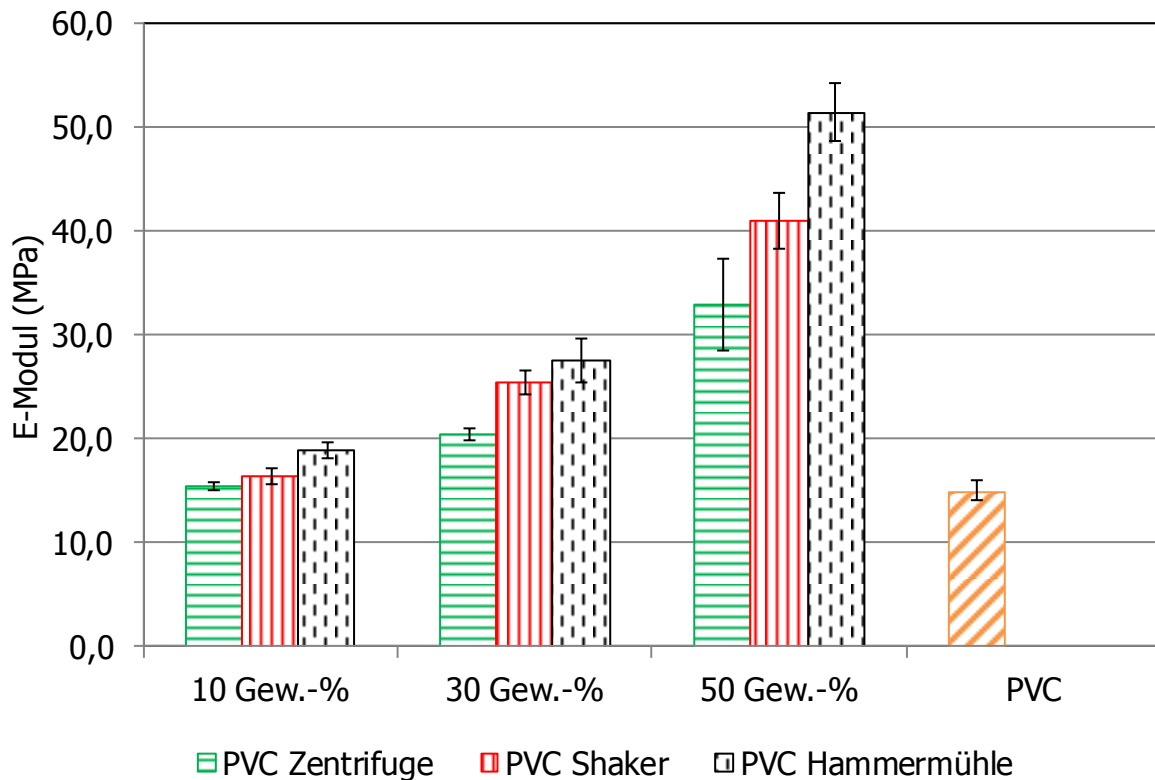


Abbildung 39: Fehlerbalkendiagramm des E-Moduls der PVC-Compounds

#### 4.5.3 PS

Die Compounds des PS ergeben nach der Messung wiederum immer eine Verbesserung des E-Moduls mit dem Füllstoffgehalt – siehe Tabelle 33. Gegensätzlich dazu verhält sich die Zugfestigkeit, welche kontinuierlich mit dem Füllgrad abnimmt. Die Zugfestigkeit kann mit einer Füllung von 10 Gew.-% mittels Hammermühle nahezu erreicht werden.

Tabelle 33: Mittelwerte des E-Moduls und der Zugfestigkeit der PS-Materialien

Füllstoffgehalt (Gew.-%)	Material	E-Modul (MPa)	Unterschied zu E-Modul (%)	Zugfestigkeit Rm (MPa)	Unterschied zu Zugfestigkeit (%)
-	PS	3341	-	44,6	-
10	PS Zentrifuge	3499	+5	36,6	-18
	PS Shaker	3544	+6	35,5	-20
	PS Hammermühle	3480	+4	40,2	-10
30	PS Zentrifuge	3850	+15	30,5	-32
	PS Shaker	3984	+19	27,4	-39
	PS Hammermühle	4113	+23	32,6	-27
50	PS Zentrifuge	4278	+28	23	-48
	PS Shaker	4396	+32	21,6	-52
	PS Hammermühle	5237	+57	27,2	-39

Im folgenden Diagramm (Abbildung 40) sind die Fehlerbalken der E-Modul-Messwerte der PS-Materialien dargestellt. Mittels ANOVA Analyse zeigt sich, dass sämtliche Materialien mit einem Füllgrad von 10 Gew.-% und 30 Gew.-% signifikant voneinander und gegenüber PS unterschiedlich sind. Bei der Füllung mit 50 Gew.-% Shaker- und Zentrifugen-Füllstoff sind die Werte nicht signifikant voneinander unterschiedlich. Generell ist zu sagen, dass sämtlich Compounds signifikante Unterschiede gegenüber dem reinen Polystyrol besitzen.

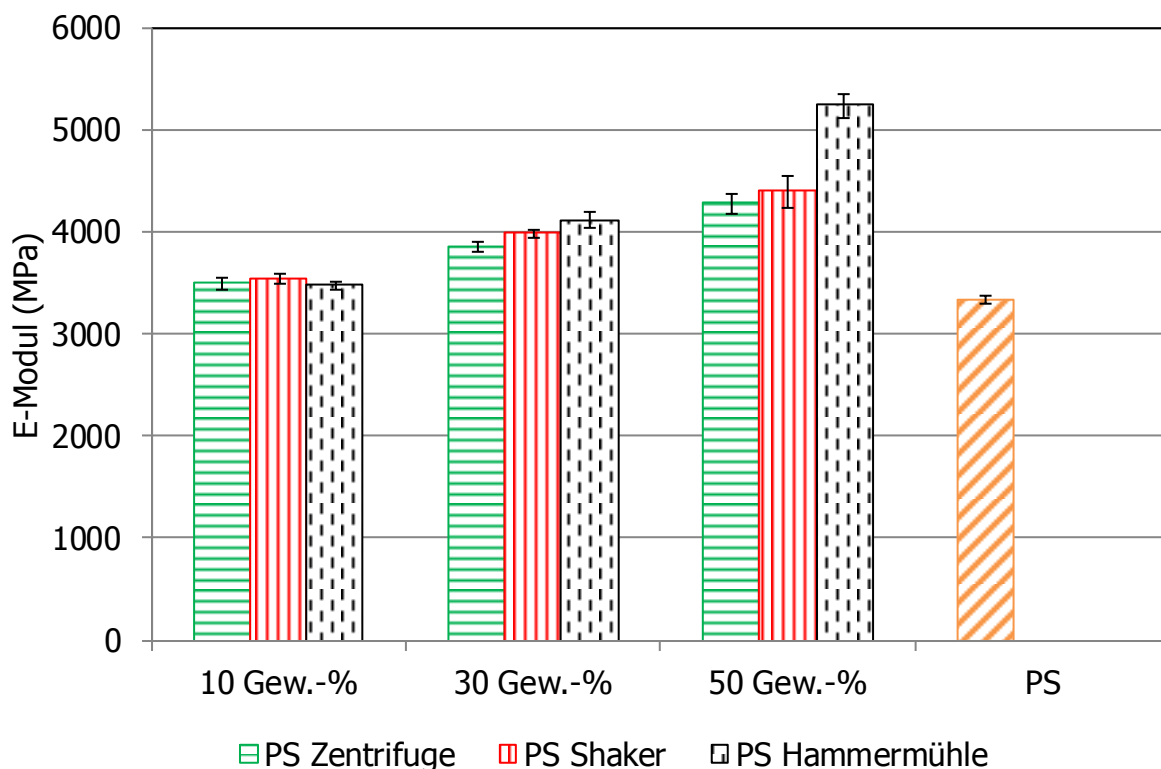


Abbildung 40: Fehlerbalkendiagramm des E-Moduls der PS-Compounds

#### 4.5.4 Zusammenfassung der Zugversuche

Beim Zugversuch erreichten über alle Materialtypen gesehen, ausgenommen PS mit 10 Gew.-% Füllung, die Hammermühlen-Compounds die höchsten Werte für den E-Modul. Die Ausrichtung der Polymerketten bei den Hammermühlen-Materialien ist stärker behindert



als dies bei den ölhaltigen Füllstoffcompounds der Fall ist. Der Grund dafür liegt zum einen an den größeren Partikeln im Füllstoff (siehe Kapitel 3.1) und zum anderen an den weichmachenden Effekten der ölhaltigen Füllstoffe. Sowohl bei den PP- als auch PS-Compounds wird bei einer Füllung mit 50 Gew.-% der E-Modul um das eineinhalbfache erhöht. Bei den PVC-Materialien wurde der E-Modul, bei Einarbeitung von 50 Gew.-% Hammermühlen-Füllstoff, mehr als verdreifacht.

## 4.6 TGA - Thermogravimetrische Analyse

Sämtliche TGA-Diagramme werden bewusst nur bis zu den relevanten Temperaturen dargestellt, da bis dorthin der allergrößte Teil an Öl/Wasser als Massenverlust aufscheinen sollte. Eine entsprechend höhere Temperatur darzustellen wäre nicht sinnvoll, da die Einsatztemperatur der Polymere begrenzt ist. Die Messungen wurden ein Mal durchgeführt, wodurch eine statistische Analyse, wie in den vorigen Kapiteln, nicht durchführbar ist.

### 4.6.1 PP

Bei der TGA des PP zeigt sich, dass das PP bis 300 °C stabil bleibt und keine Masse verliert. Das entölte Hammermühlen-Compound verliert, wie in Abbildung 41 dargestellt, die geringste Masse an Wasser/Öl. Das Shaker- und Zentrifuge-Compound verliert bis 300 °C beinahe die idente Masse, deren Differenz sich bereits im Bereich der Messauflösung des Gerätes liegt. Die Massenverluste bei 300 °C sind in Tabelle 34 zu finden.

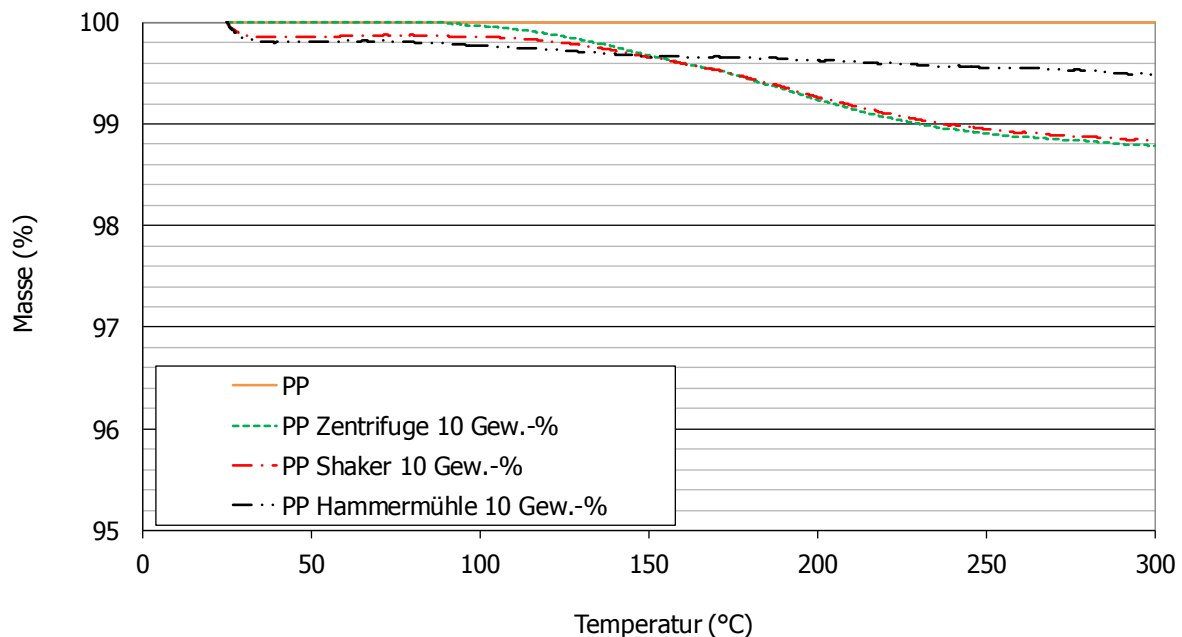


Abbildung 41: TGA-Kurven der 10 Gew.-% gefüllten PP-Systeme und des reinen PP

Das TGA-Diagramm der PP-Materialien mit einem Füllgrad von 30 Gew.-% ist in Abbildung 42 dargestellt. Der geringste Massenverlust tritt wiederum beim Hammermühlen-Compound auf. Das Shaker- verliert hier mehr an Masse als das Zentrifugen-Material. Aufgrund der unterschiedlichen Aufbereitungsart (siehe Kapitel 3.1) kann dieser Effekt erklärt werden, da durch die Zentrifugenaufbereitung mehr fluide Bestandteile abgeschieden werden können als dies durch das Rüttelsiebverfahren (Shaker) möglich ist. Als weiterer Grund dafür dient der mögliche Einfluss der Partikelgröße, respektive Oberflächenbenetzung. Die Partikel des Shaker-Füllstoffs besitzen eine geringere Oberfläche als dies bei dem gleichen Volumen an Zentrifugen-Füllstoff der Fall wäre. Dies ermöglicht eine schnellere Verflüchtigung der fluiden

Bestandteile beim Shaker-Compound gegenüber dem Zentrifugen-Compound. Das PP bleibt wie bereits erwähnt stabil. Die entsprechenden Daten bei 300 °C sind in Tabelle 34 dargestellt.

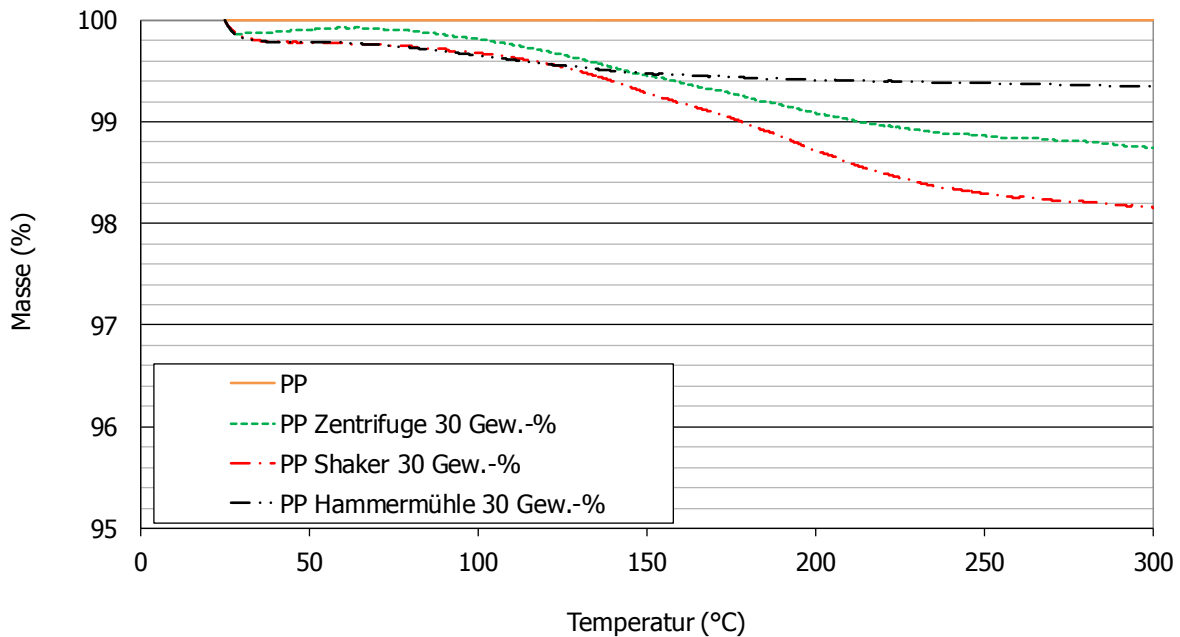


Abbildung 42: TGA-Kurven der 30 Gew.-% gefüllten PP-Systeme und des reinen PP

Bei dem in Abbildung 43 dargestellten Diagramm sind die erwähnten Einschwingeffekte am Zentrifugen- und Shaker-Material erkennbar. Das Hammermühlen-Compound liegt abermals oberhalb des Zentrifugen- und darunter das Shaker-Compound. Die Unterschiede zwischen den ölhaltigen Füllstoffen, Shaker und Zentrifuge, sind wie vorhin mit der Aufbereitungsart sowie die Größe bzw. Oberfläche zu erklären. Es sind bereits Massenverluste von bis zu zirka 3 % zu erkennen – siehe Tabelle 34.

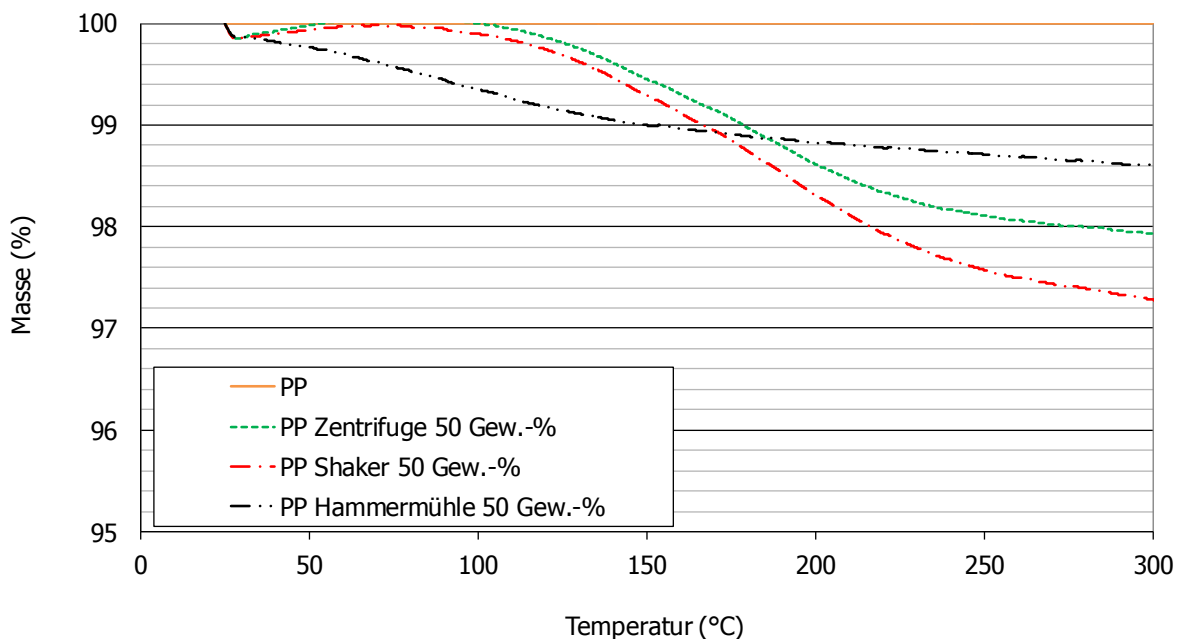


Abbildung 43: TGA-Kurven der 50 Gew.-% gefüllten PP-Systeme und des reinen PP

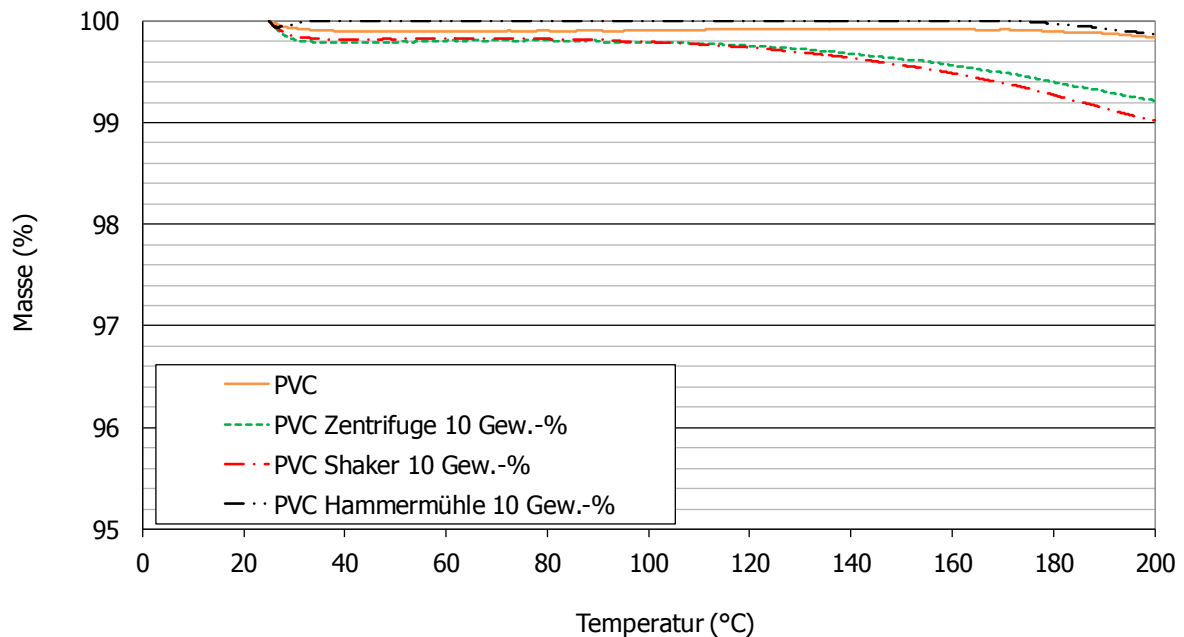
Tabelle 34 zeigt den Verlust an Masse der PP-Compound und des Polypropylen relativ zu der Anfangsmasse.

*Tabelle 34: Masseverlust der PP-Compounds bei 300 °C gegenüber deren Anfangsmasse*

<b>Füllgrad (Gew.-%)</b>	<b>Material</b>	<b>Masseunterschied (%)</b>
-	PP	0
10	PP Zentrifuge	1,2
	PP Shaker	1,1
	PP Hammermühle	0,4
30	PP Zentrifuge	2,0
	PP Shaker	2,3
	PP Hammermühle	0,7
50	PP Zentrifuge	2,2
	PP Shaker	2,7
	PP Hammermühle	1,4

#### 4.6.2 PVC

Es zeigt sich in Abbildung 44, dass das PVC sowie das mit 10 Gew.-% Hammermühlen-Füllstoff gefüllte PVC bis zu 200 °C annähernd stabil sind und nur gering an Masse verlieren. Das Zentrifugen-Material verliert, wie bereits erläutert, weniger an Masse als das Shaker-Compound. Die entsprechenden prozentualen Masseunterschiede gegenüber dem Anfangsgewicht sind in Tabelle 35 dargestellt.



*Abbildung 44: TGA-Kurven der 10 Gew.-% gefüllten PVC-Systeme und des reinen PVC*

Abbildung 45 zeigt die TGA-Verläufe der mit 30 Gew.-% gefüllten Kunststoffe und des PVC Grundpolymers. Das Hammermühlen- und Zentrifugen-Compound weisen beinahe identische Werte bei 200 °C auf. Das Shaker-Material liegt auf Grund der Aufbereitung und der Oberflächenbenetzung der Partikel wiederum darunter (Werte siehe Tabelle 35).

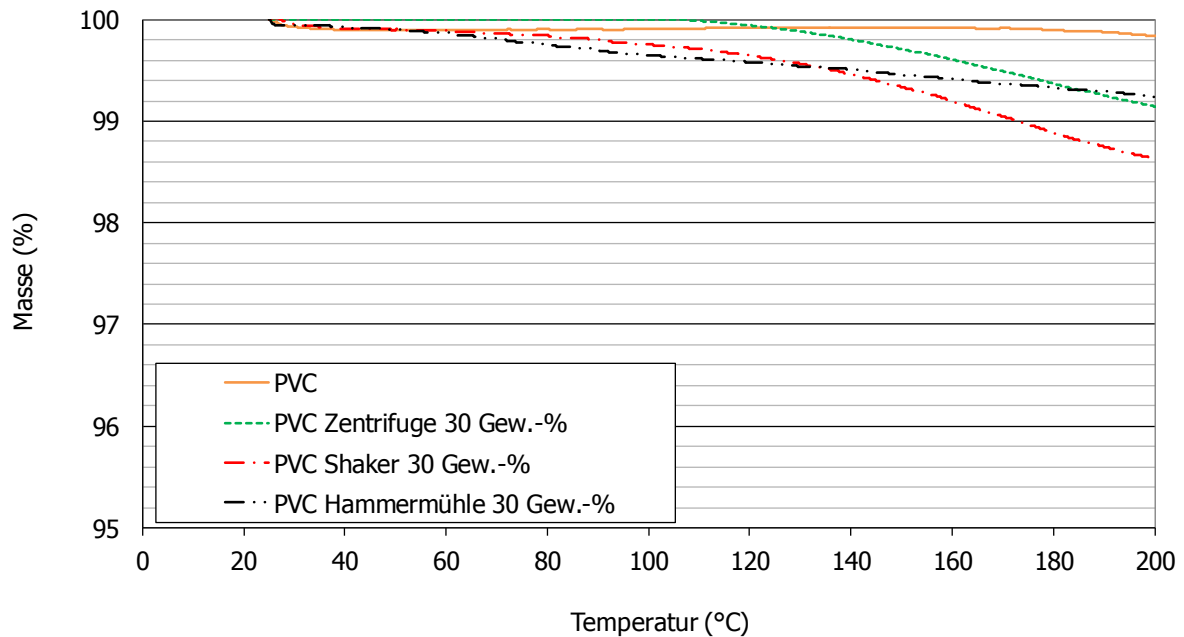


Abbildung 45: TGA-Kurven der 30 Gew.-% gefüllten PVC-Systeme und des reinen PVC

Das TGA-Diagramm der hochgefüllten PVC-Compounds ist in Abbildung 46 zu sehen. Es ist klar der Trend zwischen den Hammermühlen-, Zentrifugen- und Shaker-Compounds auf Grund der vorhin genannten Effekte, Oberflächenbenetzung sowie Aufbereitung, zu erkennen. Der Massenverlust übersteigt hierbei beim Shaker-Compound bereits die 2 % Marke. Weitere Werte sind in Tabelle 35 ersichtlich.

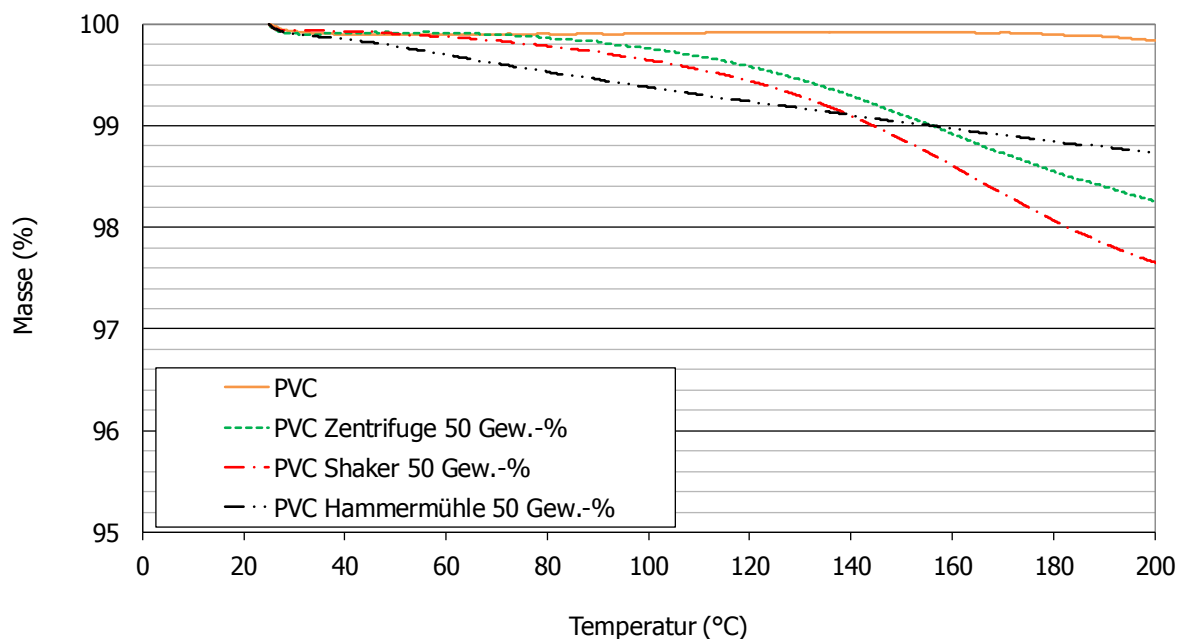


Abbildung 46: TGA-Kurven der 50 Gew.-% gefüllten PVC-Systeme und des reinen PVC

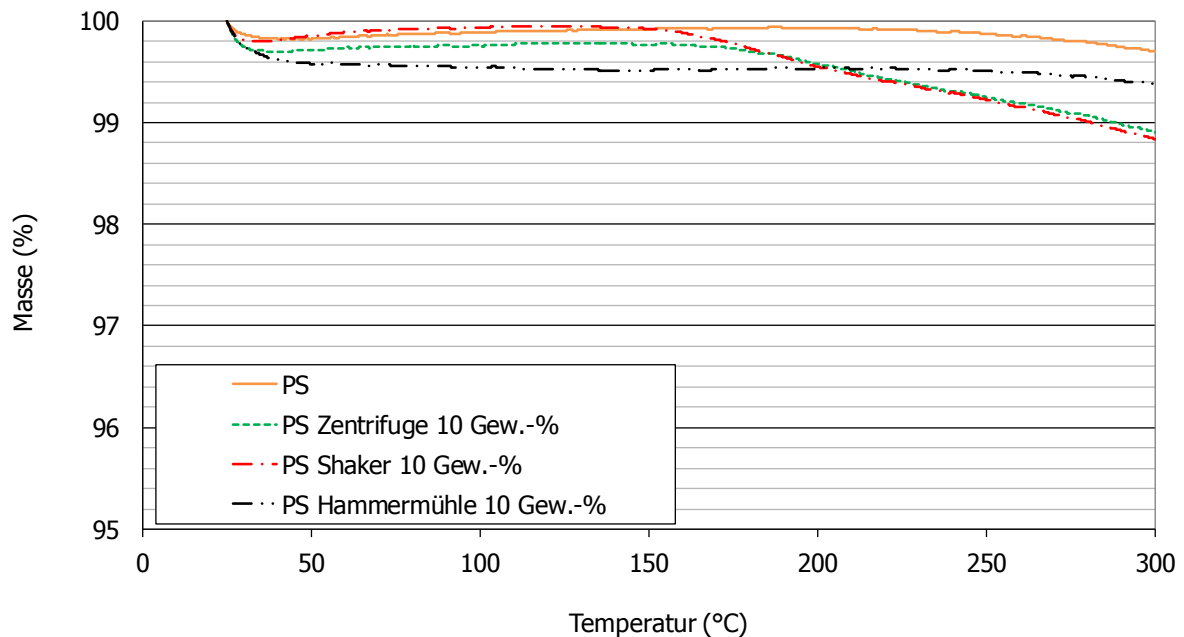
Nachfolgend sind in Tabelle 35 die Massenverluste der PVC-Materialien gegenüber dem Anfangsgewicht in % angegeben.

*Tabelle 35: Masseverlust der PVC-Compounds sowie des PVC-Grundpolymers bei 200 °C gegenüber deren Anfangsmasse*

<b>Füllgrad (Gew.-%)</b>	<b>Material</b>	<b>Masseunterschied (%)</b>
-	PVC	0,6
10	PVC Zentrifuge	0,9
	PVC Shaker	0,7
	PVC Hammermühle	0,1
30	PVC Zentrifuge	0,9
	PVC Shaker	1,5
	PVC Hammermühle	0,8
50	PVC Zentrifuge	1,7
	PVC Shaker	2,3
	PVC Hammermühle	1,3

### 4.6.3 PS

Dem Trend, der vorherigen Polymertypen, folgend erweist sich PS-Hammermühle mit einem Füllgrad von 10 Gew.-% als Material mit dem geringsten Masseverlust, gefolgt vom Zentrifugen- und Shaker-Material (siehe Abbildung 47). Auch hier kann abermals auf die beiden bereits vorhin erwähnten Effekte hingewiesen werden.



*Abbildung 47: TGA-Kurven der 10 Gew.-% gefüllten PS-Systeme und des reinen PS*

Bei dem in Abbildung 48 dargestellten Diagramm verliert das Hammermühlen-Compound, verglichen mit PS, ebenfalls nur gering an Masse. Der Verlust an Masse beim Zentrifugen- und Shaker-Compound erreicht bereits Werte von etwa 3 % bzw. zirka 4 %. Die genauen Daten sind in Tabelle 36 zu sehen.

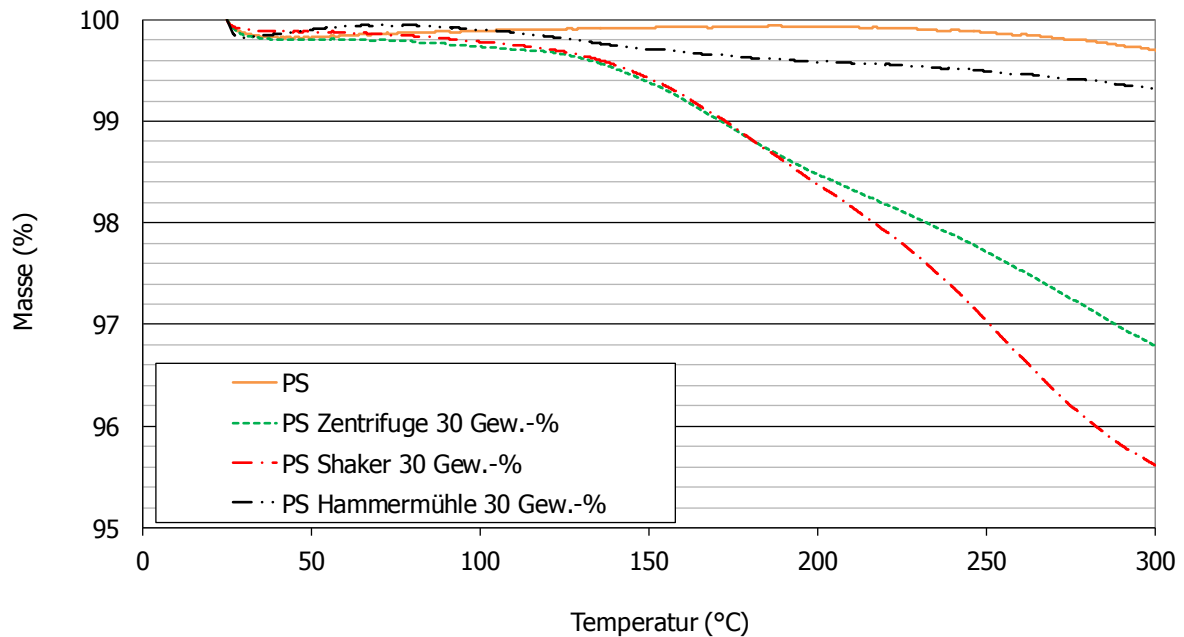


Abbildung 48: TGA-Kurven der 30 Gew.-% gefüllten PS-Systeme und des reinen PS

Abbildung 49 zeigt die TGA-Kurvenverläufe der hochgefüllten PS-Systeme. Es zeigt sich ein größerer Masseverlust des Hammermühlen-, Zentrifugen- und Shaker-Materials. Diese entsprechen etwa 1 %, 4 % sowie 5 %. Entsprechende Daten sind Tabelle 36 zu entnehmen.

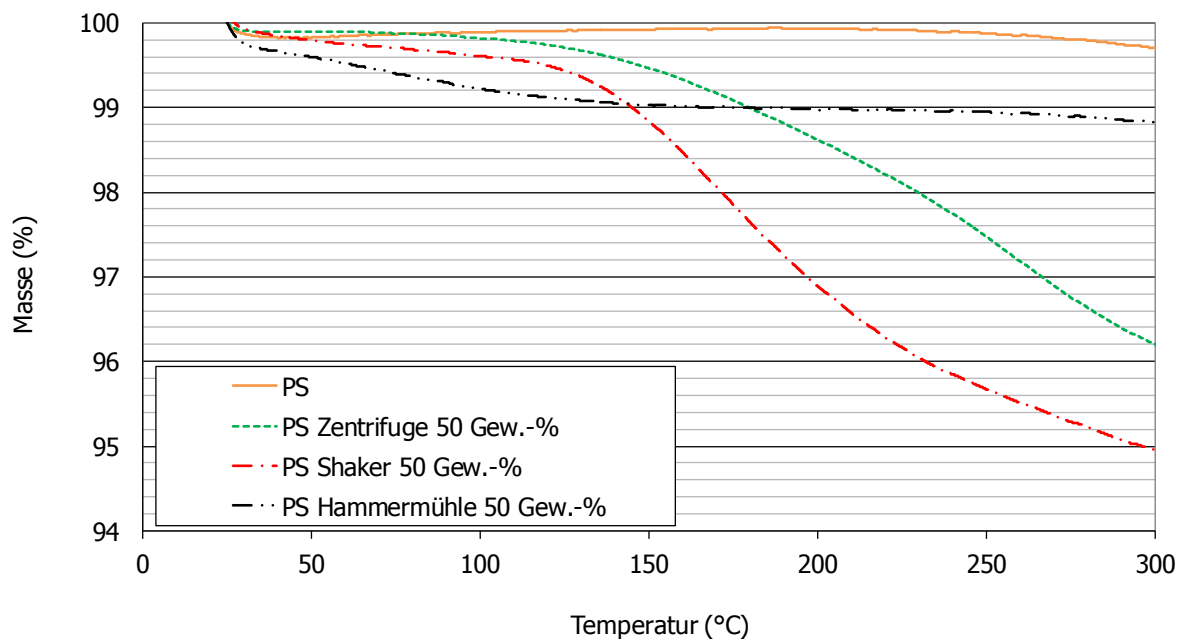


Abbildung 49: TGA-Kurven der 50 Gew.-% gefüllten PS-Systeme und des reinen PS

Tabelle 36 zeigt die Massenverluste des PS sowie der hergestellten PS-Compounds gegenüber dem Anfangsgewicht.

*Tabelle 36: Masseverlust der PS-Compounds sowie des PS-Grundpolymers bei 300 °C gegenüber deren Anfangsmasse*

<b>Füllgrad (Gew.-%)</b>	<b>Material</b>	<b>Masseunterschied (%)</b>
-	PS	0,3
10	PS Zentrifuge	1,4
	PS Shaker	1,3
	PS Hammermühle	0,5
30	PS Zentrifuge	3,4
	PS Shaker	4,3
	PS Hammermühle	0,7
50	PS Zentrifuge	3,7
	PS Shaker	4,2
	PS Hammermühle	0,9

#### 4.6.4 Zusammenfassung der TGA-Ergebnisse

Bei allen TGA-Diagrammen zeigt sich, dass die Hammermühlen-Compounds, gegenüber den beiden anderen Füllstoffcompoundtypen, am wenigsten Masse bis zur Untersuchungstemperatur verlieren. Dies kann auf das entöhlende Aufbereitungsverfahren per Hammermühle zurückgeführt werden. Weiters ist bei sämtlichen Diagrammen, mit einem Füllgrad von 30 Gew.-% und 50 Gew.-%, zu sehen, dass die Shaker-Compounds mehr an Masse verlieren als die Zentrifugen-Compounds. Dies ist auf den möglichen Einfluss der Partikelgröße, respektive Oberflächenbenetzung, zurückzuführen. Die größeren Partikel des Shaker-Füllstoffs besitzen eine geringere Oberfläche als dies bei dem gleichen Volumen an Zentrifugen-Füllstoff der Fall wäre. Dies bedeutet, dass die fluiden Bestandteile bei den Shaker-Compounds schneller gelöst werden können, verglichen mit den Zentrifugen-Compounds. Etwaige zu sehende Massenerhöhungen in den Diagrammen können auf Einschwingeffekte des Messgeräts zurückgeführt werden. Bei den Hammermühlen-Compounds ist ersichtlich, dass der Masseverlust auf das Wasser im Füllstoff zurückzuführen ist, da der Massenverlust nach 120 °C kaum mehr zunimmt.

## 4.7 DSC – Differential Scanning Calorimetry

### 4.7.1 PP

Die Kristallisationspeaks der gering gefüllten PP-Systeme sowie des PP sind in Abbildung 50 dargestellt. PP selbst ist - wie bereits erwähnt - ein teilkristallines Polymer und die Kristallisationsneigung beim Abkühlen wird durch die Zugabe der Füllstoffe bzw. deren Partikeln begünstigt, wodurch der Kristallisationsvorgang bereits bei höherer Temperatur beginnt. Das Shaker- kristallisiert hier vor dem Zentrifugen- gefolgt von Hammermühlen-Compound. Die Peaktemperaturen sind in Tabelle 37 dargestellt.

Auf eine Diskussion der weiteren PP DSC Kurven wurde aufgrund deren Ähnlichkeit verzichtet, diese sind zur Vollständigkeit im Anhang (Kapitel 10.1) abgebildet. Die Peaktemperaturen sämtlicher Compounds liegen im Bereich um 120 °C (siehe Tabelle 37) und sind unabhängig vom Füllgrad. Es unterscheiden sich lediglich die Peakhöhen, was auf den entsprechenden Kunststoffanteil in den Compounds zurückzuführen ist.

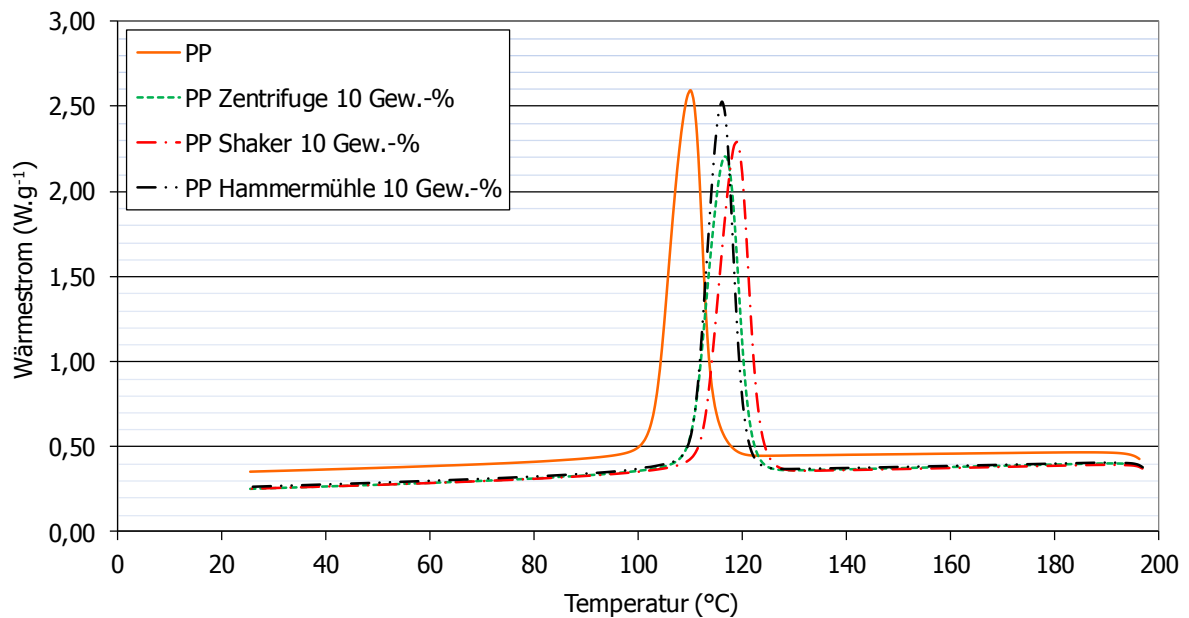


Abbildung 50: DSC-Abkühlkurven der 10 Gew.-% gefüllten PP-Compounds und des reinen PP

In folgender Tabelle sind die Peaktemperaturen aller PP-Materialien dargestellt. Es zeigt sich, dass es zwischen den einzelnen Füllstoffcompounds, bei jedem Füllgrad, kaum Unterschiede zwischen den Peaktemperaturen gibt. Die Peaktemperaturen der Compounds, welche mit dem Füllgrad steigen, sind um 7 °C bis zu 12 °C höher als die des reinen Polypropylens.

Tabelle 37: Peaktemperaturen der PP-Compounds

<b>Füllgrad (Gew.-%)</b>	<b>Material</b>	<b>Peaktemperatur (°C)</b>
-	PP	110
10	PP Zentrifuge	117
	PP Shaker	119
	PP Hammermühle	119
30	PP Zentrifuge	122
	PP Shaker	120
	PP Hammermühle	120
50	PP Zentrifuge	119
	PP Shaker	121
	PP Hammermühle	122



### 4.7.2 PS

Polystyrol ist wie in Abbildung 51 an den 10 Gew.-% Kurvenverläufen ersichtlich ein amorpher Kunststoff. Es kann eine Verschiebung des Glasübergangs beim Shaker- und Zentrifugen-Compound Richtung tieferer Temperatur festgestellt werden, was mit dem fluiden weichmachenden Bestandteil, Öl und Wasser, erklärt werden kann. Die Füllung von PS mit Hammermühlen-Füllstoff verändert hierbei die Glasübergangstemperatur nicht.

Die Diskussion der Diagramme der weiteren Füllgrade des Polystyrols wurde hierbei auf Grund der Ähnlichkeit der Diagramme vernachlässigt. Diese sind vollständigshalber im Anhang (Kapitel 10.1) dargestellt. Es zeigt sich, dass die Glasübergangstemperaturen der Shaker- und Zentrifugen-Compounds mit steigendem Füllstoffgehalt in Richtung tieferer Temperaturen tendieren. Der Hammermühlen-Füllstoff beeinflusst die Glasübergangstemperaturen nicht, sie liegt im Bereich des reinen PS.

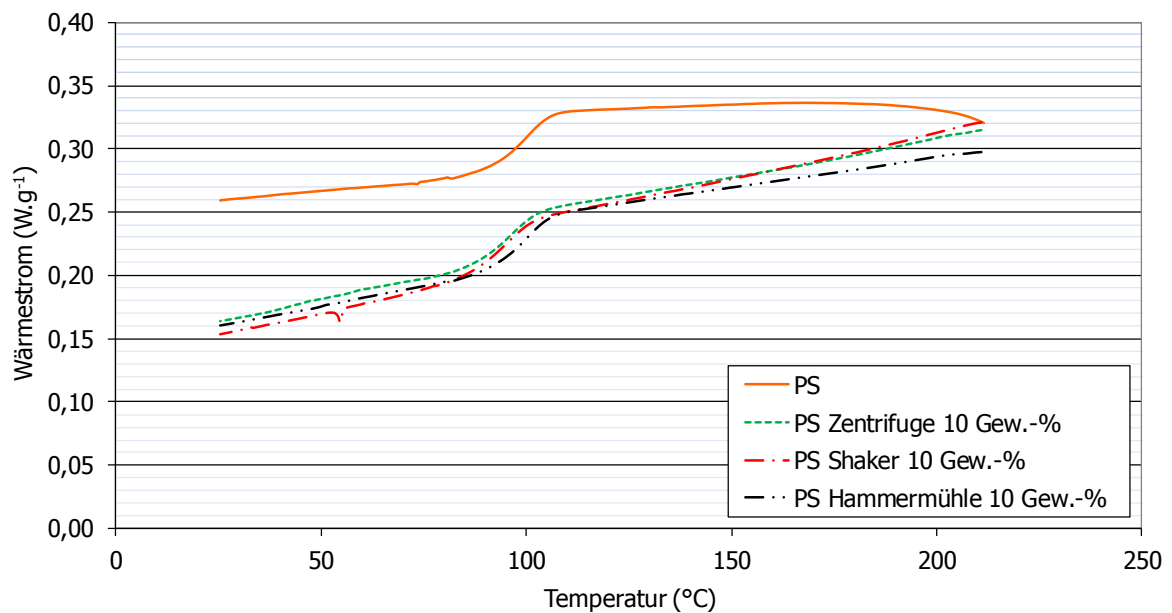


Abbildung 51: DSC-Abkühlkurven der 10 Gew.-% gefüllten PS-Compounds und des reinen PS

Eine Auflistung der Glasübergangstemperaturen der PS-Compounds sind in Tabelle 38 dargestellt. Der Glasübergangsbereich wird durch den Einsatz von ölhaltigen Füllstoffen, wie Shaker und Zentrifuge, um 5 °C bis zu 20 °C Richtung tieferer Temperaturen verschoben. Der Glasübergang wird, über alle Füllgrade gesehen, durch den Einsatz von Hammermühlen-Füllstoff nicht beeinflusst.

Tabelle 38: Glasübergangstemperaturen der PS-Compounds

<b>Füllgrad (Gew.-%)</b>	<b>Material</b>	<b>Glasübergangstemperatur (°C)</b>
-	PS	95
10	PS Zentrifuge	89
	PS Shaker	90
	PS Hammermühle	95
30	PS Zentrifuge	80
	PS Shaker	83
	PS Hammermühle	95
50	PS Zentrifuge	75
	PS Shaker	79
	PS Hammermühle	95

#### 4.7.3 PVC

Auf die Diskussion der PVC-Diagramme wurde verzichtet, da aufgrund PVC-typischer Effekte (Weichmacher, Stabilisatoren), die eine Beurteilung des Einflusses des Füllstoffes überlagern, keine konkrete Aussage getroffen werden kann. Diese sind in Kapitel 10.1 dargestellt.

#### 4.7.4 Zusammenfassung der DSC-Ergebnisse

Die Kristallisationspeaks der PP-Compounds liegen deutlich oberhalb des Kristallisationspeaks des reinen PP, was auch bei herkömmlichen anorganischen Füllstoffen der Fall ist. Durch die Zugabe von Füllstoffen startet der Kristallisationsvorgang bereits bei höherer Temperatur. Die weichmachenden Bestandteile der Shaker- und Zentrifugen-Compounds besitzen, über alle Füllgrade gesehen, kaum eine Einwirkung auf den Kristallisationspeak. Die Peaktemperatur des reinen PP kann durch Zugabe von Borschlamm um 7 °C bis 12 °C erhöht werden. Die Einarbeitung der ölhaltigen Füllstoffe, Shaker und Zentrifuge, in PS erwirkt eine Verschiebung des Glasübergangs, um 5 °C bis 20 °C, Richtung tieferer Temperaturen. Dies ist auf die weichmachenden Effekte der fluiden Bestandteile zurückzuführen. Die Einarbeitung von Hammermühlen-Füllstoff in PS erwirkt bei allen drei Füllgraden keine Veränderung des Glasübergangs, was mit herkömmlichen Füllstoffen (z.B. Talkum) ebenfalls der Fall wäre. Aufgrund PVC-typischer Effekte, welche eine Beurteilung des Einflusses des Füllstoffes überlagern, konnte keine konkrete Aussage getroffen werden bezüglich einer Verschiebung des Glasübergangs getroffen werden.

## 5 Zusammenfassung

Im Rahmen der vorliegenden Masterarbeit wurden 27 thermoplastische Bohrschlammcompounds hergestellt und rheologisch, mechanisch sowie stofflich untersucht. Die Grundpolymere wurden zu Vergleichszwecken diesbezüglich ebenfalls untersucht. Die drei Bohrschlammtypen wurden durch unterschiedliche Techniken aufbereitet, wobei der Hammermühlen-Füllstoff, gegenüber dem Shaker- und Zentrifugen-Füllstoff, ölfrei ist. Der Zentrifugen-Füllstoff besitzt die kleinsten Partikel und die engste Partikelgrößenverteilung. Die größten Partikel und die größte Partikelgrößenverteilung sind im Hammermühlen-Füllstoff gegeben.

Die Füllgrade der Compounds entsprachen, entgegen den theoretischen Füllgraden von 10, 30 und 50 Gew.-%, zirka 7.5, 25 und 35 Gew.-%. Die Erklärungen dafür sind zum einen die fluiden Bestandteile, Wasser und Öl, im Füllstoff und zum anderen die Dosier- und Einarbeitbarkeit der Füllstoffe der Bohrschlämme am Doppelschneckenextruder.

Die rheologischen Untersuchungen umfassten Rotations-Schwingungs-Rheometrie zur Bestimmung der komplexen Viskosität sowie die Ermittlung der Schmelzesteifigkeit der Schmelzestränge mittels Rheotensmessgerät.

Bei den PP-Compounds ergibt sich für alle Materialien ein eher untypischer Viskositätsverlauf. Die Viskosität sinkt mit Zugabe des Füllstoffs durchwegs bei allen Materialien, einzige Ausnahme bildet hier PP Shaker mit 30 Gew.-% Füllung. Die Ursache für das untypische Phänomen der massiven Viskositätsabsenkung durch Zugabe von Bohrschlamm in PP, kann möglicherweise mit der Einbettung der Partikel zwischen die Polymerketten erklärt werden. Durch die sehr gute und gleichmäßige Einbettung, würde das Abgleiten der Polymerketten viel leichter vor sich gehen können, was zu einer Verringerung der Viskosität führt. Weiters ist bei den ölhaltigen Füllstoffen möglich, dass die weichmachenden Effekte des Öles sowie des Wassers zu einem Teil der Viskositätsabsenkung führt. Die besten Werte, gegenüber PP, erzielten hierbei die Hammermühlen-Compounds (Abfall um bis zu 92 %), wobei die Erklärung hierfür nicht abgegeben werden kann.

Die Viskositätswerte aller PVC-Compounds liegen bei allen Füllgraden stets nahe beieinander und oberhalb des reinen PVC. Bei den 50 Gew.-% gefüllten Compounds ergibt sich eine maximale Erhöhung der Zähigkeit um das bis zu Achteinhalbfache. Die weichmachende Wirkung der ölhaltigen Füllstoffe, Zentrifuge und Shaker, kommt hier kaum zur Geltung, da es sich beim Grundpolymer bereits um ein Weich-PVC handelt, welches bereit mittels Weichmachern modifiziert wurde. Die Kurvenverläufe entsprechen denen herkömmlicher anorganischer Füllstoffe.

Die Shaker- und Zentrifugen-Materialien zeichneten sich bei den PS-Compounds mit den durchwegs niedrigeren Viskositätswerten gegenüber den Hammermühlen-Compounds aus. Die Differenz zwischen den Materialien erhöht sich mit steigendem Füllstoffgehalt. Bei einem Füllgrad von 30 Gew.-% liegen die ölhaltigen Füllstoffe, Shaker und Zentrifuge, um bis zu 56 % unter den Viskositätswerten des reinen PS. Ansonsten besitzen die Shaker- und Zentrifugen-Compounds in etwa die Werte von PS. Das Hammermühlen-Compound mit 50 Gew.-% Füllung erweist sich um das Zweieinhalbfache zäher als das reine Polystyrol. Die detektierten Kurvenverläufe der Hammermühlen-Compounds sind vergleichbar mit dem Einsatz von herkömmlichen anorganischen Füllstoffen. Die Shaker- und Zentrifugen-Materialien liegen, aufgrund der weichmachenden Wirkung von Öl bzw. Wasser, deutlich unterhalb der Hammermühlen-Compounds.

Bei den PP-Compounds erreichen die Compounds mit einem Füllstoffgehalt von 10 Gew.-% annähernd die Schmelzesteifigkeit des reinen PP. Über alle Füllgrade hinweg gesehen erweisen sich die Hammermühlen-Materialien als die beste Materialkombination hinsichtlich der Rheotensuntersuchung. Bei einem Füllgrad von 50 Gew.-% übersteigt das Hammermühlen-Compound, beim gewählten Bezugspunkt, den Wert des Polypropylens

(Steigerung um 8 %). Die Schmelzesteifigkeit der ölhaltigen Materialien, Shaker- und Zentrifugen-Compound, ist aufgrund der weichmachenden Effekte der fluiden Bestandteile deutlich unter den Werte der Hammermühlen-Compounds.

Die Rheotensuntersuchung der PVC-Compounds bei einem Füllgrad von 10 Gew.-% und 30 Gew.-% zeigt, dass die Kombination des PVC mit Hammermühlen-Füllstoff die etwas besseren Werte erzielt. Beim Füllstoffgehalt von 50 Gew.-% weisen die drei Kunststoffcompounds beinahe idente Werte auf. Der geringste Abfall der Abzugskraft (44 %) wird beim 30 Gew.-% gefüllten Hammermühlen-Compound detektiert. Die weichmachende Wirkung der ölhaltigen Füllstoffe kommt beim bereits durch Weichmacher modifizierten PVC kaum zur Geltung, wodurch auch die Schmelzesteifigkeiten der Hammermühlen-Compounds im Bereich der ölhaltigen Materialien liegen.

Über alle Füllgrade gesehen erzielen die Hammermühlen-Compounds, bei der Rheotensuntersuchung der PS-Compounds, die besten Werte. Der geringste Abfall der Abzugskraft (9 %) wird hierbei beim Füllgrad von 10 Gew.-% erreicht. Die ölhaltigen Füllstoffe, Shaker und Zentrifuge, liegen bei allen Füllgraden deutlich unterhalb des PS und den Hammermühlen-Compounds. Dies ist mit den weichmachenden Effekten der ölhaltigen Füllstoffe, Shaker und Zentrifuge, zu erklären.

Die mechanischen Prüfungen umfassten Kerbschlagbiegeversuche nach Charpy sowie Zugversuche nach ISO 527. Die Prüfung der PP-Proben ergab eine stärkere Versprödung der Materialien mit steigendem Füllstoffgehalt, wobei die Zentrifugen-Compounds in jeder Füllgradgruppe die besten Werte erzielte (Verringerung um 33 % bis zu 60 %). Dies ist mit der geringeren Partikelgröße des Zentrifugen-Füllstoffs zu erklären, wodurch die Störstellen im belasteten Querschnitt geringer sind, als dies z.B. bei der Füllung mittels Hammermühlen-Füllstoff der Fall wäre. Die Ergebnisse der Kerbschlagbiegeversuche der mit 10 Gew.-% gefüllten PVC Compounds ergaben bessere Werte (Steigerung um bis zu 116 %) gegenüber dem Grundpolymer, was eher untypisch ist. Mit steigendem Füllstoffgehalt konnte ebenfalls die typische Versprödung festgestellt werden. Die Kerbschlagversuche der PS-Compounds zeigten bereits beim geringsten Füllstoffgehalt die typische starke Versprödung der Materialien. Hierbei wurde beim geringsten Füllgrad (10 Gew.-%) eine Versprödung um bis zu 70 % detektiert.

Beim Zugversuch erreichten über alle Materialtypen gesehen, ausgenommen PS mit 10 Gew.-% Füllung, die Hammermühlen-Compounds die höchsten Werte für den E-Modul. Die Ausrichtung der Polymerketten bei den Hammermühlen-Materialien ist stärker behindert als dies bei den ölhaltigen Füllstoffcompounds der Fall ist. Der Grund dafür liegt zum einen an den größeren Partikeln im Füllstoff und zum anderen an den weichmachenden Effekten der ölhaltigen Füllstoffe. Sowohl bei den PP- als auch PS-Compounds wird bei einer Füllung mit 50 Gew.-% der E-Modul um das eineinhalbfache erhöht. Bei den PVC-Materialien wurde der E-Modul, bei Einarbeitung von 50 Gew.-% Hammermühlen-Füllstoff, mehr als verdreifacht.

Bei allen TGA-Diagrammen zeigt sich, dass die Hammermühlen-Compounds, gegenüber den beiden anderen Füllstoffcompoundtypen, am wenigsten Masse bis zur Untersuchungstemperatur verlieren. Dies kann auf das entöhlende Aufbereitungsverfahren per Hammermühle zurückgeführt werden. Weiters ist bei sämtlichen Diagrammen, mit einem Füllgrad von 30 Gew.-% und 50 Gew.-%, zu sehen, dass die Shaker-Compounds mehr an Masse verlieren als die Zentrifugen-Compounds. Dies ist auf den möglichen Einfluss der Partikelgröße, respektive Oberflächenbenetzung, zurückzuführen. Die größeren Partikel des Shaker-Füllstoffs besitzen eine geringere Oberfläche als dies bei dem gleichen Volumen an Zentrifugen-Füllstoff der Fall wäre. Dies bedeutet, dass die fluiden Bestandteile bei den Shaker-Compounds schneller gelöst werden können, verglichen mit den Zentrifugen-Compounds.

Die Untersuchung mittels DSC zeigt, dass die Kristallisationspeaks der PP-Compounds

deutlich oberhalb des Kristallisationspeaks des reinen PP liegen, was auch bei herkömmlichen anorganischen Füllstoffen der Fall ist. Durch die Zugabe von Füllstoffen startet der Kristallisationsvorgang bereits bei höherer Temperatur. Die weichmachenden Bestandteile der Shaker- und Zentrifugen-Compounds besitzen, über alle Füllgrade gesehen, kaum eine Einwirkung auf den Kristallisationspeak. Die Peaktemperatur des reinen PP kann durch Zugabe von Borschlamm um 7 °C bis 12 °C erhöht werden. Die Einarbeitung der ölhaltigen Füllstoffe, Shaker und Zentrifuge, in PS erwirkt eine Verschiebung des Glasübergangs, um 5 °C bis 20 °C, Richtung tieferer Temperaturen. Dies ist auf die weichmachenden Effekte der fluiden Bestandteile zurückzuführen. Die Einarbeitung von Hammermühlen-Füllstoff in PS erwirkt bei allen drei Füllgraden keine Veränderung des Glasübergangs, was mit herkömmlichen Füllstoffen (z.B. Talkum) ebenfalls der Fall wäre. Aufgrund PVC-typischer Effekte, welche eine Beurteilung des Einflusses des Füllstoffes überlagern, konnte keine konkrete Aussage, bezüglich der Verschiebung des Glasübergangs, getroffen werden.

Im Verlauf dieser Masterarbeit konnten wesentliche Erkenntnisse im Bereich der Herstellung und der Eigenschaften von thermoplastischen Bohrschlammcompounds gewonnen werden. Neben den mechanischen und rheologischen Kennwerten kann somit auch gesagt werden, dass die Art der Aufbereitung einen signifikanten Einfluss auf die Materialeigenschaften besitzt. Die Füllstoffaufbereitungsart mittels Hammermühle, welche den Bohrschlamm entölt, erwirkt, bis auf die Untersuchung der Kerbschlagzähigkeit, über alle Untersuchungsmethoden hinweg gesehen bei den Compounds die besten Eigenschaften.

## 6 Literaturverzeichnis

- [1] *Asmus, K.D.: Kunststoffe, 70, 1980, 336.*
- [2] *Carreau, P.J., De Kee, D.C.R., Chhbara, R.P.: Rheology of Polymeric Systems, Hanser Verlag, München, 1997.*
- [3] *Ehrenstein, G.W., Riedel, G., Trawiel, P.: Praxis der Thermischen Analyse von Kunststoffen, Carl Hanser Verlag, München, 1998.*
- [4] *<http://ikv.unileoben.ac.at/erheolequipment.html> (aufgerufen am 15.10.2011)*
- [5] *<http://ikv.unileoben.ac.at/rheotens.html> (aufgerufen am 15.10.2011)*
- [6] *<http://www.ecomare.nl/de/ecomare-encyclopedie/mensch-und-umwelt/rohstoffgewinnung-nordsee/foerderung-v-bodenschaetzen/umweltbelastung-offshore/bohrschlamm/> (aufgerufen am 12.06.2013)*
- [7] *<http://www.plasticseurope.org/information-centre.aspx> (aufgerufen am 15.04.2013)*
- [8] *<http://www.schraubenfibel.de/Kerbschlagversuch.html> (aufgerufen am 20.06.2013)*
- [9] *Kaiser, W.: Kunststoffchemie für Ingenieure, Carl Hanser Verlag, München, 2011.*
- [10] *Kunze, U.R., Schwedt, G.: Grundlagen der qualitativen und quantitativen Analyse, Georg Thieme Verlag, Stuttgart, 1996.*
- [11] *Laske, S.: Verbesserung der rheologischen Eigenschaften von unverzweigtem Polypropylen mit Nanofüllstoffen im Hinblick auf das Extrusionsschäumen, Diplomarbeit an der Montanuniversität Leoben, 2005.*
- [12] *Michler, G.H.: Kunststoffmechanik, Hanser-Verlag München, Wien, 1992.*
- [13] *Schmiedel, H.: Handbuch der Kunststoffprüfung, Carl Hanser Verlag, München, 1992.*
- [14] *Wagner, M.H., Collignon, B., Verbeke, J.: Rheotens-mastercurves and elongational viscosity of polymer melts, Rheologica Acta, Vol. 35, 1996, 45.*
- [15] *Xanthos, M.: Polymers and Polymer Composites, Ed.-Wiley-VCH-Verlag GmbH, Weinheim, 2005.*

## 7 Abkürzungen und Symbole

<b>Abkürzung</b>	<b>Bedeutung</b>	<b>Einheit</b>
A	Fläche	mm <sup>2</sup>
ABS	Acrylnitrilbutadienstyrol	-
ANOVA	analysis of variance	-
a <sub>cn</sub>	Kerbschlagzähigkeit	J/m <sup>2</sup>
D	Durchmesser	mm
DSC	Differential Scanning Calorimetry	-
EPS	Expandiertes Polystyrol	-
F <sub>Ab</sub>	Abzugskraft	N
F <sub>N</sub>	Normalkraft	N
Gew.-%	Gewichtsprozent	Gew.-%
h	Spalthöhe	mm
HDPE	High-density polyethylene	-
KS	Kunststoffstrang	-
KVM	Kapillarviskosimeter	-
M	Motor	-
L	Länge	mm
LDPE	Low-density polyethylene	-
LLDPE	Linear low-density polyethylene	-
L <sub>0</sub>	Anfangslänge	mm
M <sub>d</sub>	Drehmoment	Nmm
n	Drehzahl	s <sup>-1</sup>
PA	Polyamid	-
Pa	Pascal	Pa
PC	Polycarbonat	-
PET	Polyethylenterephthalat	-
PP	Polypropylen	-
PS	Polystyrol	-
PVC	Polyvinylchlorid	-
r	Radius	mm
R	Radius	mm
rad	Radiant	rad
s	Sekunde	s
TGA	Thermogravimetrische Analyse	-

Vol.-%	Volumsprozent	Vol.-%
W	induktiver Wegaufnehmer	-
WB	Wiegebalken	-
UV	Ultraviolett	-
$v_0$	Austrittsgeschwindigkeit	mm/s
$v_1$	Abzugsgeschwindigkeit	mm/s
ZR	Zahnradpaar	-

<b>Symbol</b>	<b>Bedeutung</b>	<b>Einheit</b>
$\alpha$	Kegelwinkel	rad
$\dot{\gamma}$	Schergeschwindigkeit	$s^{-1}$
$\varepsilon$	Dehnung	%
$\bar{\varepsilon}$	mittlere Dehnungsgeschwindigkeit	%/s
$\eta$	wahre Viskosität	Pa.s
$\eta^*$	komplexe Viskosität	Pa.s
$\mu\text{m}$	Mikrometer	$\mu\text{m}$
$\sigma$	Spannung	$\text{N}/\text{mm}^2$
$\sigma_{xy}$	Schubspannung	$\text{N}/\text{mm}^2$
$\omega$	Kreisfrequenz	$s^{-1}$
$\tilde{\omega}$	Umfangsgeschwindigkeit	mm/s
$^{\circ}\text{C}$	Grad Celsius	$^{\circ}\text{C}$



## 8 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1:	Grundmaterialien der Nanocomposites .....	4
Tabelle 2:	Zusammensetzung der Compounds in Gewichtsprozent.....	5
Tabelle 3:	Korngrößenverteilung der Füllstoffe .....	6
Tabelle 4:	Fluider Bestandteil der Füllstoffe .....	6
Tabelle 5:	Temperaturprofile beim Compoundieren .....	7
Tabelle 6:	Einstellparameter des Kneters und der Vakuumpresse für die PP-Plattenerzeugung .....	8
Tabelle 7:	Einstellparameter des Kneters und der Vakuumpresse für die PVC-Plattenerzeugung .....	8
Tabelle 8:	Einstellparameter des Kneters und der Vakuumpresse für die PS- Plattenerzeugung .....	8
Tabelle 9:	Prüftemperaturen der Materialien bei der Viskositätsbestimmung .....	10
Tabelle 10:	Versuchsparameter für die Messungen am Kegel-Platte-Rheometer .....	10
Tabelle 11:	Prüftemperaturen der Materialien bei der Rheotensmessung .....	14
Tabelle 12:	Versuchsparameter für die Rheotensmessungen .....	14
Tabelle 13:	Gegenüberstellung des Soll-Füllstoffgehalts und des Ist-Füllstoffgehalts den PP-Compounds .....	18
Tabelle 14:	Gegenüberstellung des Soll-Füllstoffgehalts und des Ist-Füllstoffgehalts den PVC-Compounds .....	18
Tabelle 15:	Gegenüberstellung des Soll-Füllstoffgehalts und des Ist-Füllstoffgehalts den PS-Compounds .....	19
Tabelle 16:	Viskositätsunterschiede der PP-Compounds gegenüber dem PP Grundpolymer .....	22
Tabelle 17:	Viskositätsunterschiede der PVC-Compounds gegenüber dem PVC Grundpolymer .....	26
Tabelle 18:	Viskositätsunterschiede der PS-Compounds gegenüber dem PS Grundpolymer .....	30
Tabelle 19:	Abweichung der 10 Gew.-% gefüllten PP-Compounds vom reinen PP beim Bezugspunkt von 110 mm/s.....	33
Tabelle 20:	Abweichung der 30 Gew.-% gefüllten PP-Compounds vom reinen PP beim Bezugspunkt von 80 mm/s.....	34
Tabelle 21:	Abweichung der 50 Gew.-% gefüllten PP-Compounds vom reinen PP beim Bezugspunkt von 80 mm/s.....	35
Tabelle 22:	Abweichung der 10 Gew.-% gefüllten PVC-Compounds vom reinen PVC beim Bezugspunkt von 170 mm/s .....	36
Tabelle 23:	Abweichung der 30 Gew.-% gefüllten PVC-Compounds vom reinen PVC beim Bezugspunkt von 110 mm/s .....	37
Tabelle 24:	Abweichung der 50 Gew.-% gefüllten PVC-Compounds vom reinen PVC beim Bezugspunkt von 100 mm/s .....	38
Tabelle 25:	Abweichung der 10 Gew.-% gefüllten PS-Compounds vom reinen PS beim Bezugspunkt von 160 mm/s.....	39
Tabelle 26:	Abweichung der 30 Gew.-% gefüllten PS-Compounds vom reinen PS beim Bezugspunkt von 100 mm/s.....	40
Tabelle 27:	Abweichung der 50 Gew.-% gefüllten PS-Compounds vom reinen PS beim Bezugspunkt von 160 mm/s.....	41
Tabelle 28:	Mittelwerte der Kerbschlagarbeit der PP-Materialien .....	42
Tabelle 29:	Mittelwerte Kerbschlagarbeit der PVC-Materialien .....	43
Tabelle 30:	Mittelwerte Kerbschlagarbeit der PS-Materialien .....	45
Tabelle 31:	Mittelwerte des E-Moduls und der Zugfestigkeit der PP-Materialien .....	46
Tabelle 32:	Mittelwerte des E-Moduls und der Zugfestigkeit der PVC-Materialien.....	48
Tabelle 33:	Mittelwerte des E-Moduls und der Zugfestigkeit der PS-Materialien .....	49
Tabelle 34:	Masseverlust der PP-Compounds bei 300 °C gegenüber deren Anfangsmasse.....	52
Tabelle 35:	Masseverlust der PVC-Compounds sowie des PVC-Grundpolymers bei 200 °C gegenüber deren Anfangsmasse .....	54
Tabelle 36:	Masseverlust der PS-Compounds sowie des PS-Grundpolymers bei 300 °C gegenüber deren Anfangsmasse .....	56
Tabelle 37:	Peaktemperaturen der PP-Compounds .....	57
Tabelle 38:	Glasübergangstemperaturen der PS-Compounds.....	59

Tabelle 39: Geräteübersicht ..... 74

## 9 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1:	Fadenförmige amorphe und teilkristalline Struktur von Thermoplasten .....	2
Abbildung 2:	Kunststoffbedarf nach Materialien, weltweit 2012 [7] .....	4
Abbildung 3:	Doppelschneckenextruder im Labormaßstab.....	7
Abbildung 4:	Prinzipieller Aufbau eines Kegel-Platte Rheometers [11] .....	9
Abbildung 5:	Schematischer Aufbau des Rheotensversuches [4].....	11
Abbildung 6:	Prinzipdarstellung eines Rheotens-Dehnungstesters (Fa. Göttfert); KS: Kunststoffstrang, ZR: Zahnradpaar, WB: Wiegebalken, M: Motor, W: induktiver Wegaufnehmer [5] .....	12
Abbildung 7:	Schematischer Aufbau der Prüfapparatur beim Kerbschlagbiegeversuch [8].....	15
Abbildung 8:	Aufbau beim Zugversuch.....	16
Abbildung 9:	Schematische Darstellung einer horizontalen Thermowaage .....	16
Abbildung 10:	Prinzipielle Darstellung der Tiegel im DSC-Messgerät.....	17
Abbildung 11:	Gegenüberstellung der Viskositätskurven der 10 Gew.-% gefüllten PP-Compounds mit dem reinen PP.....	19
Abbildung 12:	Gegenüberstellung der Viskositätskurven der 30 Gew.-% gefüllten PP-Compounds mit dem reinen PP.....	20
Abbildung 13:	Gegenüberstellung der Viskositätskurven der 50 Gew.-% gefüllten PP-Compounds mit dem reinen PP.....	21
Abbildung 14:	Fehlerbalkendiagramm von den Viskositäten der PP-Materialien bei einer Kreisfrequenz von 0,1 rad/s.....	23
Abbildung 15:	Fehlerbalkendiagramm von den Viskositäten der PP-Materialien bei einer Kreisfrequenz von 500 rad/s.....	23
Abbildung 16:	Gegenüberstellung der Viskositätskurven der 10 Gew.-% gefüllten PVC-Compounds mit dem reinen PVC .....	24
Abbildung 17:	Gegenüberstellung der Viskositätskurven der 30 Gew.-% gefüllten PVC-Compounds mit dem reinen PVC .....	25
Abbildung 18:	Gegenüberstellung der Viskositätskurven der 50 Gew.-% gefüllten PVC-Compounds mit dem reinen PVC .....	25
Abbildung 19:	Fehlerbalkendiagramm von den Viskositäten der PVC-Materialien bei einer Kreisfrequenz von 0,1 rad/s.....	27
Abbildung 20:	Fehlerbalkendiagramm von den Viskositäten der PVC-Materialien bei einer Kreisfrequenz von 500 rad/s.....	27
Abbildung 21:	Gegenüberstellung der Viskositätskurven der 10 Gew.-% gefüllten PS-Compounds mit dem reinen PS.....	28
Abbildung 22:	Gegenüberstellung der Viskositätskurven der 30 Gew.-% gefüllten PS-Compounds mit dem reinen PS.....	29
Abbildung 23:	Gegenüberstellung der Viskositätskurven der 50 Gew.-% gefüllten PS-Compounds mit dem reinen PS.....	29
Abbildung 24:	Fehlerbalkendiagramm von den Viskositäten der PS-Materialien bei einer Kreisfrequenz von 0,1 rad/s.....	31
Abbildung 25:	Fehlerbalkendiagramm von den Viskositäten der PS-Materialien bei einer Kreisfrequenz von 500 rad/s.....	31
Abbildung 26:	Rheotenskurven der 10 Gew.-% gefüllten PP-Compounds und des reinen PP mit Bezugspunkt bei 110 mm/s.....	33
Abbildung 27:	Rheotenskurven der 30 Gew.-% gefüllten PP- Compounds und des reinen PP mit Bezugspunkt bei 80 mm/s.....	34
Abbildung 28:	Rheotenskurven der 50 Gew.-% gefüllten PP- Compounds und des reinen PP mit Bezugspunkt bei 80 mm/s.....	35
Abbildung 29:	Rheotenskurven der 10 Gew.-% gefüllten PVC- Compounds und des reinen PVC mit Bezugspunkt bei 170 mm/s.....	36
Abbildung 30:	Rheotenskurven der 30 Gew.-% gefüllten PVC- Compounds und des reinen PVC mit Bezugspunkt bei 110 mm/s.....	37

Abbildung 31:	Rheotenskurven der 50 Gew.-% gefüllten PVC-Compounds und des reinen PVC mit Bezugspunkt bei 100 mm/s.....	38
Abbildung 32:	Rheotenskurven der 10 Gew.-% gefüllten PS-Compounds und des reinen PS mit Bezugspunkt bei 160 mm/s.....	39
Abbildung 33:	Rheotenskurven der 30 Gew.-% gefüllten PS-Compounds und des reinen PS mit Bezugspunkt bei 100 mm/s.....	40
Abbildung 34:	Rheotenskurven der 50 Gew.-% gefüllten PS-Compounds und des reinen PS mit Bezugspunkt bei 160 mm/s.....	41
Abbildung 35:	Fehlerbalkendiagramm der Kerbschlagarbeit von den PP-Compounds .....	43
Abbildung 36:	Fehlerbalkendiagramm der Kerbschlagarbeit von den PVC-Compounds.....	44
Abbildung 37:	Fehlerbalkendiagramm der Kerbschlagarbeit von den PS-Compounds .....	45
Abbildung 38:	Fehlerbalkendiagramm des E-Moduls der PP-Compounds .....	47
Abbildung 39:	Fehlerbalkendiagramm des E-Moduls der PVC-Compounds.....	48
Abbildung 40:	Fehlerbalkendiagramm des E-Moduls der PS-Compounds .....	49
Abbildung 41:	TGA-Kurven der 10 Gew.-% gefüllten PP-Systeme und des reinen PP .....	50
Abbildung 42:	TGA-Kurven der 30 Gew.-% gefüllten PP-Systeme und des reinen PP .....	51
Abbildung 43:	TGA-Kurven der 50 Gew.-% gefüllten PP-Systeme und des reinen PP .....	51
Abbildung 44:	TGA-Kurven der 10 Gew.-% gefüllten PVC-Systeme und des reinen PVC.....	52
Abbildung 45:	TGA-Kurven der 30 Gew.-% gefüllten PVC-Systeme und des reinen PVC.....	53
Abbildung 46:	TGA-Kurven der 50 Gew.-% gefüllten PVC-Systeme und des reinen PVC.....	53
Abbildung 47:	TGA-Kurven der 10 Gew.-% gefüllten PS-Systeme und des reinen PS.....	54
Abbildung 48:	TGA-Kurven der 30 Gew.-% gefüllten PS-Systeme und des reinen PS.....	55
Abbildung 49:	TGA-Kurven der 50 Gew.-% gefüllten PS-Systeme und des reinen PS.....	55
Abbildung 50:	DSC-Abkühlkurven der 10 Gew.-% gefüllten PP-Compounds und des reinen PP.....	57
Abbildung 51:	DSC-Abkühlkurven der 10 Gew.-% gefüllten PS-Compounds und des reinen PS.....	58
Abbildung 40:	DSC-Abkühlkurven der 30 Gew.-% gefüllten PP-Compounds und des reinen PP.....	70
Abbildung 41:	DSC-Abkühlkurven der 50 Gew.-% gefüllten PP-Compounds und des reinen PP.....	70
Abbildung 42:	DSC-Abkühlkurven der 10 Gew.-% gefüllten PVC-Compounds und des reinen PVC.....	71
Abbildung 43:	DSC-Abkühlkurven der 30 Gew.-% gefüllten PVC-Compounds und des reinen PVC.....	71
Abbildung 44:	DSC-Abkühlkurven der 50 Gew.-% gefüllten PVC-Compounds und des reinen PVC.....	72
Abbildung 45:	DSC-Abkühlkurven der 30 Gew.-% gefüllten PS-Compounds und des reinen PS.....	72
Abbildung 46:	DSC-Abkühlkurven der 50 Gew.-% gefüllten PS-Compounds und des reinen PS.....	73

## 10Anhang

### 10.1 DSC Diagramme

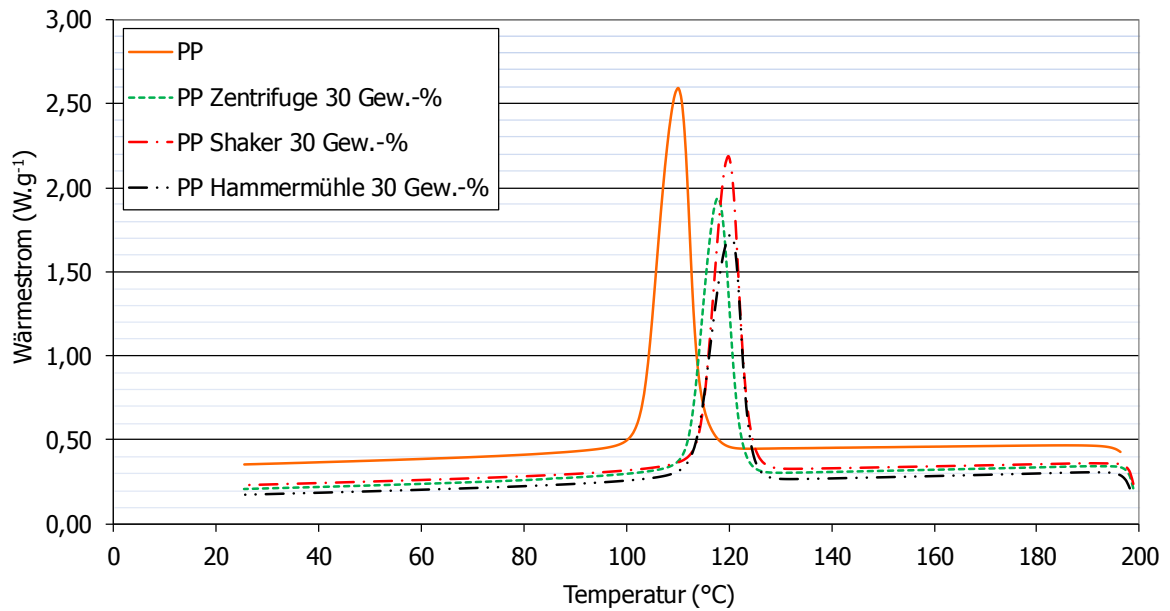


Abbildung 52: DSC-Abkühlkurven der 30 Gew.-% gefüllten PP-Compounds und des reinen PP

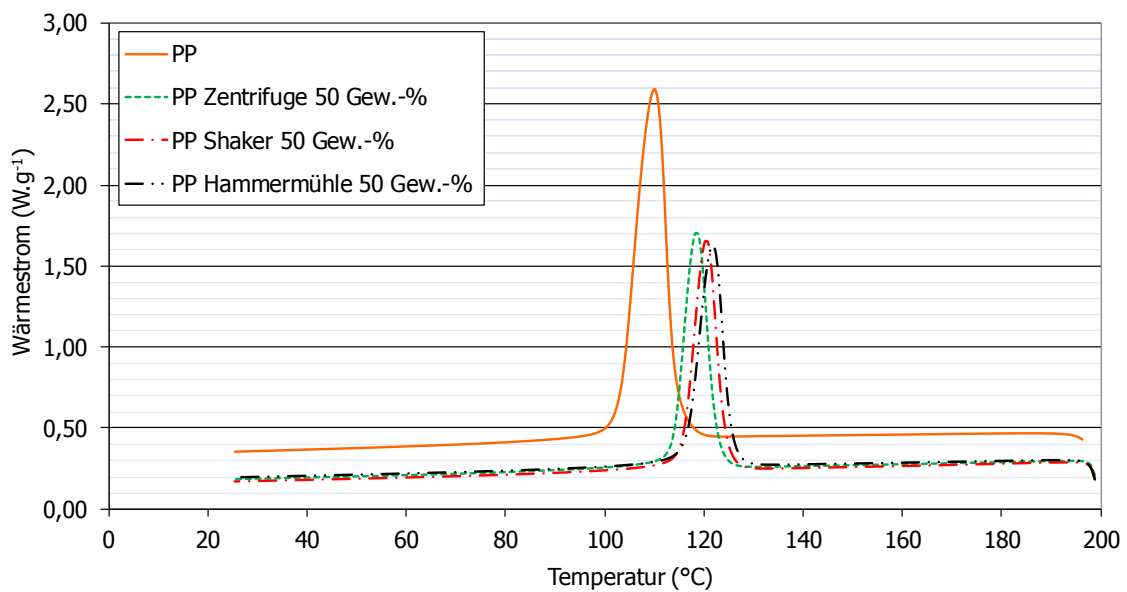


Abbildung 53: DSC-Abkühlkurven der 50 Gew.-% gefüllten PP-Compounds und des reinen PP

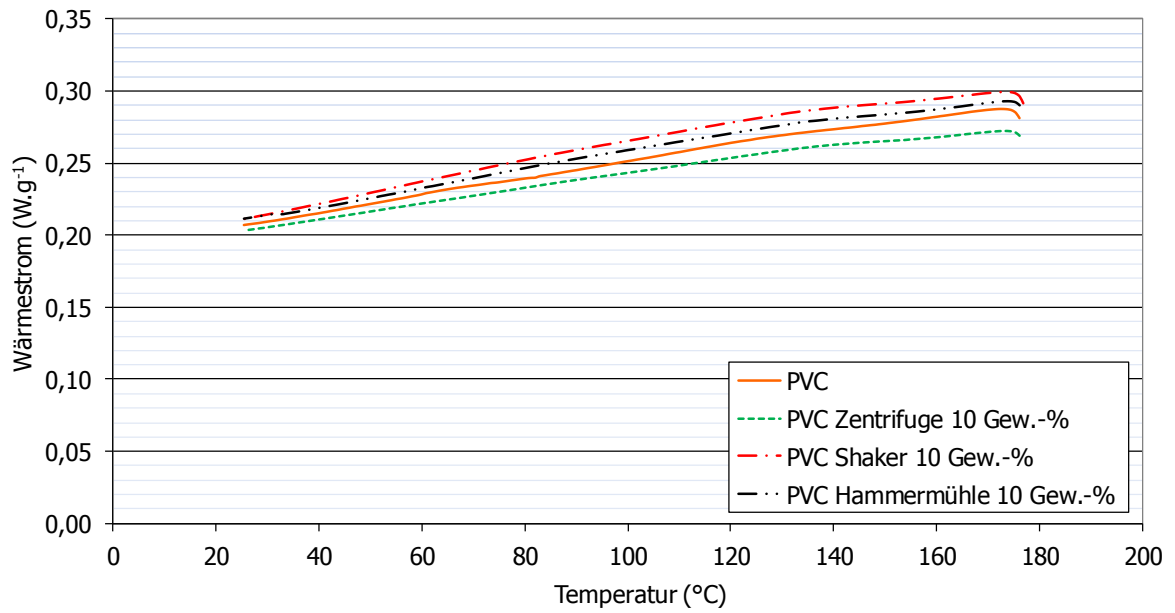


Abbildung 54: DSC-Abkühlkurven der 10 Gew.-% gefüllten PVC-Compounds und des reinen PVC

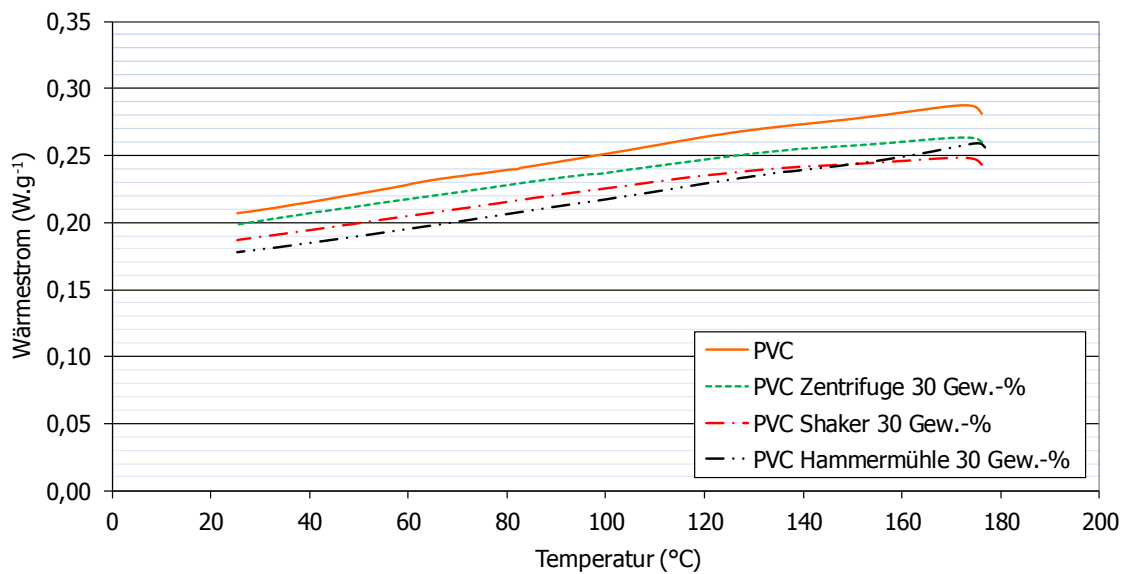


Abbildung 55: DSC-Abkühlkurven der 30 Gew.-% gefüllten PVC-Compounds und des reinen PVC

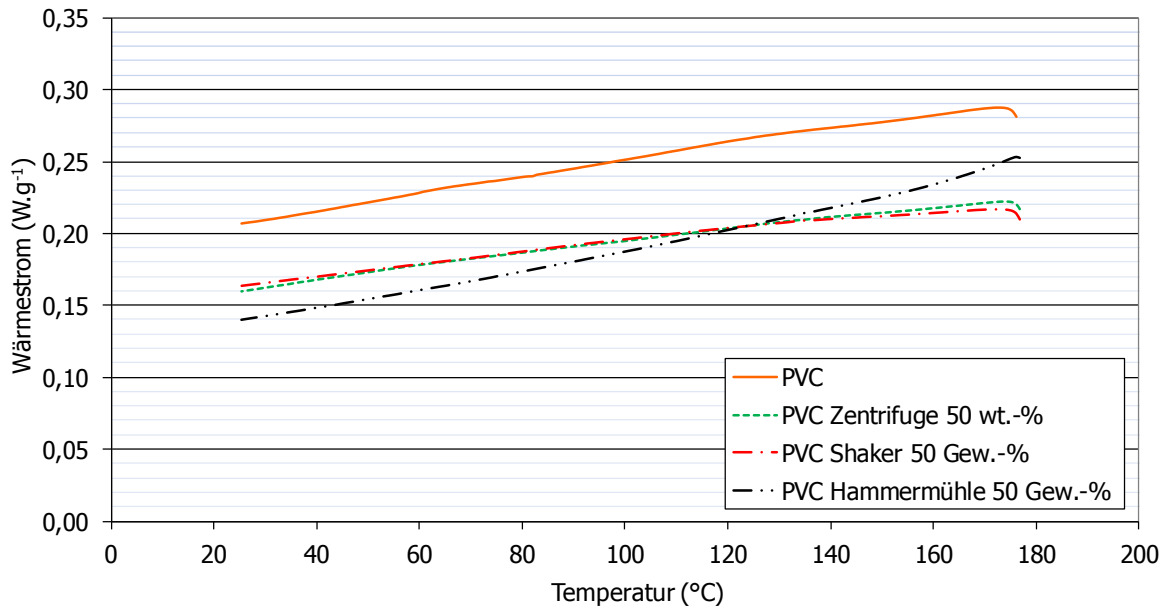


Abbildung 56: DSC-Abkühlkurven der 50 Gew.-% gefüllten PVC-Compounds und des reinen PVC

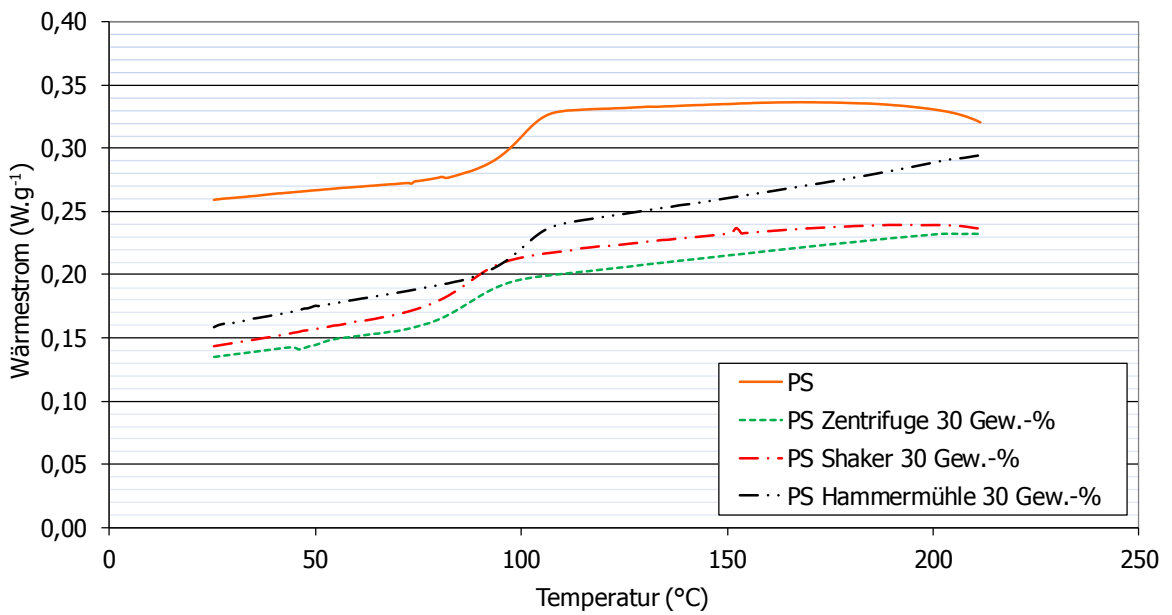


Abbildung 57: DSC-Abkühlkurven der 30 Gew.-% gefüllten PS-Compounds und des reinen PS

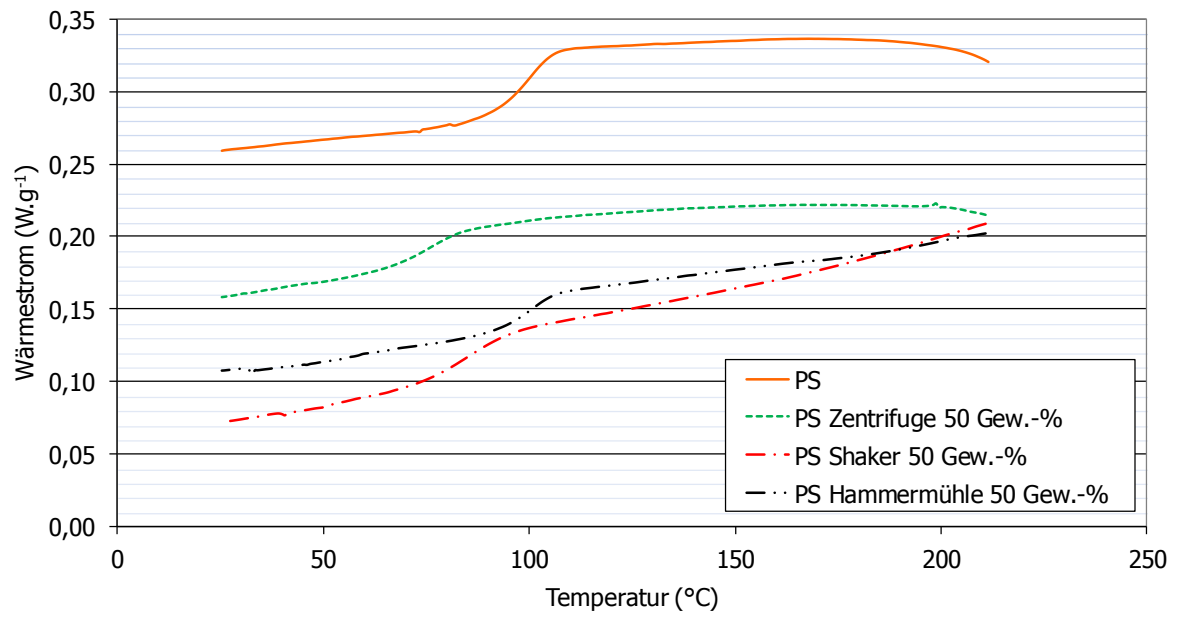


Abbildung 58: DSC-Abkühlkurven der 50 Gew.-% gefüllten PS-Compounds und des reinen PS



## 10.2 Verwendete Geräte

Tabelle 39 zeigt die im Rahmen der Masterarbeit verwendeten Geräte.

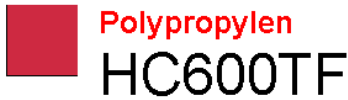
*Tabelle 39: Geräteübersicht*

<b>Gerät</b>	<b>Bezeichnung</b>
CNC-Fräsmaschine	Concept Mill 55, Fa. EMCO, Hallein, A.
Doppelschneckenextruder	PLASTI-CORDER, Fa. Brabender, Duisburg, D.
DSC-Messgerät	DSC1, Fa. Mettler Toledo, Wien, A.
Hochdruckkapillarrheometer	RHEOGRAPH 2002, Fa. Göttfert Werkstoff-Prüfmaschinen GmbH – Rheologische Prüfgeräte, Buchen, D.
Kerbschlagmessgerät	CEAST 500, CEAST, Pianezza, I.
Laborknetter	Rheocord-Rheomix, Fa. HAAKE, Karlsruhe, D.
Muffelofen	Laborofen, Fa. AHT, Wien, A.
Rheotenstester	RHEOTENS 71.97, Fa. Göttfert Werkstoff-Prüfmaschinen GmbH – Rheologische Prüfgeräte, Buchen, D.
Rotations-Schwingungs-Rheometer	Rheometer Physica MCR501, Fa. Anton Paar, Graz, A.
TGA-Messgerät	TGA/DSC1, Fa. Mettler Toledo, Wien, A.
Trockner	DRYMAX D60-50/50-M, Fa. Wittmann, Wien, A.
Vakuumpresse	200 PV, Fa. Dr. Collin GmbH, Ebersberg, D.
Zugprüfmaschine	UTS EuroTest 250, Fa. Zwick, Ulm, D.

## 10.3 Materialdatenblätter

Produktsicherheitsinformationsblatt

07.06.2011 Ed.2



### 1. Bezeichnung des Stoffs bzw. des Gemischs und des Unternehmens

**Handelsname:** HC600TF  
**Materialverwendung:** Rohstoff für die Kunststoffindustrie  
**Hersteller:** Borealis  
E-Mail-Adresse: product.safety@borealisgroup.com

### 2. Mögliche Gefahren

**Gesundheit:** Das Produkt ist nicht als gefährlich klassifiziert. Beim Einatmen von Pulverstaub kann es jedoch zu einer Reizung der Atemwege kommen. Längeres Einatmen größerer Mengen von Zersetzungsprodukten kann zu Kopfschmerzen und einer Reizung der Atemwege führen.

**Brand:** Das Produkt brennt, ist aber nicht als entzündlich klassifiziert.

**Umwelt:** Das Produkt ist nicht als umweltschädlich eingestuft.

### 3. Zusammensetzung/Angaben zu Bestandteilen

Dieses Produkt ist ein Polypropylen Polymer.

Das Produkt enthält keine als gefährlich eingestuften Stoffe über der Berücksichtigungsgrenze nach EG-Richtlinie.

### 4. Erste-Hilfe-Maßnahmen

Keine besonderen Anweisungen notwendig.

**Hautkontakt:** Geschmolzenes Produkt auf der Haut mit viel kaltem Wasser abkühlen. Erstarrtes Produkt nicht von der Haut abziehen.

### 5. Maßnahmen zur Brandbekämpfung

**Geeignete Löschmittel:** Nebel, Trockenpulver, Schaum oder Kohlendioxid.

**Besondere Gefahren beim Kontakt:** Vorherrschendes Gift im Rauch ist Kohlenmonoxid.

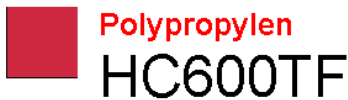
### 6. Maßnahmen bei unbeabsichtigter Freisetzung

Aufsaugen oder aufkehren von auf dem Boden verschütteten Granulat. Auf dem Boden verschüttetes Material muß sofort entfernt werden, damit es nicht zu Unfällen durch Ausrutschen kommt.

Borealis AG | Wagramerstrasse 17-19 | 1220 Vienna | Austria  
Telephone +43 1 224 00 0 | Fax +43 1 22 400 333  
FN 269858a | CCC Commercial Court of Vienna | Website [www.borealisgroup.com](http://www.borealisgroup.com)



Seite 1 von 3



## 7. Handhabung und Lagerung

**Handhabung:** Bei der Verarbeitung und thermischer Behandlung werden nur geringe Mengen flüchtiger Kohlenwasserstoffe frei. Für angemessene Lüftung sorgen. Lokale Absaugvorrichtung kann notwendig sein. Das Einatmen von Staub und Dämpfen ist zu vermeiden. Stäube von diesem Produkt stellen immer ein Risiko für Staubexplosionen dar. Alle Maschinen sind zu erden.

**Lagerung:** Aus Sicherheitsgründen sind keine spezifischen Vorkehrungen hinsichtlich der Lagerung erforderlich.

## 8. Begrenzung und Überwachung der Exposition/Persönliche Schutzausrüstungen

Für angemessene Lüftung sorgen. Lokale Absaugvorrichtung kann notwendig sein.

## 9. Physikalische und chemische Eigenschaften

Aussehen: fest, naturfarben

Geruch: geruchlos

Schmelzpunkt/Schmelzbereich: 130 - 170 °C

Dichte: 0,9 - 1,0 g/cm<sup>3</sup>

Zündtemperatur: > 320 °C

Löslichkeit(en): unlöslich im Wasser

## 10. Stabilität und Reaktivität

Das Produkt ist ein stabiler Thermoplast und chemisch inert.

## 11. Toxikologische Angaben

Das Produkt ist im Sinne der Richtlinie 1999/45/EG als nicht gefährlich klassifiziert. Beim Einatmen von Pulverstaub kann es jedoch zu einer Reizung der Atemwege kommen. Längeres Einatmen größerer Mengen von Zersetzungsprodukten kann zu Kopfschmerzen und einer Reizung der Atemwege führen.

## 12. Umweltbezogene Angaben

Das Produkt ist nicht als umweltschädlich eingestuft.

## 13. Hinweise zur Entsorgung

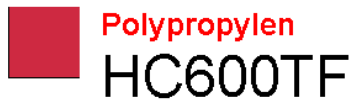
Nicht verunreinigte Abfälle können wiederaufbereitet werden. Das Produkt kann entsprechend örtlicher Vorschriften verbrannt. Die sachgemäße Verbrennung des Produktes erfordert keine besonderen Technologien für Überwachung der Abgase. Maßnahmen: In Übereinstimmung mit den örtlichen und nationalen gesetzlichen Bestimmungen.

## 14. Angaben zum Transport

Keine besonderen Sicherheitsvorkehrungen erforderlich (ADR/RID, IMDG oder IATA).

Borealis AG | Wagramerstrasse 17-19 | 1220 Vienna | Austria  
Telephone +43 1 224 00 0 | Fax +43 1 22 400 333  
FN 269856a | CCC Commercial Court of Vienna | Website [www.borealisgroup.com](http://www.borealisgroup.com)





### 15. Rechtsvorschriften

Gemäß Richtlinie 1999/45/EG muss das Produkt weder eingestuft noch gekennzeichnet werden.

Kennzeichnung: Handelsname: HC600TF  
Hersteller: Borealis

### 16. Sonstige Angaben

Herausgegeben in Übereinstimmung mit Artikel 32 von Verordnung (EG) Nr. 1907/2006 und dessen Ergänzungen.

Aussteller: Borealis, Group Product Stewardship / Anna Kontro

#### Haftungsausschluss

Die im vorliegenden Dokument beschriebenen Informationen sind nach den uns bekannten Angaben entsprechend dem derzeitigen Veröffentlichungsstand korrekt und vertrauenswürdig, jedoch übernehmen wir keinerlei Verantwortung für die Korrektheit und Vollständigkeit der Information.

**Borealis übernimmt keinerlei Wartungspflichten, die die Beschreibung im vorliegenden Dokument überschreiten. Kein Teil von diesem Dokument ist als Garantie dafür, dass das Produkt zum Verkauf geeignet oder für einen bestimmten Zweck verwendbar ist, zu interpretieren.**

**Für das Prüfen und Testen unserer Produkte übernimmt der Kunde die Verantwortung, um festzustellen, ob die Produkte zum vom Kunden gewünschten Zweck einsetzbar sind. Der Kunde ist verantwortlich für die sichere, zweck- und gesetzmäßige Bearbeitung, den Umgang und den Einsatz unserer Produkte.**

Wir haften nicht für das Verwenden der Borealis-Produkte zusammen mit den anderen Materialien. Im vorliegenden Dokument beschriebene Information gilt für unsere Produkte nur in dem Fall, wenn sie nicht zusammen mit den anderen Materialien eingesetzt werden.

Borealis AG | Wagramerstrasse 17-19 | 1220 Vienna | Austria  
Telephone +43 1 224 00 0 | Fax +43 1 22 400 333  
FN 269856a | CCC Commercial Court of Vienna | Website [www.borealisgroup.com](http://www.borealisgroup.com)





**Decelith** - PVC Compound  
**Ongrolit** - PVC Compound  
**Saxene** - PP Compound  
**Saxomer** - TPE Compound

## PRODUKTINFORMATION

# Decelith® 65138 glasklar 0211

Eigenschaft	Messmethode nach		Einheit	Wert
	ISO	DIN		
Dichte	1183-2004	53479	g/cm <sup>3</sup>	1,20 ± 0,03
Härte Shore A	868-2003 15 s Andruckzeit	53505 15 s Andruckzeit	-	75 ± 3
Reißfestigkeit	527-1996	53455	MPa	17
Reißdehnung	527-1996 Vorschub- geschwindigkeit D Prüfstab Abb. 2	53455 Vorschub- geschwindigkeit VI Prüfstab 4	%	310
Thermostabilität	-	53381-C	Minuten	60

**Produktbeschreibung:** Weich-PVC mit Calcium/Zink-Stabilisierung

**Verarbeitung:** Extrusion

**Anwendung:** Schläuche, Profile und Kabelummantelung

**Lieferform:** Sack oder Oktabin

**Lagerung:** Die Lagerdauer beträgt min. 12 Monate in geschlossenen Räumen bei 50 +/- 30% Luftfeuchtigkeit und 20 +/- 10°C, sofern die Ware vor direkter Sonnen- und Lichteinwirkung geschützt wird. Abweichende Lagerbedingungen können die Qualität des Compounds beeinträchtigen.



12.08.2013

Der Inhalt dieser Druckschrift ist unverbindlich und dient ausschließlich Informationszwecken. Die Informationen sind keine Angaben im Sinne der anwendbaren gesetzlichen Bestimmungen und begründen kein Vertragsverhältnis hinsichtlich der vorgestellten Produkte. Soweit nicht ausdrücklich anderweitig vereinbart, werden sie auch nicht Vertragsbestandteil bestehender oder künftiger Verträge mit der Polyplast Compound Werk GmbH.

## PRODUCT INFORMATION



## Styrolution PS 168N

<b>Product description</b>	Styrolution PS 168N is a high molecular, heat resistant grade with high mechanical strength. Suitable for physically or chemically expanded extruded sheet. As blend component with high impact polystyrene of Styrolux.
<b>Processing</b>	Styrolution PS 168N can be injection molded at temperatures between 180 and 280 °C, and recommended mold temperatures between 10 and 60 °C. Extrusion temperatures should not exceed 250 °C
<b>Applications</b>	Foamed meat trays, foamed labels, BOPS – sheets. In blends with HIPS for coffee cups, lids. In blends with Styrolux for transparent, impact resistant cups, beakers and lids.
<b>Form supplied and storage</b>	Styrolution PS 168N should be kept in its original containers in a cool, dry place. Avoid direct exposure to sunlight. Styrolution PS 168N can be stored in silos. Styrolution PS 168N can be supplied in two versions, without (suffix "N") or with an external additive (suffix "L") for improving pneumatic conveying
<b>Food legislation</b>	If used unmodified and under appropriate processing conditions, parts from Styrolution PS 168N comply with the usual requirements for food packaging. Please contact our regional sales offices.
<b>Product safety</b>	During processing of Styrolution PS 168N small quantities of styrene monomer may be released into the atmosphere. At styrene vapour concentrations below 20 ppm no negative effects on health are expected. In our experience, the concentration of styrene does not exceed 1 ppm in well ventilated workplaces - that is were five to eight air changes per hour are made.
<b>Note</b>	The statements in this document are based on our present technical knowledge and experience. They do not relieve processors of the responsibility of carrying out their own tests, and purchasers of our products are expected to carry out receiving inspections. Neither do they imply any binding assurance of suitability for a particular purpose. Any proprietary rights should be respected and existing legislation observed.

## PRODUCT INFORMATION



## Styrolution PS 168N

Typical Properties for uncoloured products	Test method		Unit	Value	
	ISO	ASTM		ISO	ASTM
<b>Mechanical properties</b>					
Tensile stress at yield / at break*	527	D 638	MPa	59*	
Strain at yield	527	D 638	%		
Strain at break	527	D 638	%	3*	
Young's modulus	527	D 638	MPa	3300	
Flexural strength	178	D 790-1	MPa	106	
Flexural modulus	178	D 790-1	MPa		
Shear modulus	6721-2		MPa	1450	
Charpy impact strength 23°C / - 30°C	179/1eU		kJ/m <sup>2</sup>	< 25	
Charpy notched impact strength 23°C / - 30°C	179/1eA		kJ/m <sup>2</sup>	4	
Izod notched impact strength 23°C	180/1A	D 256-A	kJ/m <sup>2</sup>		
Izod notched impact strength -30°C	180/1A	D 256-A	kJ/m <sup>2</sup>		
Ball indentation hardness H 132/30, H 358/30*	2039-1		MPa	150	
Rockwell hardness, - Scale	2039-2		-		
<b>Thermal properties</b>					
Vicat softening temperature VST/B/50	306		°C	101	
Vicat softening temperature VST/A/120	306		°C	108	
Temp. of deflection under load 1.8 MPa/HDT A	75		°C	86	
DTUL 0.45 MPa/ HDT B	75		°C	98	
<b>Processing</b>					
Melt volume rate MVR 200/5	1133		ml/10 min	1,5	
Melt temperature range	-		°C	180-280	
<b>Dielectric properties</b>					
Dielectric constant at 100 Hz - 1MHz	IEC 250			2,5	
Volume resistivity	IEC 93		Ω cm	> 10 <sup>16</sup>	
Surface resistivity	IEC 93		Ω	> 10 <sup>14</sup>	
Dielectric strength	IEC 243/1		kV/mm	135	
<b>Optical properties</b>					
Specular gloss (smooth surface; DIN 67530)			%		
UV colour fastness (D E) acc.to IBM 7.17	-	-	-		
<b>Miscellaneous properties</b>					
Density	1183		g/cm <sup>3</sup>	1,05	
Water adsorption (Method A)	62		%	< 0,1	
Moisture adsorpt. (23°C/50% r.h.)	-	-	%	< 0,1	

NB : no break