

Seminar
Rezyklat – eine echte Alternative

Probenahme und Prüfungen von Rezyklaten



KUNSTSTOFF
INSTITUT
LÜDENSCHIED



Probenahme und -Homogenisierung

Probenahme Woran denken Sie gerade?



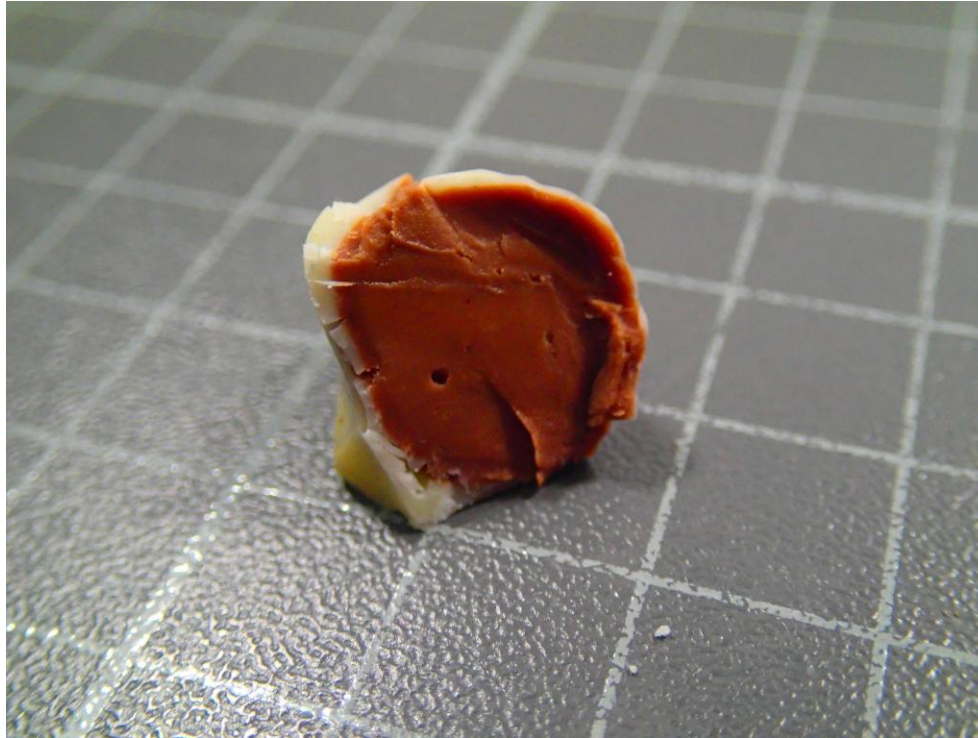
Quelle: KIMW

Probenahme Woran denken Sie gerade?



Quelle: KIMW

Probenahme Woran denken Sie gerade?



Quelle: KIMW

Probenahme Woran denken Sie gerade?



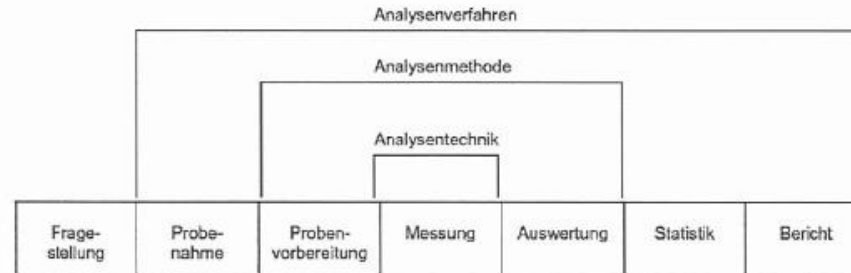
Quelle: KIMW

Probenahme Woran denken Sie gerade?



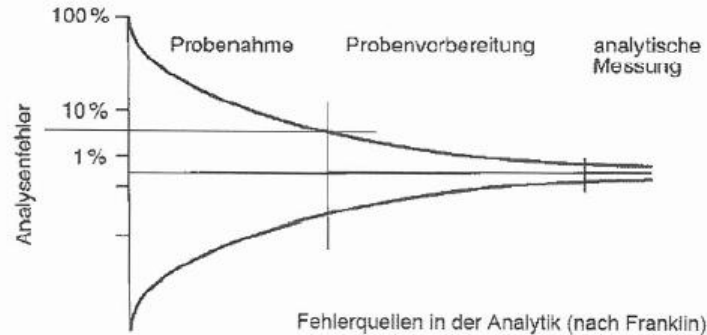
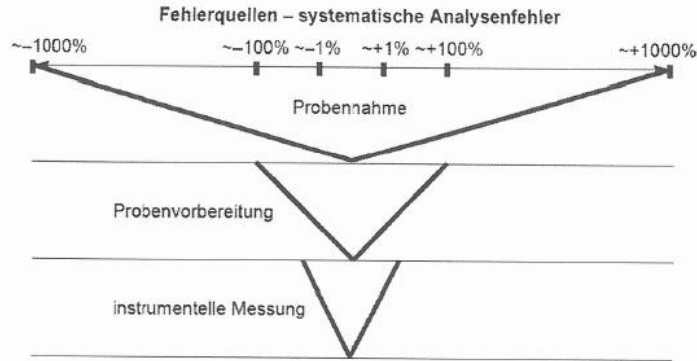
Quelle: KIMW

Teilschritte eines Analysenverfahrens



Quelle: Prof. Dr. M. Kreyenschmidt, Fachhochschule
Münster

Probenahme – ist doch trivial ... oder?



Quelle: Prof. Dr. M. Kreyenschmidt, Fachhochschule
Münster

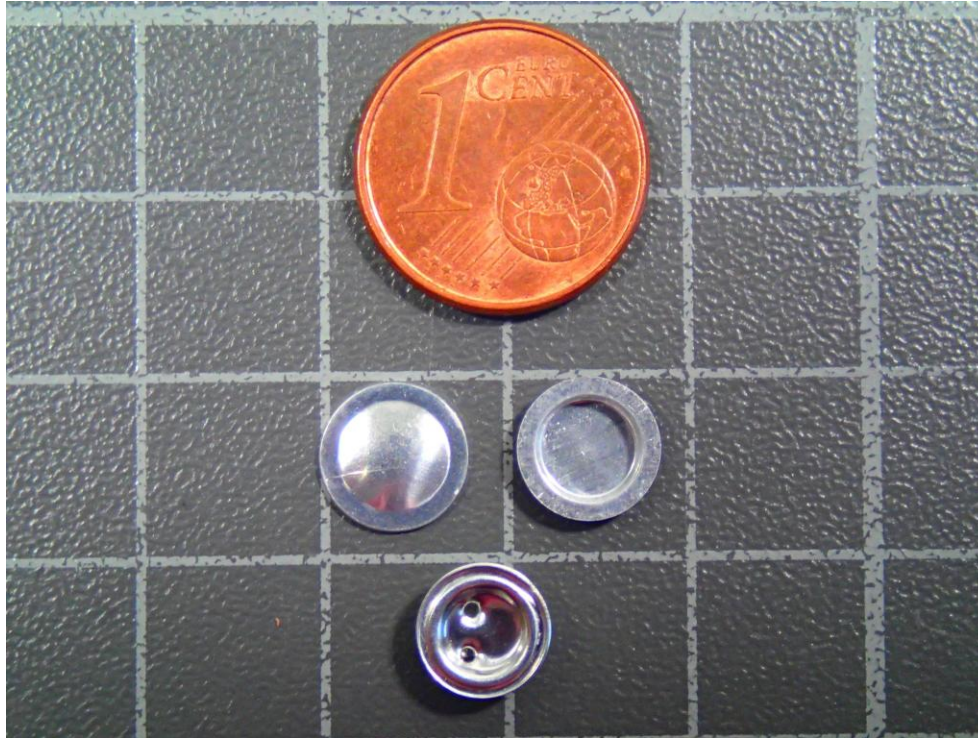
Moderne Analysemethoden werden zusehends komplexer. Nachweisgrenzen im ppm-Bereich können bei manchen Analysen mühelos erreicht werden.

Vor (!) der Durchführung einer jeden Analyse sollte sich die Anwenderin / der Anwender immer Gedanken machen, über:

- Das Ziel der Analyse
- Das analytische Verfahren
- Die zu untersuchende Probe und den (die) Analyt(en) selbst.

Sie müssen sich vor Augen führen, dass Fehler in der Probenahme und Probenvorbereitung durch keine Analyse, sei sie noch so empfindlich, kompensiert werden können!

Also: Seien Sie vorsichtig und wachsam!



Quelle: KIMW



Quelle: KIMW

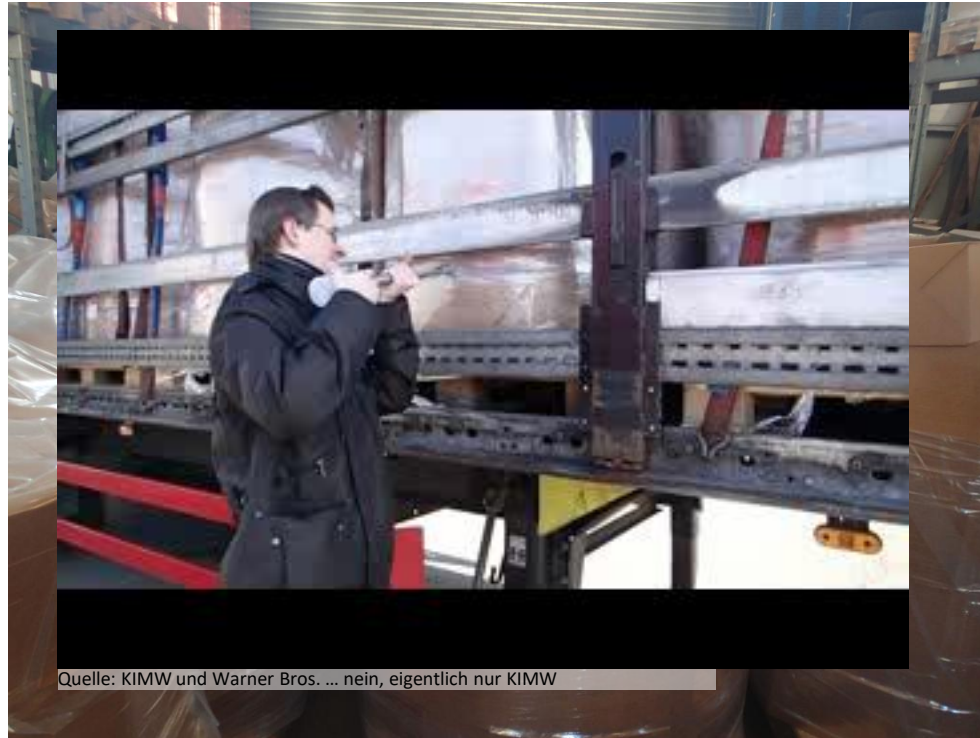
Wir haben also gesehen, dass die DSC in der Lage ist, Proben im Granulatkorn-Maßstab zu analysieren.

„Das ist doch prima!“

oder etwa nicht?



Quelle: KIMW



Quelle: KIMW und Warner Bros. ... nein, eigentlich nur KIMW

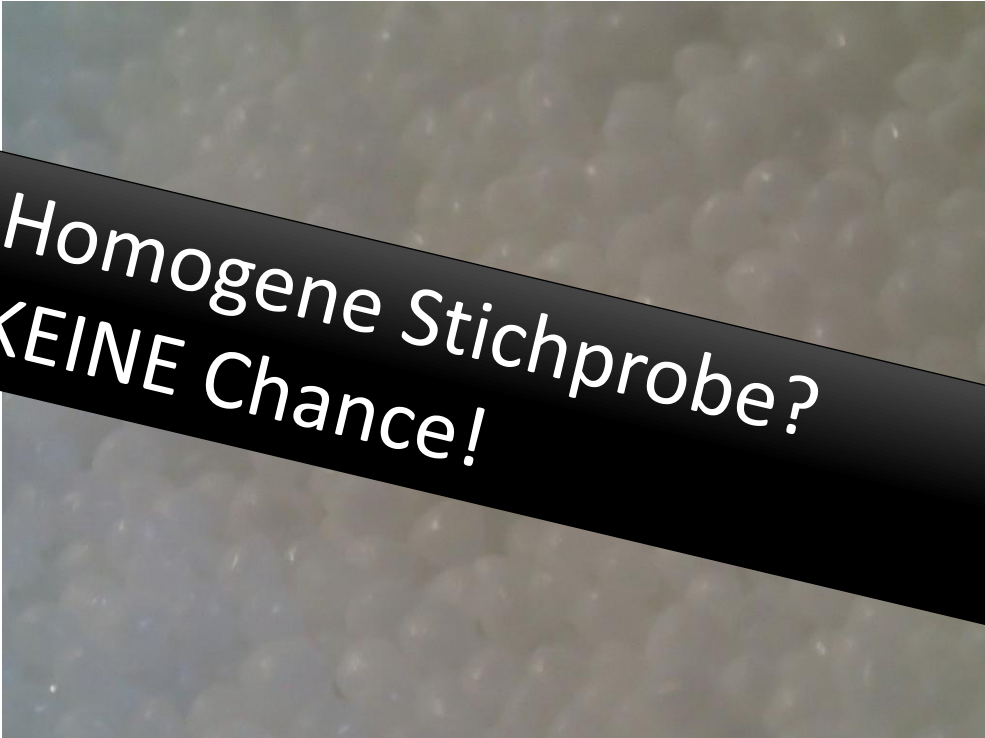
Quelle: KIMW



Quelle: KIMW



Quelle: KIMW

A microscopic image showing a granular material with a black text overlay. The text is written in white, bold, sans-serif font and is tilted diagonally across the image.

Homogene Stichprobe?
KEINE Chance!

Quelle: KIMW

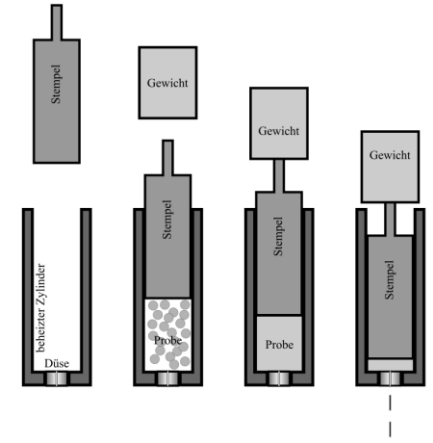
- ▶ Gerade bei gemischten Flakes, Schredderfraktionen oder Ballenware sind die Proben oft sehr inhomogen
- ▶ Ohne Homogenisierungsschritte sind und mehrfache Beprobung sind Prüfergebnisse kaum auf die gesamte Charge übertragbar
- ▶ Homogenisierungsschritte wie Compoundierung / Spritzguss von Probekörpern können das Risiko einer Fehleinschätzung verringern
- ▶ Absprachen und Angaben zur Probenahme und –homogenisierung sind notwendig, um Ergebnisse und Materialschwankungen einschätzen zu können



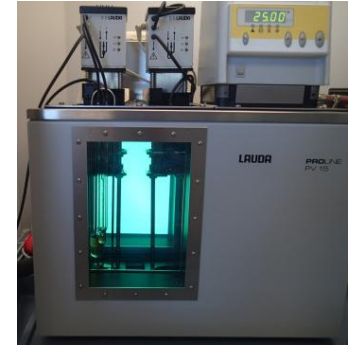
Quelle: www.pixboy.com

Prüfungen nach DIN EN 18065 – DQL 1

- ▶ Verfahren/Messprinzip
 - Messung der Schmelzeviskosität
 - Insgesamt ein eher gröberes Verfahren
 - Nicht für alle Werkstoffe geeignet
 - Additive/Füllstoffe haben ebenfalls hohen Einfluss auf den Messwert
- ▶ Aussagekraft des Ergebnisses für Rezyklate
 - Kennwert für die Material- oder Verarbeitungsqualität
 - Schmelzeviskosität korreliert mit den mechanischen Eigenschaften
- ▶ Typische Prüfnormen: DIN EN ISO 1133, ASTM D 1238

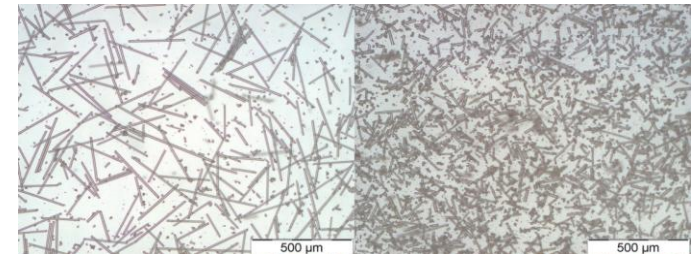


- ▶ Verfahren/Messprinzip
 - Messung der Viskosität einer gelösten Kunststoffprobe
 - Häufig eingesetzt für PA, PET, PBT, PVC
 - Kein Einfluss von Füllstoffen, meist kein signifikanter Einfluss von Additiven
- ▶ Aussagekraft des Ergebnisses für Rezyklate
 - Kennwert für die Material- oder Verarbeitungsqualität
 - Lösungsviskosität korreliert mit den mechanischen Eigenschaften
- ▶ Typische Prüfnormen: DIN EN ISO 307, DIN EN ISO 1628



Prüfungen nach DIN EN 18065 – DQL 2

- ▶ Verfahren/Messprinzip
 - Veraschung der Kunststoffanteil bei 600-950 °C je nach Kunststoff
 - Gravimetrische Bestimmung des Füllstoffgehalts
 - Mikroskopische Begutachtung des Rückstands und ggf. der Glasfasern zusätzlich möglich
- ▶ Aussagekraft des Ergebnisses für Rezyklate
 - Aussage zum Gehalt an Füllstoffen (z.B. Glasfasern, Mineral)
 - Durch zusätzliche Mikroskopie: Zustand der Glasfasern, Verunreinigung
- ▶ Typische Prüfnormen: DIN EN ISO 1172, DIN EN ISO 3451



- ▶ Verfahren/Messprinzip
 - Bestimmung der Feuchte oder des Wassergehalts
 - Wassergehalt = selektive Messung des Wassers
 - Feuchte = Summe aus leichtflüchtigen Substanzen und Wasser
 - Aquatrac (Wassergehalt)
 - Karl-Fischer-Titration (Wassergehalt)
 - IR-Waage (Feuchtegehalt)
- ▶ Aussagekraft des Ergebnisses für Rezyklate
 - Abschätzung des Bedarfs zur Materialvortrocknung
- ▶ Typische Prüfnormen: DIN EN ISO 15512, DIN EN 13267 (beide für Karl-Fischer-Titration)



- ▶ Verfahren/Messprinzip
 - Bestimmung der Dichte einer Probe im Auftriebsverfahren
 - Lunker können zu falsch-niedrigen Ergebnissen führen
- ▶ Aussagekraft des Ergebnisses für Rezyklate
 - Dichte kann ein Indiz für Füllstoffe oder Verunreinigungen sein
 - Typischer Kennwert auf Abnahmeprüfzeugnissen
- ▶ Typische Prüfnormen: DIN EN ISO 1183



Prüfungen nach DIN EN 18065 – DQL 3

- ▶ Verfahren/Messprinzip
 - Probe fließt aus einem Trichter in einen Messbecher
 - Die Schüttdichte ist das Verhältnis der Masse des Schüttgutes zum Schüttvolumen
- ▶ Aussagekraft des Ergebnisses für Rezyklate
 - Platzbedarf für eine Materialmenge
 - Hinweis auf Förder- und Verarbeitungsfähigkeit des Materials
- ▶ Typische Prüfnormen: DIN EN ISO 60



Prüfungen nach DIN EN 18065 – DQL 4

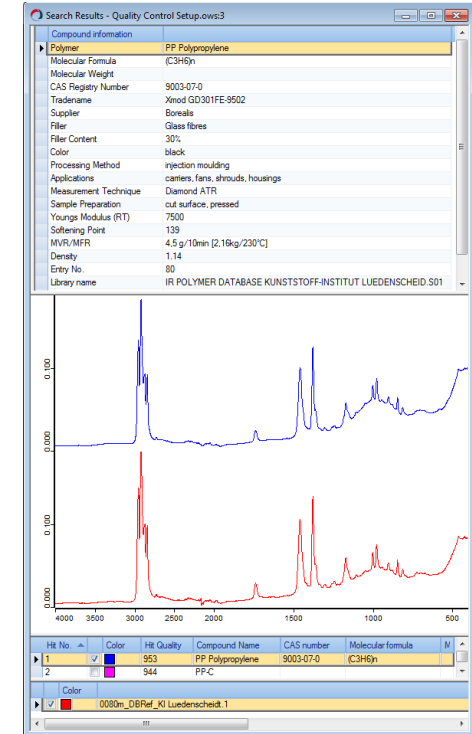
- ▶ Verfahren/Messprinzip
 - Material wird auf einen Siebturm gegeben und nach unterschiedlichen Durchmessern fraktioniert
- ▶ Aussagekraft des Ergebnisses für Rezyklate
 - Staubanteile des Rezyklates
 - Förder- und Verarbeitbarkeit des Materials
- ▶ Typische Prüfnormen: DIN 53477



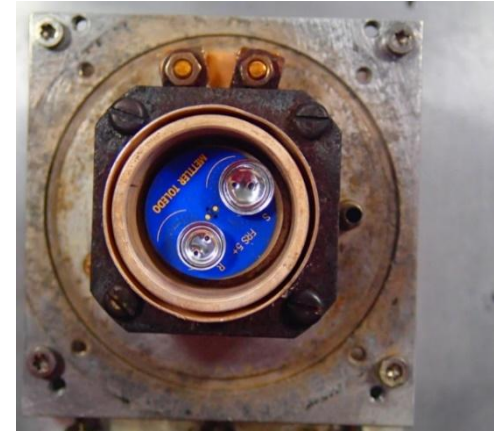
- ▶ Verfahren/Messprinzip
 - Ermittlung typischer Zugeigenschaften wie
 - Zugfestigkeit
 - Streckspannung
 - Streckdehnung
 - Reißfestigkeit
 - Reißdehnung
 - E-Modul
- ▶ Aussagekraft des Ergebnisses für Rezyklate
 - Wichtiger Kennwert für viele Anwendungen
- ▶ Typische Prüfnormen: ISO 527



- ▶ Verfahren/Messprinzip
 - Erstellung eines spektralen Fingerabdrucks eines Materials
 - Direkte und schnelle Messung ohne Probenpräparation möglich
- ▶ Aussagekraft des Ergebnisses für Rezyklate
 - Materialidentifikation durch Datenbankabgleich
 - Identifikation von Verunreinigungen durch detailliertere Auswertung (i.d.R. ab ca. 1 w-%)
- ▶ Typische Prüfnormen: KIMW-Hausnorm



- ▶ Verfahren/Messprinzip
 - Bestimmung von thermischen Effekten wie Glasübergang, Schmelzpunkt, Zersetzungstemperaturen, Vernetzungsreaktionen
- ▶ Aussagekraft des Ergebnisses für Rezyklate
 - Materialidentifikation
 - Nachweis von Verunreinigungen (Nachweisgrenze für teilkristalline Werkstoffe ca. 1 w-%, für amorphe deutlich höher)
 - Bewertung der thermischen Stabilität für Polyolefine über Zersetzungstemperatur möglich
- ▶ Typische Prüfnormen: DIN EN ISO 11357



Pause

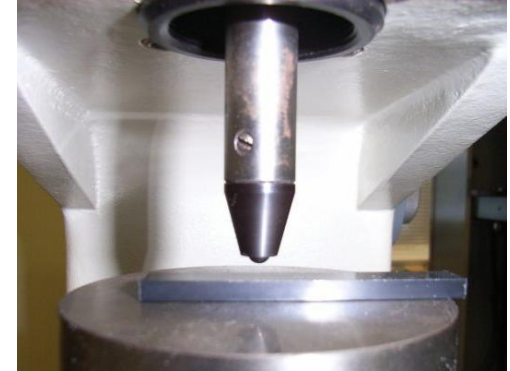


*Image courtesy of winnond at
FreeDigitalPhotos.net*

15 min Pause

Prüfungen nach DIN SPEC 91446 – optionale Prüfungen

- ▶ Verfahren/Messprinzip
 - Messung der Härte eines Kunststoffes
 - Unterschiedliche Verfahren, z.B.
 - Shore A
 - Shore D
 - Kugeldruckhärte
- ▶ Aussagekraft des Ergebnisses für Rezyklate
 - Klassischer Werkstoffkennwert
- ▶ Typische Prüfnormen: DIN 53505, ISO 868, DIN ISO 7619-1, ISO 2039-1, DIN ISO 48-4



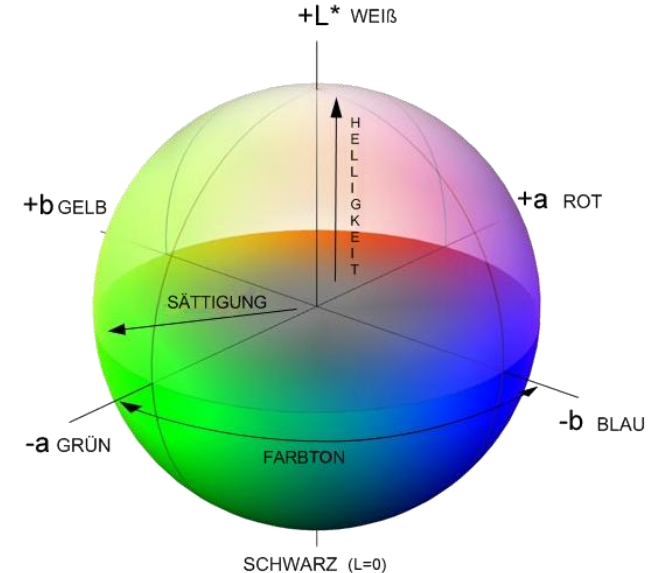
► Verfahren/Messprinzip

- Bestimmung der Farbe durch Messgeräte in einem definierten Farbraum (z.B. CIE $L^*a^*b^*$ -Farbraum)
- Messgeometrie muss beachtet werden und hat Einfluss auf das Ergebnis
- Bei Farbbewertung mit dem unbewaffneten Auge hat die Lichtfarbe einen hohen Einfluss
- Es sollte daher im Normlicht gearbeitet werden

► Aussagekraft des Ergebnisses für Rezyklate

- Farbe spielt oft eine große Rolle

► Typische Prüfnormen: DIN 5033, DIN EN ISO 3668, DIN 53236



- ▶ Verfahren/Messprinzip
 - Ermittlung der Biegeeigenschaften
 - Dreipunktbiegeaufbau
- ▶ Aussagekraft des Ergebnisses für Rezyklate
 - Wichtiger Kennwert für viele Anwendungen
- ▶ Typische Prüfnormen: DIN EN ISO 178



- ▶ Verfahren/Messprinzip
 - Bestimmung der Schlagzähigkeit
 - Charpy
 - Izod
 - Dynstat
 - Untersuchungen können in gekerbten oder ungekerbten Zustand durchgeführt werden
- ▶ Aussagekraft des Ergebnisses für Rezyklate
 - Wichtiger Kennwert für viele Anwendungen
- ▶ Typische Prüfnormen: DIN EN ISO 179, DIN EN ISO 180, DIN 53435



- ▶ Verfahren/Messprinzip
 - Bestimmung des Brennverhaltens
 - Prüfung an Brennplatten oder Bauteilen/Bauteilabschnitten je nach Geometrie
 - Brennrate/Brenngeschwindigkeit wird ermittelt
- ▶ Aussagekraft des Ergebnisses für Rezyklate
 - Wichtige Prüfung für Anwendungen z.B. im Elektro-, Luftfahrt und Automobilsektor
- ▶ Typische Prüfnormen: UL 94, DIN 75200 sowie diverse OEM-spezifische Normen



- ▶ Verfahren/Messprinzip
 - VOC-Messungen erfolgen zur Identifikation leicht- und mittelflüchtiger organischer Substanzen
 - Messung meist mittels Headspace-GC/MS oder TDS-GC/MS
 - Identifikation der Einzelsubstanzen mit Datenbanken möglich
 - Abgleich mit Schadstofflisten erfolgt meistens
- ▶ Aussagekraft des Ergebnisses für Rezyklate
 - Ausschluss und Bewertung von Schadstoffen
- ▶ Typische Prüfnormen: VDA 277, VDA 278



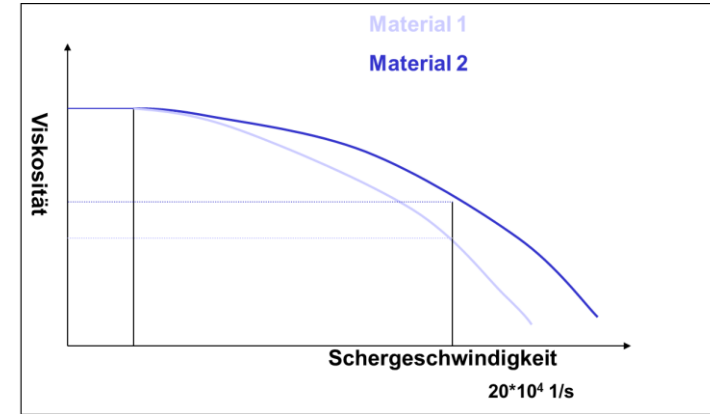
- ▶ Verfahren/Messprinzip
 - Direkte, olfaktorische Prüfung eines Materials oder Bauteils nach einer Warmlagerung
 - Bewertung nach einer Notenskala von mehreren Personen aus einem Geruchspanel
 - Je nach Prüfnorm zusätzliche Bewertung des Geruchseindruck (muffig, Chemiegeruch, etc.)
- ▶ Aussagekraft des Ergebnisses für Rezyklate
 - Geruch ist für Anwendungen, bei dem der Endkunde direkt mit dem Teil in Berührung kommt eine zentrale Eigenschaft
- ▶ Typische Prüfnormen: VDA 270



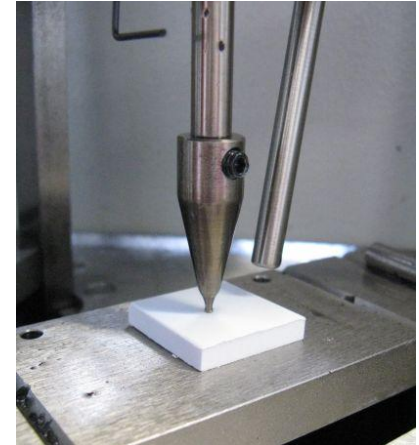
- ▶ Verfahren/Messprinzip
 - Bestimmung der Beständigkeit von Materialien gegenüber Medien
 - Unterschiedliche Verfahren
 - Eintauchverfahren: Vollständige, dauerhafte Benetzung des Kunststoffes
 - Biegestreifenverfahren: Aufbiegung des Kunststoffes mit bekannter Randfaserdehnung und Medienbelastung im aufgebogenen Zustand
 - Lokale Medienbelastung ohne Aufbiegung
- ▶ Aussagekraft des Ergebnisses für Rezyklate
 - Eignung für den Einsatz bei Medienkontakt (Öle/Fette, Reinigungsmittel, Cremes, etc.)
- ▶ Typische Prüfnormen: DIN EN ISO 22088



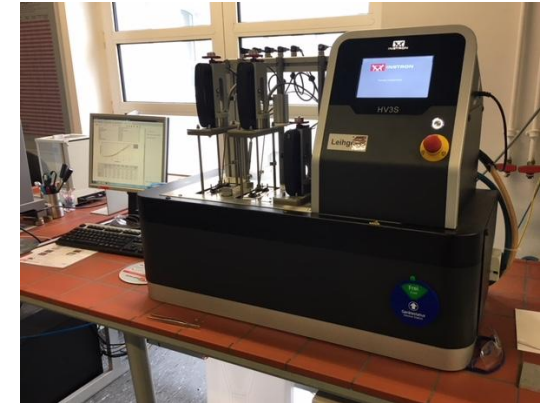
- ▶ Verfahren/Messprinzip
 - Aufnahme von Scherkurven
 - Viskosität in Abhängigkeit der Schergeschwindigkeiten
 - Praxisnähere Prüfergebnisse als MVR-Werte, da höhere Schergeschwindigkeiten möglich sind
- ▶ Aussagekraft des Ergebnisses für Rezyklate
 - Daten werden häufig für Simulationsberechnungen benötigt
- ▶ Typische Prüfnormen: ISO 11443



- ▶ Verfahren/Messprinzip
 - Konstantes Aufheizen der Probe in einem Medium
 - Bestimmung der Temperatur, bei der eine Eindring Spitze (1 mm^2) 1 mm tief in die Oberfläche eindringt
 - Unterschiedliche Verfahren mit unterschiedlichen Aufheizraten und Temperaturen
- ▶ Aussagekraft des Ergebnisses für Rezyklate
 - Bewertung der Eignung für den Einsatz in bestimmten Anwendungen
- ▶ Typische Prüfnorm: DIN EN ISO 306



- ▶ Verfahren/Messprinzip
 - Konstantes Aufheizen der Probe in einem Medium
 - Belastung der Probe nach Dreipunktbiegeprinzip
 - Unterschiedliche Verfahren mit unterschiedlichen Kräften
 - HDT-Wert ist gleich der Temperatur, bei der der Prüfkörper eine in der Norm tabellarisch vorgegebene Standarddurchbiegung (= Randfaserdehnung von 0,2%) erreicht
- ▶ Aussagekraft des Ergebnisses für Rezyklate
 - Bewertung des Eignung für den Einsatz in bestimmten Anwendungen
- ▶ Typische Prüfnorm: DIN EN ISO 75



Weitere Prüf- und Analyseverfahren

- ▶ Tracer können zur besseren Sortierbarkeit in der Abfallwirtschaft verwendet werden
- ▶ Mit Tracern markierte Materialien können mittels Fluoreszenz oder NIR sehr schnell identifiziert und aussortiert werden
- ▶ Beispiel: HolyGrail 2.0
 - <https://www.youtube.com/watch?v=6WrV1iu64l4>

- ▶ Für die Überprüfung der Recyclingfähigkeit werden mehrere Verfahren angewendet:
 - Bestimmung des Rußgehalts mittels Thermogravimetrie, da Ruß die Sortierbarkeit stört
 - Vermeidung von Multilayer bzw. Überprüfung mittels NIR-Spektroskopie, ob die Sortierbarkeit z.B. durch Beschichtungen weiterhin gegeben ist

Martin Doedt
+49 (0) 23 51.10 64-125
doedt@kimw.de

Kunststoff-Institut Lüdenschheid
Karolinenstraße 8
58507 Lüdenschheid
www.kimw-p.de