Werkstoffanwendungen mit Abfällen aus der Kaffeeröstung

Masterarbeit

Übleis Gregor, B.Sc.

Betreuer: Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.nat.techn. Wimmer Rupert

Institut für Naturstofftechnik
IFA Tulln
Universität für Bodenkultur Wien

Tulln, im Jänner 2018

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre hiermit an Eides Statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel angefertigt habe.

Die aus fremden Quellen direkt oder indirekt übernommenen Gedanken sind als solche kenntlich gemacht.

Die Arbeit wurde bisher in gleicher oder ähnlicher Form keiner anderen Prüfungsbehörde vorgelegt und auch noch nicht veröffentlicht.

Einverständniserklärung

Ich erteile hiermit mein Einverständnis zur elektronischen Archivierung der vorliegenden Masterarbeit.

Prambachkirchen, am 22.01.2018 Unterschrift:

Gregor Übleis

Kurzzusammenfassung

Bei Kaffee-Silberhäutchen handelt es sich um die Samenschale, welche fest an den beiden Samen der Kaffeebohnen haftet. Diese Silberhäutchen werden bei der Aufbereitung von Kaffee entfernt und sind damit ein bedeutendes Abfallprodukt in der Kaffeeröstung. Trotz vielversprechender Möglichkeiten findet dieser biogene Rohstoff kaum konkrete Anwendungen. Im Rahmen dieser Arbeit wird zunächst der bisherige Forschungsstand sowie die vorhandenen Ansätze möglicher Wege der Verarbeitung und Verwendung dargestellt. Die technischen Anwendungen von Naturstoffen für neue und alternative Werkstoffe hat in den letzten Jahrzehnten einen deutlichen Aufschwung erfahren, einschließlich der Verwendung von bisher als Abfall entsorgten Stoffen. In dieser Arbeit wurde die Verwendung von Kaffee-Silberhäutchen für unterschiedliche Werkstoffherstellungsverfahren getestet. Einerseits wurde in Versuchen getestet, ob sich dieser Naturstoff in einer Mischung mit Biopolymeren für Anwendungen im 3D-Druck eignet, anderseits konnten auch Versuche mit Kunststoffspritzguss durchgeführt werden. In weiterer Folge wurden Versuche unternommen, die Kaffee-Silberhäutchen mit Holzfasern zu mischen, um daraus Platten zu pressen und dabei die vorhandenen Eigenbindungskräfte zu aktivieren. Die Ergebnisse geben Hinweise auf mehrere Anwendungsmöglichkeiten für Kaffee-Silberhäutchen. So wurde gezeigt, dass Kaffee-Silberhäutchen sowohl im 3D-Druck also auch im Spritzguss eingesetzt werden kann. Hier ermöglichten die in beiden Verfahren gleichermaßen verwendeten Silberhäutchen-Polymermischungen einen Vergleich der Herstellungsarten und der entstandenen Werkstücke. Der Kunststoffspritzguss birgt sowohl im Hinblick auf die Einfachheit der Verarbeitung als auch beim Vergleich der Ergebnisse aus den Prüfungen der mechanischen Eigenschaften der gefertigten Körper eindeutige Vorteile. Die Verwendung von Silberhäutchen Filamenten im 3D-Druck bringt vor allem ein hohes Maß an Individualisierung und eine Erhöhung der Biegedehnung. Die chemische Zusammensetzung der Kaffee-Silberhäutchen, in Verbindung mit dem optischen Erscheinungsbild von gedruckten, spritzgegossenen und verpressten Materialien, eröffnet eine Reihe künftiger Produktentwicklungen.

Schlagwörter

Kaffee-Silberhäutchen, Reststoff, 3D-Druck, Spritzguss, Holzfasern, Pressung, Eigenbindungskräfte, Biomaterial

Abstract

Coffee-silverskin is the endocarp that is firmly bounded to the two main parts of the coffee fruit (coffee bean) and is the most important by-product in the coffee roasting industry. Coffee silverskins are removed during coffee processing, and this bio-based resource is currently hardly utilized in material applications, although a number of potential applications seem to be viable. In this thesis, the state-of-the-art of current coffee-silverskin uses is discussed. The use of natural materials with new and alternative applications has clearly risen during the past decades. Coffee-silverskins are tested with different established material manufacturing processes. On the one hand it is shown that natural material, in a combination with bioplastics, that silverskins are suitable for the 3D printing and also in injection moulding. On the other hand, experiments have been conducted with coffee-silverskins used solely in press-moulding and in mixture with wood fibres. Press molding experiments were done with activation of the existing self-bonding capacities of the material. Overall, results appeared promising, with a number of applications successfully processed. It was possible to use coffee-silverskins with the before mentioned processes, with the materials all tested for mechanical properties. The use of the same silverskin-polymer-mixtures in 3D printing as well as in injection moulding enabled a comparison of these two production methods and of the produced workpieces. Injection moulding makes the processing easier and brings clear advantages in terms of the mechanical properties of the finished products. The use of silverskin filaments in the 3D printer brings a high level of individualisation and a improved bending strain. The specific chemical composition of coffee-silverskins, along with the positive effects on the visual appearance of printed, injection moulded and press-moulded material samples, possibly opens up wider range of novel applications.

Keywords

Coffee Silverskin, waste material, 3D printing, injection moulding, wood fibres, compression moulding, self-bonding, biomaterial

Abkürzungsverzeichnis

FDM	Fused Deposition Modeling
LV	leicht Verdichtet
MC	Prozent Feuchtigkeitsgehalt
MV	maximal Verdichtet
n	Anzahl der getesteten Proben
p	Signifikanz
PHB	Polyhydroxybutyrat / Polyhydroxybuttersäure
PLA	Polylactic acid / Polymilchsäure
PP	Polypropylen
r	Korrelationskoeffizient nach Pearson
REM	Rasterelektronenmikroskop
SH	Kaffee-Silberhäutchen
SHBK	Silberhäutchen „brikettiert“
SHUV	Silberhäutchen „unverarbeitet“

Inhalt

1 Einleitung 1
1.1 Hintergründe 1
1.2 Forschungsstand 2
1.2.1 Antioxidantien 3
1.2.2 Ballaststoffe (Rohfaser) 4
1.2.3 Antimikrobielle und Präbiotische Effekte 4
1.2.4 Ethanol Produktion 5
1.2.5 Pilzzucht 5
1.2.6 Pflanzendünger 5
1.3 Zielsetzungen und Forschungsfragen 6
2 Material & Methoden 7
2.1 Kaffee-Silberhäutchen 7
2.1.1 Rohmaterial 7
2.1.2 Chemischer Aufbau 9
2.2 Thermoplastische Kunststoffe 10
2.3 Acrodur 10
2.4 Versuchsaufbau 11
2.5 Feuchtigkeitsmessung 12
2.6 Trocknung 12
2.7 Mahlen 12
2.8 Siebanalyse 13
2.9 Compoundierung und Granulatherstellung 13
2.10 Filamentherstellung 15
2.11 3D-Druck 16
2.12 Kunststoffspritzguss 17
2.13 Pelletierung 17
2.14 Pressung 18
2.14.1 Trockenpressung 18
2.14.1.1 Vorversuche 18
2.14.1.2 Pressversuche mit gemahlenen Silberhäutchen 19
2.14.1.3 Pressversuche mit pelletierten Silberhäutchen 19
2.14.2 Nasspressung 20
2.15 Herstellung der Normprüfkörper 23
2.15.1 3D-Druck 23
2.15.2 Spritzguss 24
2.15.3 Trockenpressung und Nasspressung 24

2.16 Bruchtest nach ISO 179 ... 25
2.17 Biegetest nach ISO 178 ... 25
2.18 Elektronenmikroskopie ... 26
2.19 Auswertung der Ergebnisse ... 26
3 Ergebnisse ... 29
3.1 Rohmaterial ... 29
3.2 3D-Druck Druckeigenschaften der Filamente ... 29
3.3 Vergleich der Normprüfkörper aus 3D-Druck und Spritzguss ... 31
3.3.1 Mechanische Eigenschaften ... 32
3.3.1.1 Biegemodul (Biege-Elastizitätsmodul) ... 33
3.3.1.2 Biegefestigkeit ... 35
3.3.1.3 Biegedehnung (Dehnung bei Biegefestigkeit, Bruchdehnung) 37
3.3.1.4 Schlagzähigkeit ... 39
3.3.2 Elektronenmikroskop Vergleich ... 41
3.4 Spritzguss der Kaffeebecher ... 44
3.5 Trockenverpressen ... 45
3.5.1 Mechanische Eigenschaften der Stempelpressungen ... 46
3.5.1.1 Biegemodul ... 47
3.5.1.2 Biegefestigkeit ... 48
3.5.1.3 Biegedehnung ... 49
3.5.1.4 Schlagzähigkeit ... 50
3.5.2 Elektronenmikroskop Vergleich der Stempelpressung ... 51
3.5.3 Mechanische Eigenschaften der Pelletspressung ... 53
3.5.3.1 Biegemodul ... 54
3.5.3.2 Biegefestigkeit ... 55
3.5.3.3 Biegedehnung ... 56
3.5.3.4 Schlagzähigkeit ... 58
3.6 Nasspressung ... 59
3.6.1 Mechanische Eigenschaften ... 60
4 Diskussion ... 66
5 Schlussfolgerung ... 78
Literaturverzeichnis ... 79
Tabellenverzeichnis ... 82
Abbildungsverzeichnis ... 83
Danksagung ... 85
Anhang ... 86

1 Einleitung

1.1 Hintergründe

Kaffee ist eines der am häufigsten konsumierten Getränke weltweit und mehr als 50 % der geernteten Biomasse werden derzeit entsorgt (Toschi et al., 2014). Der Großteil der anfallenden Reste der Kaffeekirsche fällt schon während der ersten Verarbeitungsschritte in den Herkunftsländern an (Narita und Inouye, 2014). Bei der Weiterverarbeitung sowie beim Endverbraucher fallen vor allem Kaffeesatz sowie Kaffee-Silberhäutchen an (Ballesteros et al., 2014). Diese beiden Nebenprodukte bergen eine Verschmutzungsgefahr für die Umwelt in sich (Ballesteros et al., 2014) und fallen auch in Europa in großen Mengen an. Im Jahr 2015 wurden insgesamt 3,32 Mio. t grüner Kaffeebohnen in die 28 EU Staaten plus Norwegen und die Schweiz importiert (European Coffee Federation, 2016). Abbildung 1 zeigt aus welchen Ländern die Kaffeebohnen importiert werden.

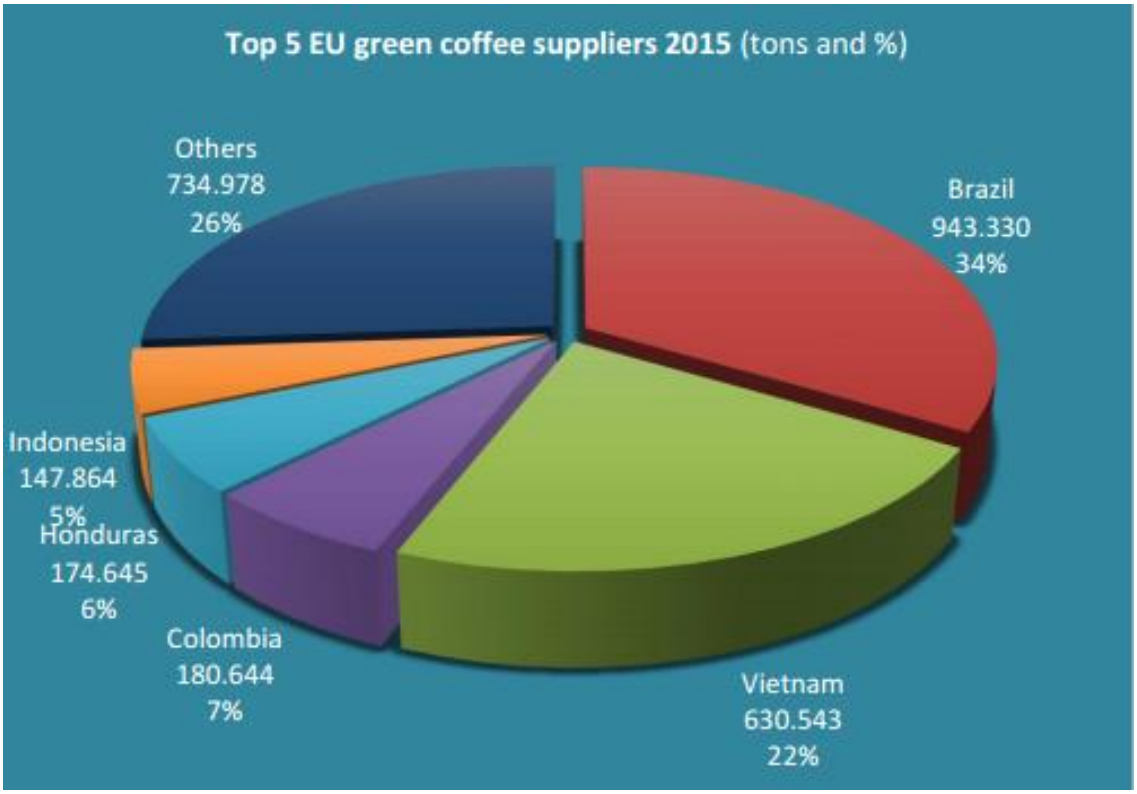

Abbildung 1: Top 5 Länder aus denen die EU Staaten die Grünen Kaffeebohnen beziehen (European Coffee Federation, 2016)

Die EU ist mit über 2,5 Mio. t/J weltweit der größte Kaffeeverbraucher, gefolgt von den USA mit ca. 1,5 Mio. t/J sowie Brasilien mit ca. 1,4 Mio. Tonnen (European Coffee Federation, 2016).

Beim Rösten verliert die Kaffeebohne je nach Röstgrad durch den Verlust an Wasser und flüchtigen Stoffen zwischen 11 und 22 % ihrer Masse. Gleichzeitig vergrößert sich das Volumen der Bohnen um 40 bis 65 % (Jakanivic et al. 2012). Dadurch ergeben sich 2,74 Mio. t/J für die Masse an gerösteten Kaffeebohnen für die EU28 plus Norwegen und die Schweiz. Bei grünen, ungerösteten Kaffeebohnen geht man von einer Dichte von 561 kg/m^3 aus, bei gerösteten beträgt die Dichte 432 kg/m^3 anzunehmen (aqua-calc, 2017). Ausgehend davon, dass die Menge an anfallenden Kaffee-Silberhäutchen ca. 1 % des Volumens der gerösteten Bohnen ausmacht ist in diesen Staaten von einem jährlichen Silberhäutchenanfall von ca. 27 400 t auszugehen. Derzeit werden die Silberhäutchen hauptsächlich als industrieller Abfall entsorgt (Narita und Inouye, 2014) oder als gewöhnlicher Reststoff verbrannt (Rodrigues et al., 2014a). Sie rücken, wie auch andere Kaffeebeiprodukte immer weiter in den Fokus der Forschung, da sie aufgrund des großen mengenmäßigen Anfalls und der Art der Entsorgung ein hohes Umweltbelastungspotential aufweisen (Ballesteros et al., 2014). Durch den großen Anfall von Kaffee-Silberhäutchen und ihrer besonderen Inhaltsstoffe ist die weitere Untersuchung dieser Fraktion sehr zukunftsträchtig (Bresciani et al. 2013).

1.2 Forschungsstand

Die Recherchen haben ergeben, dass Kaffee-Silberhäutchen bereits auf unterschiedliche Arten Verwendung finden und sie werden auch noch für viele weitere Anwendungsgebiete in Betracht gezogen. Große Aufmerksamkeit liegt dabei auf der Extraktion von Antioxidantien aus den Silberhäutchen. Außerdem sind sie als Rohfaserquelle für sogenannte faserreiche Functional foods geeignet (Borrelli, et al. 2004). Breciani, et al. (2013) beschreiben, dass regelmäßiger Kaffeekonsum durch seinen Koffeingehalt in der Vergangenheit nicht als gesundheitsfördernde Angewohnheit angesehen wurde. Trotzdem führen neuere Studien auch viele positive Effekte an die sich aus dem täglichen Konsum von Kaffeeprodukten ergeben (O`Keefe at al. 2013). Durch den Gehalt an den typischen Kaffee-Bioaktiva sind Kaffeesilberhäutchen sehr vielversprechend für die zukünftige Anwendung. Auch im Hinblick auf neue funktionelle Lebensmittel (Breciani, et al. 2013). Extrakte aus Kaffee-Silberhäutchen können durch Methanol- (Narita und Inouye, 2014), Ethanol- und Warmwasser-Extraktion (Rodrigues et al. 2014b) gewonnen werden. Rodrigues et al. (2014b) kommen zu dem Schluss, dass ein Silberhäutchen Ethanol-Extrakt zu bevorzugen ist, da es einen hohen Antioxidantien Gehalt und ein großes antimikrobielles Potential birgt ohne dabei Toxisch zu wirken. Die Resultate von Rodrigues et al. (2014a) zeig-

ten bei in vitro Versuchen mit Kaffee-Silberhäutchen Extrakten, dass diese bei der Anwendung auf der Haut und gegenüber Augenreizungen sicher und ungiftig sind. Auch bei in vivo Versuchen zeigte der Hydro-Alkoholische Extrakt keinerlei Hautirritationen.

1.2.1 Antioxidantien

Die wichtige Wirkung die Antioxidantien auf den menschlichen Körper und dessen Gesundheit ausüben, ist die Reduktion von oxydativem Stress. Dieser ist ein Faktor im Entstehen von verschiedenen Krankheiten wie Krebs, Kardiovaskulären Erkrankungen und vielen weiteren Gesundheits-beeinträchtigungen (Narita und Inouye, 2014). Fakt ist, dass Kaffeekonsum den Glukosestoffwechsel und die Insulinsensitivität verbessert und damit das Risiko für Typ 2 Diabetes, koronare Herzerkrankungen, ischämische Schlaganfälle, Depressionen, Alzheimer und andere Erkrankungen des zentralen Nervensystems reduziert (Breciani, et al. 2013). Die Evaluierung von Methanol Extrakten aus Kaffeesilberhäutchen haben gezeigt, dass die Antioxidantien Aktivität derer von Weizenkleie ähnelt, welche für ihre hohe Antioxidantien Aktivität bekannt ist (Narita und Inouye, 2014). Die bereits erwähnten positiven Effekte von Kaffee hängen teilweise mit Gehalt an Phenolen zusammen. Speziell die Chlorogensäure ist für den Großteil der positiven Effekte verantwortlich. Nach der Extraktion durch die Behandlung mit Wasser bei unterschiedlichen Temperaturen zeigt eine Analyse, dass 10 verschiedene Chlorogensäuren in dem Silberhäutchen Extrakt enthalten sind (Breciani, et al. 2013) (siehe Tabelle 1).

Tabelle 1: Quantifizierung der Phenolischen Verbindungen von Kaffee-Silberhäutchen (Breciani, et al. 2013)

Verbindung	Mittelwert mg / 100g
Caffeoylchinasäure Lacton[a]	2,5 ± 0,3
Caffeoylchinasäure Lacton[a]	4,0 ± 0,4
3-Coumaroylquinic acid[b]	2,4 ± 0,5
5-Coumaroylquinic acid[a,c]	5,7 ± 0,8
3-Caffeoylchinasäure	147,8 ± 15,9
5-Caffeoylchinasäure	198,9 ± 6,6
4-Caffeoylchinasäure[a]	84,9 ± 7,6
Feruloyl Säure[b]	21,2 ± 2,7
5 und 4-Feruloyl Säure[a,d]	121,6 ± 6,3
Gesamt Chlorogensäure	588,9 ± 75,4

Werte werden angegeben als Mittelwert ± Standartabweichung (n = 3)

a) Die Verbindung wurde als 5-Caffeoylchinasäure äquivalent quantifiziert.

b) Die Verbindung wurde als 3-Caffeoylchinasäure äquivalent quantifiziert.

c) Vorläufige Identifikation

d) 4-Feruloyl Säure und 5-Feruloyl Säure wurden zusammen quantifiziert

Die Ausführungen und Untersuchungen von Martinez-Saez et al. (2014) zeigen, dass ein aus Kaffee-Silberhäutchen gewonnener Extrakt als Antioxidanter-Zusatz in gesundheitsfördernden Getränken zur Gewichtsreduktion eingesetzt werden kann und dass die charakteristischen chemischen Bestandteile und der Nährwert des Extrakts für gesundheitsfördernde Anwendungen im Allgemeinen sprechen. Grundsätzlich lässt sich sagen, dass sich aus den Silberhäutchen der Kaffeesorte Robusta eine signifikant größere Menge an Stoffen mit antioxidanter Wirkung extrahieren lassen, als das bei der Sorte Arabica der Fall ist. Werden die Extrakte der beiden Sorten für die Zubereitung von Getränken verwendet, so ergeben sich darin Antioxidantien-Potentiale die denen der entsprechenden Kaffeegetränke und denen der Silberhäutchen an sich ähnlich sind (Martinez-Saez et al., 2014). Außerdem eignen sich die antioxidanten Komponenten auch besonders gut für die Anwendung in der Kosmetikindustrie (Rodrigues et al., 2014b).

1.2.2 Ballaststoffe (Rohfaser)

Ballaststoffe sind einer der wichtigsten diätetischen Faktoren, welche zum Wohlbefinden der Konsumenten beiträgt. Durch ihren hohen Ballaststoffgehalt werden Kaffee-Silberhäutchen zu einer wichtigen Zutat in verschiedenen Nahrungsmittelzusammensetzungen. Dazu müssen aber einige strukturelle Änderungen vorgenommen werden um negative Effekte auf das Endprodukt, wie etwa grobkörnige Textur und ein schlechtes Erscheinungsbild, zu vermeiden (Borrelli et al., 2004). Laut Borrelli et al. (2004) beträgt der gesamt Ballaststoffgehalt von Kaffee-Silberhäutchen 60%. Im Vergleich dazu weisen etablierte Produkte wie Weizenkleie (40 %), Haferkleie (20 %) und Weizenvollkornmehl (10 %) einen deutlich geringeren Anteil auf (Borrelli et al., 2004). Untersuchungen von Pourfarzad et al. (2012) zu Kaffee-Silberhäutchen als Quelle von Ballaststoffen für das Brotbacken und jene von Garcia-Serna et al. (2014) zu Kaffee-Silberhäutchen für die Verbesserung der Zusammensetzung von Keksen kommen beide zu dem Schluss, dass die Zugabe von Kaffee-Silberhäutchen zu Backwaren vorteilhaft auf deren Nährwert auswirkt.

1.2.3 Antimikrobielle und Präbiotische Effekte

Aufgrund der chemischen Zusammensetzung der Inhaltsstoffe sollten Kaffee-Silberhäutchen laut Borrelli et al. (2004) bestimmte antimikrobielle und präbiotische Effekte haben. Beide Effekte hängen stark von der Menge an Melanoidinen ab welche eine signifikant antimikrobielle Wirkung haben. Die positive präbiotische Wirkung auf die Zusammensetzung der Mikroorganismen-Gesellschaften im Verdauungssystem, die schon Borrelli et al. (2004) durch eine erhöhte Anzahl von Bifidobakterien und eine reduzierte Anzahl von Clostri-

dien, sowie eine leichte Erhöhung der Lactobacillus Anzahl aufzeigte, werden auch durch die Ergebnisse von Jimenez-Zamora et al. (2014) gestützt. In der Conclusio beider Arbeiten wird daraus geschlussfolgert, dass Kaffee-Silberhäutchen einen positiven Einfluss auf die Zusammensetzung von Nahrungsmitteln mit präbiotischer Wirkung haben. Im Hinblick auf eine antimikrobielle Wirkung zeigen Kaffee-Silberhäutchen ohne die Zugabe von zuvor durch Ultrafiltration gewonnene Kaffee Melanoidinen nur unerhebliche Effekte auf die Testkulturen von *Staphylococcus aureus* und *Escherichia coli* (Jimenez-Zamora et al. 2014). Eine gute antimikrobielle Wirkung konnte von Rodrigues et al. (2014b) gegen *Klebsiella pneumoniae*, *Staphylococcus epidermidis* und *Staphylococcus aureus* beobachtet werden.

1.2.4 Ethanol Produktion

In der Studie von Mussato et al. (2011) wurde der Zuckerstoffwechsel und die Ethanol Produktion von drei verschiedenen Hefestämmen (*Saccharomyces cerevisiae*, *Pichia stipitis* und *Kluyveromyces fragilis*) evaluiert. Dazu wurden die Kaffee-Silberhäutchen zuvor durch Saure Hydrolyse in ein zuckerreiches Hydrolysat umgewandelt. Im Gegensatz zu Kaffeesatz Hydrolysat ergab die Fermentation des Silberhäutchen Hydrolysats keine signifikante Ethanol Ausbeute obwohl es sich als effizientes Medium für das Hefewachstum erwies. Diese Eigenschaft wird in der Studie auf die geringe Zuckerkonzentration im Hydrolysat zurückgeführt. Eine Konzentration des Silberhäutchen Hydrolysats vor der Fermentation könnte jedoch die Ethanol Produktion erhöhen.

1.2.5 Pilzzucht

Bei der Züchtung von Speisepilzen wie zum Beispiel Austern-Seitlingen werden Kaffeesatz vermischt mit Kaffee-Silberhäutchen bereits von mehreren Unternehmen als Nährboden verwendet. Laut Hut & Stiel (2016) eignet sich dieses Substratgemisch hervorragend als Nährboden für Pilze. Nach dreimaliger Ernte wird das Substrat dann zu Kompost weiterverarbeitet (Hut & Stiel, 2017).
Auch Govero et al. (2014) beschreiben ähnliche Substrate zur Pilzzucht.

1.2.6 Pflanzendünger

Kaffee-Silberhäutchen werden auch als Bestandteil von hochwertigem Pflanzendünger verwendet um die Produktion und die Gesundheit von Nutz- und Zierpflanzen zu steigern (Wurm, 2017).

1.3 Zielsetzungen und Forschungsfragen

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit der Analyse von diversen existierenden wissenschaftlichen Papers, die dieses Beiprodukt beschreiben und analysieren und in weiterer Folge mit möglichen Verwendungsarten in denen diese Stoffe oder einzelne aus ihnen gewonnene Inhaltsstoffe, Anwendung finden können. Besonderes Augenmerk soll bei den Recherchen und Ausführungen auf das Verwendungspotential von Kaffee-Silberhäutchen gelegt werden.
Mit Hilfe dieser Erkenntnisse galt es dann, neue technische Anwendungsmöglichkeiten für die Kaffee-Silberhäutchen zu finden und diese zu bewerten. Im Zuge der Arbeit werden sie als Füllstoff in einem Gemisch von Kunstoffen, die ebenfalls aus nachwachsenden Rohstoffen hergestellt wurden, für den 3D-Druck in Form des Fused Deposition Modeling und dem Kunststoffspritzguss verwendet. Weiters wurde versucht das Material auf verschiedene Weisen zu verpressen. Ziel ist es einerseits den Naturstoff Kaffee-Silberhäutchen auf seine Verwendbarkeit zum 3D-Druck, sowie im Spritzguss zu überprüfen und andererseits seine technischen Eigenschaften nach der Aktivierung potentieller Eigenbindungskräfte zu testen. Zu diesen Zielsetzungen und aufgrund der Erkenntnisse aus der Basisliteratur wurden die unten angeführten Forschungsfragen formuliert. Sie leiten sich aus den, durch den chemischen Aufbau bestimmten Grundeigenschaften, den verfahrensspezifischen Vorgängen der angedachten Verarbeitungsmethoden und den bei den mechanischen Prüfungen der Ergebnisse zu testenden Eigenschaften ab.

1. Wie müssen Kaffee-Silberhäutchen verarbeitet werden und in welcher Weise müssen Druckeinstellungen und Druckabläufe adaptiert werden, um den 3D-Druck im FDM Verfahren von Silberhäutchen Compounds zu ermöglichen?
2. In welchen Eigenschaften manifestiert sich die unterschiedliche Herstellung von Normprüfkörpern im 3D-Druck und im Kunststoffspritzguss?
3. Welche mechanischen Eigenschaften werden durch den Silberhäutchenanteil in den Compounds erzielt und wie verhält sich dieser im Vergleich zu anderen Naturstoffen?
4. In welcher Form und auf welche Weise können Kaffee-Silberhäutchen unter Aktivierung der Eigenbindungskräfte verpresst werden?
5. Welche mechanischen Eigenschaften können durch die Pressung der Silberhäutchen erreicht werden?

2 Material & Methoden

Im nachfolgenden Abschnitt werden die Eigenschaften und die Charakteristika des verwendeten Naturstoffes Kaffee-Silberhäutchen und der für den 3D-Druck und den Kunststoffspritzguss verwendeten thermoplastischen Kunststoffe thematisiert und beschrieben. Weiters werden auch die bei der Nasspressung verwendeten Holzfasern und Acrodur kurz beschrieben.

2.1 Kaffee-Silberhäutchen

2.1.1 Rohmaterial

Kaffee-Silberhäutchen sind nur einer von mehreren Bestandteilen der geernteten Kaffeekirsche. Die ovale Frucht beinhaltet zwei grüne Kaffeebohnen, die jeweils von einem dünnen Häutchen umschlossen sind, welches als Kaffee-Silberhäutchen bezeichnet wird. Diese sind wiederum von einer Pergamenthaut, einer Pektinschicht, dem Fruchtfleisch und einer äußeren Haut umgeben (Narita und Inouye, 2014). Der Aufbau ist auch in Abbildung 2 dargestellt.

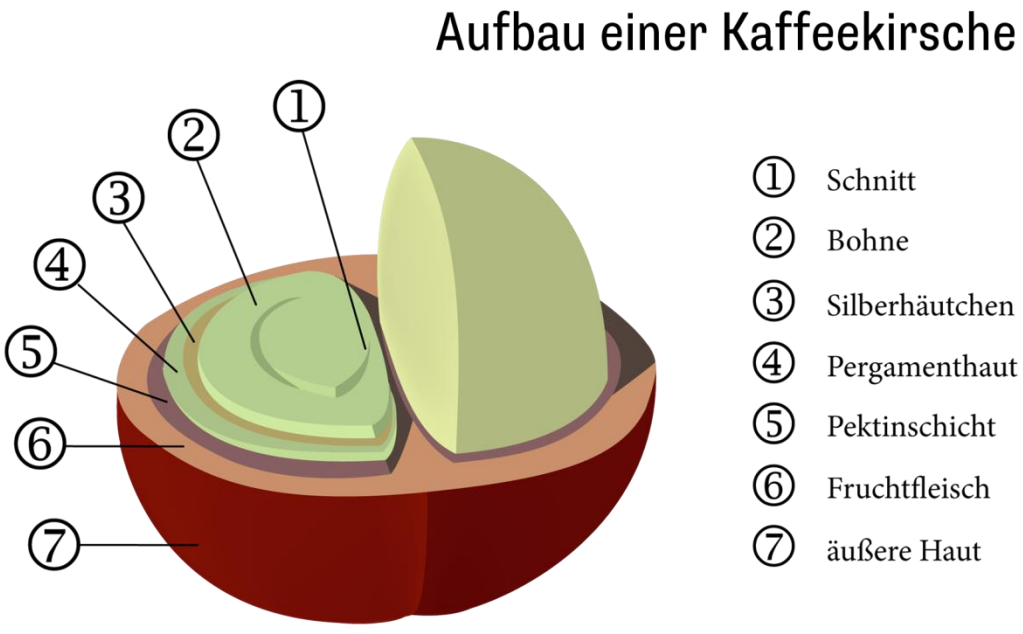

Abbildung 2: Aufbau einer Kaffeekirsche (Elwert und Bach, 2017)

Bei der Gewinnung der grünen Kaffeebohnen aus der Kaffeekirsche werden die äußere Haut, das Fruchtfleische, die Pektinschicht und die Pergamenthaut ent-

fernt. Die Silberhäutchen verbleiben zum Großteil auf den Kaffeebohnen. Je nachdem ob der Kaffee mithilfe der "washed" (nass) oder der "natural / dry" (trocken) Methode aufbereitet wird unterscheidet sich auch der Anfall an Silberhäutchen. Grundsätzlich fallen mehr Silberhäutchen an, wenn das "trockene" Verfahren angewendet wird. Nach dieser Aufbereitung werden die grünen Kaffeebohnen mit Großteils anhaftenden Silberhäutchen in Länder des Endkonsums exportiert. Die Silberhäutchen lösen sich erst später endgültig beim Rösten der Kaffeebohnen ab. Kaffee-Silberhäutchen sind grundsätzlich das einzige Beiprodukt der Kaffeeröstung und fallen in Großröstereien auch in großem Ausmaß an (Narita und Inouye, 2014).

Als Basis für die in dieser Arbeit beschriebenen Versuche standen eben solche Silberhäutchen als Nebenprodukt aus Kaffeeröstereien zur Verfügung. Dabei lag das Ausgangsprodukt in zwei unterschiedlichen Formen vor. Einerseits Silberhäutchen in loser Form und andererseits in brikettierter Form (siehe Abbildung 3 und 4).

Abbildung 3: Silberhäutchen in loser Form

Abbildung 4: Silberhäutchen in brikettierter Form

Bei den ersten Begutachtungen des losen Materials (Abbildung 3) zeigte sich, dass die Silberhäutchen auch mit geringen Mengen weiterer Stoffen versetzt sind. Es waren auch Kaffeestaub, Kaffee-Bruchbohnen und auch vereinzelt Fasern von Kaffeesäcken im Rohmaterial zu finden. Da diese anderwärtigen Stoffe nur in sehr kleinen Mengen im Rohmaterial zu finden waren und da sie außerdem sehr unterschiedlich in der Gesamtmenge verteilt waren, wurden sie vor dem Mahlen nicht entfernt, um den Ausgangsstoff so zu belassen wie er in der Praxis anfällt ohne weitere Zwischenschritte einführen zu müssen.

2.1.2 Chemischer Aufbau

Für die Erläuterung des chemischen Aufbaus der Kaffee-Silberhäutchen wurden vom Autor die Analyseergebnisse von Ballesteros et al., 2014 und Narita und Inouye, 2014 herangezogen. Auf Basis dieser Untersuchungen sind die häufigsten Bestandteile von Kaffee-Silberhäutchen Polysacharide. Zucker sind in Form von cellulosen und hemicellulosen Strukturen vorhanden und machen damit zusammen 40 bis 45 % der Trockenmasse aus (siehe Tabelle 2). Ebenfalls zu beachten ist der hohe Ligningehalt von fast 29 % und der Proteingehalt von fast 19 %. Beide dieser Stoffe sind wichtig für die Eigenbindung des Material durch das Pressen bei hohen Temperaturen. Andererseits wirkt sich ein hoher Proteingehalt negativ auf das 3D-Druckverhalten aus, da es bei den notwendigen Temperaturen stark denaturiert.

Tabelle 2: Chemische Zusammensetzung von Kaffee-Silberhäutchen (Ballesteros, et al., 2014)

Chemische Bestandteile	Gehalt (g/100g Trockenmasse)
Cellulose (Glucose)	23.77 ± 0.09
Hemicellulose	16.68 ± 1.30
Arabinose	3.54 ± 0.29
Mannose	1.77 ± 0.06
Galactose	3.76 ± 1.27
Xylose	7.61 ± 0.02
Lignin	28.58 ± 0.46
unlöslich	20.97 ± 0.43
löslich	7.61 ± 0.16
Fett	3.78 ± 0.40
Rohasche	5.36 ± 0.20
Protein	18.69 ± 0.10
Stickstoff	2.99 ± 0.10
Kohlenstoff/Stickstoff (C/N Verhältnis)	14.41 ± 0.10
Gesamte Rohfaser	54.11 ± 0.10
unlöslich	45.98 ± 0.18
löslich	8.16 ± 0.90

Die Ergebnisse sind als Mittelwert ± Standartabweichung angegeben; $n = 3$.

2.2 Thermoplastische Kunststoffe

Für die Anwendung im 3D-Druckverfahren des Fused Deposition Modeling (FDM) werden thermoplastische Kunststoffe benötigt. Grundsätzlich bestehen Thermoplaste und damit auch thermoplastische Kunststoffe aus Makromolekülen mit einer fadenförmigen, verschlungenen, aber unvernetzten Polymerstruktur (Kalweit et al., 2012). „Sie sind bei Raum-temperatur hart und meist spröde, lassen sich aber nach Erwärmung plastisch verformen. Bei starker Wärmezufuhr ist sogar mit einer Verflüssigung zu rechnen, da Verknüpfungspunkte zwischen den einzelnen Molekülfäden fehlen“ (Kalweit et al., 2012). Die in dieser Arbeit verwendeten thermoplastischen Kunststoffe Polymilchsäure (PLA) und Polyhydroxybuttersäure (PHB) sind sogenannte biobasierte Kunststoffe. Biobasierte Kunststoffe werden aus erneuerbaren Ressourcen hergestellt (Iwata, 2015). In dieser Arbeit wurde eine Mischung aus PLA „Indeo 4043“ und PHB „Mirel F1005“ verwendet, da sich diese als besonders geeignet für den 3D-Druck mit Naturstoff als Füllstoff im FDM Verfahren erwiesen haben.
Für die Herstellung des Kaffeebechers im Spritzgussverfahren wurde Polypropylen (PP) „Braskem C 705“ als Kunststoff verwendet.

2.3 Acrodur

Acrodur, ein Produkt des Unternehmens BSAF ist ein wasserbasiertes Bindemittel für Natur-, Glas- und Synthesefasern (BSAF, s.a.). Acrodur besteht aus zwei Komponenten gelöst in Wasser. Einerseits aus einer Polycarbonsäure in Verbindung mit einem Polyalkohol und andererseits aus einem Polyester die bei Temperaturen über 130 °C untern Abspaltung von Wasser reagieren. Es ist ein ökologisches Bindemittel ohne kritische Inhaltsstoffe (Börzel, 2005).

2.4 Versuchsaufbau

Das Flussdiagramm in Abbildung 5 stellt die im Zuge dieser Arbeit durchgeführten Versuchsschritte dar, welche in diesem Kapitel erläutert werden.

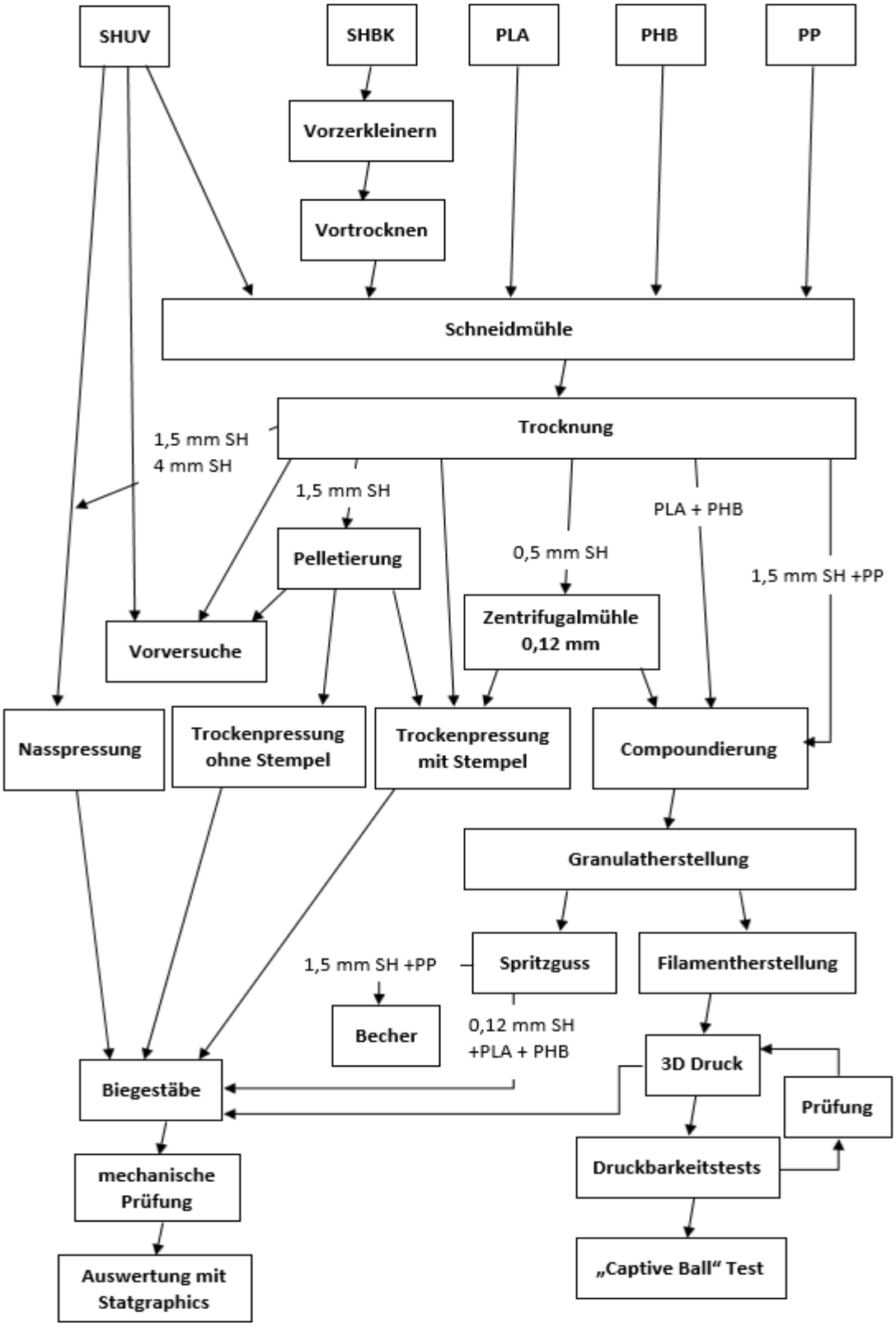

Abbildung 5: Flussdiagramm der einzelnen Versuchsschritte (eigene Darstellung)

2.5 Feuchtigkeitsmessung

Die Messung der Feuchtigkeit des Ausgangsmaterials, sowie der verschiedenen Zwischen- und Endprodukte der unterschiedlichen Arbeitsschritte, erfolgte mit einem HS 153 der Firma Mettler Toledo. Es wurde immer eine Menge von einem Gramm des zu messenden Materials für die Ermittlung des Feuchtegehalts herangezogen.

2.6 Trocknung

Um das Ausgangsmaterial für die weiteren Verarbeitungsschritte vorzubereiten, wurde es als Zwischenschritt in einem Trockenschrank vom Typ T6420 der Firma Heraeus Instruments vorgetrocknet, um es mahlen zu könnte.
Dieser Trockenschrank wurde auch für die Trocknung des gemahlenen Materials, sowie für die Vorbereitung der Ausgangsstoffe für das Compoundieren und die Filamentherstellung benötigt. Die fertigen Filamente wurden ebenfalls vor dem 3D-Druck getrocknet. Die Trocknung erfolgte jeweils bei 80 °C und dauerte mindestens 24 h.

2.7 Mahlen

Zum Zerkleinern des Rohmaterials wurde eine Schneidmühle vom Typ SM1 des Herstellers Retsch GmbH mit Siebgrößen von 1,5 mm und 0,5 mm verwendet. Damit das Rohmaterial für die Weiterverarbeitung herangezogen werden konnte, waren einige Zwischenschritte notwendig. Bedingt durch den unterschiedlichen Feuchtigkeitsgehalt der Rohmaterialien, welcher aus Tabelle 8 auf Seite 29 zu entnehmen ist, konnten die in Form von Briketts vorliegenden Kaffee-Silberhäutchen in einem ersten Schritt nur mit einem 1,5 mm Sieb in der Schneidmühle zerkleinert werden. Erst nach 24 h im Trockenschrank bei 80 °C war ein zweiter Zerkleinerungsschritt mit einem 0,5 mm Sieb möglich. Die unverarbeiteten Silberhäutchen in lockerem Zustand konnten ohne Zwischenschritt mit einem 0,5 mm Sieb zerkleinert werden.
Nachdem auch das Mahlgut des losen Rohmaterials 24 h im Trockenschrank bei 80 °C herab getrocknet wurde, erfolgte die weitere Zerkleinerung beider Ausgangsstoffformen der Silberhäutchen in einer Zentrifugalmühle der Retsch GmbH, Typ ZM1000, mit einem 0,12 mm Sieb bei 10 000 UpM.

Um eine bessere Durchmischung der einzelnen Komponenten bei der späteren Extrusion zu gewährleisten, wurden auch das PLA und das PHB Granulat mit der Schneidmühle, mit einem 4 mm Sieb gemahlen bevor eine Trocknung erfolgte.

2.8 Siebanalyse

Für die Siebanalyse des mit der Zentrifugalmühle gemahlenen Rohmaterials wurde eine Siebmaschine der Retsch GmbH vom Typ VE1000 verwendet. Im Siebturmaufbau wurden Siebe mit einer Maschenweite zwischen 1,4 mm und 0,045 mm verwendet. Nach einer Einwaage von 70 g erfolgte die Siebung über eine Dauer von 30 min bei einer eingestellten Amplitude von 2 mm. Der genaue Siebturmaufbau wird aus Tabelle 30 im Anhang ersichtlich.

2.9 Compoundierung und Granulatherstellung

Das Compoundieren erfolgte mit einem gengenläufigen Doppelschneckenextruder Collin ZK25 mit der Schneckenkonfiguration A1 und einer 2 x 3 mm Lochdüse. Die gleichmäßige Beschickung des Extruders wurde durch das Dosierwerk K2-MV-S60/DR der Firma K - Tron Soder gewährleistet.
Die gemahlenen Silberhäutchen sowie die PLA und PHB Granulate wurden vor der Extrusion für 24 h bei 80 °C im Trockenschrank aufbewahrt.
Um einer zu großen Feuchtigkeitsaufnahme des Materials aus der Umgebungsluft vor zu beugen wurden die 2 kg des jeweiligen Gemisches aus PLA, PHB und den gemahlenen Silberhäutchen in zwei Etappen zu je 1 kg in das Dosierwerk gefüllt. Die Dosierung erfolgte bei einer Geschwindigkeit von 400 UpM. Nach mehreren Vorversuchen mit geringen Materialmengen wurde die in Tabelle 3 angeführten Einstellungen für den Extruder gewählt.

Tabelle 3: Extrudereinstellungen bei Compoundieung des PLA, PHB und Silberhäutchen Gemisches

Parameter	Einstellungen
Temp. Zone 1	150 °C
Temp. Zone 2	180 °C
Temp. Zone 3	170 °C
Temp. Zone 6	170 °C
Extruderdrehzahl	68 UpM
Einzug	gekühlt

Um die gleichmäßige und rasche Abkühlung der Extrusionsstränge zu gewährleisten, erfolgte der Förderbandabzug über zwei separate Förderbänder mit einer Gesamtlänge von 6 m. Nach der Abkühlung auf den Förderbändern, wurden die beiden Extrusionsstränge direkt durch einen Granulierer Typ Primo 100 von Reiter zerkleinert.

Der gesamte Aufbau mit Dosierwerk, Extruder, Förderbändern und Granulierer ist aus der schematischen Darstellung in Abbildung 6 ersichtlich.

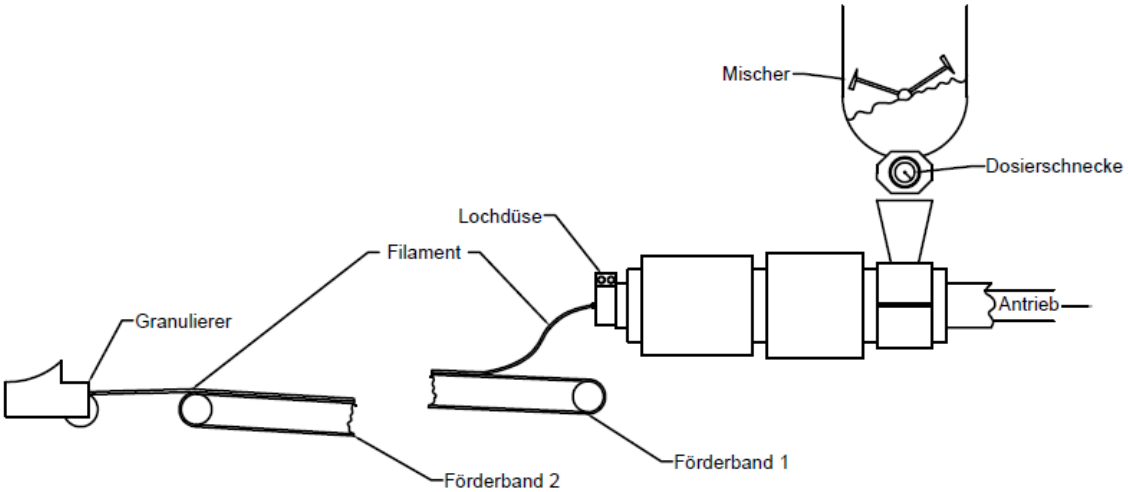

Abbildung 6: Schematische Darstellung des Extrudiervorganges (eigene Darstellung)

Um die 3D-Druckversuche und den vergleichenden Kunststoffspritzguss durchführen zu können, wurden aus den zwei vorliegenden Ausgangsformen der Kaffee-Silberhäutchen (lose Form und Briketts) jeweils drei Compounds hergestellt. In Tabelle 4 ist die genaue Zusammensetzung der Mischungen ersichtlich. Die Silberhäutchenanteile von 10 %, 20 % bzw. 30 % wurden aufgrund von Erfahrungen am Institut für Naturstofftechnik am IFA Tulln mit anderen Naturstoffen als Infill gewählt. Der Kunststoffanteil setzte sich jeweils aus 90 % PLA und 10 % PHB zusammen, um eine gute Druckbarkeit im 3D-Druckverfahren zu gewährleisten. Als Vergleichsgrundlage wurde auch eine reine Mischung der Basispolymere hergestellt.

Tabelle 4: Anteil der Compoundbestandteile an der Gesamtmischung

Bestanteile	Kaffee-Silberhäutchen	PLA	PHB
Mahlgrad	0,12 mm	4 mm	4 mm
Anteile	10 %	81 %	9 %
	20 %	72 %	8 %
	30 %	63 %	7 %
		90 %	10%

Die so entstandenen sieben Compounds wurden als Filamentstränge im 3D-Drucker zu verschiedenen Druckversuchen herangezogen und als Granulat in der Spritzgussmaschine verarbeitet.

2.10 Filamentherstellung

Die Filamentherstellung erfolgte ebenfalls mit der Kombination aus Doppelschneckenextruder Collin ZK25 mit der Schneckenkonfiguration A1 und dem Dosierwerk K2-MV-S60/DR. Die Dosierung erfolgte in diesem Schritt mit 170 UpM und anstelle der 2 x 3 mm Lochdüse wurde eine einzelne 3 mm Lochdüse verwendet. Die veränderten Extrudereinstellungen für die Herstellung der unterschiedlichen Filamente sind aus Tabelle 5 zu entnehmen.

Tabelle 5: Extrudereinstellungen bei Compoundieung des PLA, PHB und Silberhäutchen Gemisches

Parameter	**Einstellungen**
Temp. Zone 1	120 °C
Temp. Zone 2	165 °C
Temp. Zone 3	165 °C
Temp. Zone 6	160 °C
Extruderdrehzahl	26 UpM
Einzug	gekühlt

Das zuvor nach der Compoundierung hergestellte Granulat wurde somit erneut aufgeschmolzen und zu einem einzelnen Extrusionsstrang verarbeitet. Dadurch wird eine bessere Durchmischung der drei Komponenten im fertigen Filament und ein, in seiner Ausformung, möglichst gleichmäßiges und homogenes Filament gewährleistet.

2.11 3D-Druck

Wie bereits erläutert, wurde die Druckbarkeit der hergestellten Filamente im Verfahren des Fused Deposition Modeling durchgeführt. Der dazu verwendete 3D-Drucker X400 der Firma German RepRap verfügt über eine maximal bedruckbare Grundfläche von 300 x 300 mm. Zur Steuerung des Druckers wurde das Programm "Repetier-Host" in der Version V1.0.6 verwendet und für die Erstellung des G-Codes der in diesem Programm eingebettete "Slic3r" der Version 1.2.9 benutzt. Beim Verfahren des Fused Deposition Modeling wird ein Kunststoffstrang in erhitzter Form durch eine Düse Schicht für Schicht übereinander abgelegt. Der für diese Arbeit verwendete 3D-Drucker war so aufgebaut, dass die beheizte Düse im Raum über ein oben angebrachtes Führungsgestänge in X und Y Richtung bewegt wurde. Die Bewegung des beheizten Druckpads in Z Richtung wurde über drei Gewindestangen gesteuert.
Der in dieser Arbeit verwendete 3D-Drucker ist in Abbildung 7 schematisch dargestellt.

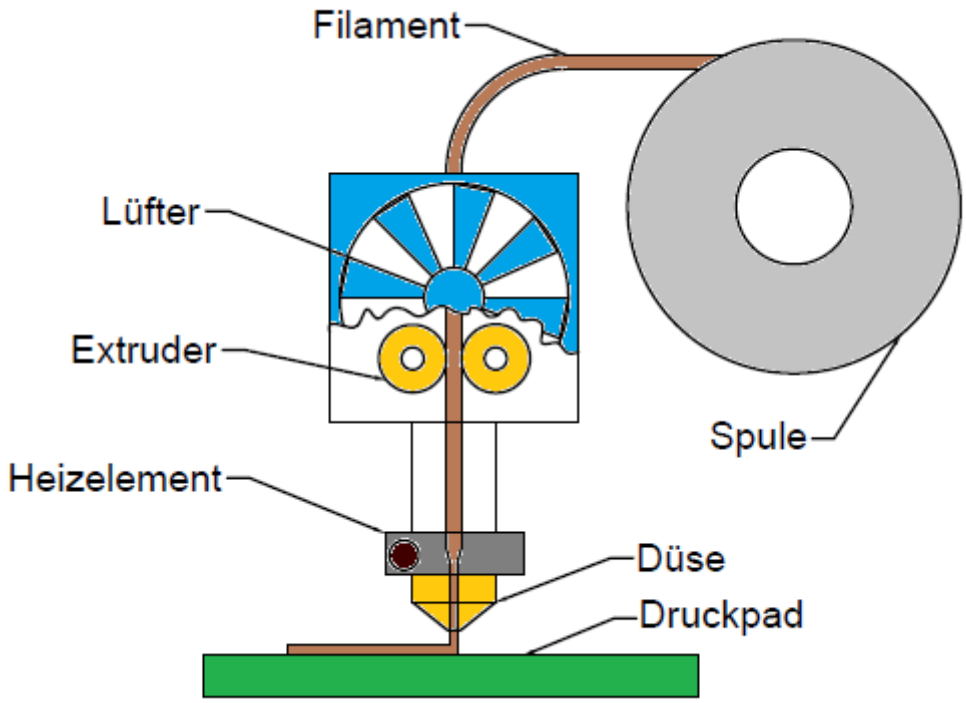

Abbildung 7: Darstellung des 3D-Druckers (eigene Darstellung)

Nach mehreren Vorversuchen mit der 0,5 mm Durchmesser Standartdüse, bei denen es sehr häufig zu Verstopfungen der Düse kam, wurde eine größere 1,5 mm Düse montiert. Alle weiteren Druckversuche verliefen verstopfungsfrei. Nach der Anpassung der übrigen Druckparameter an den größeren Düsendurchmesser wurden die „Captiveball“ Standarttestobjekte und weitere Einzel-

druckversuche mit in Tabelle 6 ersichtlichen Grundeinstellungen gedruckt. Die Einstellungen für den Druck der Normprüfkörper sind im Kapitel *3.11 Herstellung der Normprüfkörper* aufgeführt.

Tabelle 6: Grundeinstellungen 3D-Druck

Schichtdicke	Perimeter	Druckgeschwindigkeit	Füllung	Extrudertemperatur	Druckbetttemperatur
0,5 mm	2	30 mm/s	25 % honycomb	210 °C	40 °C

2.12 Kunststoffspritzguss

Im Kunststoffspritzgussverfahren wurden zuerst die Referenzprüfkörper für die Überprüfung der mechanischen Eigenschaften der im 3D-Druck erstellten Normprüfkörper hergestellt. Die Rezepturen entsprechen dabei jenen für den 3D-Druck. Später wurden auch noch Versuche zur Herstellung eines Kaffeebechers im Spritzgussverfahren unternommen. Für beide Versuchsreihen gilt, dass das Kunststoffgranulat mit Kaffee-Silberhäutchen Infill vor dem Spritzguss 24 Stunden lang bei 70 °C im Trockenschrank aufbewahrt wurde. Der eigentliche Herstellungsprozess der Werkstücke erfolgte mit einer Spritzgussmaschine der Firma Battenfeld vom Typ HM 60/210. Bei einer Zylindertemperatur von 180 °C und einer Werkzeugtemperatur von 20 °C wurden die Werkstücke mit einer Einspritzgeschwindigkeit von 35 cm^3/s gefertigt. Zur Herstellung des Kaffeebechers wurde ein Granulat bestehend aus 50 % Polypropylen und 50 % auf 1,5 mm gemahlene Kaffeesilberhäutchen verwendet. Die Zylindertemperatur der Battenfeld Spritzgussmaschine betrug hier wiederum 180°C, die Werkzeugtemperatur lag bei 30°C und die einspritzt wurde bei einer Geschwindigkeit von 35 cm^3/s.

2.13 Pelletierung

Um die Handhabung der Silberhäutchen und des auf 1,5 mm gemahlenen, brikettierten Rohmaterials beim Pressen zu erleichtern, wurden 2 Arten von Pellets in einer Kahl – Laborpresse 14-M175 hergestellt. Als Erstes wurden das lockere Ausgangsmaterial (SHUV) bis zu einem Feuchtigkeitsgehalt von 20 % mit Wasser angefeuchtet und für 48 Stunden in einem verschlossenen Behälter gekühlt, bei 8 °C gelagert. Dadurch konnte die Formung von gleichmäßig verdichteten und kompakten Pellets erreicht werden. Der gleichen Vorbehandlung

wurde auch das auf 1,5 mm gemahlene und für die Lagerung zuvor auf einen Feuchtigkeitsgehalt von 17,48 % getrocknete, brikettierte Rohmaterial unterzogen. In einem ersten Durchgang wurden bei beiden vorbereitete Rohstoffausgangsformen ein Matritze mit einem Lochdurchmesser von 6 mm verwendet. Bei einem gleichbleibendem Pressweg von 15 mm ergibt sich daraus eine Verdichtung von 1 zu 2. Die berechnung des Verdichtungsverhältnisses ist in nachfolgender Form dargestellt.

$$Verduchtungsverhältnis = \frac{Lochdurchmesser\ in\ mm}{Pressweg\ in\ mm}$$

Neben diesem leichten Verdichtungsgrad (LV) war wurde noch je ein Durchgang mit der maximal erzielbaren Verdichtung (MV) mit dieser Laborpresse durchgeführt. Dazu wurde eine Matrize mit einem Lochdurchmesser von 3 mm bei einem Pressweg von 15 mm verwendet. Daraus ergibt sich ein Verdichtungsverhältnis von 1 zu 5. Es war eine gute Pelletierung gewährleistet und es konnten so kompaktere Pellets hergestellt werden.

2.14 Pressung

2.14.1 Trockenpressung

Bei den ersten Pressversuchen mit unverarbeiteten, losen Kaffee-Silberhäutchen traten verschiedene Probleme auf. Die losen Silberhäutchen, mit ihrer Plättchenform, gleiten unter dem Pressdruck zur Seite und verdichten sich nur stellenweise wie gewünscht (siehe *4.2.5 Ergebnisse Trockenverpressen*). Um das gleichmäßige verpressen des Materials zu ermöglichen, wurden daraus wie bereits erwähnt Pellets hergestellt. Weiters wurden verschiedene Mahlgrößen mithilfe eines Stempels verpresst.

2.14.1.1 Vorversuche

Die Vorversuche erfolgten in einer elektrohydraulischen Presse vom Typ LZT-OK-175L des Unternehmens Langzauner Ges.m.b.H.. Dazu wurde eine ca. 3 cm dicke Schicht aus Silberhäutchen zwischen zwei Schichten aus Backpapier gleichmäßig verteilt. Um das seitliche Entweichen der Silberhäutchen während des Pressvorgangs zu verhindern, wurden alle Seiten mit Klebeband versiegelt und anschließend wieder mit Löchern versehen um das entweichen von Luft zu ermöglichen. Die Pressung erfolgte mit einer Temperatur von 180 °C an den Pressplatten und die Pressdauer betrug jeweils 2 Minuten. Der Pressdruck wurde auf 1 MPa eingestellt.

2.14.1.2 Pressversuche mit gemahlenen Silberhäutchen

Für diese Versuche wurde einer elektrohydraulischen Presse vom Typ 300x300 E des Unternehmens Collin verwendet. Als Pressform diente ein massiver Edelstahlstempel mit den Innenmaßen von 158 mm x 69 mm die in der Presse auf 160 °C vorerhitzt wurde. Danach wurde die Bodenplatte der Stempelform mit einer Schicht von 15 mm gemahlenen Silberhäutchen befüllt und nach dem Aufsetzen des Stempelkopfes ebenfalls bei 160 °C 5 Minuten lang verpresst. Dabei wurde ein Druck von 0,2 MPa aufgebaut. Nach dem Pressen erfolgte die Rückkühlung der Pressform auf 50 °C und die fertige Silberhäutchen Platte konnte aus der Bodenplatte entfernt werden. Der Pressaufbau ist aus Abbildung 8 ersichtlich. Am oberen und am unteren Rand der Abbildung sind die beheizbaren und rückkühlbaren Pressplatten zu erkenne. Dazwischen befindet sich die mit gemahlenen Kaffee-Silberhäutchen befüllte Bodenplatte und der aufgesetzte Stempel. Beim Pressvorgang drückte die obere Pressplatte gegen die untere Platte. Dabei wurde der Stempel in die passgenaue Ausnehmung der Bodenplatte gedrückt und somit die darin befindlichen Silberhäutchen bei den angegebenen Temperaturen komprimiert.

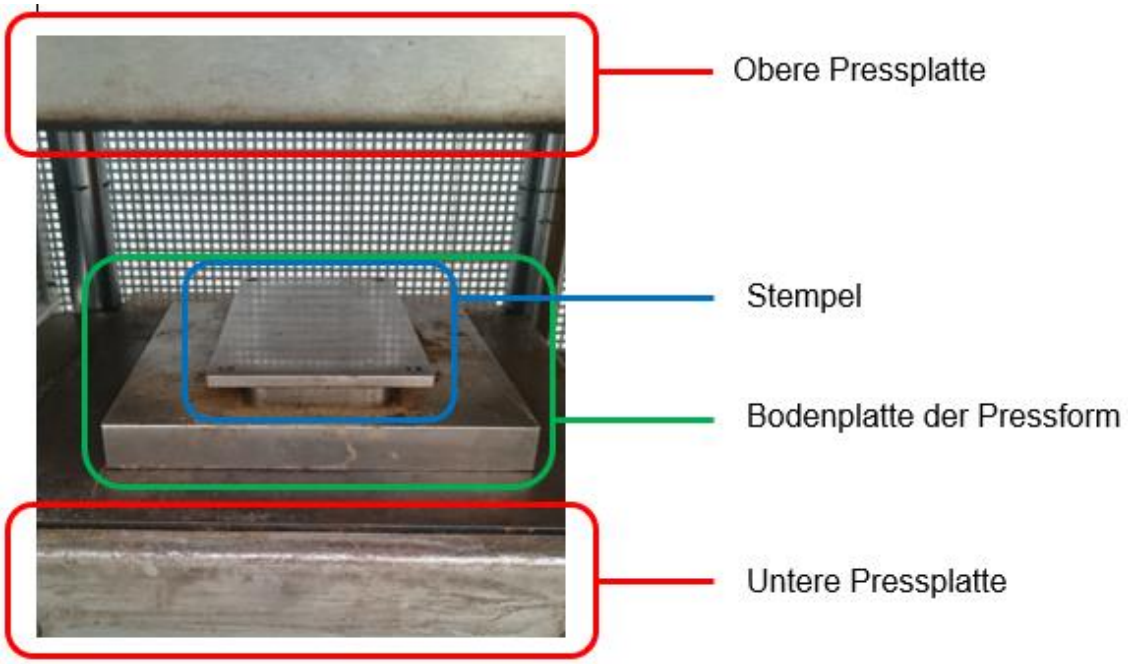

Abbildung 8: Verpressen mit Stempel

2.14.1.3 Pressversuche mit pelletierten Silberhäutchen

Die zuvor gewonnenen Pellets mit den zwei unterschiedlichen Verdichtungsgraden wurden mithilfe eines Messbechers in einer abgeflachten Kegelform zwischen zwei Schichten aus Backpapier verteilt. Um die gewünschte Plattendicke zu erreichen, dienten zwei 4 mm dicke Stahlstäbe als Abstandhalter zwischen den Druckplatten. Die Pressvorgänge erfolgten wiederum in der elekt-

rohydraulischen Presse vom Typ LZT-OK-175L des Unternehmens Langzauner Ges.m.b.H.. Es wurden immer jeweils 200 g Pellets bei einem Druck von 5 MPa, einer Temperatur von 120 °C und einer Dauer von 5 Minuten verpresst.

2.14.1.4 Nasspressung

Die Arbeitsabläufe beim Nasspressen wurden nach dem folgenden Schema durchgeführt:

Die verwendeten Holzfasern wurden in einem Holländer der Gebrüder Lödig Maschinenbau - GmbH aufbereitet um in aufgelockerter Form mit den Kaffee-Silberhäutchen vermischt werden zu können. Um das Grundmaterial bestehend aus gemahlenen und ungemahlenen Silberhäutchen und die unterschiedlichen Zusammensetzungen aus Silberhäutchen und Holzfasern zu erreichen wurde die zuvor abgewogenen Menge an Silberhäutchen bzw. Silberhäutchen und Holzfasern in einem 20 Liter fassenden Kunststoffbehälter mit ca. 14 - 16 l Wasser vermischt. Um eine gute Durchmischung und eine homogene Verteilung zu erreichen, kam dazu ein über eine Elektrobohrmaschine betriebener Rührstab zum Einsatz. Insgesamt betrug die aus mehreren Misch und Ruhephasen bestehende Einweichzeit etwa 15 Minuten. Die für das Nassverpressen verwendete Grundform besteht aus einem vierteiligen Holzrahmen mit den Innenmaßen von 28 cm x 16 cm dessen Boden aus einem Holzstrebengitter besteht, welcher ein Kupfernetz mit einer Maschenweite von 1 mm fixiert. Dieser Grundaufbau wurde über einer 50 l fassenden Kunststoffwanne positioniert welche die entweichende Flüssigkeit auffing. Für das Erhalten von möglichst homogenen Grundverteilungen der zuvor vermengten Grundmaterialien galt es beim Einschütten des Kaffee-Silberhäutchen-Holzfaser-Gemisches in die vorbereitete Form besonders darauf zu achten, dass sich die gesamte Grundform klumpenfrei und gleichmäßig befüllt. Dazu war vor allem die passende Einfüllgeschwindigkeit und das richtige Verteilen der Feststoffe ausschlaggebend. Um nach dem Einschütten in diese Form möglichst viel Flüssigkeit aus dem Gemisch zu entfernen, wurde eine, in die Form passende Holzplatte verwendet. Damit wurde mehrmals Druck auf das Material ausgeübt bis die Flüssigkeit nur mehr in Tropfenform entwich. Anschließend konnten die vier Seitenteile der Grundform und das Holzstrebegitter entfernt werden um den so gewonnenen Block samt dem stabilisierenden Kupfernetz zwischen zwei Schichten Backpapier in einer verzinkten Stahlwanne zu positionieren. Diese Stahlwanne diente dazu die beim Pressvorgang entweichende Flüssigkeit aufzufangen und unter dem Pressstempel heraus abzuleiten. Die Abbildung 9 zeigt den feuchten Materialblock in der Stahlwanne vor dem Pressvorgang.

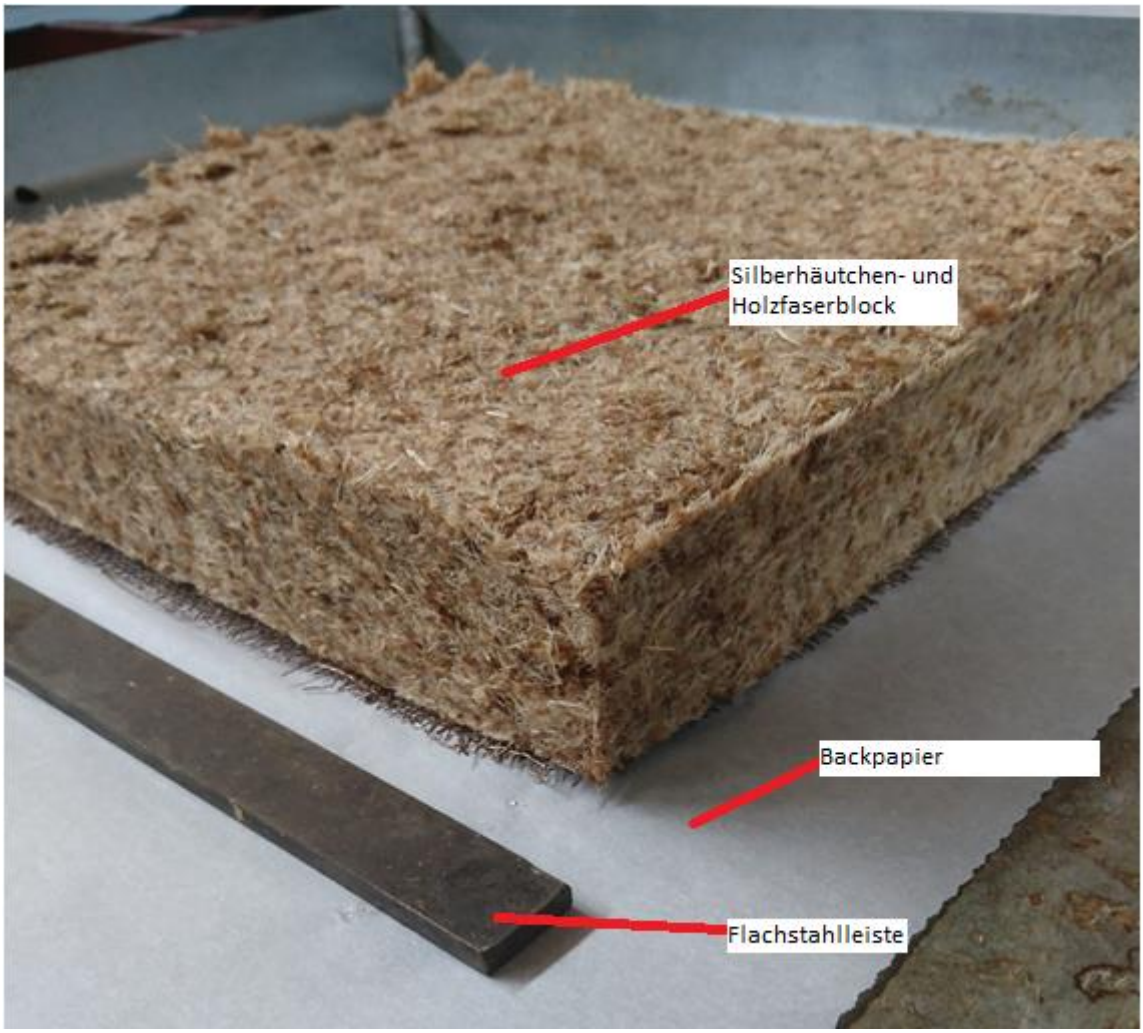

Abbildung 9: Materialblock vor dem Verpressen

Je nach austretender Flüssigkeitsmenge konnte diese so entweder durch eine Öffnung in der Wanne direkt abgeleitet werden oder wurde von einem zuvor im Randbereich des eingelegten Papiertuchs aufgesaugt.
Damit die gewünschte Endstärke der gepressten Platten gewährleitet werden konnte, wurde beidseitig je eine 4 mm starke Flachstahlleiste eingelegt (Siehe Abbildung 9 oben), die zusätzlich zum voreingespeicherten Endmaß in der Presse als notwendige Sicherheitsmaßnahme dienten. Der vollständige Pressaufbau wird aus Abbildung 10 ersichtlich. Sie zeigt die in die Presse eingeschobene Stahlwanne mit dem noch feuchten Materialblock zwischen den Backpapierschichten.

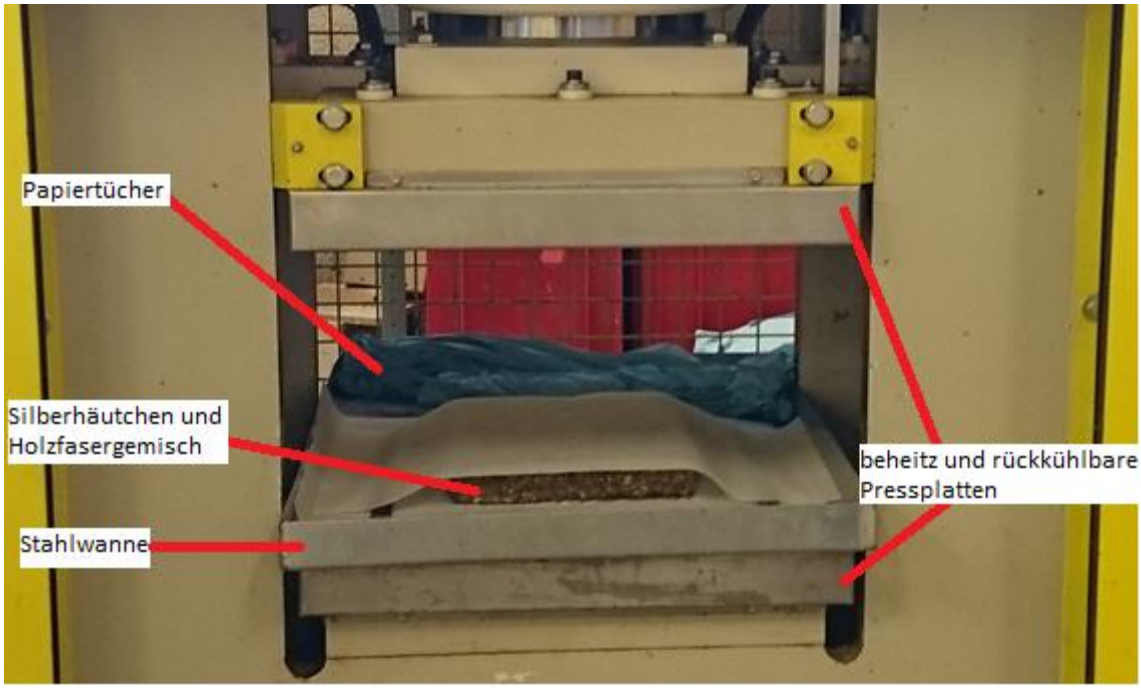

Abbildung 10: Vollständiger Pressaufbau

Für den eigentlichen Pressvorgang wurde wiederum die elektrohydraulische Presse vom Typ LZT-OK-175L der Firma Langzauner Ges.m.b.H. verwendet. Nach einigen Vorversuchen wurden jene Grundeinstellungen festgelegt wie sie in Tabelle 7 unten ersichtlich sind.

Tabelle 7: Grundeinstellungen der Presse

	Temperatur	Druck	Zeit	Pressabstand
Vorverdichten 1	ca. 80 °C	1 MPa	15 sec.	30 mm
Vorverdichten 2	ca.130 °C	1 MPa	15 sec.	15 mm
Pressen	165 °C	2,5 MPa	15 min	6 mm
Rückkühlen	auf 80 °C	2,5 MPa	10 min	6 mm

Beim ersten Vorverdichten startete die Presse mit einer Ausgangstemperatur von etwa 80 °C. Das Schließen erfolgte bis auf 30 mm mit einem Druck von 1 MPa. Nach 15 sec. öffnete sich die Presse wieder vollständig. Beim gleich darauffolgenden Vorverdichtungsphase 2 erhitzten sich die Grundplatte und der Stempel bereits auf ca. 130 °C und das Schließen erfolgte bis auf 15 mm. Auch hier öffnete sich die Presse nach 15 sec. wieder vollständig. Der Pressvorgang selbst erfolgte bei 165 °C und einem Druck von 2,5 MPa über 15 min. Danach setzte direkt der Rückkühlvorgang ein, der die Temperatur der fertigen Platte ohne zwischenzeitliches reduzieren des Druckes innerhalb von 10 min. auf 80 °C reduzierte. Das Öffnen nach Vorverdichtungsphase 1 und 2 diente dazu besonders schnell die herausgepresste Flüssigkeit aus der Wanne zu entfernen

und um den bei über 100 °C entstehenden Wasserdampf schonend aus der Platte entweichen zu lassen. Nach dem Pressen galt es das stabilisierende Kupfernetz von der Platte zu entfernen um es anschließend von Pressrückständen reinigen zu können. Die im Nasspressverfahren durchgeführten Versuchsreihen sind Tabelle 32 im Anhang zu entnehmen.

2.15 Herstellung der Normprüfkörper

Für die Prüfung der mechanischen Eigenschaften der einzelnen Materialmischungen aus den verschiedenen Herstellungsverfahren wurden Normprüfkörper wie in Abbildung 11 unten mit den Maßen 80 mm x 10 mm x 4 mm herangezogen.

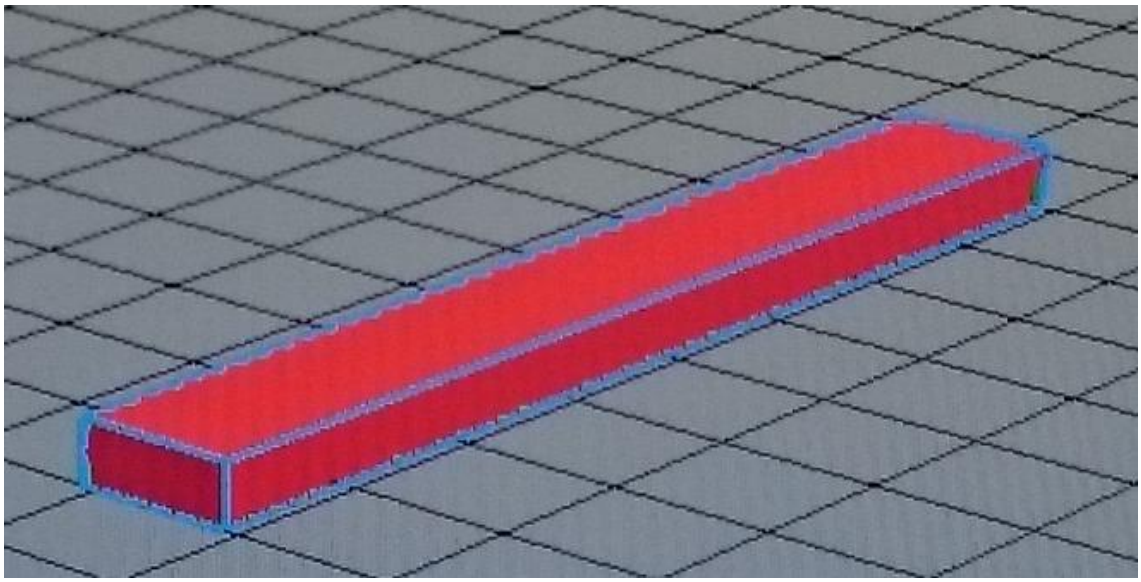

Abbildung 11: Normprüfkörper im "Repetier-Host"

2.15.1 3D-Druck

Wie alle erfolgreichen Druckversuche mit den Kaffee-Silberhäutchen-PLA-PHB Filamenten wurden auch die Normprüfkörper mit einer 1,5 mm Düse gedruckt. Der Druckvorgang erfolgte mit einer Druckgeschwindigkeit von 15 mm/s bei einer Extrudertemperatur von 210 °C und einer Druckbetttemperatur von 50 °C. Das Material wurde mit einer Schichtdicke von 0,5 mm abgelegt. Die Prüfkörper wurden mit jedem Filament in drei Druckaufträgen zu je acht Normprüfkörpern gedruckt. Die Abbildung 12 zeigt den Druck eines einzelnen Normprüfkörpers zur Vorbegutachtung der Druckbarkeit und des Druckergebnisses.

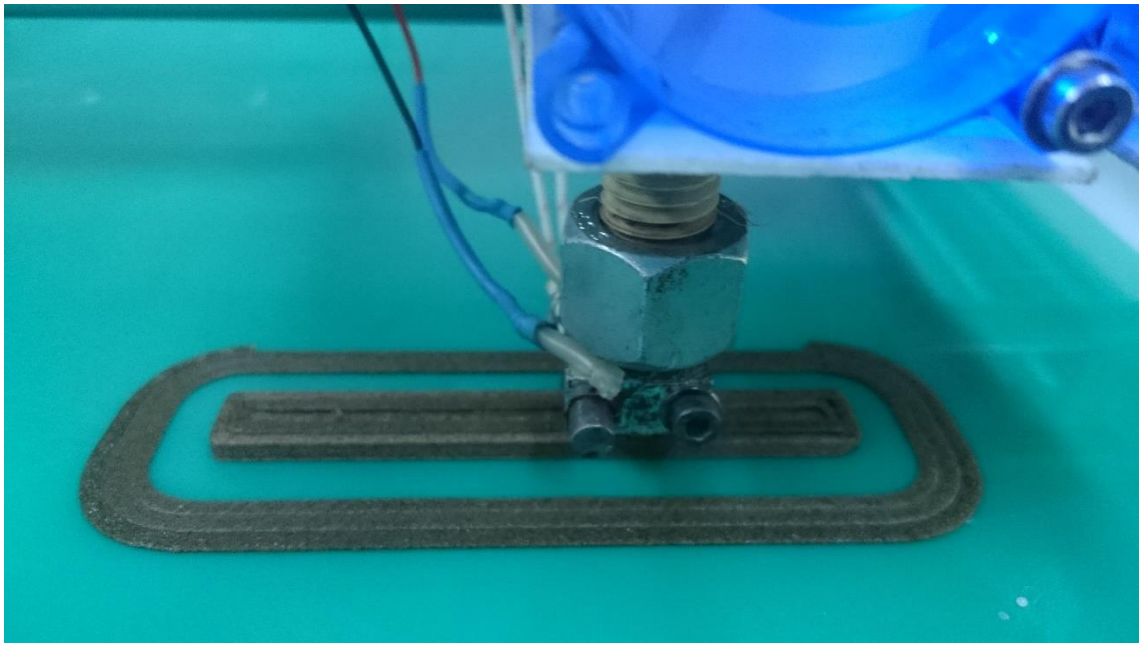

Abbildung 12: Druck eines Normprüfkörpers

2.15.2 Spritzguss

Damit das Druckergebnis und die mechanischen Eigenschaften der im 3D-Druck erstellten Prüfkörper adäquat verglichen werden konnten, wurden auch Normprüfkörper im Spritzgussverfahren aus denselben Materialzusammensetzungen erstellt. Das Spritzguss Werkzeug erlaubte es jeweils fünf Prüfkörper auf einmal zu produzieren.

2.15.3 Trockenpressung und Nasspressung

Um Normprüfkörper aus den durch die Pressvorgänge erhaltenen Platten zu gewinnen, mussten die Prüfkörper mit Hilfe einer Kreissäge herausgeschnitten werden. Dazu wurden die Platten aus den einzelnen Versuchsreihen zurechtgeschnitten um daraufhin mithilfe einer vorgefertigten Schablone die Prüfstäbe genau herausschneiden zu können. Um möglichst gleichmäßige Prüfkörpercharakteristiken zu gewährleisen und um repräsentative Testergebnisse zu erzielen, wurden nur homogen verpresste Stellen aus den fertigen Platten für die Normprüfkörpergewinnung ausgewählt. Diese befanden sich durchwegs zentrumsnah in den Platten und waren durch eine glatte und in Erscheinungsbild und Farbe gleichmäßige Oberfläche gekennzeichnet. In dieser Hinsicht konnten gute Ergebnisse bei den trocken verpressten Platten aus dem Metallstempel und bei jenen aus den verpressten Pellets erzielt werden. Bei den nassverpressten Platten gestaltete sich die entsprechende Auswahl durch die Probleme bei der Ablösung des Kupfergitters nach dem Pressvorgang etwas schwieriger.

2.16 Bruchtest nach ISO 179

Die Normprüfkörper in Form von Biegestäben wurden zur Ermittlung der Schlagzähigkeit durch ein Schlagpendel 53303 der Firma Frank herangezogen. Da jeder Prüfkörper für sich leicht von den Normmaßen abwich, wurde die Breite und die Stärke eines jeden Biegestabs einzeln vor dem einlegen in das Pendel mit einer digitalen Schiebelehre abgemessen und in einer dafür vorgesehenen Berechnungstabelle erfasst. Vor den Tests wurden die Prüfkörper mindestens drei Wochen im Klimaraum bei einer konstanten Temperatur von 23 °C und 50 % Luftfeuchtigkeit nach DIN EN ISO 291 gelagert. Auch die Testung selbst erfolgte bei diesen Normklimaverhältnissen.

2.17 Biegetest nach ISO 178

Die Durchführung der Biegetests erfolgte im Verfahren der 3-Punkt-Biegeprüfung mit einer Universalprüfmaschine Type 81816 des Unternehmens Frank. Auch hier wurden die Normprüfkörper in Form von Biegestäben herangezogen, die auch, wie beim Bruchtest, vor der Testung einzeln vermessen wurden um die Daten anschließend im Auswertungsprogramm erfassen zu können. Die verwendeten Prüfkörper wurden zusammen mit jenen für den Bruchtest ebenfalls zuvor mindestens drei Wochen im Klimaraum bei konstanten 23 °C und 50 % Luftfeuchtigkeit nach DIN EN ISO 291 gelagert und auch die Testung erfolgte wiederum bei Normklimaverhältnissen. Besonderes Augenmerk wurde auf die Ermittlung des Biegemoduls, der Biegefestigkeit und der Bruchdehnung gelegt. Da als Biegemodul das Verhältnis der maximalen Faserspannung zur maximalen Dehnung innerhalb der Elastizitätsgrenze eines Spannungs-Dehnungsdiagramms, das in einem Biegeversuch erhalten wurde, verstanden wird, wird es alternativ auch als Biege-Elastizitätsmodul bezeichnet (Instron GmbH, s.a.). Die Biegefestigkeit wiederum ist die maximale nominale Randfaserspannung im Moment des Versagens (Montanuniversität, s.a.). Die sogenannte Bruchdehnung wird bestimmt durch die Längenveränderung nach der Belastung bis zum Bruch, geteilt durch die ursprüngliche Länge des Prüfkörpers (Spektrum, 1998)

2.18 Elektronenmikroskopie

Die Untersuchung der Prüfkörper erfolgte mit Hilfe eines TM3030 Rasterelektronenmikroskops (REM) von Hitachi. Untersucht wurden die beim Bruchtest entstandene Bruchkante der verschiedenen Prüfkörper sowie der gebrochene Querschnitt der 3D-Druck Filament. Dazu wurde der zu untersuchende Körper, wie aus Abbildung 13 ersichtlich, mit der Bruchfläche nach oben durch ein beidseitig klebendes Kupferplättchen auf der entsprechenden Vorrichtung im REM befestigt. Nach einer Zentrierung des Körpers im Aufnahmebereich wurden jeweils Bilder mit einer 40-, 80- und 500-Fachen Vergrößerung gemacht.

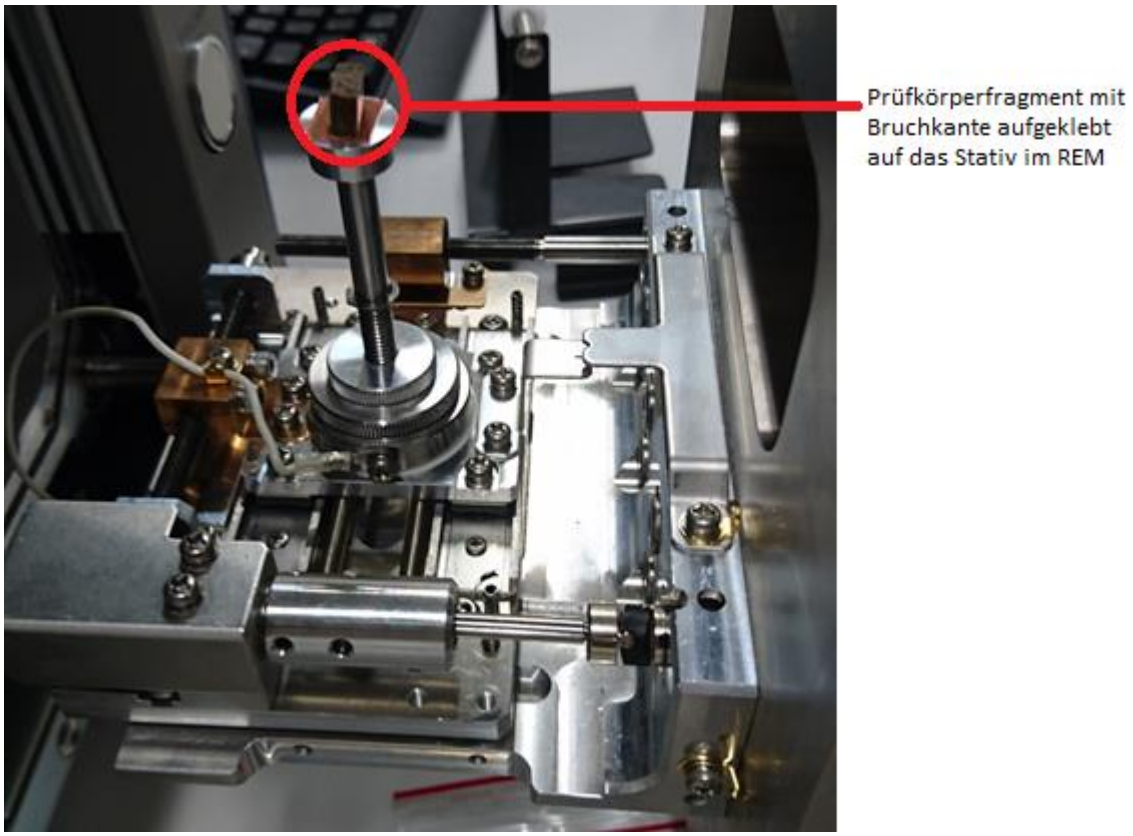

Abbildung 13: Untersuchung der Bruchflächen im Rasterelektronenmikroskop

2.19 Auswertung der Ergebnisse

Die Auswertung und Interpretation der einzelnen Ergebnisse erfolgte mit Hilfe einer optischen Begutachtung der produzierten Körper sowie der REM Aufnahmen und durch die Analyse der bei den Untersuchungen erhaltenen Datensätze. Diese Analysen der Ergebnisse der mechanischen Untersuchungen erfolgten außerdem mit dem Statistikprogramm Statgraphics® Centurion.

Die Ergebnisse des 3D-Drucks wurden zusätzlich noch auf Oozing und Warping hin untersucht. Wie bei vorangegangenen Publikationen von Steyrer 2015a, 2015b und Schöhammer 2016, wurde auch in dieser Arbeit der sogenannte „Captive Ball“ Test von Steyrer, 2015a für die Beurteilung von Warping und Oozing herangezogen. Diese beiden Kriterien sind an den Oberflächeneigenschaften von 3D-gedruckten Körpern zu erkennen und geben Auskunft über unterschiedliche, negative Ablaufe während des Druckvorganges. „Oozing bezeichnet das unkontrollierte Austreten von Material aus der Druckerdüse, wodurch es zu unerwünschten Fäden innerhalb komplexer Bauteile kommt” (Steyrer, 2015b). Wie auch bei Schönhammer, 2016 nachzulesen bestätigt der Autor die darin erwähnten Beobachtungen, dass Oozing „sowohl abhängig vom verwendeten Filament, als auch von den spezifischen Druckeinstellungen, wie Drucktemperatur und Schichtdicke“ ist. Der durch Oozing entstandene „Fadenzug“ ist im linken Bild der Abbildung 14 innerhalb der roten Kreise erkennbar. “Von Warping wird gesprochen, wenn während des Druckvorganges ein Verzug des Bauteils auftritt. Dies führt zu unschönen Oberflächen und im schlimmsten Fall zu einer Kollision mit der Druckerdüse, wodurch das Bauteil zerstört wird” (Steyrer, 2015b). Diese Art der Deformation, bedingt durch internen Stress beim Abkühlen tritt vor allem in den Ecken der Körper auf (Guerrero-de-Mier et al., 2015) wie es im rechten Bild der Abbildung 14 ersichtlich ist.

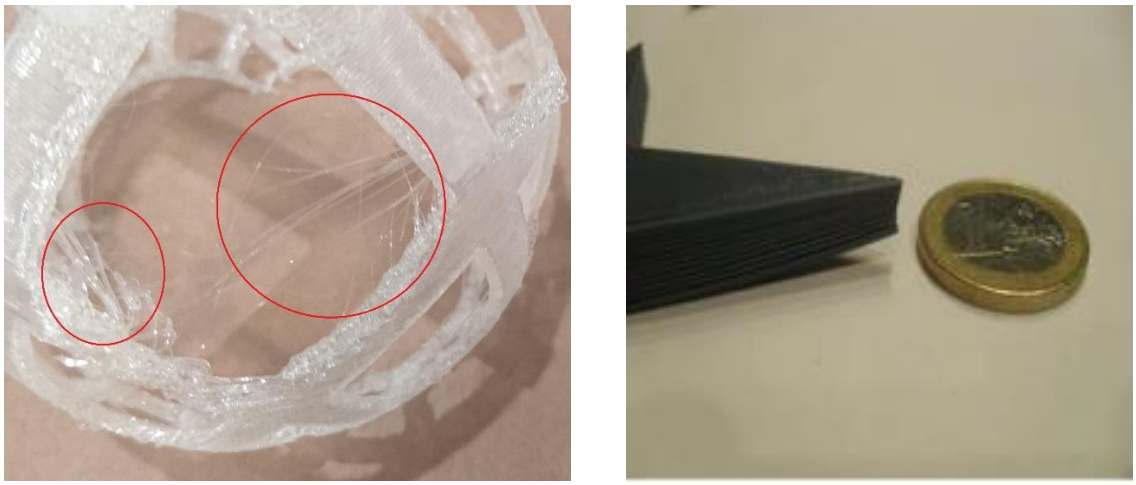

Abbildung 14: Oozing (links) und Warping (Guerrero-de-Mier et al., 2015) (rechts) beim FDM Verfahren

Der Druck der „Captive Ball`s“ erfolgte mit folgenden Einstellungen. Bei einer Geschwindigkeit von 25 mm/s und einer Schichtdicke von 0,6 mm wurde mit zwei Perimetern und einem Füllgrad von 25 % im Honycomb-Muster gedruckt. Da für den 3D-Druck in dieser Arbeit eine Düse mit 1,5 mm Durchmesser anstelle der 0,5 mm Standartdüse verwendet wurde, wurde der „Captive Ball“ Körper für den Druck auf die 1,5-fache Größe der Ursprungseinstellungen skaliert und die Schichtdicke von 0,3 mm auf die bereits genannten 0,6 mm ver-

doppelt. Ihn einem weiteren Versuch wurde getestet wie sich der 3-fache Düsendurchmesser im Vergleich des Gesamtbildes der Druckergebnisse auswirkt. Dafür wurde der „Captive Ball“ in ebenfalls 3-facher Größe gedruckt wobei hierfür auch die Schichtdicke um den Faktor 3 auf 0,9 mm erhöht wurde. Weitere Einstellungen wie der Füllgrad, die Druckgeschwindigkeit von 25 mm/s und die Temperatureinstellungen von 210 °C für den Extruder und 50 °C für das Druckpad, wurden von den vorhergehenden Druckversuchen der halb so großen Körpern aus Kaffee-Silberhäutchen Filamenten übernommen.

3 Ergebnisse

3.1 Rohmaterial

Da der Fachliteratur bereits detaillierte chemische Analyseergebnisse zu entnehmen waren (siehe 2.1.2 Chemischer Aufbau), war es ausreichend den Feuchtigkeitsgehalt der Kaffee-Silberhäutchen zu bestimmen. Tabelle 8 zeigt daher die Rohmateriaausgangsformen mit den Feuchtigkeitsgehalten in denen sie vorlagen.

Tabelle 8: Feuchtigkeitsgehalte

	Silberhäutchen unverarbeitet	Silberhäutchen brikettiert
Feuchtehehalt in % (MC)	6,10 - 6,24	23,26 - 24,12

Vor dem Mahlen in der Zentrifugalmühle wurde das gesamte Mahlgut des losen und des brikettierten Rohmaterials auf einen MC zwischen 0,75 % und 0,87 % herab getrocknet. Um eine Siebanalyse durchführen zu können, wurde nach der Zerkleinerung des Rohmaterials in der Schneide- und dann in der Zentrifugalmühle eine weitere Trocknung im Trockenschrank vorgenommen. Genaue Auskünfte über die Ergebnisse der Siebanalyse gibt Tabelle 30 im Anhan. Die Größenfragmentierung in dieser Tabelle zeigt, dass auf Grund des vorangegangenen Mahlens mit einem 0,12 mm Sieb kaum Partikel vorhanden waren, die dieses Maß überschritten. Zu beachten ist auch, dass mit 30,3 % bei SHUV und 39 % bei SHBK der größte Teil der Partikel kleiner als 0,045 mm waren, welches die kleinste verfügbare Siebgröße darstellte.

3.2 3D-Druck Druckeigenschaften der Filamente

Nach mehreren Vorversuchen und unter Einbeziehung der Erfahrungen mit Holz als Infill, wurden die unter Kapitel *3.7 3D-Druck* in Tabelle 5 dargestellten Grundeinstellungen für die Überprüfung der Druckeigenschaften gewählt.

Bei den gedruckten Testobjekten in Form eines Captive Balls konnten bei den gewählten Druckeinstellungen keine Anzeichen von Warping festgestellt werden. Auch die Normprüfkörper und andere im Zuge der Arbeit mit den SH Filamenten gedruckte, konstruktiv kompliziertere Körper wie Zahnräder und Schutzhüllen für Mobiltelefone wiesen diesen häufig auftretenden, negativen Effekt beim FDM Verfahren nicht auf. Oozing im Sinne des klassischen Fädenziehens tritt nur bei dem Körper aus 100 % Basispolymer und hier auch nur in sehr geringer Form, auf. In Abbildung 15 ist es beim Körper BP durch die orange Ellipse gekennzeichnet. Jede orange Ellipse in Abbildung 15 kennzeichnet

einen anderen, während des Drucks aufgetretenen Fehler welche auf allen oder zumindest auf einem zu finden waren. Einige davon treten generell oft beim Drucken durch das FDM Verfahren auf, sind aber hier aufgrund verschiedener Faktoren teilweise stark ausgeprägt. Am Körper SHUV mit 20 % Silberhäutchenanteil sind, Schicht für Schicht, Materialtropfen erkennbar, die während der Überfahrt des Extruders von einem nicht zu bedruckenden Bereichs ausgetreten sind und sich dann beim erneuten Druckbeginn an der Säule angeheftet haben. Der Fehler tritt an vielen Stellen der unterschiedlichen Captive Balls auf. Dieses Phänomen ist auf den großen Düsendurchmesser und damit einhergehende Umstellungen der Extruderparameter zurückzuführen. Am nächsten Körper ist das Problem des Lückenschlusses bei der Brückenbildung zu sehen. Einzelne Stränge reißen bei der Überfahrt von zu großen, freihängenden Abständen ab und hängen nach unten. Es beschränkt sich nicht auf die Markierung bei SHUV 30 % sondern trat bei allen Körpern, auch bei jenem aus dem Basispolymer, auf. Die am SHBK 10 % erkennbare Rille am Ball entstand durch einen kurzzeitig zu geringen Materialaustritt aus der Extruderdüse. Eine weitere Erscheinung ist die bei SHBK 30 % sehr unregelmäßige oberste Deckschicht. Eine Kombination aus zu geringem Materialaustritt und dem anhaften von Compoudresten auf dem Düsenkopf sind dafür verantwortlich.

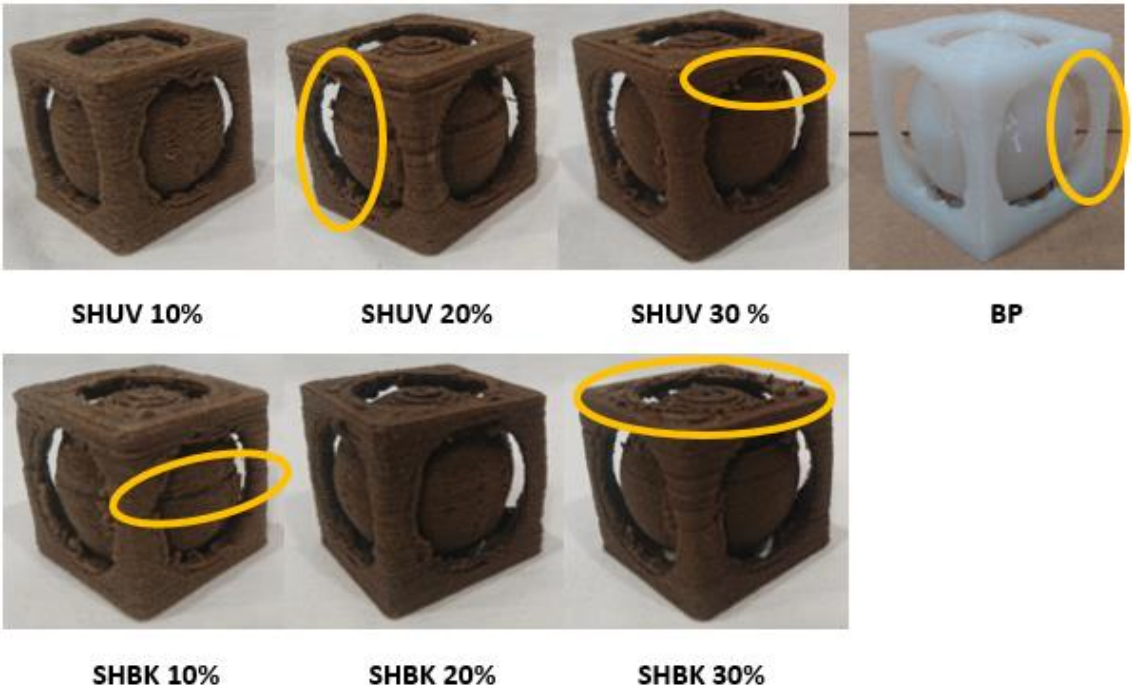

Abbildung 15: 3D-gedruckte Captive Balls mit unterschiedlichem SH Gehalt

Weiters war erkennbar, dass sich mit zunehmendem Kaffee-Silberhäutchen Gehalt das allgemeine Druckbild sowie der Gesamteindruck des Schichtaufbaues verbessert. Die Ränder und Kanten der einzelnen Schichten, wie auch der Gesamten Körper sind bei den Compounds mit 30 % SH-Anteil am gleich-

mäßigsten. Allgemein lässt sich sagen, dass bei genauer Betrachtung der im Zuge dieser Arbeit hergestellten Captive Ball Körper im Großen und Ganzen sehr ähnliche Druckfehler und Erscheinungen auftreten. Auch der optische Vergleich mit Körpern welche mit gleichem Basispolymehr aber anderen Füllstoffen wie Thermoholz, Carbon Black, uvm. in anderen Versuchsreihen hergestellt wurden, zeigte Parallelen. Zwar haben der verwendete Düsendurchmesser, die Feineinstellung des Druckers und die unterschiedliche Skalierung Einfluss auf die Ausprägung von Fehlern aber einige sind, wie schon erwähnt eben generell dem Verfahren des FDM-Drucks geschuldet. Manche davon, wie etwa die Schwierigkeiten bei der Brückenbildung, können durch die Verwendung einer zweiten Düse und dem Drucken einer später zu entfernenden Stützstruktur behoben werden. Die in unterschiedlichen Größen skalierten Captive Ball Körper weisen ebenfalls beim Vergleich untereinander sehr ähnliche Druckfehler auf. In Abbildung 16 sind die drei Größenklassen nebeneinander dargestellt. Der kleinste Körper (1) links wurde mit einem 10 prozentigem Thermoholzinfill hergestellt. Der mittlere Körper (2) mit 10 % SHUV und der Große (3) rechts mit 20 % SHBK. Je größer der Düsendurchmesser und je kleiner die Größe des Körpers desto offensichtlicher bilden sich die bereits bekannten Fehler aus. Das ist anhand des mittleren Captive Balls sehr deutlich erkennbar.

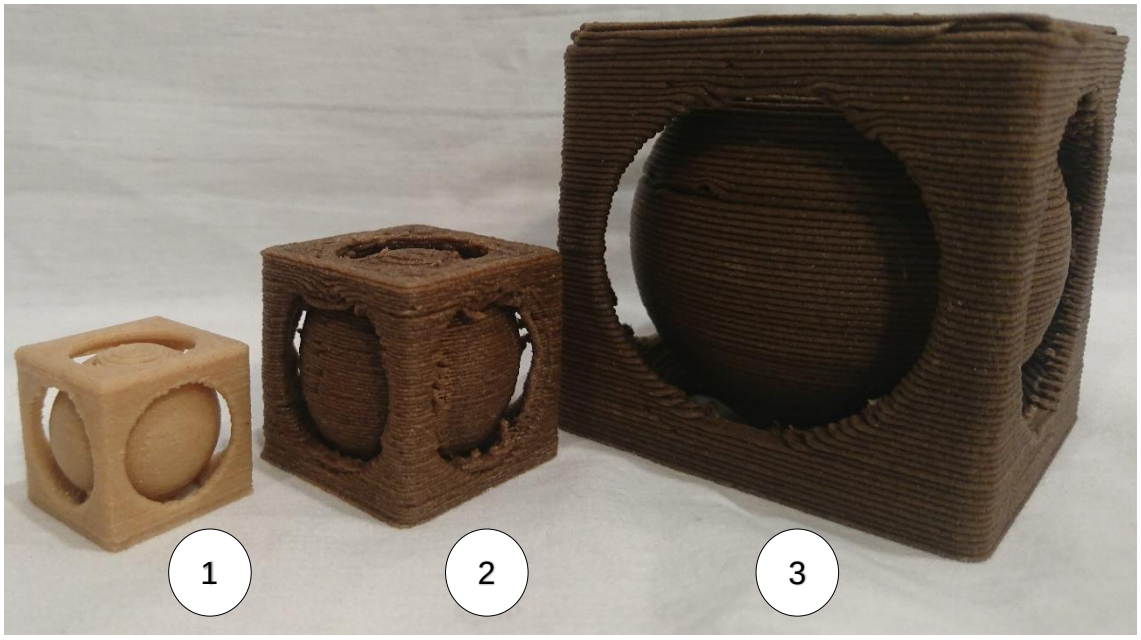

Abbildung 16: Verschiedene Größen des "Captive Ball"

3.3 Vergleich der Normprüfkörper aus 3D-Druck und Spritzguss

Die Unterschiede zwischen den Normprüfkörpern aus dem 3D-Drucker und der Spritzgießmaschine konnten auf unterschiedlichen vergleichsebenen festgestellt werden. Eine rein optische Begutachtung zeigte bereits die eindeutigen

Unterschiede im Aufbau und der Ausformung. Schon an der äußeren Oberfläche war der schichtweise Aufbau der 3D-gedruckten Prüfkörper und ihre raue Oberfläche klar zu erkennen. Die Prüfkörper aus dem Spritzguss weisen hingegen eine glatte und gleichmäßige Oberfläche auf. Außerdem war ein klarer Farbunterschied zu erkennen, da die Spritzgussteile jeweils deutlich dunkler waren. Abbildung 17 zeigt jeweils drei Prüfkörper aus dem 3D-Drucker und drei aus der Spritzgussmaschine. Jedes dargestellte Paar besteht aus demselben Materialmix und das Granulat als Ausgangsbasis für die Verarbeitung wurde im selben Durchgang erzeugt. In diesem Fall handelt es sich um den Materialmix für den die lockeren, unverarbeiteten Silberhäutchen als Ausgangsmaterial herangezogen wurden. Optisch ließ sich aber weder beim 3D-Druck noch beim Spritzguss ein klarer Unterschied bei den Werkstücken zwischen den verschiedenen Ausgangsformen des Rohmaterials (unverarbeitet bzw. brikettiert) feststellen.

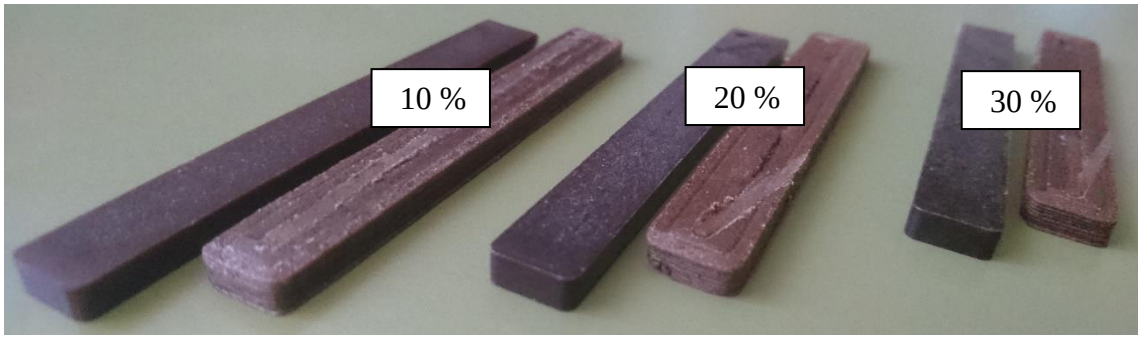

Abbildung 17: Spritzgegossene und 3D-gedruckte Normprüfkörper mit Angaben zum Silberhäutchenanteil

Die einzelnen Prüfkörper innerhalb der Paare in Abbildung 17 enthalten jeweils denselben Anteil an Kaffee-Silberhäutchen Infill. Dieser Beträgt 10 %, 20 % und 30 % (von links nach rechts).

3.3.1 Mechanische Eigenschaften

Die durch Statgraphics® ausgewerteten Ergebnisse der mechanischen Prüfungen von Normprüfkörpern aus dem 3D-Druck und dem Kunststoffspritzguss im Hinblick auf den Effekt eines gesteigerten SH-Anteils an der Materialmischung sind in Tabelle 9 dargestellt. Alle Werte für die Signifikanz p, sowohl jene für den 3D-Druck als auch jene für den Spritzguss, liegen unter dem Referenzfaktor p = 0,05. Die Werte für die Korrelation nach Person r sind mit Ausnahme von jenem für das Biegemodul bei den Spritzgegossenen Prüfstäben negativ. Aus diesen beiden Faktoren lässt sich herauslesen, dass alle untersuchten Eigenschaften mit zunehmendem SH-Anteil an der Materialmischung signifikant abnehmen. Die einzige Ausnahme bildet das Biegemodul/Spritzguss, welches signifikant zunimmt.

Tabelle 9: ANOVA-Tabelle für den SH-Anteil in % bei 3D-Druck und Spritzguss

	SH-Anteil in %			
	r		p	
	3D-Druck	Spritzguss	3D-Druck	Spritzguss
Biegemodul in MPa	-0,2822	0,9524	0,0387	0
Biegefestigkeit in MPa	-0,8841	-0,9211	0	0
Biegedehnung in %	-0,6822	-0,9082	0	0
Schlagzähigkeit in kJ/m²	-0,8083	-0,7620	0	0

n = -42 je mechanischer Eigenschaft

3.3.1.1 Biegemodul (Biege-Elastizitätsmodul)

Das in Abbildung 18 dargestellte Säulendiagramm zeigen den Vergleich der Ergebnisse der 3D-gedruckten und der spritzgegossenen Normprüfkörper im Hinblick auf das Biege-Elastizitätsmodul. Als Vergleichsbasis dienen die Werte für das Basispolymer (BP). Bei den Werten für den Spritzguss lässt sich in bei beiden Ausgangsformen des Rohstoffes Kaffee-Silberhäutchen ein Trend hin zu einem, durch steigenden Silberhäutchenanteil, gesteigerten E-Modul erkennen. Bei den Varianten aus dem 3D-Druck ist hingegen in dieser einfachen Auswertung und Darstellung kein klarer Trend zu erkennen, wobei sich unterschiede zwischen den beiden Ausgangsvarianten Silberhäutchen-Brikettes und Silberhäutchen-Unverarbeitet erkennen lassen. Generell sind die Unterschiede beim E-Modul zwischen den 3D-gedruckten und den spritzgegossenen Varianten innerhalb der gleichen Materialmischungen sehr hoch. Während die Spritzgussvarianten allgemein den Wert des Basispolymers übersteigen, liegen alle 3D-gedruckten Varianten unter ihrem Referenzwert.

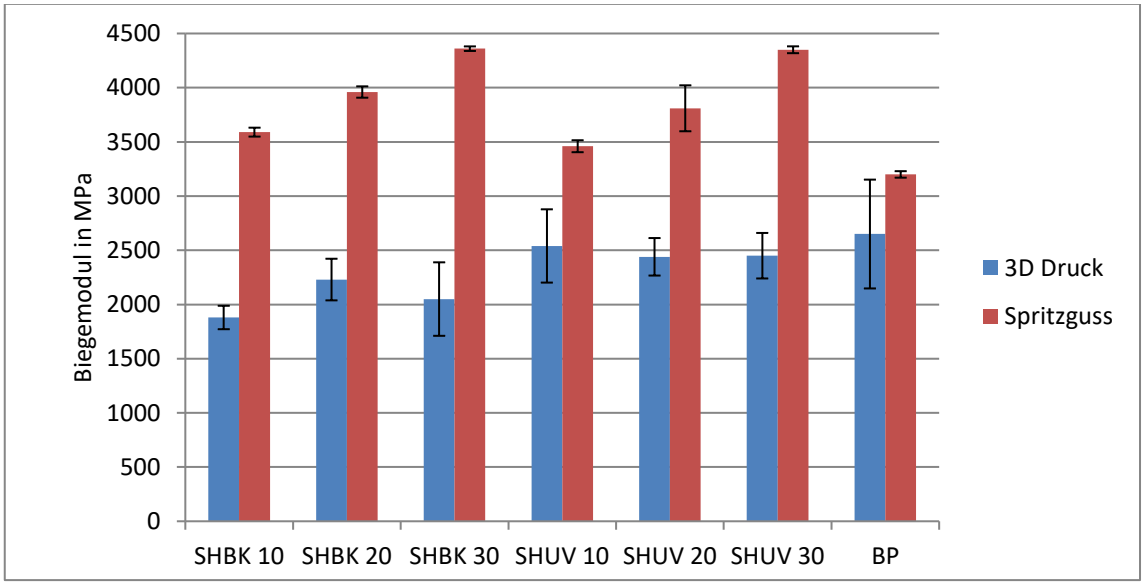

Abbildung 18: Biegemodul 3D-Druck und Spritzguss (Werte für BP/Spritzguss von Schönhammer, 2016)

Die teilweise hohen Standartabweichungen, speziell bei BP/3D-Druck lassen sich auf Messungenauigkeiten zurückführen.

Die oben genannten Interpretationen werden durch die Auswertung mit Statgraphics® genauer aufgezeigt und klargestellt. Um etwaige Unterschiede zwischen den beiden Ausgangsformen (unverarbeitet und brikettiert) des Rohmaterials aufzuzeigen wurden diese analysiert. Die Tabellen 10 und 11 enthalten die Ergebnisse der Varianzanalyse für das Biegemodul von 3D-Druck und Spritzguss.

Tabelle 10: ANOVA-Tabelle für Biegemodul in MPa nach Rohstoffausgangsform für 3D-Druck

Ursache	*Quadratsummen*	*FG*	*Mittl.Quadr.*	*F-Quotient*	*p-Wert*
Zwischen den Gruppen	1,89019E6	1	1,89019E6	29,17	0,0000
Innerhalb der Gruppen	2,59177E6	40	64794,3		
Total (Korr.)	4,48196E6	41			

Tabelle 11: ANOVA-Tabelle für Biegemodul in MPa nach Rohstoffausgangsform für Spritzguss

Ursache	*Quadratsummen*	*FG*	*Mittl.Quadr.*	*F-Quotient*	*p-Wert*
Zwischen den Gruppen	94288,1	1	94288,1	0,72	0,4001
Innerhalb der Gruppen	5,21E6	40	130332		
Total (Korr.)	5,31E6	41			

Bei einem F-Quotienten von 29,17, bei einer Probenanzahl von n = 41 und einem Signifikanz-Wert von 0,0000 in Tabelle 10 ergeben sich deutliche Unterschiede in Bezug auf die Ausgangsform der Kaffee-Silberhäutchen hinsichtlich des Biegemoduls. Der hohe F-Wert und der niedrige p-Wert veranschaulichen diese Verschiedenheit sehr gut, da ihre große Differenz den mit Abstand deutlichsten Unterschied aller hier getesteten mechanischen Eigenschaften kennzeichnet. Bei gleicher Probenanzahl, einem F-Quotienten von 0,72 und einer den Faktor p = 0,05 übersteigenden Signifikanz von 0,4001 ergibt die Analyse für den Spritzguss keine signifikanten Unterschiede. Die entsprechenden Grafiken zu den Tabellen, dargestellt in Abbildung 19 verdeutlichen die vorhandenen und nicht vorhandenen Unterschiede zwischen unverarbeiteten und brikettierten beziehungsweise zwischen 3D-Druck und Spritzguss weiter. Auch hier sind die signifikanten Unterschiede zwischen brikettierten und unverarbeiteten SH beim Einbringen in ein PLA/PHB Compound im Hinblick auf die Verwendung als 3D-Druck Filament deutlich. Dem 3D-Druck Box-Plot ist das höhere Biegemodul des Materialmixes mit unverarbeiteten SH zu entnehmen.

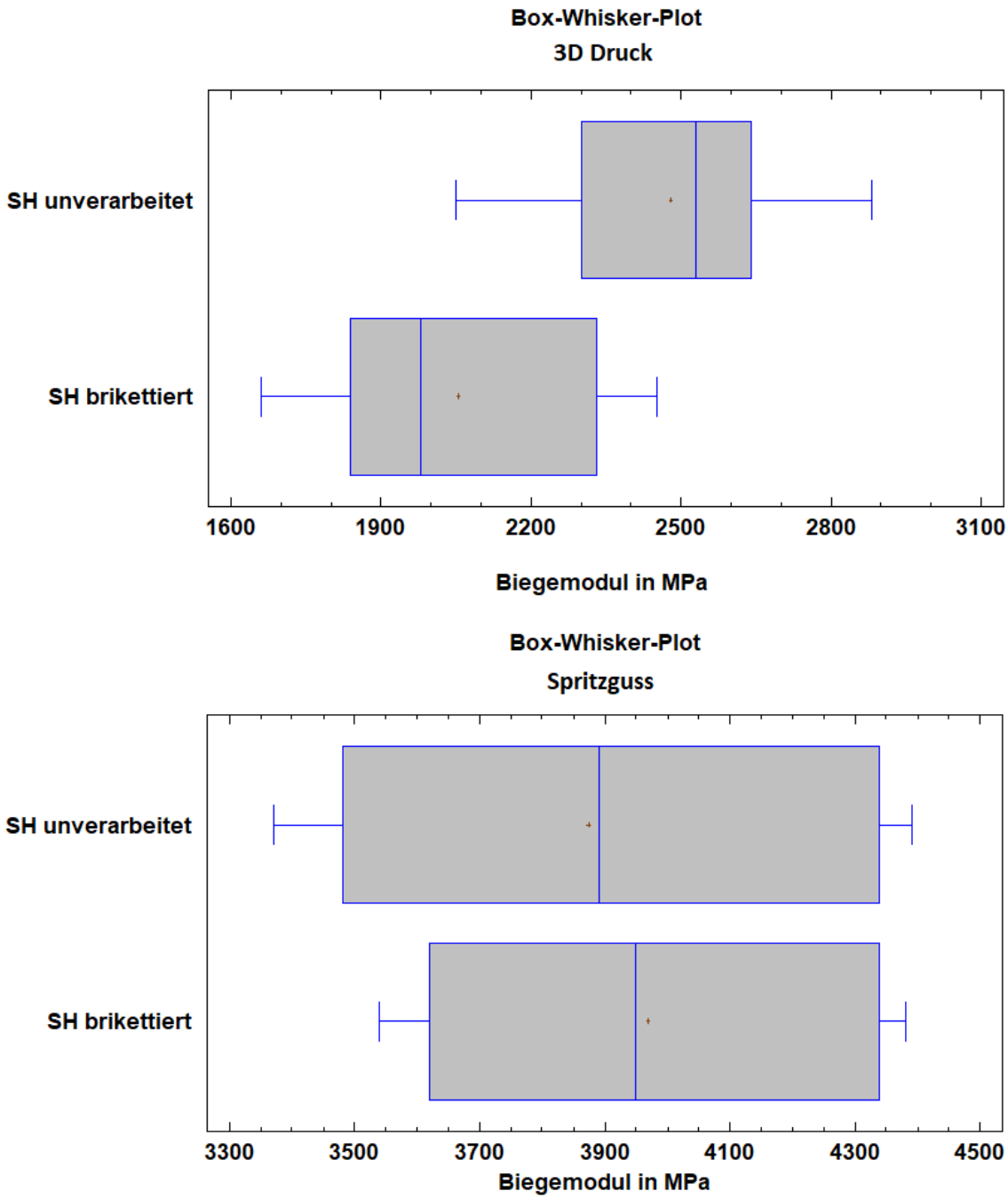

Abbildung 19: Vergleich Biegemodul von 3D-Druck und Spritzguss

3.3.1.2 Biegefestigkeit

Aus Abbildung 20 sind die Vergleichswerte der gespritzten und gedruckten Materialmischungen zu entnehmen. Erkennbar ist der generelle Trend hin zu einer verminderten Biegefestigkeit durch einen gesteigerten Füllstoffanteil. Ausgehend von den Werten für das Basispolymer ist bei beiden Herstellungsverfahren zuerst ein größerer Sprung hin zur Variante mit 10 % Silberhäutchenanteil und danach kleinere Sprünge hin zur Variante mit 30 % zu erkennen. Wieters ist auch ein großer Unterschied zwischen den 3D-gedruckten und den spritzgegossenen Varianten innerhalb der einzelnen Materialmischungen erkennbar.

Dabei wiesen die im Spritzgussverfahren hergestellten Teile generell eine deutlich höhere Biegefestigkeit auf als diejenigen Teile, welche im 3D-Druckverfahren erzeugt wurden.

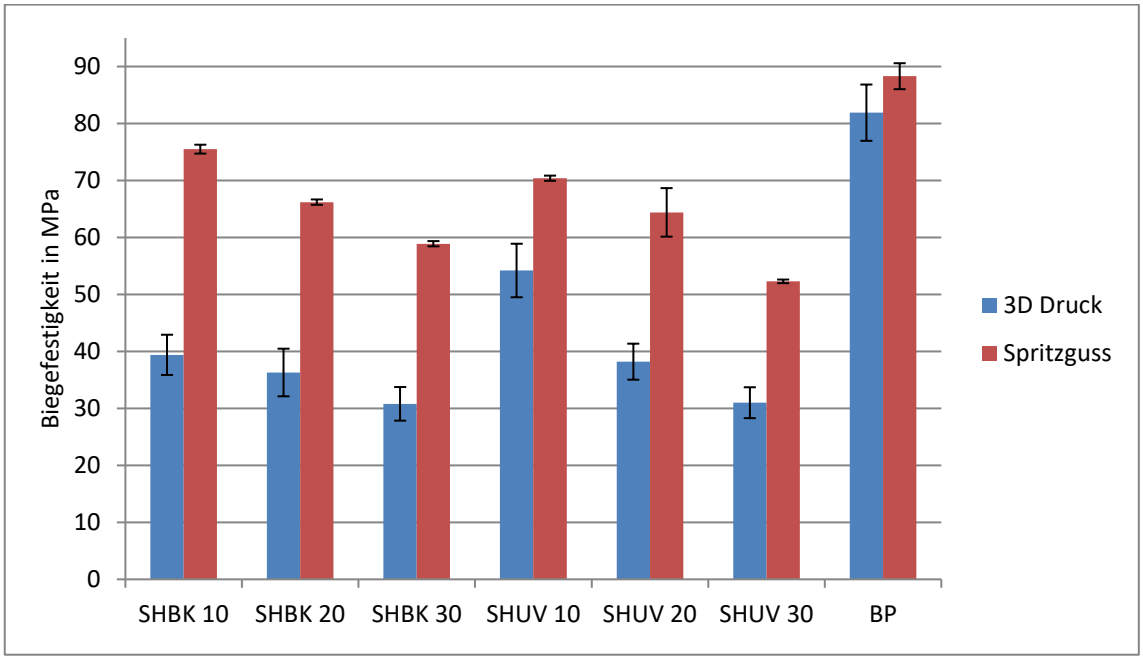

Abbildung 20: Biegefestigkeit 3D-Druck und Spritzguss (Werte für BP/Spritzguss von Schönhammer, 2016)

Wie auch bei der Analyse des Biegemoduls ergeben sich bei der Varianzanalyse der Unterschiede zwischen Compounds mit brikettierten bzw. unverarbeiteten SH im Zuge der Betrachtung der Biegefestigkeit nur signifikante Differenzen bei jener aus dem 3D-Druck. Die Werte aus Tabelle 12 und die Veranschaulichung derer im Box-Plot in Abbildung 21 stellen diesen Effekt wiederum dar.

Tabelle 12: ANOVA-Tabelle für Biegefestigkeit in MPa nach Rohstoffausgangsform für 3D-Druck

Ursache	*Quadratsummen*	*FG*	*Mittl.Quadr.*	*F-Quotient*	*p-Wert*
Zwischen den Gruppen	337,734	1	337,734	4,99	0,0312
Innerhalb der Gruppen	2709,33	40	67,7333		
Total (Korr.)	3047,06	41			

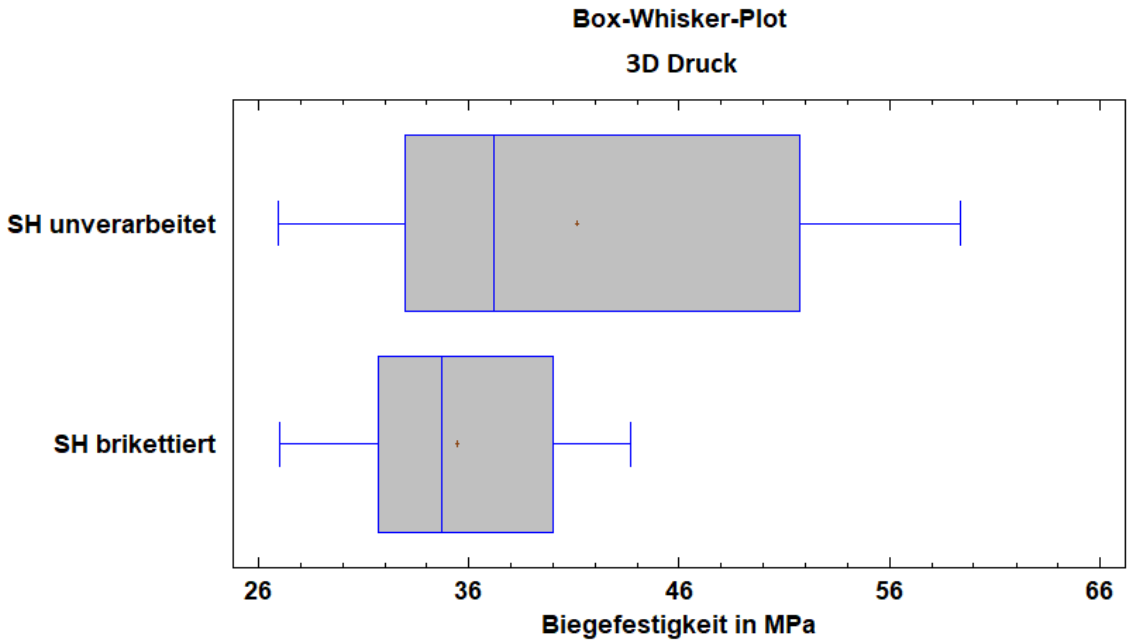

Abbildung 21: Vergleich Biegefestigkeit von 3D-Druck

Abbildung 21 zeigt zwar, dass die unverarbeiteten Kaffee-Silberhäutchen eine höhere Biegefestigkeit in der Gesamtheit der Varianten aufweisen. Bezieht man aber die in Abbildung 20 dargestellten Ergebnisse mit ein, so wird deutlich, dass dieser Differenz-Effekt am deutlichsten auf die Verbindungen mit 10 % SH-Anteil zutrifft ,dann aber mit zunehmendem Anteil am Gemisch abnimmt und bei einem SH-Anteil von 30 % beinahe verschwunden ist.

3.3.1.3 Biegedehnung (Dehnung bei Biegefestigkeit, Bruchdehnung)

Durch die Betrachtung von Abbildung 22 lassen sich folgende Erkenntnisse ablesen: Beim Basispolymer und bei allen Materialmischungen mit Kaffee-Silberhäutchen als Füllstoff übersteigt die maximal mögliche Dehnung der im 3D-Druckverfahren hergestellten Prüfkörper jene ihrer spritzgegossenen Vergleichskörper. Das Basispolymer weißt auch hier die höchsten Werte auf. Eine Besonderheit der SH-Mischungen liegt in der leicht ansteigende Tendenz der Messergebnisse der 3D-Druckergebnisse von SHUV10 hin zu SHUV30. Dabei ist die im Vergleich sehr hohe Standartabweichung bei SHUV30 zu beachten. Diese ist bedingt durch zwei besondere Testergebnisse hinsichtlich der Bruchdehnung welche sich mit 4,3 % und 4,4 % auf dem Niveau des Basispolymers befinden. Betrachtet man nun die Darstellung des SHUV Box-Plots in Abbildung 23 unten so fällt auf, dass Statgraphics® den Wert von 4,4 % als Ausreißer kennzeichnet. SHBK10 und SHUV10 weisen in der Spritzgussvariante die gleiche Bruchdehnung auf. Der Abglich der Werte mit 20 % und 30 % Füllstoff zeigt allerdings eine weniger große Absenkung der Bruchdehnung bei dem Compound aus unverarbeiteten Kaffee-Silberhäutchen.

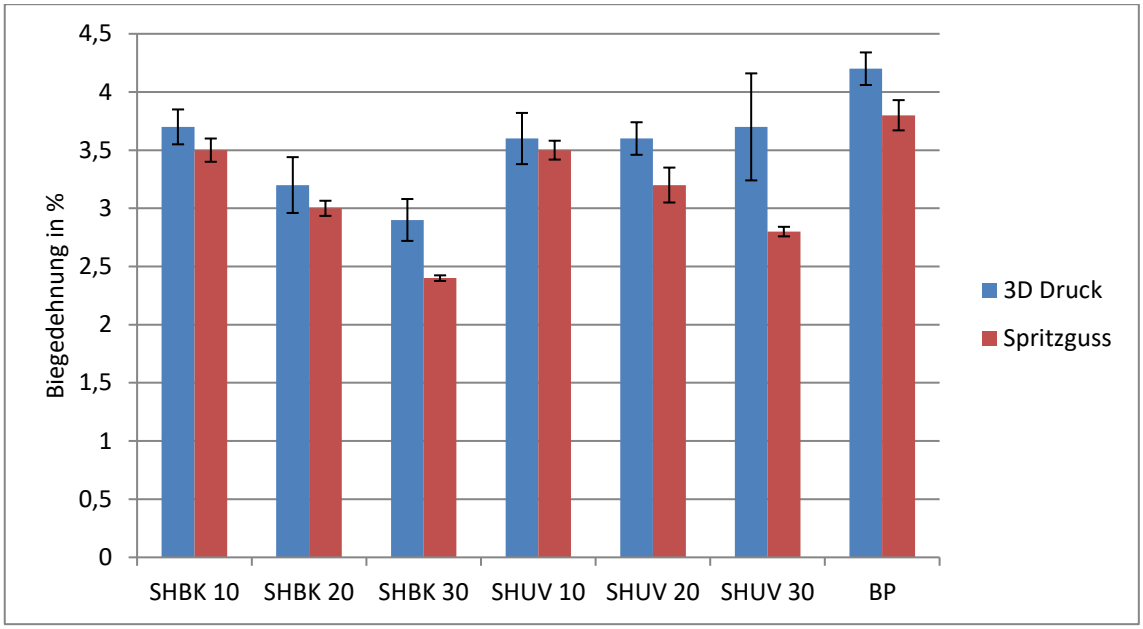

Abbildung 22: Biegedehnung 3D-Druck und Spritzguss (Werte für BP/Spritzguss von Schönhammer, 2016)

Bei der Varianzanalyse konnten signifikante Unterschiede zwischen den Ergebnissen der Compounds mit unverarbeiteten und brikettierten Silberhäutchen festgestellt werden. Dieser signifikante Unterschied zeigt sich wiederum nur bei den 3D-gedruckten Normprüfkörpern. Bei der Spritzguss-Variante ergeben sich keinerlei signifikante Unterschiede in dieser Hinsicht. Die entsprechenden Zahlenwerte sind aus Tabelle 13 zu entnehmen und die grafische Veranschaulichung erfolgt in den beiden Box-Whisker-Plots in Abbildung 23.

Tabelle 13: ANOVA-Tabelle für Biegedehnung in % nach Rohstoffausgangsform für 3D-Druck

Ursache	*Quadratsummen*	*FG*	*Mittl.Quadr.*	*F-Quotient*	*p-Wert*
Zwischen den Gruppen	1,48595	1	1,48595	12,28	0,0011
Innerhalb der Gruppen	4,83905	40	0,120976		
Total (Korr.)	6,325	41			

Bei weiterer Betrachtung von Abbildung 23 ist erkennbar, dass auch im Fall der Biegedehnung die Verwendung der unverarbeiteten Silberhäutchen höhere Werte ergibt. Deutlich wird das vor allem durch die Unterschiede zwischen den Medianen.

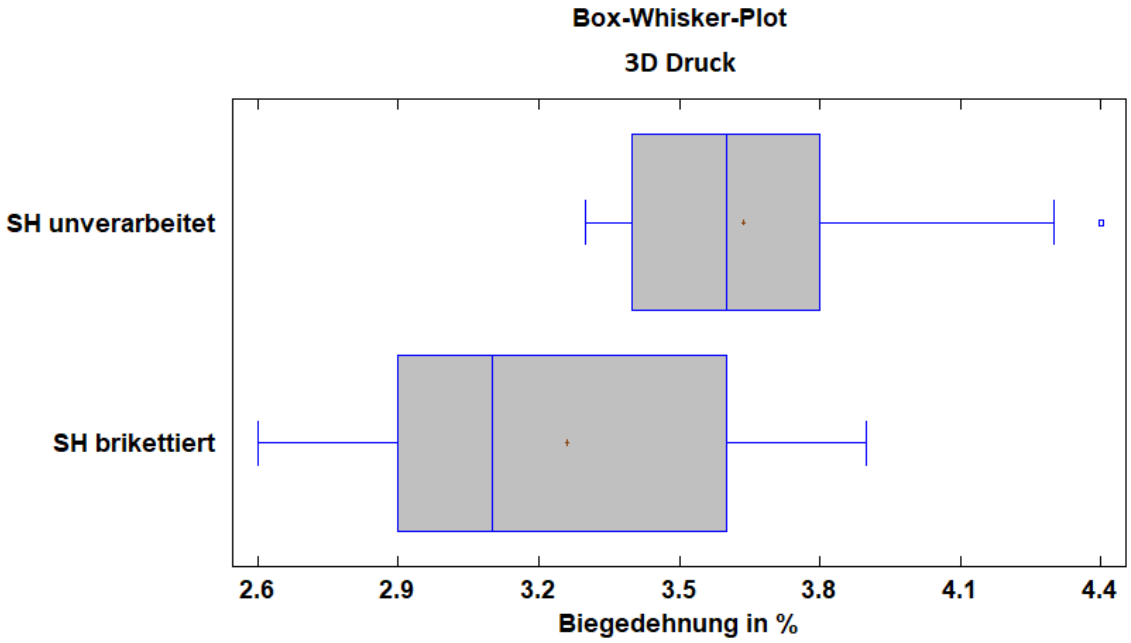

Abbildung 23: Vergleich Biegedehnung von 3D-Druck

3.3.1.4 Schlagzähigkeit

Auch die Prüfung der Schlagzähigkeit ergab größere Unterschiede zwischen den einzelnen Testreihen. Abbildung 24 zeigt, dass vor allem die Basispolymermischung große Unterschiede zwischen der 3D-Druck und der Spritzguss Variante aufweist. Allgemein weißen die spritzgegossenen Materialien eine deutlich höhere Schlagzähigkeit auf als die gleichen Materialen aus dem 3D-Drucker. Die Spannweite der Unterschiede nimmt aber mit zunehmendem Füllstoffanteil ab obwohl die Schlagzähigkeit damit auch generell abnimmt. Es ist jedoch erkennbar, dass sich jene der 3D-gedruckten Materialmischungen weniger stark vermindert. Heraus sticht das niedrige Ergebnis für die 3D-Druckvariante von SHUV20 obwohl keinerlei Veränderungen der Druckeinstellungen vorgenommen wurden.

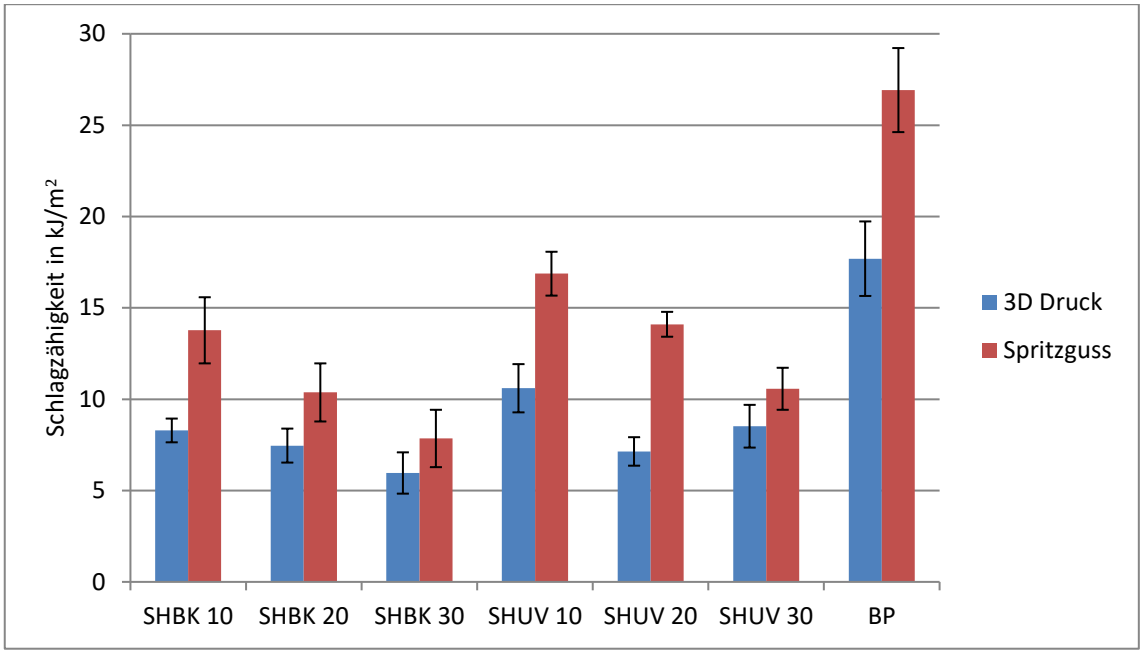

Abbildung 24: Schlagzähigkeit 3D-Druck und Spritzguss (Werte für BP/Spritzguss von Schönhammer, 2016)

Im Fall der Schlagzähigkeit ergeben sich sowohl bei den Compounds mit unverarbeiteten als auch bei jenen mit brikettierten SH signifikante Unterschiede. Diese werden bei der Betrachtung der Zahlenwerte aus den Tabellen 14 und 15 verdeutlicht. Bei einem F-Wert von 18,39 und einem p-Wert von 0,0001 weisen die drei Spritzgussvarianten eine höhere Differenz zwischen diesen Faktoren auf als es bei den 3D-Druckvarianten mit einem F-Wert von 13,69 und einem p-Wert von 0,0005 der Fall ist. Beiden Varianten liegen die Messungen von 59 Proben zu Grunde. Die erwähnte höhere Differenz zeigt, dass die Unterschiede der Auswirkungen von unverarbeiteten und brikettierten SH auf die Schlagzähigkeit bei den spritzgegossenen Compounds deutlicher sind als die Unterschiede bei den 3D-gedruckten.

Tabelle 14: ANOVA-Tabelle für Schlagzähigkeit in kJ/m² nach Rohstoffausgangsform für 3D-Druck

Ursache	*Quadratsummen*	*FG*	*Mittl.Quadr.*	*F-Quotient*	*p-Wert*
Zwischen den Gruppen	34,2619	1	34,2619	13,69	0,0005
Innerhalb der Gruppen	145,194	58	2,50335		
Total (Korr.)	179,456	59			

Tabelle 15: ANOVA-Tabelle für Schlagzähigkeit in kJ/m² nach Rohstoffausgangsform für Spritzguss

Ursache	*Quadratsummen*	*FG*	*Mittl.Quadr.*	*F-Quotient*	*p-Wert*
Zwischen den Gruppen	152,1	1	152,1	18,39	0,0001
Innerhalb der Gruppen	479,606	58	8,26907		
Total (Korr.)	631,706	59			

Die beiden Grafiken mit Box-Plots in Abbildung 25 veranschaulichen wiederum, dass auch bei der Schlagzähigkeit die Materialmischungen mit unverarbeiteten

SH, sowohl beim Spritzguss als auch beim 3D-Druck, höhere Werte aufweisen. Im Vergleich der beiden Grafiken ist auch die schon in den Säulendarstellungen von Abbildung 24 erkennbare deutlich höhere Schlagzähigkeit der Spritzguss-varianten sichtbar.

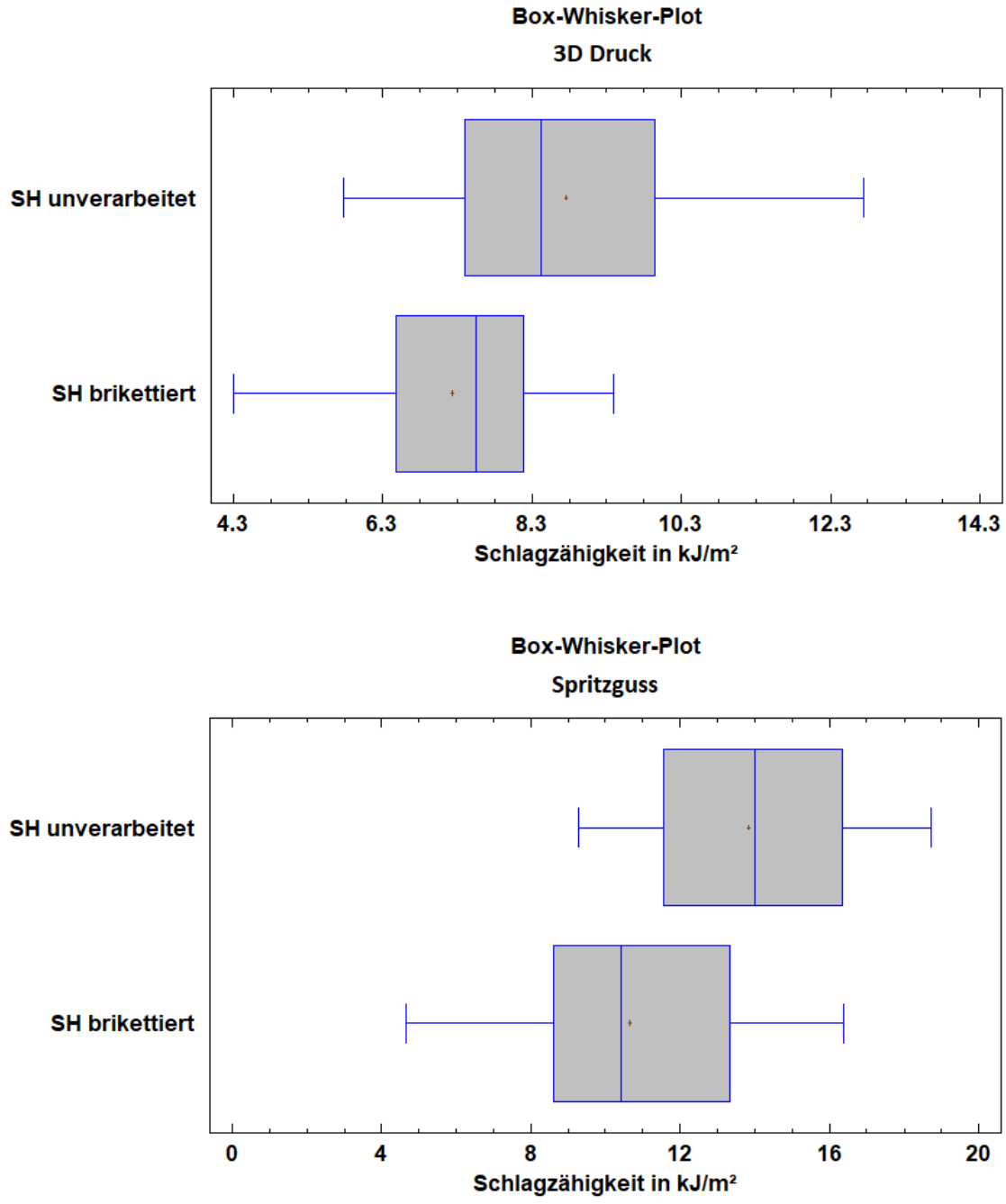

Abbildung 25: Vergleich Schlagzähigkeit von 3D-Druck und Spritzguss

3.3.2 Elektronenmikroskop Vergleich

Die Betrachtung der Bruchkanten von verschiedenen Normprüfkörpern durch das Rasterelektronenmikroskop (REM) gab Einblick in den Aufbau und die Ausformung der Compounds in 3D-gedruckter Form. In Abbildung 26 sind links die

Bruchfläche des reinen Basispolymers und rechts, stellvertretend für alle SH Compounds, jene von SHBK20 bei 40-facher Vergrößerung dargestellt. Ein Vergleich der beiden Bruchkanten zeigt die klar ausgeformten Hohlräume (schwarz) zwischen den einzelnen Strängen (grau) in jeder Schicht des BP. Die einzelnen Schichten waren untereinander sehr gut verbunden und selbst bei 500-facher Vergrößerung waren keine klaren Trennlinien erkennbar. Allen Silberhäutchen Filamenten ist gemein, dass sie sich nicht nur zwischen den Schichten nahtlos verbunden haben, sondern auch fast ausnahmslos zwischen den Strängen. Typisch für den reinen Kunststoff im BP Filament ist die glatte Bruchfläche ohne Einschlüsse. Im Gegensatz dazu sind bei allen SH Filamenten (auch aus dem Spritzguss) die Eingeschlossenen Naturstoffpartikel und die bei den hohen Verarbeitungstemperaturen entstandenen Gasblasen auf der zerklüfteten Bruchfläche zu erkennen.

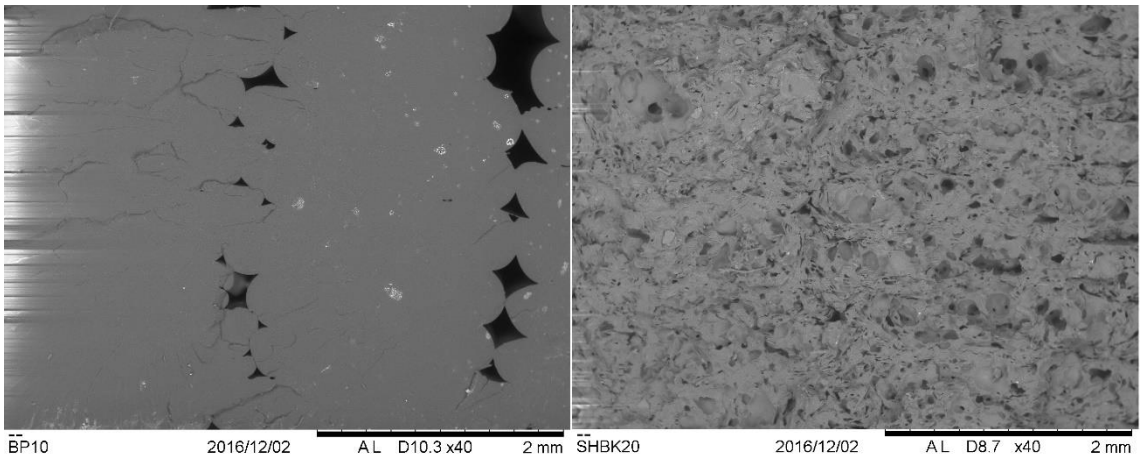

Abbildung 26: Bruchflächen des 3D-gedruckten Basispolymers (li.) im Kontrast zu einem SH Compound (re.) unter dem REM bei 40-facher Vergrößerung

Abbildung 27 dient zum Vergleich der Bruchkanten bei unterschiedlichen Silberhäutchen Gehalte. Dazu sind die Ergebnisse von SHBK in den oberen und die von SHUV in den unteren drei Bildern bei 80-facher Vergrößerung dargestellt. Allgemein nimmt die Differenzierung der Strukturen bei beiden Rohstoffausgangsformen mit zu nehmendem Gehalt an der Materialmischung zu. Die Strukturen werden kleinräumiger und es sind keine größeren Flächen mit reinem Kunststoff zu erkennen. Die groben Strukturen der 10-prozentigen Filamente sind bei 30% SH-Anteil verschwunden. Bei den SHBK Compounds sinkt die Anzahl und der Durchmesser der durch Gasblasen entstandenen Hohlräume mit zunehmendem SH Gehalt. Im linken Bild bei SHBK10 sind diese noch klar als relativ große schwarze Punkte zu erkenne. Bei SHBK20 und SHBK30 sind nur mehr sehr kleine Hohlräume zu erkennen. Im Unterschied dazu weißt vor allem das Bild rechts unten von SHUV30 eine große Anzahl an Gasblasen

auf. Daneben sind keine deutlichen Unterschiede zwischen SHBK und SHUV im direkten Vergleich erkennbar.

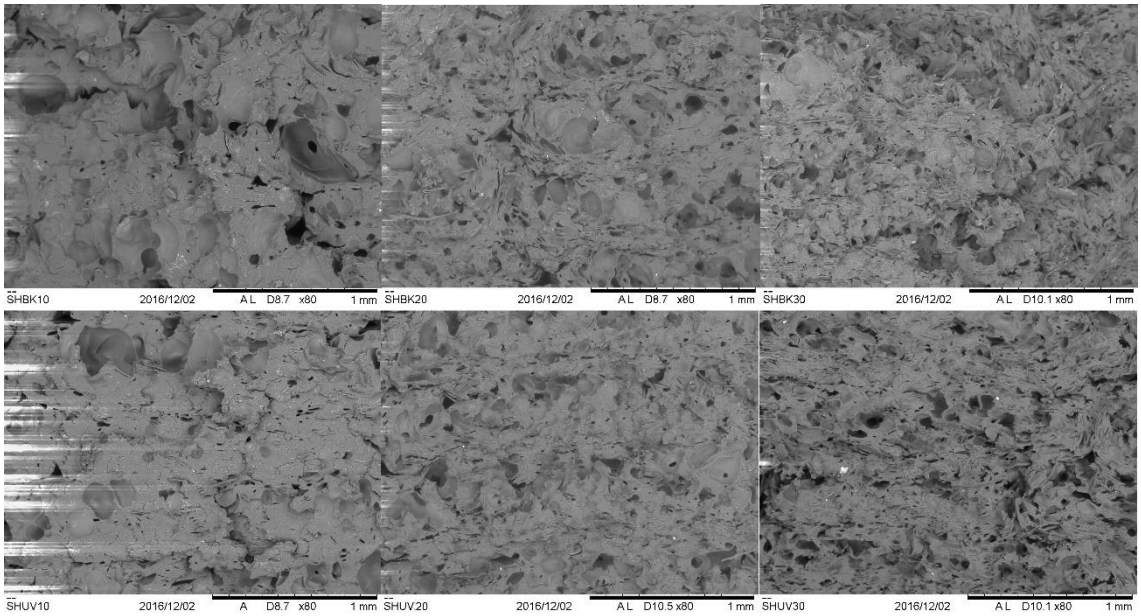

Abbildung 27: Bruchflächen der 3D-gedruckten Compounds mit 10% (li.), 20% (mi.) und 30% (re.) SH-Anteil jeweils von SHBK (o.) und SHUV (u.)

In Abbildung 28 sind die drei unterschiedlichen Vergrößerungsstufen der REM Betrachtung von 40-, 80-, und 500-facher Vergrößerung untereinander dargestellt. Alle Bilder stammen von der Materialmischung SHBK30 und stellen links wiederum die Bruchfläche eines Normprüfkörpers und rechts die Bruchkante des beim 3D-Druck verwendeten Filaments dar. Die zuvor bereits beschriebenen Strukturen von Kunststoff, Einschlüssen, Naturstoffen und Hohlräumen sind auch hier wieder erkennbar. Am besten sind die Unterschiede im Erscheinungsbild der einzelnen Stoffe bei 500-facher (links unten) Vergrößerung zu sehen. Die Ansammlungen von sehr feinen Fragmenten zwischen größeren Reinstoff Strukturen und auch ein Hohlraum (schwarz) ist wiederum erkennbar. Vor allem das im Extruder hergestellte Filament weißt bei einem SH Gehalt von 30% eine extrem hohe Anzahl dieser Gasblasen auf. Diese Hohlräume und auch die anderen feinen Strukturen sind wieder bei 500-facher Vergrößerung (rechts unten) sehr gut zu erkennen. Die Filamente mit weniger Naturstoffgehalt weisen auch in einem entsprechenden Maß weniger Hohlräume und eine gröbere Struktur auf. Der Querschnitt der Prüfkörper zeigt in allen Vergrößerungsstufen und bei allen Compounds eine sehr gleichmäßige Struktur. Das ist bei im FDM Druckverfahren hergestellten Objekten nicht immer der Fall.

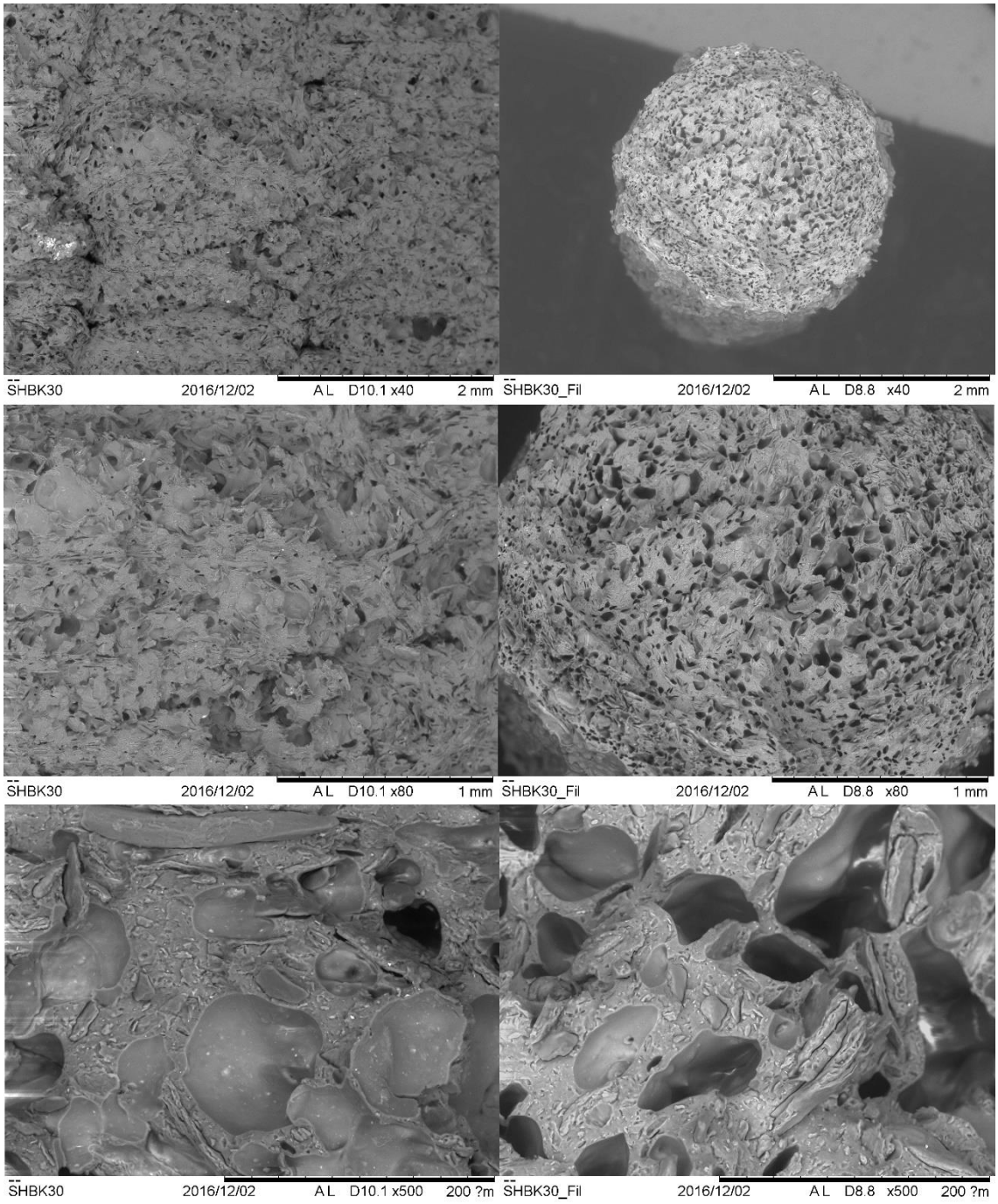

Abbildung 28: Bruchfläche des als Biegestab 3D-gedruckten SHBK 30% Compounds (links) und des dafür Verwendeten SHBK 30 % Compoundfilaments (rechts)

3.4 Spritzguss der Kaffeebecher

Da Kaffeesatz in Kombination mit Kunststoffen (auch mit Kunststoffen aus nachwachsenden Rohstoffen möglich) bereits erfolgreich zur Produktion von hochwertigen und haltbaren Kaffee Tassen verwendet wird (wie etwar vom Unternehmen „kaffeeform“) wurden auch weitere Spritzgussversuche mit Silberhäutchen Compounds durchgeführt. In Abbildung 29 sind zwei der spritzgegossenen Kaffeebecher dargestellt. Der Linke entspricht jenem Erscheinungsbild mit welchem die Becher aus der Spritzgussmaschine kommen. Die 0berfläche weist zahlreiche Verfärbungen auf und ist weiters leicht Rau und uneben. Durch

diese besondere Optik und Haptik verbindet der Benutzer damit sofort die Eigenschaften eines Naturproduktes. Der Rechte wurde zuerst mit einer Schleifmaschine unter Verwendung eines Schleifpapieres mit einer 240er Körnung nach CAMI entgratet und anschließend in eine rotierende Vorrichtung gespannt um die Oberfläche durch Schleifpapier mit einer 1000er Körnung nach CAMI zu behandeln. Dadurch wurde der Großteil der hellen Verfärbungen an der Außenseite entfernt und es ergab sich eine gleichmäßige und glatte Oberfläche.

Abbildung 29: Spritzgegossenen Becher aus Silberhäutchen Compound

3.5 Trockenverpressen

Bei den Vorversuchen mit den unverarbeiteten Silberhäutchen zeigte sich ein sehr differenziertes Bild. Die unterschiedlichen Strukturen sind in Abbildung 30 zu erkennen. Der Übergang von fest verpresstem zu noch lockerem Material erfolgte in den Platten sehr abrupt. Außerdem enthielten die Platten unregelmäßig verteilte, verkohlte und teilweise auch feuchte Stellen. Es waren auch Lufteinschlüsse zu erkennen und die Vorder- sowie die Rückseite waren unterschiedlich stark von diesen Beeinträchtigungen und Unebenheiten betroffen. Der Übergang vom festverpressten Zentrum der Platten zum lockeren Randbereich ist durch das Nachaußengleiten der Silberhäutchenmasse während des Pressvorganges bedingt. Weiters ließ sich aber kein Muster bei den anderen aufgetretenen Erscheinungen erkennen. Feuchte und verkohlte Stellen waren innerhalb der unterschiedlichen Platten unregelmäßig verteilt beziehungsweise ist beides auch nicht bei allen Versuchen aufgetreten. Außerdem variierten vor allem die verkohlten Stellen stark in Ausformung und Größe.

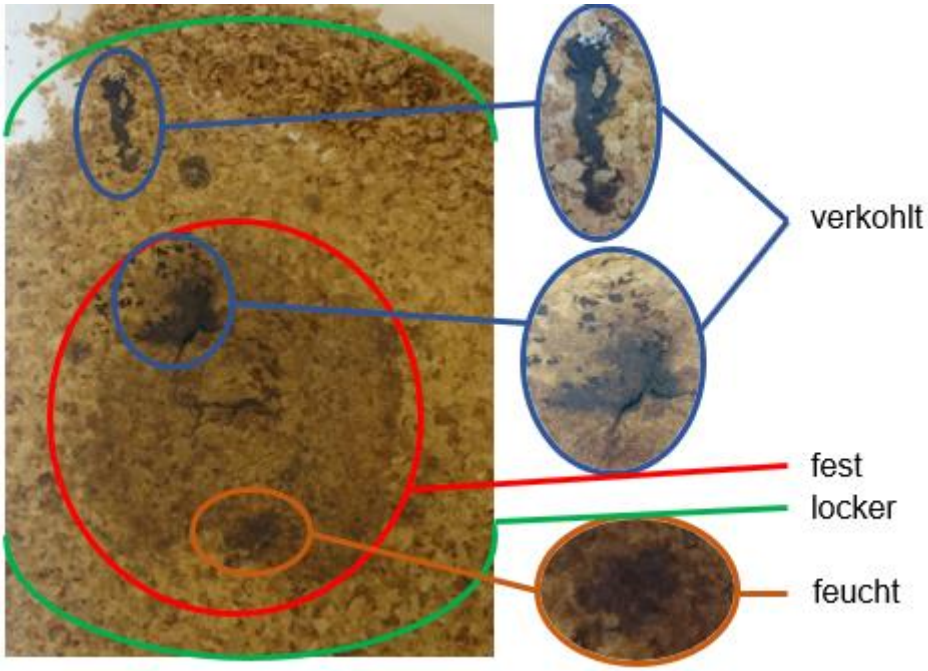

Abbildung 30: erster Pressversuch

Die bereits genannten Schwierigkeiten führten dazu, dass das Ausgangsmaterial für weitere Versuche in verschiedenen Stufen gemahlen wurde. Ein Teil des Mahlgutes wurde in diesem Zustand verpresst, ein anderer wurde weiter zu Pellets verarbeitet.

3.5.1 Mechanische Eigenschaften der Stempelpressungen

Die Normprüfkörper, die aus den mit einem Stahlstempel trockenverpressten SH Mahlgut erzeugt wurden, wurden ebenfalls einer 3-Punkt Biegeprüfung und einer Schlagprüfung unterzogen. Ein Teil einer fertigen Platte, sowie ein zurechtgeschnittener Biegestab, und ein gebrochener Biegestab von SHBK 0,5 mm (links) und SHBK 0,12 mm (rechts) sind in Abbildung 31 dargestellt.

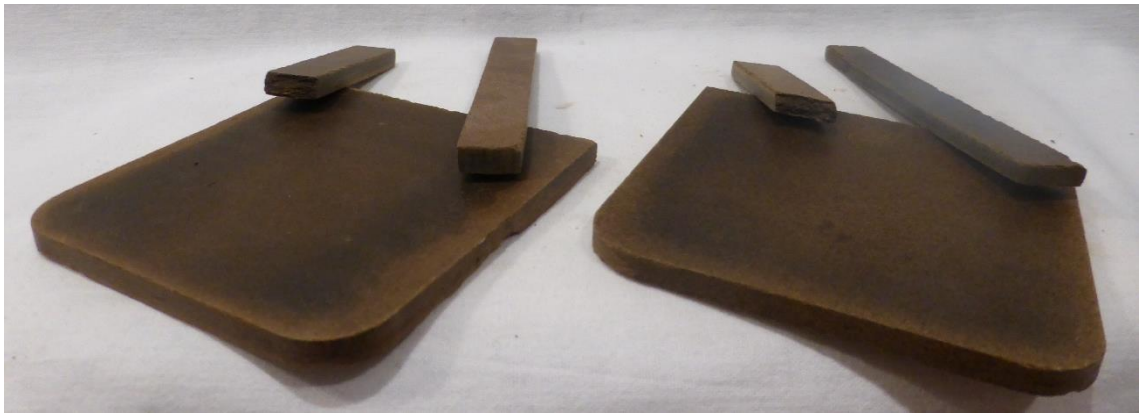

Abbildung 31: Mit Stempel verpresste Platten und daraus gewonnene Normprüfkörper

Die Ergebnisse der mechanischen Prüfungen wurden wieder mit Hilfe von Statgraphiks durch eine Varianzanalyse ausgewertet. Im Fall der trockenverpress-

ten Silberhäutchen konnten dabei keine signifikanten Unterschiede, zwischen dem in seiner Ausgangsform unverarbeiteten bzw. brikettierten Rohstoff, festgestellt werden. Diese nicht signifikanten Unterschiede beziehen sich wiederum auf die in dieser Arbeit getesteten mechanischen Parameter Biegemodul, Biegefestigkeit, Biegedehnung und Schlagzähigkeit. Die Testung der unterschiedlichen Mahlgrade, in der die SH Ausgangsformen verpresst wurden, ergab hingegen signifikante Unterschiede bei allen getesteten mechanischen Eigenschaften. Zusätzlich zur Einfachen Varianzanalyse wurde in Statgraphiks für alle Arten und Varianten der Pressung auch immer ein Multipler Mittelwertvergleich durchgeführt. Die daraus resultierenden Ergebnisse sind im Anhang in Tabelle 33 zu finden.

3.5.1.1 Biegemodul

Im Hinblick auf das Biegemodul gibt es signifikante Unterschiede zwischen den drei Mahlgrößen. Bei einer Anzahl von 41 geprüften Proben ergab die Auswertung in Tabelle 16 einen F-Wert von 14,44 und einen p-Wert von 0,0000.

Tabelle 16: ANOVA-Tabelle für Biegemodul in MPa nach SH Mahlgrad in mm

Ursache	*Quadratsummen*	*FG*	*Mittl.Quadr.*	*F-Quotient*	*p-Wert*
Zwischen den Gruppen	2,66E7	2	1,33E7	14,44	0,0000
Innerhalb der Gruppen	3,59E7	39	921409		
Total (Korr.)	6,25E7	41			

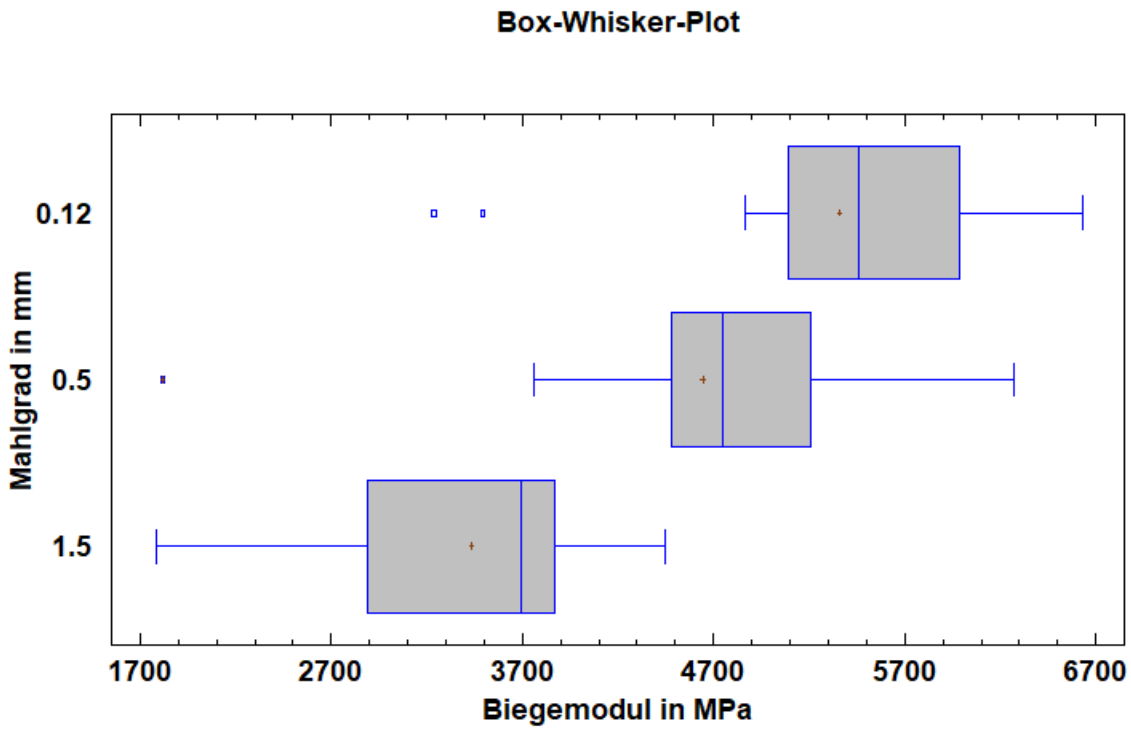

Abbildung 32: Vergleich Biegemodul nach Trockenpressung

Aus Abbildung 32 geht weiters hervor, dass sich mit sinkender Partikelgröße des Silberhäutchen Materials, welches zu Platten verpresst wurde, auch das

Biegemodul erhöht. Trotz der Ausreißer bei 0,12 mm und 0,5 mm ist auch erkennbar, dass dieser Anstieg relativ gleichmäßig mit der Reduktion der Mahlgröße korreliert. Dazu ist der deutlich geringere Größenunterschied zwischen den Varianten 0,12 mm und 0,5 mm in einem ebenfalls geringerem unterschied bei dem gemessenen Biegemodul zu beachten, als es bei dem größeren Unterschieden zwischen 1,5 mm und 0,5 mm der Fall ist. Dabei ist aber zu beachten, dass der Multiple Mittelwertvergleich der Biegemodul Testergebnisse nur zwischen den Varianten 1,5 mm und 0,5 mm sowie zwischen 1,5 mm und 0,12 mm einen signifikanten Unterschied bescheinigt und nicht zwischen 0,5 mm und 0,12 mm. Die Werte dazu sind in Tabelle 33 im Anhang zu finden.

3.5.1.2 Biegefestigkeit

Auch im Hinblick auf die Biegefestigkeit ergeben sich bei dieser Art von Pressung signifikante Unterschiede zwischen den verwendeten Mahlgrößen der Silberhäutchen wie die Werte aus Tabelle 17 zeigen.

Tabelle 17: ANOVA-Tabelle für Biegefestigkeit in MPa nach SH Mahlgrad in mm

Ursache	*Quadratsummen*	*FG*	*Mittl.Quadr.*	*F-Quotient*	*p-Wert*
Zwischen den Gruppen	443,204	2	221,602	16,25	0,0000
Innerhalb der Gruppen	531,906	39	13,6386		
Total (Korr.)	975,111	41			

Die Box-Plots in Abbildung 33 veranschaulichen die signifikanten Unterschiede zwischen den Varianten 1,5 mm und 0,5 mm beziehungsweise die kaum vorhandenen Unterschiede zwischen den beiden feineren Mahlgrößen in Bezug auf die Biegefestigkeit.

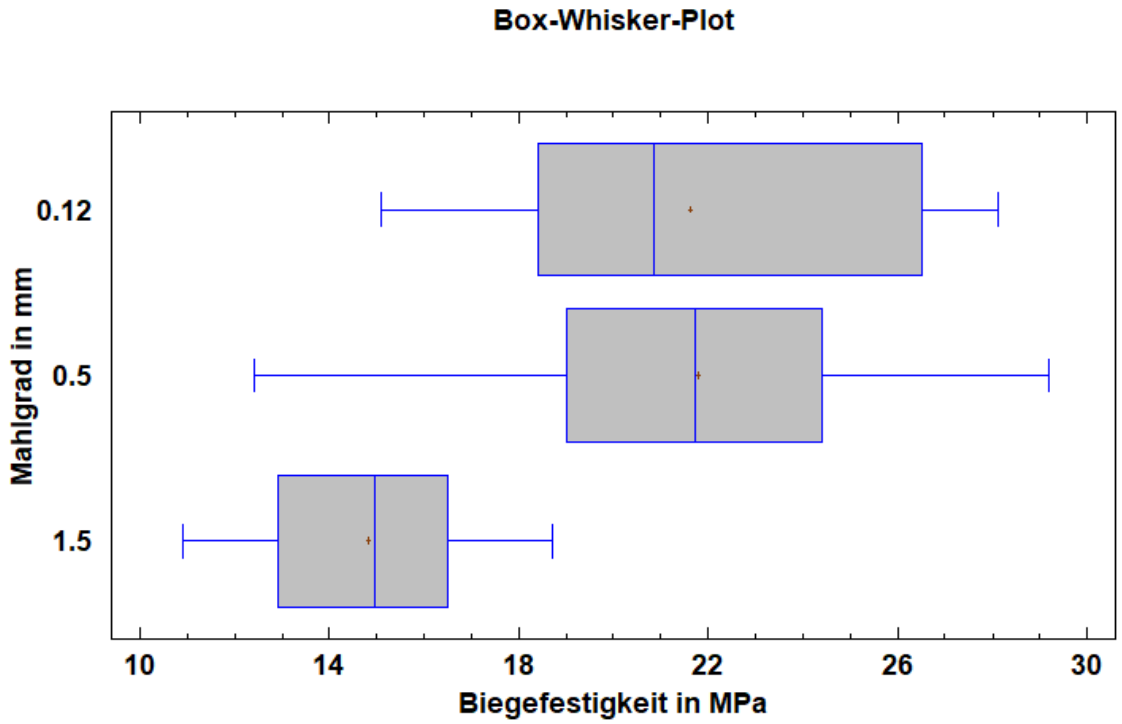

Abbildung 33: Vergleich Biegefestigkeit nach Trockenpressung

Wie schon aus den Box-Whisker-Plots entnommen zeigt sich auch beim Multiplen Mittelwertvergleich der getesteten Biegemodule, dass im Gegensatz zu den anderen beiden Vergleichen (1,5 mm / 0,5 mm und 1,5 mm / 0,12 mm), zwischen den Mittelwerten der auf unter 0,5 mm gemahlenen Silberhäutchen und jenen auf unter 0,12 mm zerkleinert kein signifikanter Unterschied besteht. Die Werte des Multiplen Mittelwertvergleich sind wieder in Tabelle 33 im Anhang zu finden.

3.5.1.3 Biegedehnung

Die signifikanten Unterschiede zwischen den einzelnen Fragmentgrößen Gruppen weisen mit einem F-Quotienten von 31,22 und einem Signifikanzwert von 0,0000 in Tabelle 18 die größte Differenz aller getesteten mechanischen Eigenschaften für diese Verarbeitungsart auf. Damit wurden die Unterschiede zwischen den drei Mahlgraden hier bei der Bruchdehnung am deutlichsten.

Tabelle 18: ANOVA-Tabelle für Biegedehnung in % nach SH Mahlgrad in mm

Ursache	*Quadratsummen*	*FG*	*Mittl.Quadr.*	*F-Quotient*	*p-Wert*
Zwischen den Gruppen	0,993005	2	0,496502	31,22	0,0000
Innerhalb der Gruppen	0,620236	39	0,0159035		
Total (Korr.)	16,1324	41			

Wie in Abbildung 34 zu erkennen ist, vermindert sich die Biegedehnung mit abnehmender Partikelgröße deutlich. Dieser Trend ist wiederum trotz eines Ausreißers bei der 0,12 mm Mahlgradvariante deutlich aus der Darstellung erkennbar.

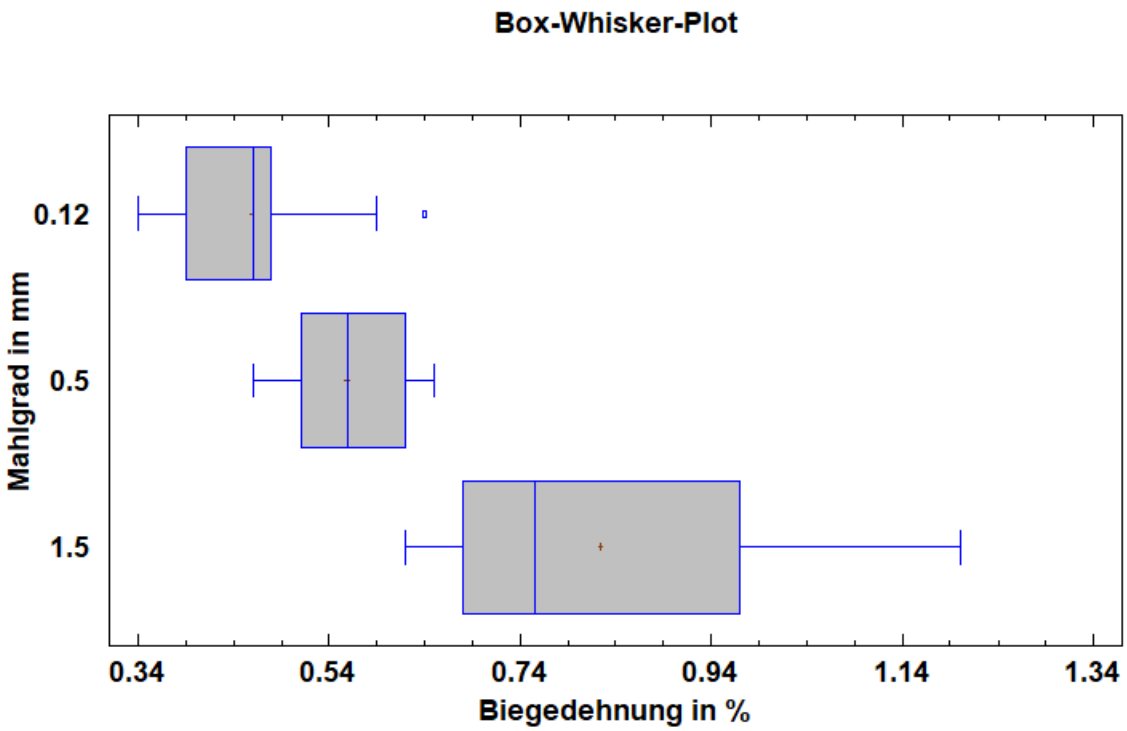

Abbildung 34: Vergleich Biegedehnung nach Trockenpressung

Der Multiple Mittelwertvergleich bestätigt weiters die signifikanten Unterschiede zwischen allen drei Mahlgradvarianten (siehe Tabelle 33 im Anhang).

3.5.1.4 Schlagzähigkeit

Die aus Tabelle 19 zu entnehmenden F- und p-Werte weisen bei der hier getesteten Schlagzähigkeit mit Abstand die geringste Differenz aller getesteten mechanischen Eigenschaften der Stempelpressungen auf. Damit werden die Unterschiede zwischen den drei Varianten hier weniger deutlich als bei den anderen drei getesteten Pressergebnissen.

Tabelle 19: ANOVA-Tabelle für Schlagzähigkeit in kJ/m² nach SH Mahlgrad in mm

Ursache	*Quadratsummen*	*FG*	*Mittl.Quadr.*	*F-Quotient*	*p-Wert*
Zwischen den Gruppen	0,345773	2	0,172887	4,09	0,0000
Innerhalb der Gruppen	2,40745	57	0,0422359		
Total (Korr.)	2,75322	59			

In Abbildung 35 sind die Ergebnisse der Schlagzähigkeitsprüfung für die trockenverpressten Silberhäutchen graphisch dargestellt. Die Schlagzähigkeit steigert sich bei einer Reduktion des Mahlgrades von 1,5 mm auf 0,5 mm. Darunter ist keine Erhöhung mehr festzustellen. Zu beachten ist auch die im Vergleich der drei Mahlgradvarianten hohe Standartabweichung der 0,12 mm Variante und die als Punkte links und rechts der Box-Plots dargestellten Ausreißer der anderen beiden Varianten.

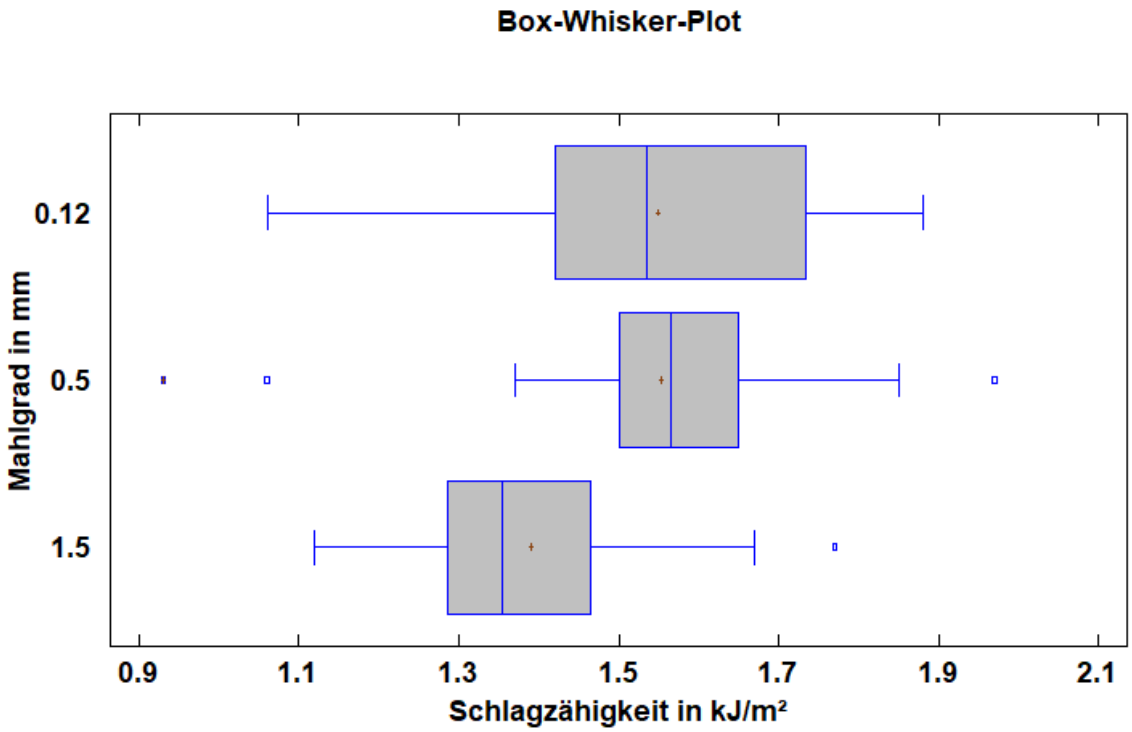

Abbildung 35: Vergleich Schlagzähigkeit nach Trockenpressung

Wie schon bei der Testung des Biegemoduls und der Biegefestigkeit zeigt der Multiple Mittelwertvergleich auch bei der Schlagzähigkeit keinen signifikanten Unterschied zwischen den 0,5 und 0,12 mm Varianten.

3.5.2 Elektronenmikroskop Vergleich der Stempelpressung

Die Betrachtung der Bruchflächen der verpressten Normprüfkörper unter dem REM ermöglicht einen weiteren Vergleich der unterschiedlichen Mahlgrade. Die beiden Rohstoffausgangsformen zeigen auch hier keine besonderen Unterschiede zu einander. Abbildung 36 zeigt die Bruchflächen der SH Prüfkörper. Jede Spalte entspricht einem der drei getesteten Mahlgrade. Links 1,5 mm, 0,5 mm in der Mitte und 0,12 mm rechts. Die Zeilen entsprechen den verschiedenen Vergrößerungsstufen von 40-fach (oben), 80-fach (Mitte) und 500-fach (unten). Die unterschiedlich feinen Strukturen bedingt durch die Mahlgröße sind bei der relativ großflächigen Betrachtung mit 40- und 80-facher Vergrößerung gut zu erkennen. Bei 500-facher Vergrößerung ergeben sich keine großen optischen Unterschiede bei der Partikelgröße die auf den Mahlgrad schließen lassen. Sehr wohl zu erkennen sind aber der noch eher großflächig geschichtete Aufbau bei 1,5 mm und die diffusere und kleinräumigere Struktur bei 0,12 mm.
Es sind auch kleine Hohlräume (schwarz), vor allem bei 500-facher Vergrößerung ersichtlich, welche mit abnehmender Partikelgröße auch in ihrer Ausformung hin kleiner werden.

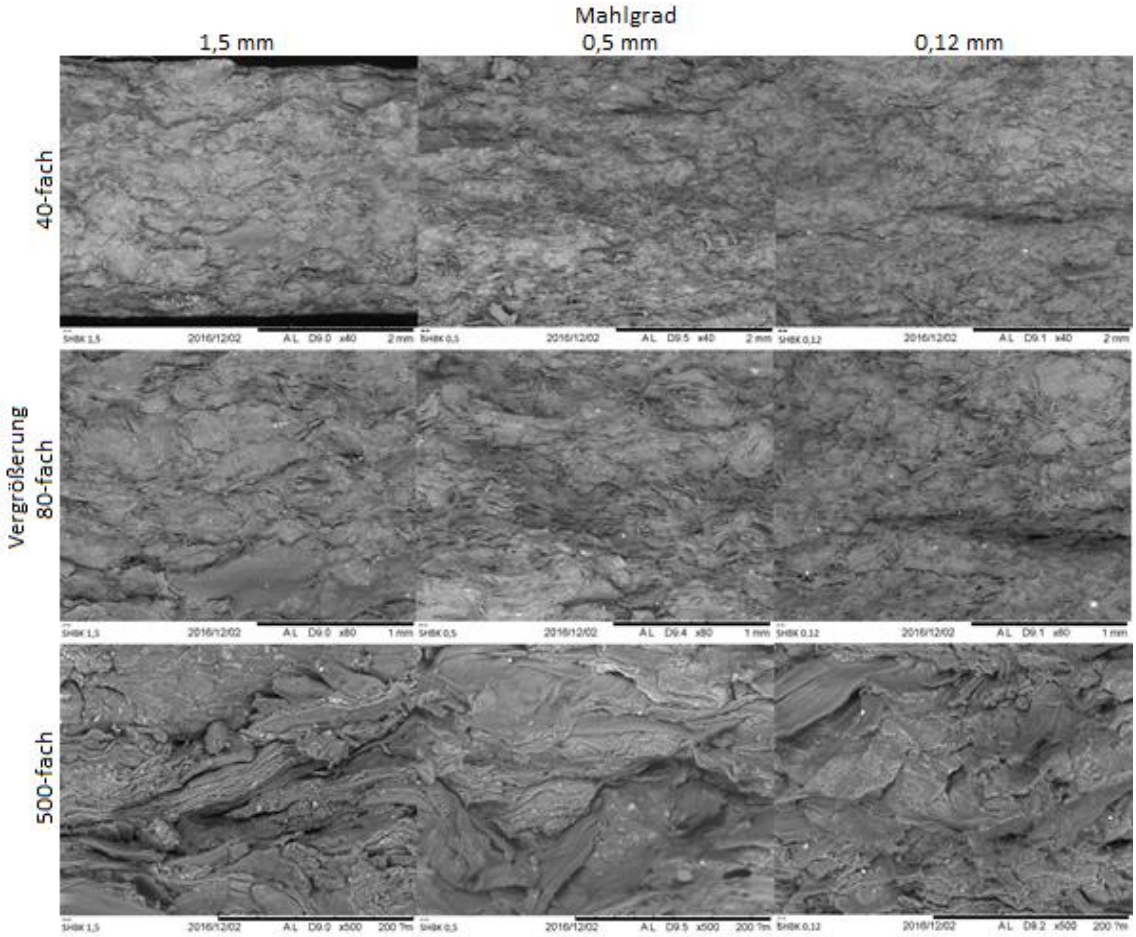

Abbildung 36: REM-Aufnahmen von SHBK 1,5, 0,5 und 0,12 bei 40-, 80-, und 500-facher Vergrößerung

In Abbildung 37 ist die Seitenansicht eines SHUV 0,5 mm Prüfkörpers zu sehen. Im Gegensatz zu den Abbildungen der Bruchflächen ist an der glatten, äußeren Oberfläche der verpressten Körper die Struktur der einzelnen Fasern und Partikel sehr gut erkennen. Gut zu erkennen ist auch, dass die Fasern in ganz unterschiedliche Richtungen ausgerichtet sind und dass die Zwischenräume gänzlich mit Material ausgefüllt sind. Das rechte Bild bei 500-facher Vergrößerung lässt feine Risse erkennen, die sich über die glatte Oberfläche ziehen und vermutlich während der Abkühlphase entstanden sind.

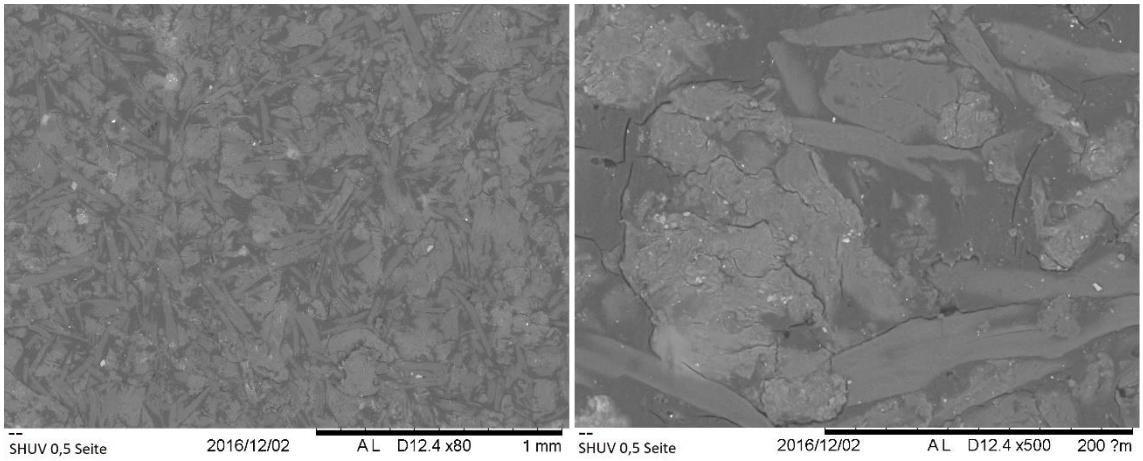

Abbildung 37: Seitenansicht eines Normprüfkörpers von SHUV 0,5 bei 80-, und 500-facher Vergrößerung

3.5.3 Mechanische Eigenschaften der Pelletspressung

Die vor der Pressung zu Pellets verarbeiteten Kaffee-Silberhäutchen wurden wieder in Form von Norm-Biegestäben einer Prüfung der mechanischen Eigenschaften unterzogen. In Abbildung 38 sind zwei Normprüfkörper und eine Platte aus verpressten SH-Pellets zu sehen.

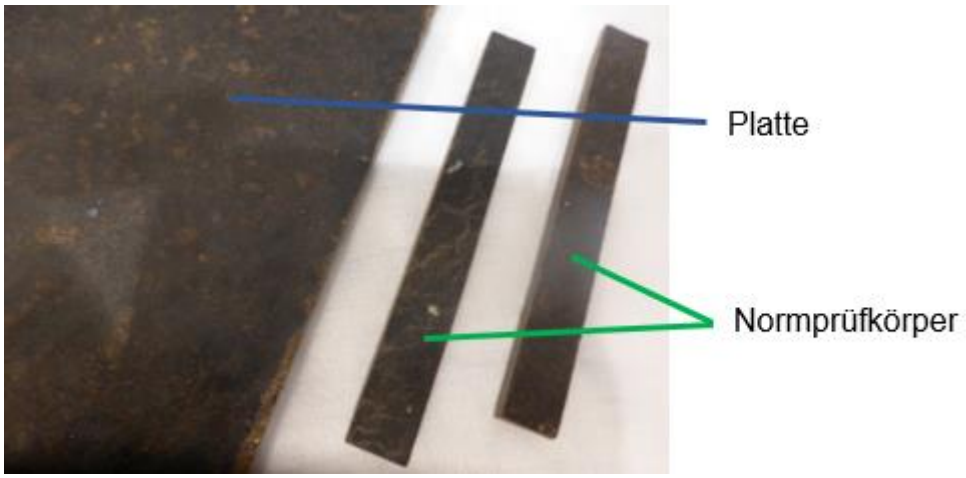

Abbildung 38: Normprüfkörper aus verpressten Pellets und eine Pellet-Platte

Die Auswertung der Ergebnisse erfolgte wiederum durch das Programm Statgraphics®. Untersucht wurde ob sich Unterschiede zwischen den beiden Ausgangsformen des SH Rohstoffs (brikettiert und unverarbeitet) und den beiden gewählten Verdichtungsgraden (leicht verdichtet und maximal verdichtet) als Auswirkung auf die mechanischen Eigenschaften feststellen lassen. Die durchgeführte Varianzanalyse und der Multiple Mittelwertvergleich ergaben einen signifikanten Unterschied beim Biegemodul der Verdichtungsgrade und bei der Biegefestigkeit der Rohstoffausgangsform sowie in beiden Fällen einen signifikanten Unterschied bei der Biegedehnung zwischen den verglichenen Varianten.

3.5.3.1 Biegemodul

In Abbildung 39 sind die Biegemodule der unterschiedlichen Rohstoffausgangsformen in den jeweils zwei hergestellten Verdichtungsverhältnissen dargestellt. Trotz der vermeintlichen Unterschiede zwischen den Pellets aus den unterschiedlichen Rohstoffausgangsformen, welche das Säulendiagramm impliziert, ergaben die durchgeführte ANOVA-Varianzanalyse und der Modulare Mittelwert Vergleich keine signifikanten Unterschiede. Das Diagramm zeigt außerdem die hohe Standartabweichung bei den Testergebnissen der Normprüfkörper.

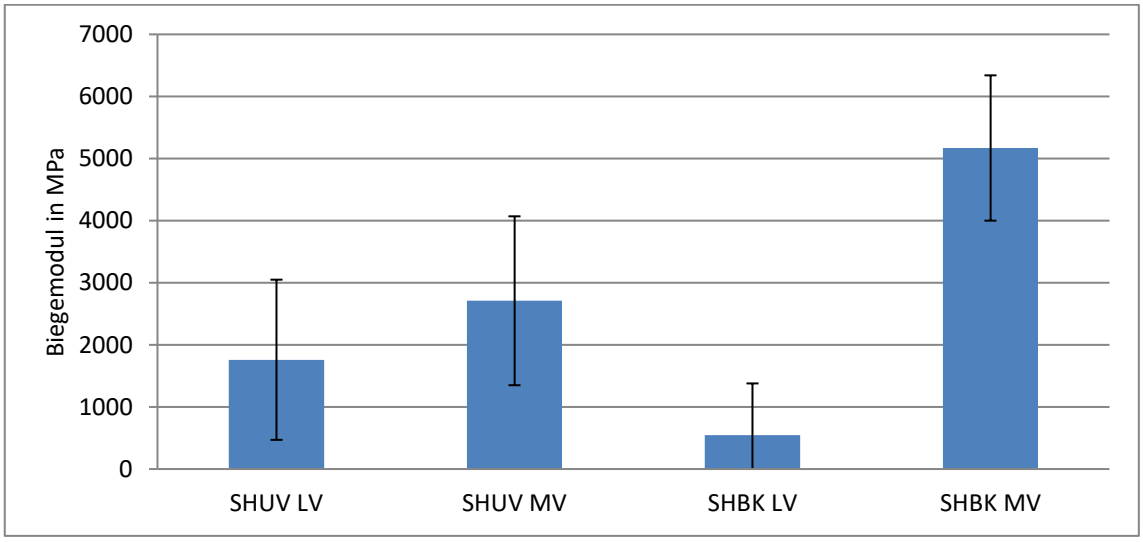

Abbildung 39: Biegemodule Pelletspressung

Die Ergebnistabelle 20 der Varianzanalyse zu den in Abbildung 40 dargestellten Box-Plots gibt auch hier Auskunft über die Probenanzahl und die im Zuge der Analyse ermittelten F- und p-Werte.

Tabelle 20: ANOVA-Tabelle für Biegemodul in MPa nach Pressgrad

Ursache	*Quadratsummen*	*FG*	*Mittl.Quadr.*	*F-Quotient*	*p-Wert*
Zwischen den Gruppen	2,62E7	1	2,62E7	15,08	0,0000
Innerhalb der Gruppen	4,51E7	26	1,74E6		
Total (Korr.)	7,13E7	27			

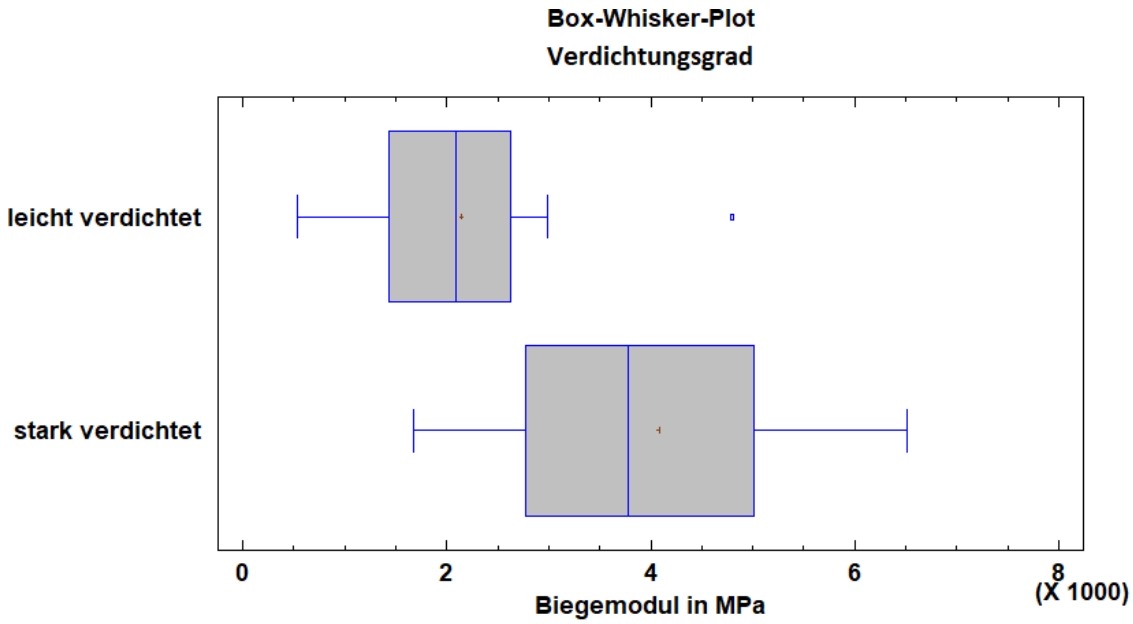

Abbildung 40: Vergleich Biegemodul nach Pressgrad

Die Box-Plots in Abbildung 40 bestätigen die schon bei der Betrachtung der Säulendarstellungen in Abbildung 39 gehegten Vermutung, dass ein signifikanter Unterschied zwischen den leicht verdichteten (LV) und den stark (maximal) verdichteten (MV) Pellets besteht. Das ist auch die Erkenntnis aus dem in Tabelle 33 im Anhang dargestellten Multiplen Mittelwertvergleichs.

3.5.3.2 Biegefestigkeit

Bei der Biegefestigkeit bestehen keine signifikanten Unterschiede zwischen den unterschiedlichen Verdichtungsgraden. Auffallend ist in den Darstellungen der Abbildung 41 wiederum die hohe Standartabweichung aller Testreihen und der schon hier erkennbare Unterschied zwischen SHUV und SHBK.

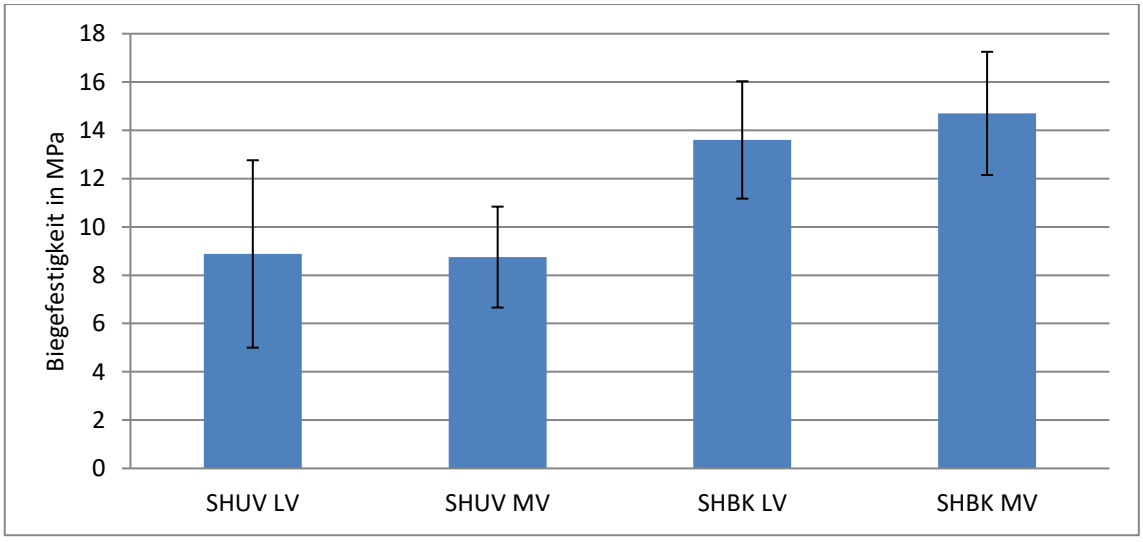

Abbildung 41: Biegefestigkeit Pelletspressung

Es bestehen aber signifikante Unterschiede zwischen den verwendeten Rohstoffausgangsformen. Bei einem F-Quotienten von 26,59 und einem p-Wert von 0.0000 aus Tabelle 21 ist diese Verschiedenheit sehr deutlich.

Tabelle 21: ANOVA-Tabelle für Biegefestigkeit in MPa nach Rohstoffausgangsform

Ursache	*Quadratsummen*	*FG*	*Mittl.Quadr.*	*F-Quotient*	*p-Wert*
Zwischen den Gruppen	200,411	1	200,411	26,59	0,0000
Innerhalb der Gruppen	196	26	7,53848		
Total (Korr.)	396,411	27			

Bestätigt wird die Signifikanz dieses Unterschiedes auch durch den vollzogenen Multiplen Mittelwertvergleich. In Abbildung 42 wird dieser signifikante Unterschied grafisch dargestellt. Außerdem ist auch wieder ein als Punkt dargestellter Ausreißer bei SH unverarbeitet zu erkennen.

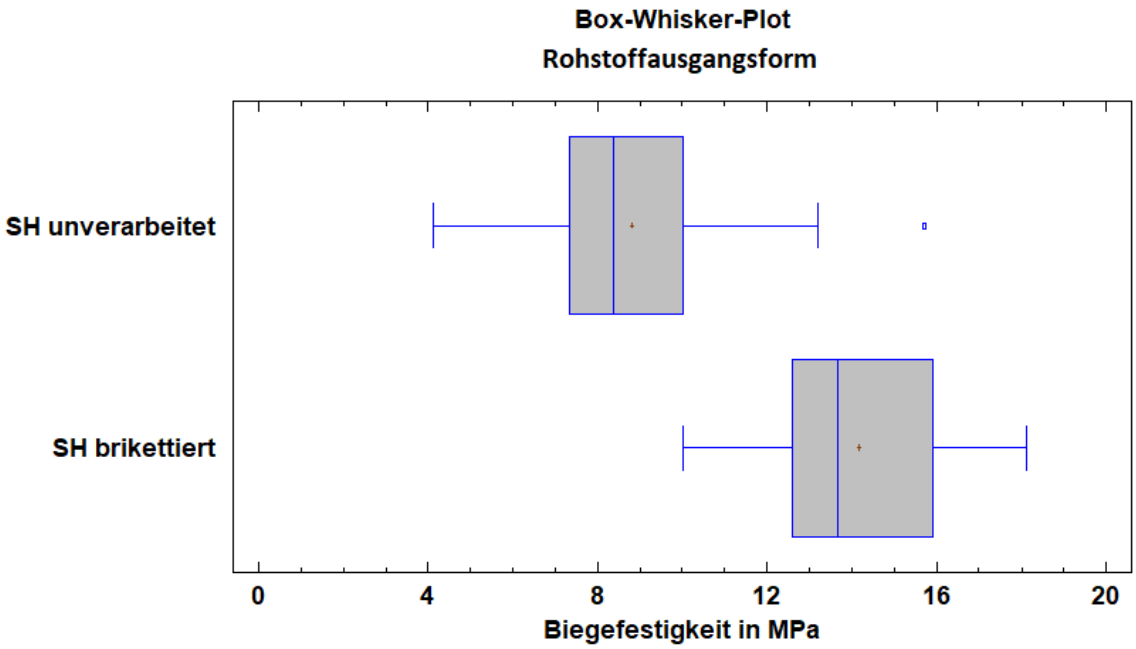

Abbildung 42: Vergleich Biegefestigkeit nach Rohstoffausgangsform

3.5.3.3 Biegedehnung

Beim Vergleich der Unterschiede in der Bruchdehnung lassen sich schon aus den in Abbildung 43 als Säulendiagramm mit Standartabweichung dargestellten Ergebnisse der Biegeprüfung erkennen, dass Unterschiede, sowohl zwischen den beiden getesteten Rohstoffausgangsformen (unverarbeitet und brikettiert), als auch zwischen den beiden angewendeten Pressgraden (LV: 1 zu 2 und MV: 1 zu 5) bestehen. Die höhere Biegedehnung der leicht verdichteten Varianten ist bei den Ergebnissen auch mit einer deutlich erhöhten Standartabweichung verbunden.

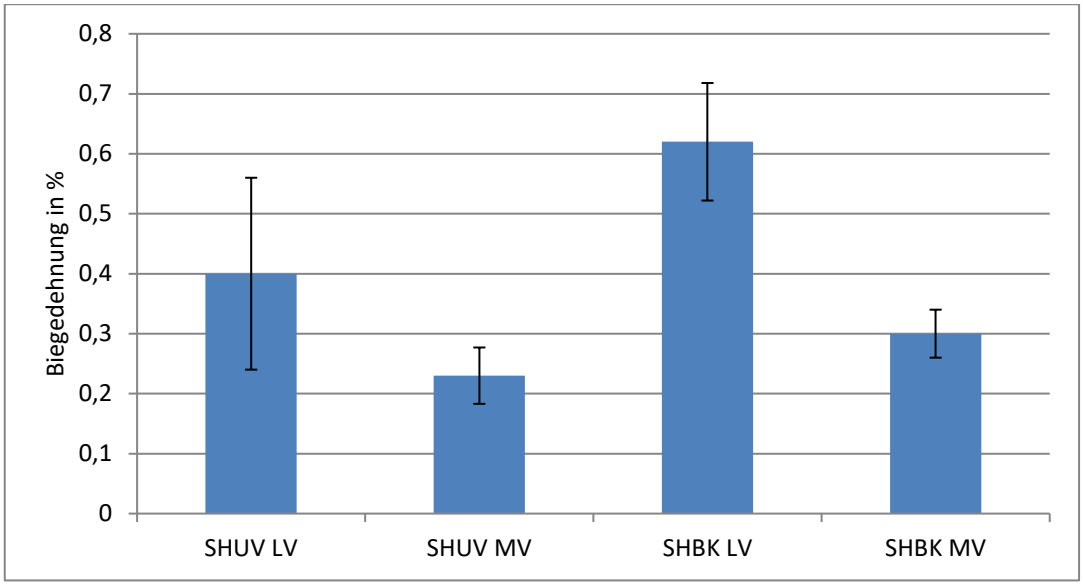

Abbildung 43: Biegedehnung Pelletspressung

Tabelle 22: ANOVA-Tabelle für Biegedehnung in % nach Rohstoffausgangsform

Ursache	*Quadratsummen*	*FG*	*Mittl.Quadr.*	*F-Quotient*	*p-Wert*
Zwischen den Gruppen	0,142857	1	0,142857	5,44	0,0277
Innerhalb der Gruppen	0,683286	26	0,02628		
Total (Korr.)	0,826143	27			

Der ANOVA Vergleich der beiden Rohstoffausgangsformen ergibt wie erwartet einen signifikanten Unterschied. Die entsprechenden Werte sind oben in Tabelle 22 angeführt. Die graphische Darstellung dieser Zahlenwerte erfolgt wiederum in Abbildung 44. Zu erkenne ist die höhere Biegedehnung bei SH brikettiert aber auch die gleichzeitig erhöhte Spreizung der Werte bei dieser Rohstoffausgangsform.

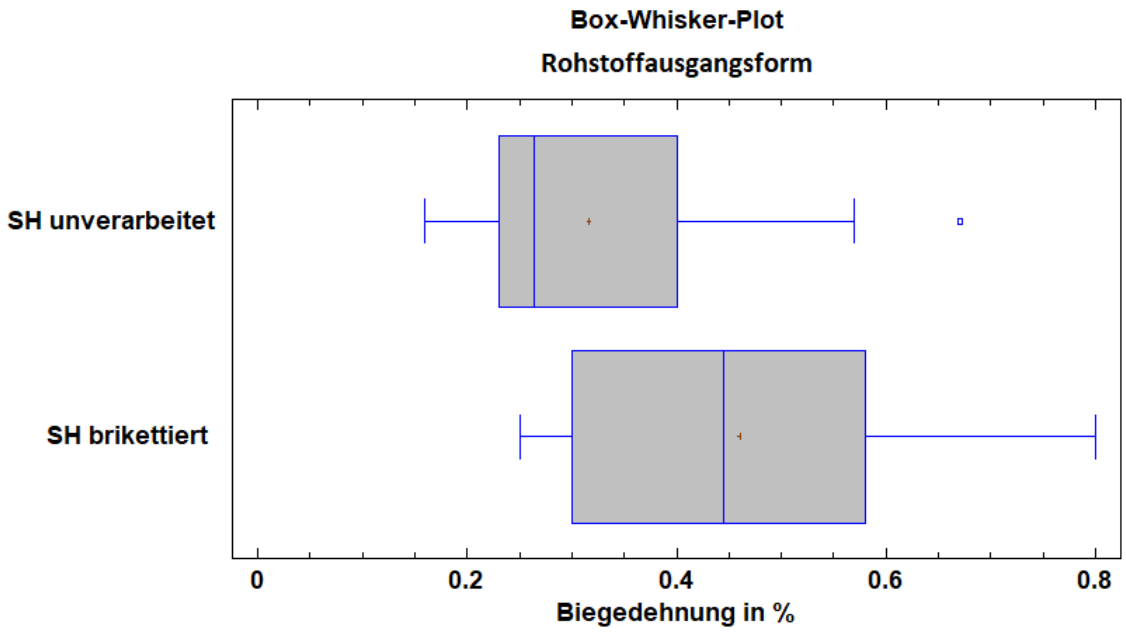

Abbildung 44: Vergleich Biegedehnung nach Rohstoffausgangsform

Viel deutlicher als bei der Rohstoffausgangsform sind jedoch die Unterschiede zwischen den verschiedenen Verdichtungsgraden. Bei einer Probenanzahl von 27 getesteten Prüfkörpern, einem F-Quotienten von 25,37 und einem Signifikanz-Wert von 0,0000 stellen die Werte aus Tabelle 23 einen klar signifikanten Unterschied zwischen den beiden getesteten Pellets Pressgraden dar.

Tabelle 23: ANOVA-Tabelle für Biegedehnung in % nach Pressgrad

Ursache	*Quadratsummen*	*FG*	*Mittl.Quadr.*	*F-Quotient*	*p-Wert*
Zwischen den Gruppen	0,408014	1	0,408014	25,37	0,0000
Innerhalb der Gruppen	0,418129	26	0,0160819		
Total (Korr.)	0,826143	27			

Auch bei der Betrachtung der Box-Plot Darstellung in Abbildung 45 sind die deutlich signifikanten Unterschiede zwischen den beiden Pressgraden klar zu erkennen. Es lassen sich weitere große Unterschiede zwischen den beiden Verdichtungsverhältnissen feststellen. Bei starker Verdichtung liegt eine deutlich reduzierte Streuung der Ergebniswerte und eine viel geringere Standartabweichung vor.

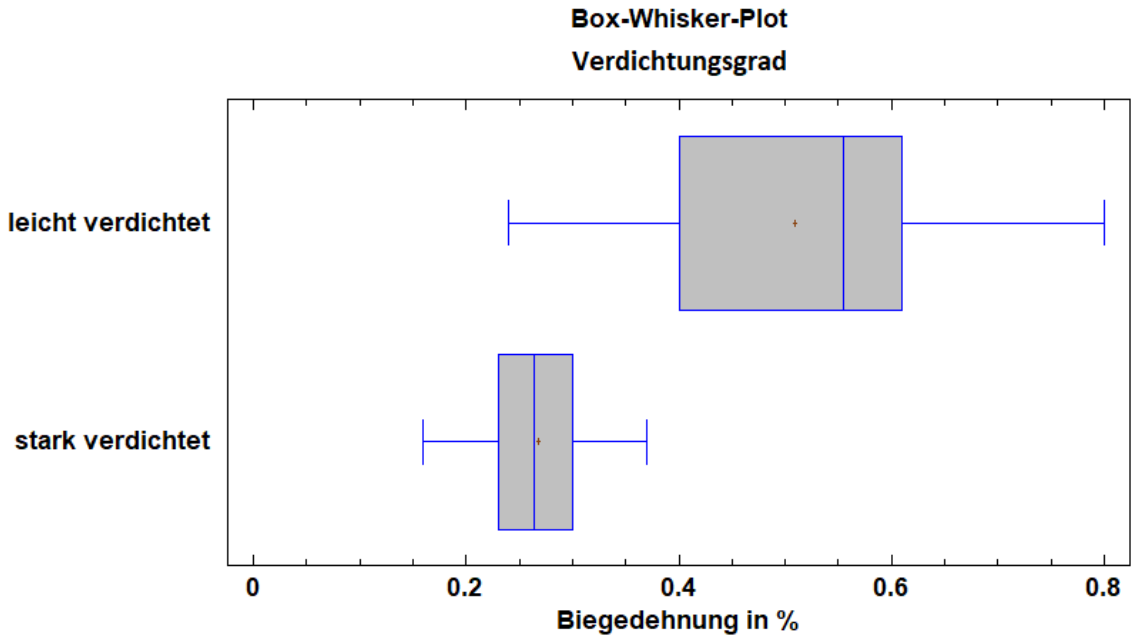

Abbildung 45: Vergleich Biegedehnung nach Pressgrad

Der entsprechende Multiple Mittelwertvergleich, dessen Werte wie gehabt in Tabelle 33 im Anhang angeführt sind, bestätigt die Signifikanz der Unterschiede zwischen den Rohstoffformen und zwischen den Pressgraden.

3.5.3.4 Schlagzähigkeit

Im Hinblick auf den Vergleich der Schlagzähigkeit ergeben sich weder für die beiden Rohstoffausgangsformen noch für die beiden Pressgrade signifikante Unterschiede bei der durchgeführten Varianzanalyse und dem Multiplen Mittel-

wertvergleich. Trotzdem sind die Ergebnisse in Abbildung 46 als einfache Säulen dargestellt. Die durchwegs hohen Standartabweichungen und die Erkenntnis, dass sich die Rohstoffausgangsform viel stärker bei leichter Verpressung (LV) auswirkt als es bei maximaler Verpressung (MV) der Fall ist, sind aber trotzdem erwähnenswert.

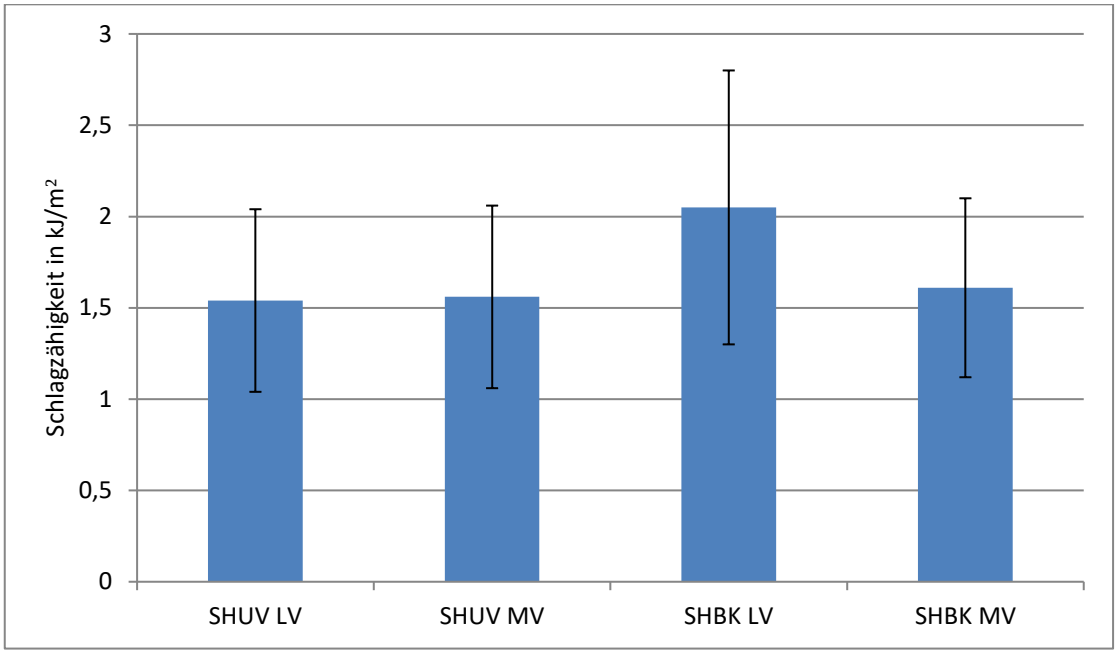

Abbildung 46: Schlagzähigkeit Pelletspressung

3.6 Nasspressung

Auch die nassverpressten Mischungen aus Kaffee-Silberhäutchen und Holzfasern wurden denselben Untersuchungen und Auswertungsverfahren wie die vorangegangenen Herstellungsversuche unterzogen. Aufgrund des identen Herstellungsverfahrens aller Einzelversuche bei der Nasspressung, wurden die Ergebnisse der produzierten Normprüfkörper aus den einzelnen Versuchsreihen auch untereinander verglichen, soweit dies als sinnvoll erachtet wurde. Tabelle 32 im Anhang mit dem Titel „Versuchsreihenzusammensetzung und Ergebnisse der mechanischen Prüfungen Pressen„ gibt genaue Auskunft über diese Details. Beispielhaft für die Ergebnisse beim Nasspressen sind in Abbildung 47 vier auf diese Weise verpresste Platten zu sehnen. Die beiden linken bestehen aus einem Gemisch von 50 % SH und 50 % Holzfasern und die beiden rechten aus 75 % SH und 25 % Holzfasern. Für beide Materialmischungen ist jeweils eine Platte in zugeschnittener Form zu sehen und die andere hat jene Form wie sie durch das Pressen direkt entstanden ist. Gut erkennbar ist, dass ein erhöhter Silberhäutchenanteil zu einem stärkeren auseinandergleiten des Materials beim Pressvorgang führt.

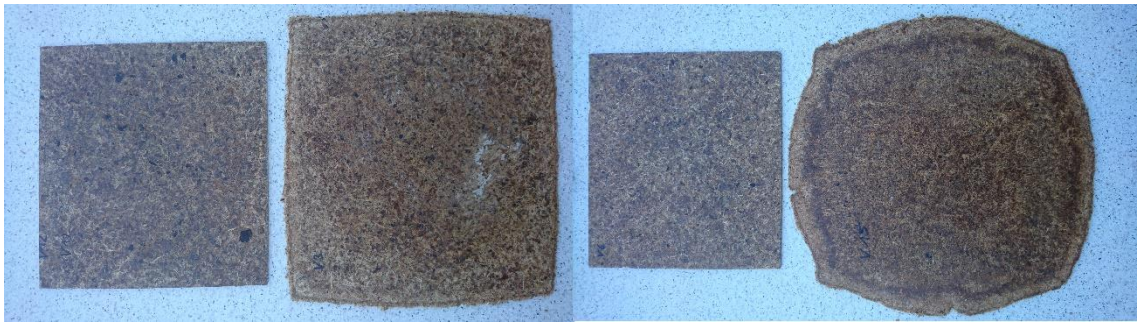

Abbildung 47: Nassverpresste Silberhäutchen / Holzfaser Platten

3.6.1 Mechanische Eigenschaften

Die Ergebnisse der Überprüfung der mechanischen Eigenschaften wurden im Hinblick auf unterschiedliche Charakteristika durch das Programm Statgraphics® untersucht. Die dabei durchgeführten Varianzanalysen und die Multiplen Mittelwertvergleiche zeigten unter verschiedenen Gesichtspunkten sehr unterschiedliche Effekte. Bevor unter den nachfolgenden Absätzen die einzelnen signifikanten Unterschiede aufgezeigt werden, die diese Analysen hervorbrachten, sollen hier jene Auswertungen erwähnt werden, die keine signifikanten Unterschiede hervorbrachten. Bei einem Vergleich der Varianten mit jeweils 50 % Silberhäutchenanteil und 50 % Holzfaseranteil aus den verschiedenen Versuchsreihen zeigt, dass das Mahlen bzw. der Mahlgrad keine signifikanten Unterschiede bei den getesteten mechanischen Eigenschaften hervorrufen. Eine weitere durchgeführte Analyse war der Vergleich von Pressungen mit 25 %, 50 % und 75 % SH-Anteil mit und ohne Acrodur Zugabe. Interessanterweise wirkt sich diese Zugabe von Acrodur zur Einweichlösung in der Gesamtheit der Daten nicht signifikant in dieser Hinsicht aus. Es besteht aber ein signifikanter Unterschied beim Vergleich der Varianten 25 %/75 % SH/Holz-Anteil und 25 %/75 % SH/Holz-Anteil mit Acrodur bei der Biegedehnung.

Analyse der unterschiedlichen SH- zu Holz-Anteile bei unverarbeiteten, ungemahlenen Kaffee-Silberhäutchen:

Der Vergleich der verschiedenen Kaffee-Silberhäutchen zu Holz Verhältnisse untereinander ergibt, wie aus Tabelle 24 abzulesen, signifikante Unterschiede bei der Überprüfung des Biegemoduls. Bei einer getesteten Probenanzahl von n = 40, einem F-Wert von 18,82 und einem den Grenzwert für die Signifikanz von 0,5 mit 0,0000 deutlich unterschreitenden p-Wert, sind diese Unterschiede klar gegeben.

Tabelle 24: ANOVA-Tabelle für Biegemodul in MPa nach SH-Anteil in %

Ursache	*Quadratsummen*	*FG*	*Mittl.Quadr.*	*F-Quotient*	*p-Wert*
Zwischen den Gruppen	4,78E7	5	9,55E6	18,92	0,0000
Innerhalb der Gruppen	1,77E7	35	504956		
Total (Korr.)	6,54E7	40			

Bezieht man weiters die Box-Plot Darstellungen in Abbildung 48 mit ein, so lässt sich erkennen, dass die Unterschiede nicht bei allen einzelvergleichen signifikant sind. Klar unterscheidet sich nur die Variante 0 % Silberhäutchen (100 % Holz) von allen anderen. Auch die Variante mit 75 % SH hat fast überall signifikante Unterschiede. Um die bestehenden beziehungsweise nicht bestehenden Signifikanzen in den Unterschiedlichkeiten des Variantenvergleichs zu analysieren, wurde weiters ein Multiple Mittelwertvergleich durchgeführt, dessen Interpretation auf Seite 62 zu finden ist.

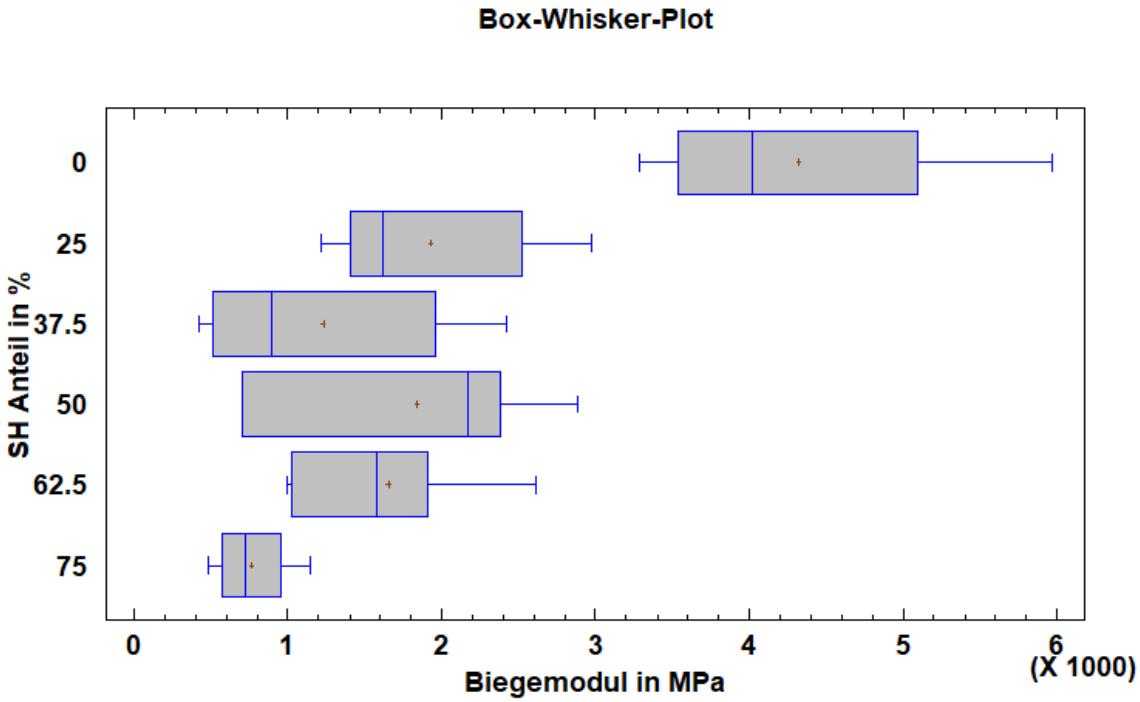

Abbildung 48: Vergleich Biegemodul nach SH-Anteil

Bei der Analyse der Biegefestigkeit ist der sehr hohe F-Quotient von 71,82 in Tabelle 25 zu beachten. Zusammen mit dem p-Wert von 0,0000 ergibt sich ein sehr hoher Differenzwert und damit ein besonders markant, signifikanter Unterschied zwischen den Varianten. Die grafische Darstellung dazu liefert Abbildung 49. Die Biegefestigkeit der Variante ohne Silberhäutchen übersteigt jene aller Varianten mit Silberhäutchenanteil um ein Vielfaches und ist damit auch hauptsächlich für die hohe Differenz zwischen F-Quotient und p-Wert verantwortlich. Genaue Angaben darüber liefert wiederum die Ergebnisse des Multiplen Mittelwertvergleichs in Tabelle 33 im Anhang.

Tabelle 25: ANOVA-Tabelle für Biegefestigkeit in MPa nach SH-Anteil in %

Ursache	*Quadratsummen*	*FG*	*Mittl.Quadr.*	*F-Quotient*	*p-Wert*
Zwischen den Gruppen	12593,9	5	2518,77	71,82	0,0000
Innerhalb der Gruppen	1227,52	35	35,072		
Total (Korr.)	13821,4	40			

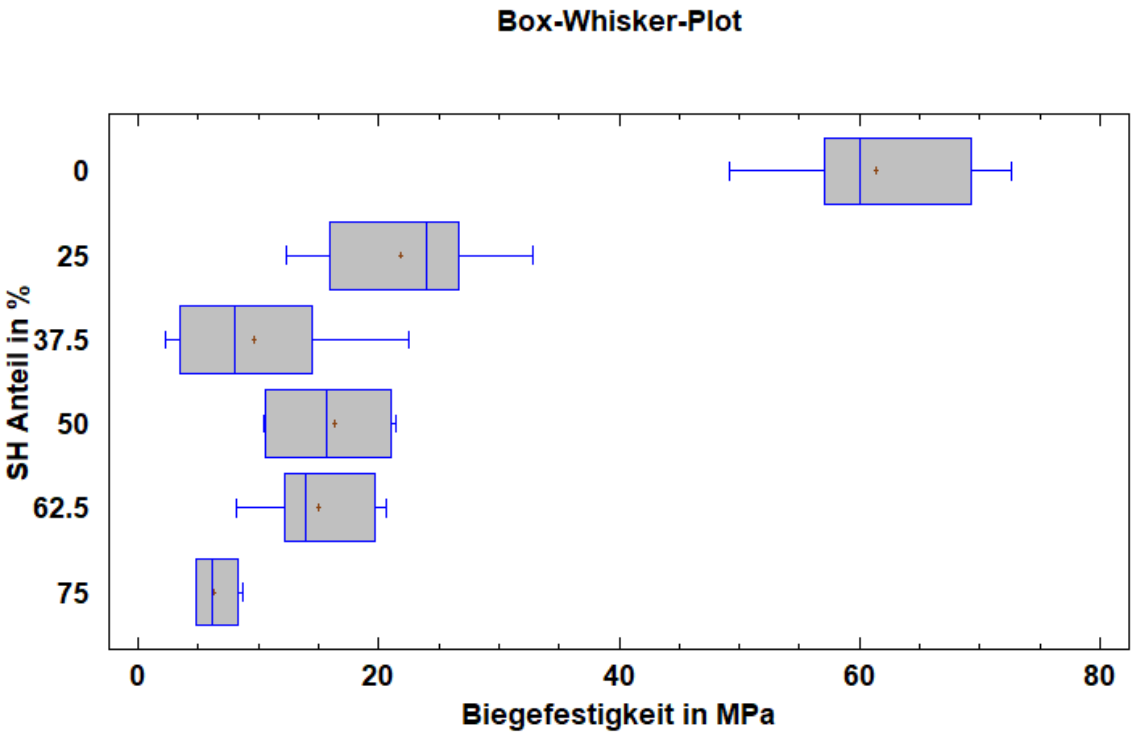

Abbildung 49: Vergleich Biegefestigkeit nach SH-Anteil

Die Biegedehnung weist bei weitem nicht die deutlichen Unterschiede auf, wie es bei den Testergebnissen des Biegemoduls der Fall war. Es besteht zwar, nach den Werten aus Tabelle 26 auch hier ein allgemeiner signifikanter Unterschied zwischen den Varianten, die Darstellung der Prüfergebnisse der Variante 37,5 % SH-Anteil in Abbildung 50 sticht jedoch heraus. Die breite Streuung der Werte bewirkt deutliche Abweichungen zu den anderen Messdurchgängen.

Tabelle 26: ANOVA-Tabelle für Biegedehnung in % nach SH-Anteil in %

Ursache	*Quadratsummen*	*FG*	*Mittl.Quadr.*	*F-Quotient*	*p-Wert*
Zwischen den Gruppen	7,2696	5	1,45392	5,45	0,0008
Innerhalb der Gruppen	9,3288	35	0,266537		
Total (Korr.)	16,5984	40			

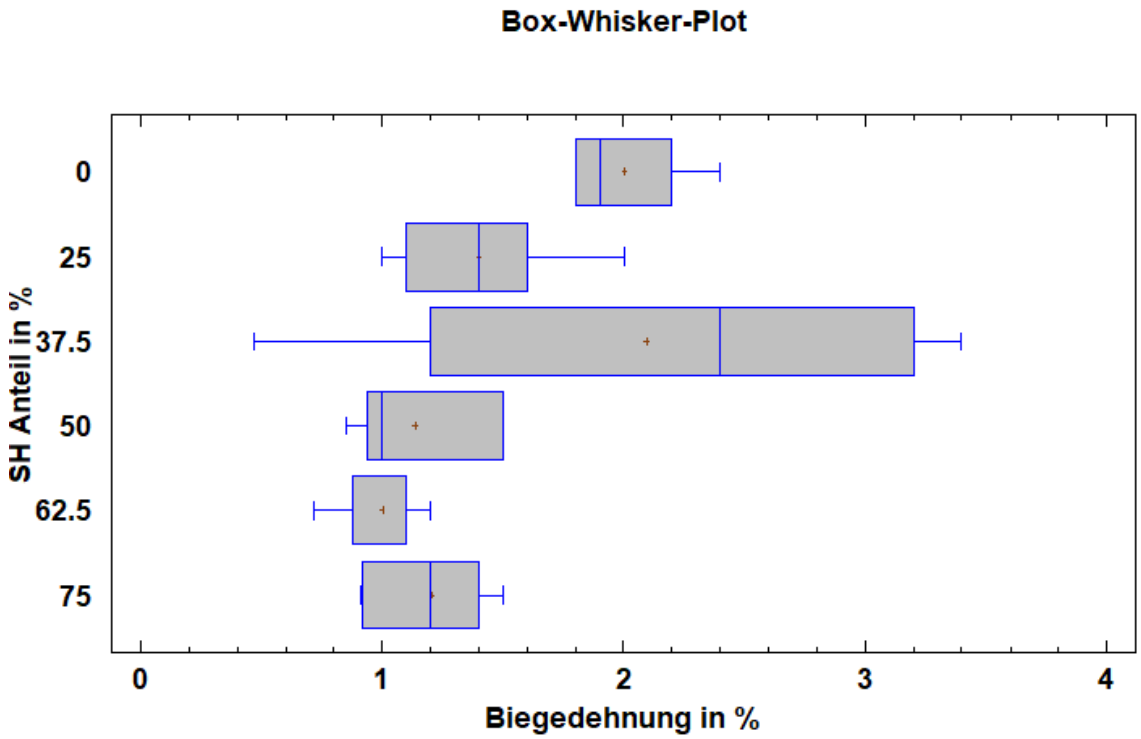

Abbildung 50: Vergleich Biegedehnung nach SH-Anteil

Aus den in Tabelle 33 im Anhang angeführten signifikanten Unterschieden, welche der Multiple Mittelwertvergleich ergeben hat, lassen sich weitere allgemeine Ergebnisse ablesen. So unterscheiden sich bei der Analyse der Nasspressung von SH / Holz Gemischen alle Pressungen mit einem beliebigen SH-Anteil signifikant von der Referenzplatte aus 100 % Holzfasern. Das trifft in allen Fällen auf das Biegemodul, sowie die Biegefestigkeit und auch auf beinahe alle Vergleiche der Biegedehnung zu. Weiters unterscheiden sich die Pressungen mit unterschiedlichen Silberhäutchenanteilen nur zum Teil signifikant voneinander. Wie schon aus den bereits beschriebenen drei Box-Plot Grafiken lässt sich aber auch hier kein klarer Trend, höchstens leichte Tendenzen unter den Varianten mit Silberhäutchenanteil ablesen. So führt der höchste SH-Anteil (75 %) zu den geringsten Werten bei Biegemodul und Biegefestigkeit. Die Unterschiede sind aber wieder nicht in allen Vergleichen Signifikant.

Analyse der unterschiedlichen SH- zu Holz-Anteile bei unverarbeiteten, ungemahlenen Kaffee-Silberhäutchen unter Zugabe von Acrodur:

Drei repräsentative Varianten der SH und Holzfaser Mischungen wurden auch mit einem Zusatz von Acrodur zur Einweichlösung verpresst und getestet. Die Unterschiede zwischen den Varianten sind teilweise signifikant. Diese bestehenden Signifikanzen bei Biegemodul, Biegedehnung und Schlagzähigkeit sind wiederum als Ergebniswerte der Varianzanalyse in den Tabellen 27, 28 und 29

angeführt. Die jeweils dazugehörigen, graphischen Darstellungen sind in den Abbildungen 51, 52 und 53 zu finden. Die deutlichsten Differenzen und signifikante Unterschiede zwischen allen drei Varianten ergeben sich bei der Schlagzähigkeit. Diese steigt mit sinkendem SH-Anteil klar an. Diese Angaben werden auch durch die im Anhang unter Tabelle 33 angeführten Werte der Multiplen Mittelwertanalyse gestützt.

Tabelle 27: ANOVA-Tabelle für Biegemodul in MPa nach SH-Anteil in % mit Acrodur

Ursache	*Quadratsummen*	*FG*	*Mittl.Quadr.*	*F-Quotient*	*p-Wert*
Zwischen den Gruppen	4,01E6	2	2,01E6	5,94	0,0105
Innerhalb der Gruppen	6,08E6	18	337734		
Total (Korr.)	1,01E7	20			

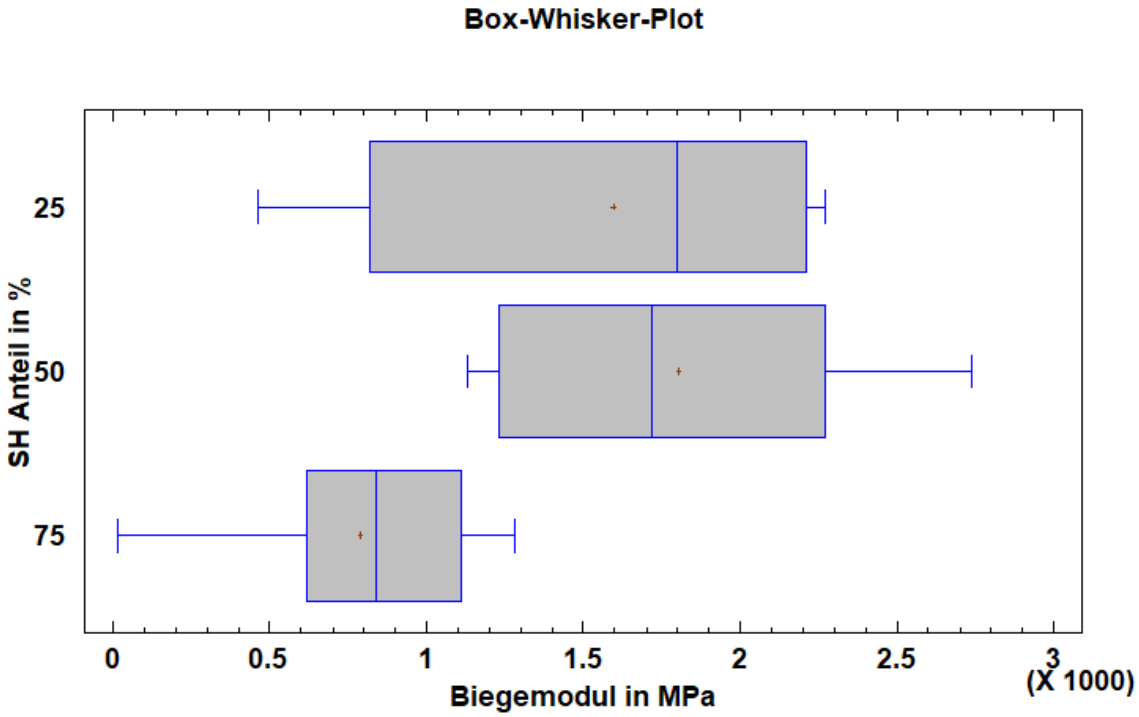

Abbildung 51: Vergleich Biegemodul nach SH-Anteil mit Acrodur

Tabelle 28: ANOVA-Tabelle für Biegedehnung in % nach SH-Anteil in % mit Acrodur

Ursache	*Quadratsummen*	*FG*	*Mittl.Quadr.*	*F-Quotient*	*p-Wert*
Zwischen den Gruppen	2,06434	2	1,03217	11,36	0,0006
Innerhalb der Gruppen	1,63551	18	0,0908619		
Total (Korr.)	3,69986	20			

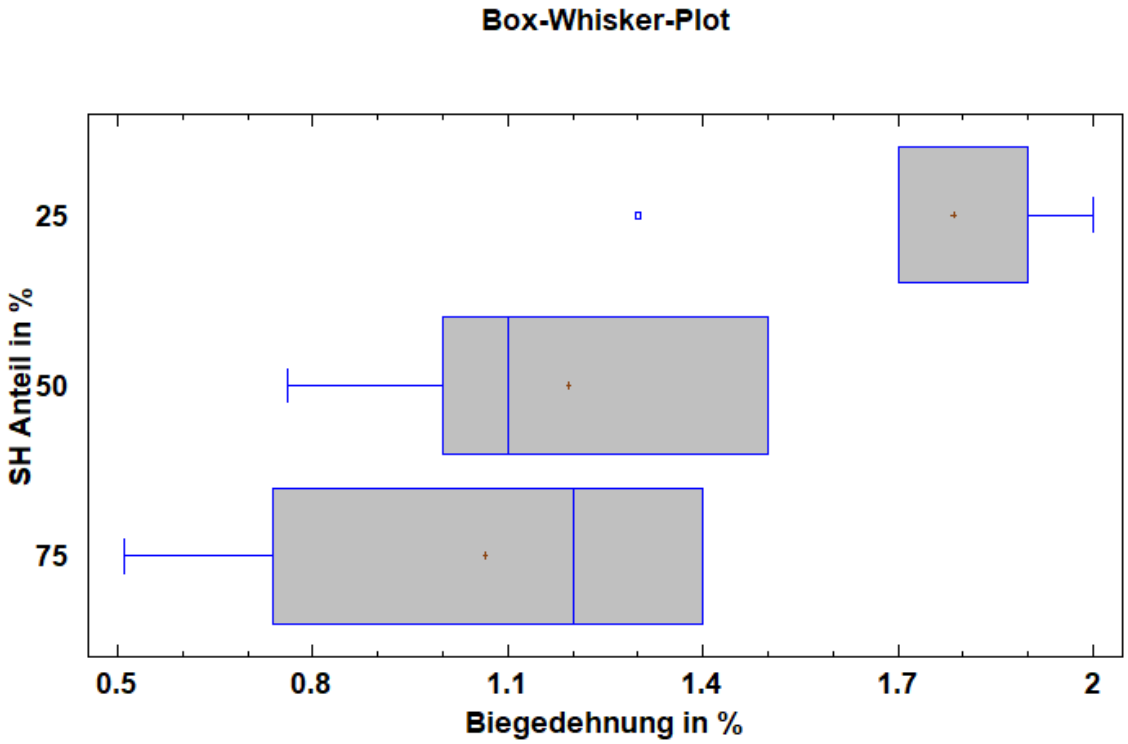

Abbildung 52: Vergleich Biegedehnung nach SH-Anteil mit Acrodur

Tabelle 29: ANOVA-Tabelle für Schlagzähigkeit in kJ/m² nach SH-Anteil in % mit Acrodur

Ursache	*Quadratsummen*	*FG*	*Mittl.Quadr.*	*F-Quotient*	*p-Wert*
Zwischen den Gruppen	42,5122	2	21,2561	18	0,0000
Innerhalb der Gruppen	31,8885	27	1,18106		
Total (Korr.)	74,4007	29			

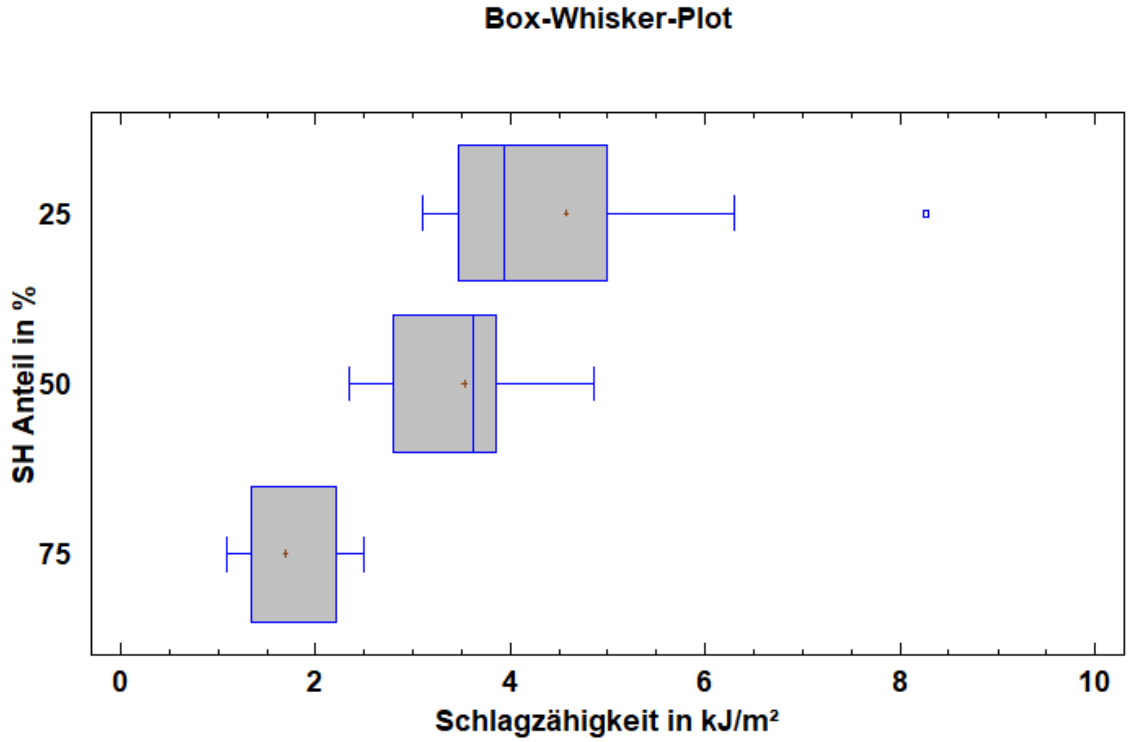

Abbildung 53: Vergleich Schlagzähigkeit nach SH-Anteil mit Acrodur

4 Diskussion

Auf Basis einer umfassenden Literaturrecherche sollte ermittelt werden welche Analyseergebnisse zu Kaffee-Silberhäutchen bereits vorliegen und welche Anwendungsmöglichkeiten bisher untersucht wurden. Die Ergebnisse zeigten die vielfältigen Anwendungsmöglichkeiten für den breiten aber auch sehr speziellen Einsatz von Kaffee-Silberhäutchen. Der hohe Antioxidantiengehalt birgt großes Potential für eine Anwendung in der Lebensmittel- und Kosmetikindustrie. Die Autoren der Fachliteratur zu diesem Thema bescheinigen den enthaltenen Phenolen eine gesundheitsfördernde Wirkung. Der allgemeine Trend zu gesunden und vitalisierenden Lebensmittel und zu Naturkosmetik macht eine solche Anwendung auch wahrscheinlich. Ein weiterer Fakt, der Kaffee-Silberhäutchen für Lebensmittel speziell für die sogenannten „functional foods“ besonders interessant macht, ist der sehr hohe Ballaststoffgehalt. Es wird erwähnt, dass er weit über jenem von bisher für diesen Zweck verwendenden Lebensmitteln liegt. Auch die positiven Auswirkungen, die die probiotischen Effekte der Silberhäutchen laut Literatur auf die Mikroorganismengesellschaften im menschlichen Verdauungssystem haben sprechen für eine solche Anwendung. Alle diese Inhaltsstoffe könnte für die Lebensmittelindustrie allgemein, aber auch für die spezielle Anwendung zum Beispiel in der Diätologie interessant sein um bestimmte Krankheitsbilder zu bekämpfen. Die weiteren beiden behandelten Anwendungsmöglichkeiten betreffen die Ethanolgewinnung und die Pilzzucht. Während keine gesteigerte Ethanolproduktion bei der behandelten Studie erzielt werden konnte liefert die Pilzzucht auf Substrat mit Kaffee-Silberhäutchen bereits beste Ergebnisse. Da sich Kaffee-Silberhäutchen ganz allgemein besonders auch für die Anwendung in Düngesubstraten für die Pflanzenproduktion eignen, kann hier davon ausgegangen werden, dass weitere Versuche auf diesem Feld zu guten Ergebnissen führen.

Aber die Recherchen haben auch ergeben, dass viele Autoren weitere Untersuchungen und Analysen für notwendig erachten um eine Anwendung dieses Rohstoffes zu ermöglichen. Vor allem im Bereich der Materialtechnik wurde den Kaffee-Silberhäutchen bis jetzt kaum oder nur in Kombination mit anderen Kaffeenebenprodukten wie Kaffeesatz Beachtung geschenkt. Hinsichtlich der universellen Beliebtheit von Kaffeeprodukten als Lebens- und Genussmittel sieht der Autor dadurch ein großes Potential um Produkte die Kaffee-Silberhäutchen enthalten zu etablieren. Der Konsum von Kaffeeprodukten geht mit einer Vielzahl von Produkten wie Behältern und Gefäße einher. Für die Herstellung vieler dieser Produkte könnten Silberhäutchen herangezogen werden. Da ein positi-

ver antimikrobieller Effekt in der Fachliteratur nur bei bestimmten Bakterienkulturen nachgewiesen werden konnte und auch während dieser Arbeit ein rascher Schimmelbefall bei Silberhäutchen mit mehr als 23 % Feuchtigkeit beobachtet werden könnte, kann dem Material kein allgemeiner und vor allem kein starker antimikrobieller Effekt nachgesagt werden.

Die Erkenntnisse und die erhobenen Basisdaten in der für die Recherche verwendeten Literatur lieferten wichtige Informationen für die praktischen Versuche die im Zuge dieser Arbeit durchgeführt wurden. So konnten viele im Verlauf der Verarbeitungsschritte auftretenden Besonderheiten und Probleme, aber auch diverse Eigenschaften der fertigen Werkstücke auf die chemische Grundzusammensetzung und die damit verbundenen Eigenheiten des Materials zurückgeführt werden.

Die Untersuchungen und Bearbeitungsschritte des Rohmaterials lieferten die Ergebnisse welche Vorbearbeitungsschritte mit den Kaffee-Silberhäutchen möglich bzw. notwendig waren um sie für die weiteren Verarbeitungsschritte aufzubereiten. Der zusätzliche Schritt, der beim Zerkleinern des brikettierten Rohmaterials erforderlich war und der weitere Zwischenschritt der Trocknung welcher erst das feinere Mahlen ermöglichte, stellten einen zusätzlichen Aufwand bei der Verarbeitung dar. Der deutlich höhere Feuchtigkeitsgehalt des brikettierten Materials erschwerte nicht nur die Verarbeitung, sondern führte auch zu einem raschen Befall von verschiedenen Schimmelpilzen innerhalb von wenigen Tagen. Damit bestätigten sich schon hier die Erkenntnisse aus der Fachliteratur, dass sich kein genereller antimikrobieller Effekt nachweisen lässt. Um diesen Schimmelbefall zu verhindern, ist auf eine entsprechende Lagerung bzw. eine rasche Trocknung des Materials wichtig. Bei der Interpretation der Ergebnisse, welche die Siebanalyse der beiden Ausgangsformen der Kaffee-Silberhäutchen hervorgebracht hat (siehe Tabelle 30 im Anhang) ist zu beachten, dass eine sehr feine Zerkleinerung besonders geeignetes Material für die Verwendung in 3D-Druck Filamenten hervorbringt. Da ca. 50 % der Partikel beider Rohstoffausgangsformen eine Größe von unter 0,063 mm nach dem letzten Mahlvorgang erreichten, konnte eine sehr gute Verteilung der Partikel im Compound erreicht werden. Die Partikel selbst haben auf Grund ihrer geringen Größe daher einen unwesentlichen Einfluss auf die Druckbarkeit.

Beim 3D-Druck stellten die beschriebenen Verstopfungen der zu Anfang verwendeten 0,5 mm Extruderdüse ein Problem dar. Ein erfolgreicher 3D-Druck war damit nur mit dem SHUV 10 % Filament möglich. Auch nach zahlreichen Druckversuchen bei denen versucht wurde, durch das variieren aller relevanten

Druckparameter einen Verstopfungsfreien Ablauf zu gewährleisten, konnte das Problem nicht behoben werden. Die Partikelgröße hat bei beiden Düsen keinen nennenswerten Einfluss auf die Druckbarkeit. Die Probleme beim Drucken sind daher zur Gänze auf die Veränderung des Naturstoffes bei großer Hitze zurückzuführen. Es kann davon ausgegangen werden, dass diese Verstopfungen auf die hohe notwendigen Extrudertemperatur von 210 °C zurückzuführen sind, welche eine starke Denaturation von Proteinen im Naturstoff Kaffee-Silberhäutchen zur Folge hatten. Dabei bilden sich Gasblasen und Klumpen, welche die Düse verstopfen. Aus den Ergebnissen der chemischen Analysen in der verwendeten Fachliteratur, wie sie auch aus der Tabelle 2 auf Seite 10 abzulesen sind, lässt sich der hohe Gehalt an Proteinen in Kaffee-Silberhäutchen ablesen, der diesem Problem zugrunde liegt. Da das Problem mit der Erhöhung des Düsendurchmessers auf 1,5 mm behoben werden konnte und das heiße Compound beim Austreten aus der Düse ein leicht expandierendes Erscheinungsbild aufwies, war dieser Effekt beim Druck sogar von Vorteil. Das wird auch durch den, bei der optischen Begutachtung und bei der Betrachtung durch das REM, auffallend homogenen und fast lückenlosen Querschnitt aller gedruckten Prüfstäbe bestätigt. Die Beobachtungen beim Druck lassen den Schluss zu, dass sich die Expansion der Stränge bei der Ablage durch steigenden SH-Anteil am Compound erhöht.

Aufgrund der unterschiedlichen Herstellungsverfahren der einzelnen, getesteten technischen Anwendungsmöglichkeiten von Kaffee-Silberhäutchen und deren sehr differierende Ergebnisse, versprach die mechanische Prüfung in einheitlicher Form als Normprüfkörper interessante Ergebnisse. Der Vergleich zwischen den Normprüfkörpern die im 3D-Drucker gefertigt wurden und jenen aus dem Spritzgussverfahren zeigte, dass sowohl Parallelen als auch deutliche Unterschiede zwischen den Vergleichsobjekten existierten. Die Darstellung der Ergebnisse der Prüfung der mechanischen Eigenschaften offenbarte und bestätigte viele schon bei der eigentlichen Testung erkennbare Folgerungen. Die gesamten Daten und deren graphische Darstellung bestätigten, dass sich gewisse Trends und Tendenzen ablesen lassen, die durch die betrachteten Parameter beeinflusst werden. So hat die Verwendung von gemahlenen Kaffee-Silberhäutchen immer einen Einfluss und verändert mit zunehmendem Anteil zunehmend die mechanischen Eigenschaften des Basispolymers. Auch der Einfluss der Vorbehandlung des Rohstoffes, also ob dieser nach dem Anfallen in der Kaffeerösterei in seiner losen Ursprungsform belassen wurde oder zu Briketts verpresst wurde, hat zumindest beim 3D-Druck Verfahren einen signifikanten Effekt auf alle gemessenen mechanischen Eigenschaften. Dieser stärkere Einfluss der Rohstoffvorbehandlung zeigt, dass das verwendete 3D-Druck

Verfahren des FDM bei den erstellten Werkstücken sensibler auf diese Unterschiede im Ausgangsmaterial reagiert, diese im Gegensatz zum Spritzguss eher verstärkt und an das Endprodukt weitergibt. Die signifikant unterschiedlichen Biegeelastizitätsmodule der beiden Rohstoffvarianten beim 3D-Druck, könnten auf eine unterschiedlich homogene Verteilung im Verbundwerkstoff zurück zu führen sein. Die niedrigeren Festigkeitswerte des Werkstoffes mit brikettiertem Material untermauern diese Annahme zusätzlich. Faser- und Partikelagglomerationen führen generell zu nachteiligen Eigenschaften beim Verarbeitungsprozess (z.B.: Spritzguss) und bei den dabei geschaffenen Formteilen (Aurich, 2001). Ein gesteigerter Kaffee-Silberhäutchenanteil an der Mischung wirkt sich negativ auf die Biegefestigkeit, die Biegedehnung und die Schlagzähigkeit der aus den Mischungen erstellten Prüfkörpern aus. Nur das Biegemodul bei der Spritzgussvariante steigerte sich zunehmend. Bei Biegemodul, Biegefestigkeit und Schlagzähigkeit bewirkt die Verarbeitung im Spritzgussverfahren bessere mechanische Eigenschaften als bei jener im 3D-Druck. Die Biegedehnung konnte hingegen durch den 3D-Drucker verbessert werden. Auch im Falle des Basispolymers. Diesen Ergebnissen liegt die Natur der verfahrensspezifischen Merkmale des FDM Drucks zugrunde. Der Schichtweise und in Einzelsträngen abgelegte Aufbau der in diesem Verfahren gedruckten Körper, bewirkt die schon erwähnte höhere Dehnungsfähigkeit, vermindert aber gleichzeitig die weiteren getesteten mechanischen Eigenschaften. Beim Spritzguss wird das Material schneller und gleichmäßiger verarbeitet und härtet in weiterer Folge mehr oder weniger zeitgleich im gesamten Körper aus.

Die Herstellung der Compounds, Filamente sowie deren Verarbeitung und Verwendung erfolgte nach denselben Schemen und auf den gleichen Geräten und Maschinen wie bei Schönhammer (2016). Trotz der rohstoffbedingten Abweichungen die eine Veränderung der Grundeinstellungen beim 3D-Druck notwendig machten, sowie die Erhöhung des Druckdüsenquerschnitts von 0,5 mm auf 1,5 mm, ist trotzdem ein hohes Maß an Vergleichbarkeit gegeben. Schönhammer (2016) verwendete bei der Entwicklung eines FDM Filaments neben derselben Basispolymermischung in zwei Versuchsreihen die Naturstoffe Holzmehl aus Thermoholz und die Rohcellulose „Arbocel C100“. Um die Vergleichbarkeit zu gewährleisten wurden jeweils die Ergebnisse der mechanischen Prüfung der von Schönhammer (2016) erstellten Normprüfkörper mit denselben Polymer zu Naturstoff Verhältnissen gewählt, die auch in der vorliegenden Arbeit Verwendung fanden. Die Abbildung 54 zeigt die Ergebnisse der Messung des Biegemoduls für die 3D-gedruckten und spritzgegossenen Prüfstäbe, gegliedert nach Naturstoffanteil. Bei den Darstellungen wurden die Fehlerindikatoren in Form der Standartabweichung nicht hinzugefügt um eine bessere Ablesbarkeit zu

gewährleisten. Die Abbildung 54 zeigt noch einmal anschaulich die großen Unterschiede zwischen den beiden Verfahren 3D-Druck und Spritzguss. Wobei sich bei Thermoholz und C100 größere Unterschiede ergaben als bei den Kaffee-Silberhäutchen Compounds. Die Ergebnisse beim 3D-Druck liegen bei fast allen Varianten auf einem ähnlichen Niveau. Beim Spritzguss streuen die Daten hingegen mehr zwischen den SH Mischungen im Vergleich zu C100 und vor allem im Vergleich zu Thermoholz.

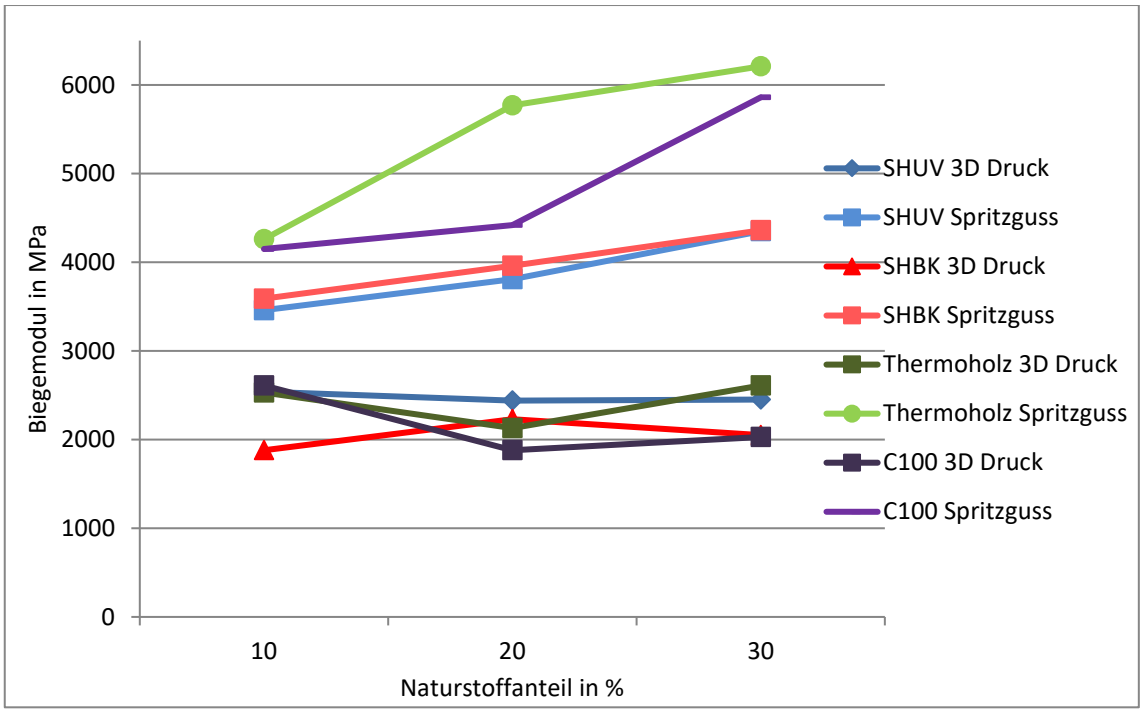

Abbildung 54: Biegemodul der unterschiedlichen Naturstofffilamente (Thermoholz und C100 von Schönhammer, 2016)

Die deutlichen Unterschiede bei allen Varianten zwischen 3D-Druck und Spritzguss sind auch in Abbildung 55 bei der Biegefestigkeit erkennbar. Es ergibt sich insgesamt ein sehr ähnliches Bild zur Biegemodul Grafik. Wobei im Gegensatz dazu alle Varianten mit zunehmendem Naturstoffanteil eine sinkende Biegefestigkeit aufweisen. Eine weitere Parallele ist die starke Abweichung von SHBK 10 % 3D-Druck von den anderen Ergebnissen und die wiederum deutlich höheren Werte der Thermoholz und C100 Varianten im Vergleich zu den SH Compounds. Die deutlich besseren mechanischen Eigenschaften von Thermoholz und Arbocel C100 bei Biegemodul und Biegefestigkeit im Vergleich zu den beiden SH Varianten nach dem Spritzguss, sind auf eine bessere und gleichmäßigere Faserstruktur und Faserverteilung innerhalb der Mischung bzw. des fertigen Prüfkörpers zurückzuführen. Die in allen Darstellungen der mechanischen Eigenschaften mehr oder weniger klar erkennbaren Trendveränderungen zwischen 20 % und 30 % Naturstoffanteil bei den 3D-Druck Varianten von

Thermoholz und C100 führt Schönhammer (2016) auf die bei 30 % Naturstoffanteil reduzierte Druckgeschwindigkeit von 20 mm/s zurück.

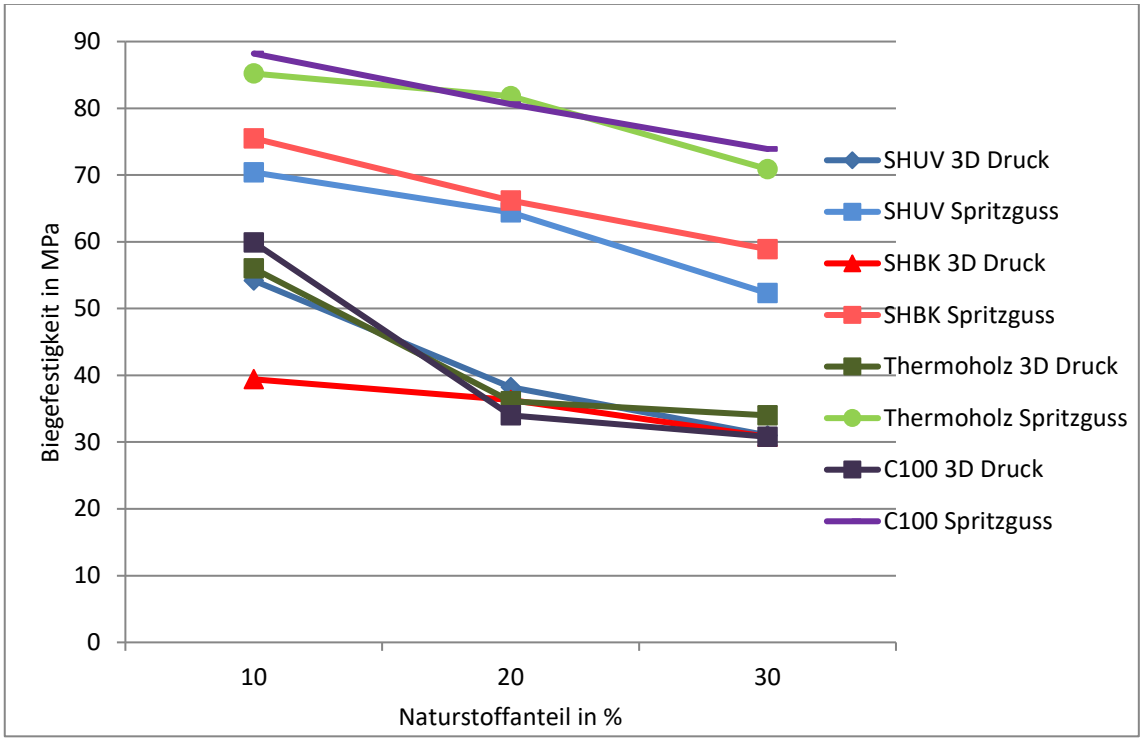

Abbildung 55: Biegefestigkeit der unterschiedlichen Naturstofffilamente (Thermoholz und C100 von Schönhammer, 2016)

Der Vergleich der Biegedehnung zeigt in Abbildung 56, dass diese ausschließlich bei der Variante SHUV 3D-Druck nicht mit zunehmendem Naturstoffanteil absinkt, sondern leicht ansteigt. Der deutlichste Abwärtstrend besteht bei den Thermoholz Varianten. Haben sie bei den 10 % Mischungen noch die höchsten beiden Werte so sind sie bei 20 % und 30 % bereits unter den niedrigsten Niveaus. Die Biegedehnung von beiden sank dabei um ca. 2,2 % und hatte sich dabei mehr als halbiert. Bei den SH Filamenten sinkt die Biegedehnung bei SHBK Spritzguss am deutlichsten und liegt dabei aber mit einer Verminderung von 1,1 % deutlich unter den Werten von Thermoholz. Generell ist zu erwähnen, dass die Verarbeitung durch den 3D-Druck eine höhere Biegedehnung zur Folge hatte als bei jener durch den Kunststoffspritzguss und dass ab 20 % Naturstoffanteil die Kaffee-Silberhäutchen Compounds besser abschneiden als die von Schönhammer (2016) getesteten Materialien.

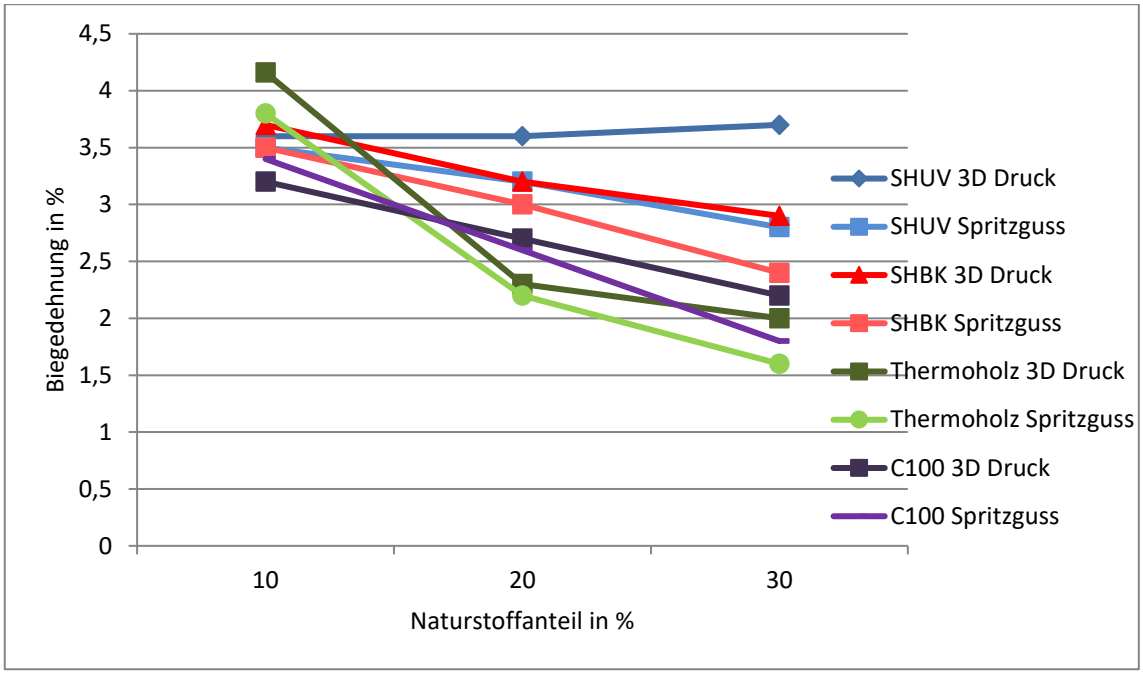

Abbildung 56: Biegedehnung der unterschiedlichen Naturstofffilamente (Thermoholz und C100 von Schönhammer, 2016)

Im Hinblick auf die Schlagzähigkeit übertreffen die Ergebnisse der Prüfstäbe aus dem Spritzguss jene aus dem 3D-Druck sehr deutlich in allen Varianten die in Abbildung 57 zu sehen sind. Eine Abweichung stellt dabei die erhöhte Schlagzähigkeit der Variante SHUV30 3D-Druck dar, welche auch als einzige dem Trend zu reduzierten Werten bei Erhöhung des Naturstoffanteils wiederspricht. Die Abflachung bzw. das Stoppen der Tendenz zu einer reduzierten Schlagzähigkeit mit steigendem Naturstoffanteil am Compound bei den 3D-Druck Varianten von Thermoholz und C100 ist laut Schönhammer (2016) wiederum durch die bei 30 % auf 20 mm/s reduzierte Druckgeschwindigkeit zurückzuführen. Die Silberhäutchen Compounds schneiden bei höheren Naturstoffanteilen wiederum Großteils deutlich besser ab als jene Varianten mit Thermoholz oder C100. Daraus kann geschlossen werden, dass in Bezug auf die Schlagzähigkeit sowie bei der Biegedehnung die SH Mischungen jenen mit Thermoholz und C100 teilweise auffallend überlegen sind.

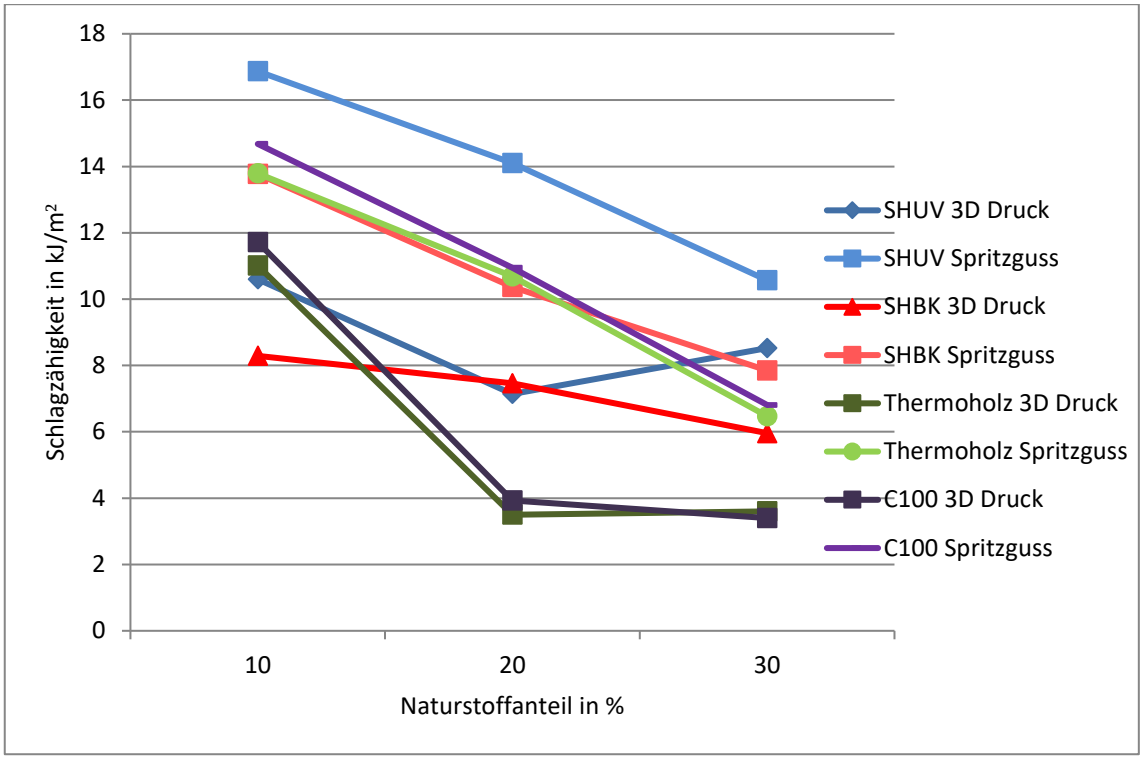

Abbildung 57:Schlagzähigkeit der unterschiedlichen Naturstofffilamente (Thermoholz und C100 von Schönhammer, 2016)

Nach den Testungen der mechanischen Eigenschaften konnten die optischen Untersuchungen und deren Interpretation durchgeführt werden. In Abbildung 58 sind die Bruchkanten von Normprüfkörpern zu sehen, wie sie bei der Überprüfung der Schlagzähigkeit entstanden. Beispielhaft für alle Ergebnisse wurden jeweils ein gedruckter und ein spritzgegossener Prüfkörper der Compounds SHUV 10 % und SHUV 30 % abgebildet. Da bei den gedruckten Stäben keine Hohlräume zwischen den Strängen und Schichten zu erkenne waren, konnten mit freiem Auge weder große Unterschiede zwischen den verschiedenen SH Gehalten noch in Bezug auf das Herstellungsverfahren an der Bruchkante festgestellt werden. Die 1,5 mm Düse in Verbindung mit dem SH Filament bewirkte eine gute Verteilung des Materials beim Ablegen des Stranges und führt so zu einem sehr homogen aufgebauten Querschnitt der Körper. Bei den gedruckten Prüfstäben trat auch kein geschichteter, stufiger Bruch auf wie er häufig bei FDM gedruckten Objekten mit Füllstoffen zu finden ist. Auch bei der 3-Punkt Biegeprüfung lösten sich weder die Stränge noch die unterschiedlichen Schichten voneinander. Zurückzuführen ist das, auf die durch den SH Füllstoff erhöhte Durchflussrate an der Düse. Sehr wohl zu finden ist diese Bruchart bei den gedruckten Prüfkörpern aus reinem Basispolymer. Die Abstufung tritt nicht zwischen den einzelnen Schichten, sondern zwischen den Strangstapeln auf wie ebenfalls in Abbildung 58 dargestellt. Das bedeute, dass sich bei gleicher Einstellung der Druckparameter das Basispolymer zwischen den Ebenen besser verbindet als innerhalb der jeweiligen Schichten.

Abbildung 58: Bruchflächen von 3D-Druck und Spritzguss

Weiteren Aufschluss liefern dazu die Ergebnisse der REM Untersuchung.
Einzelne Schichtungen und Stränge waren hier in allen Vergrößerungsstufen der 3D-gedruckten SH Compounds nicht oder nur sehr schwer zu erkennen. Die vollkommen mit Material ausgefüllten Normprüfkörper gleichen dadurch im Erscheinungsbild auch unter dem REM jenen Körpern aus dem Spritzguss sehr stark. Die im Spritzgussverfahren hergestellten Prüfstäbe haben aber eine homogenere und weniger raue Struktur, da sich die einzelnen Naturstoff Partikel mit dem Polymer verbinden. Die Ursache dafür liegt im hohen Einspritzdruck beim Formen der Körper und der sich daraus ergebenden höheren Haftung der Compoundbestandteile untereinander als das beim 3-Druck der Fall ist. Bei den im FDM Druckverfahren hergestellten Prüfkörpern zeigen sich auch bei 500-facher Vergrößerung der Querschnitte keine erkennbaren Unterschiede, die auf eine schlechtere Verbindung des Kunststoffes zwischen den einzelnen Strängen hindeuten. In diesem Fall verbanden sich bereits ausgekühlte bzw. bereits auskühlende Stränge sehr gut mit der darauf und daneben neu abgelegten Schicht. Das führt zu einem sehr homogenen Erscheinungsbild und einer hohlraumarmen Verbindung. Die große Anzahl der Gasblasen in den Aufnahmen zu SHUV30 könnten von einer intensiveren Aufnahme von Feuchtigkeit aus der Luft vor der Verarbeitung stammen. Aber auch die große Porosität von SHBK30 im Vergleich zu SHBK10 entsteht dadurch, dass Materialmischungen mit höherem Naturstoffgehalt schneller und auch mehr Feuchtigkeit aufnehmen als jene mit einem geringen Gehalt beziehungsweise als reines Polymer.

Die Verwendung von gemahlenen Silberhäutchen als Füllstoff im Kunststoffspritzguss verleiht dem Ergebnis eine ganz besondere Farbe und Oberflächencharakteristik die auch fühlbar ist. Die Assoziation mit einem Naturmaterial ist sofort gegeben wie die als Versuch hergestellten Kaffeebecher zeigen.

Die Ergebnisse der Pressversuche zeigten, dass die Herstellung von kompakten und festen Platten aus Kaffee-Silberhäutchen auf unterschiedliche Weise möglich ist. Nach zahlreichen schlechten Ergebnissen bei den Vorversuchen gab es einige Probleme zu lösen. Durch verschiedene Verfahren konnten das Auseinandergleiten der Masse verhindert oder zumindest reduziert werden. Dazu wurden einerseits eine Form mit passendem Stempel benutzt, Pellets hergestellt oder die Silberhäutchen mit Holzfasern vermischt und in Wasser Eingeweicht. Das durch die hohen Presstemperaturen bedingte Problem des explosionsartig austretenden Wasserdampfes wurde durch mehrmaliges, kurzes unterbrechen der einzelnen Pressvorgänge gelöst. Durch das vortrocknen der gemahlenen Silberhäutchen und das anschließende Pressen in der festen Stahlform konnte diese Erscheinung ebenfalls vermieden werden.

Da die Aufnahmen durch das REM der in der Form verpressten SH zeigen, dass alle Räume zwischen den, vor allem an der Oberfläche der Prüfkörper erkennbaren Fasern und Partikel gänzlich mit Material ausgefüllt sind, wurden die Selbstbindungskräfte durch die Pressung bei den gewählten Temperaturen in einem großen Maß aktiviert. Es ergaben sich homogene Körper mit glatten Oberflächen und einem besonderen Erscheinungsbild, welche für diverse Anwendungen herangezogen werden können. Da die Auswertung der Ergebnisse der Biege- und Schlagzähigkeitsprüfung durch Statgraphics® keinerlei signifikante Unterschiede zwischen den beiden Rohstoffausgangsformen aufzeigte, ist davon auszugehen, dass diese sich beim Pressen des Stoffes nicht besonders auf die untersuchten Eigenschaften auswirkt. Die sich bei 3D-Druck und Spritzguss ergebenden Unterschiede in dieser Hinsicht dürften daher mit der bei diesen Verfahren mehr als doppelt so hohen Verarbeitungstemperatur zusammenhängen. Der Vergleich der unterschiedlichen Mahlgrade legt bei der Gesamtbetrachtung der Ergebnisse aller untersuchten mechanischen Eigenschaften nahe, dass sich der hohe Aufwand, den das Mahlen mit der Zentrifugalmühle bedeutet, nicht in sehr deutlich verbesserten Werten niederschlägt. Die Werte die bei der Stempelpressung mit einem Mahlgrad von 0,12 mm zu erzielen sind übertreffen jene von 0,5 mm nur beim Biegemodul signifikant, welche aber wiederum mit einer verschlechterten Biegedehnung einhergehen. Da die 0,5er Pressung nur bei der Biegedehnung keine deutlich besseren Eigenschaften als die 1,5er Pressung aufweist, kann der 0,5 mm Mahlgrad als der zu bevorzugende angesehen werden.

Das Pressen der pelletierten Kaffee-Silberhäutchen wurde auch in der Stempelform versucht. Da aus der vorhandenen Stempelform die im Gegensatz zum reinem Mahlgut erhöhte Feuchtigkeit der Pellets nicht entsprechend entweichen

konnte, bildeten sich bei manchen Platten Hohlräume unter der Oberfläche und sie verbogen sich nach einigen Tagen Lagerung bei Raumklima. Gute Ergebnisse konnten hingegen ohne die Stempelform erzielt werden. Die statistische Analyse der Ergebnisse zeigte hier signifikante Unterschiede bei der Biegefestigkeit und der Biegedehnung zwischen den beiden Rohstoffausgangsformen. Diese Unterschiede können darauf zurückgeführt werden, dass die unverarbeiteten Silberhäutchen auch in loser Form Pelletiert wurden und das zu anfangs brikettierte Material gleichmäßig auf 1,5 mm gemahlen wurde. Allgemein scheint sich der Unterschied in der Vorbehandlung bei der leicht verpressten Pelletsvariante viel stärker auszuwirken als bei den Versuchen mit der maximal möglichen Verdichtung. Besonders überraschend war, dass sich nur bei Biegemodul und Biegedehnung signifikante Unterschiede zwischen den Verdichtungsgraden ergaben, da hier große Differenzen erwartet wurden. Es lässt aber den Schluss zu, dass die Einflüsse auf das Endergebnis bei der eigentlichen Pressung größer sind als durch die Vorverarbeitung des Materials.

Im Gegensatz zu den, bei anderen Arbeiten gemachten Erfahrungen mit dem Herstellungsverfahren zur Nasspressung, ergaben sich mit den Kaffee-Silberhäutchen neue Herausforderungen. Bei den Versuchen verklebten die Platten bei der Pressung sehr stark mit dem verwendeten Kupfernetz. Das war mit reinen Holzfasern, Textilfaser und anderen Stoffen davor nicht der Fall. Da dieses Netz aber bei der Pressung dazu benutzt werden musste um das zu starke Auseinandergleiten des Silberhäutchen-Holzfasergemisches zu verhindern, musste es nach jedem Durchgang sehr aufwendig gereinigt werden. Eine perforierte Pressform, die das Austreten der Flüssigkeit und des Dampfes ermöglicht und das Material gleichzeitig in Form hält wäre hier eine mögliche Lösung. Die Analyse der Ergebnisse der Prüfung der mechanischen Eigenschaften der einzelnen Pressdurchgänge und Varianten beim Nasspressen ergab teilweise große und teilweise weniger deutliche Unterschiede zwischen den Varianten. Vor allem der Vergleich der Varianten mit unterschiedlich hohem Kaffee-Silberhäutchengehalt untereinander zeigt in der Darstellung teils eine undurchsichtige Ergebnisvariation. Die Verteilung und die Gegebenheit bzw. die nicht Gegebenheit von Signifikanzen bei den Unterschieden zwischen den verglichenen Varianten lässt Großteiles keine allgemeinen Entwicklungen erkennen. Das unterstützt wiederum die These, dass die zahlreichen Faktoren, welche während der Verarbeitung und der Pressung auf die so geformten Platten Einfluss nehmen, wirken sich anscheinend viel deutlicher auf die fertigen Platten und die Ergebnisse der späteren Messungen aus als der unterschiedlich hohe SH Gehalt. Dasselbe traf auf die scheinbar nicht oder kaum vorhandenen Einflüsse der Beimischung von Acrodur zur Einweichlösung zu. Wie die Ergeb-

nisse zeigen kann Acrodur nur in einem Fall und dabei auch nur bei der Biegedehnung, die mechanischen Eigenschaften der Pressergebnisse signifikant verbessern. Damit wird aufgezeigt, dass beinahe der gesamte Widerstand den das verpresste Material einer mechanischen Belastung entgegenstellt, aus den aktivierten Eigenbindungskräften resultieren. Auch die Versuche beim Nasspressen zeigen durch den Vergleich der verschiedenen Durchgänge mit Silberhäutchen in ungemahlener und in unterschiedlichen Mahlgraden zerkleinerter Form, dass dies keinen signifikanten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften hat. Damit konnte aufgezeigt werde, dass eine Verarbeitung die wenige zusätzliche Aufbereitungsschritte des Rohstoffes verlangt, als vorteilhaft erachtet werden kann.

Um homogene, feste und gleichmäßig dicke Pressergebnisse aus dem reinen Silberhäutchen Werkstoff zu erhalten, ist Pressung mit einer Form und einem Stempel zu bevorzugen. Versuche mit Holzfasern zeigen, dass hier auch ohne fixe Form ein gutes Ergebnis erzielt werden kann, da sie das Naturstoffgemisch beim Pressvorgang zusammenhält und ein zu starkes Abgleiten der Masse nach außen verhindert. Hierfür war aber wie bereits erläutert ein Netz als zusätzliche Stabilisierung notwendig. Vergleicht man alle Ergebniswerte der Prüfung der mechanischen Eigenschaften aller Pressversuche untereinander, so zeigt sich, dass in Hinblick auf ein hohes Biegemodul und eine hohe Biegefestigkeit, die Trockenpressung in einer Form die höchsten Werte verspricht. Bei Biegedehnung und Schlagzähigkeit erzielen die Platten aus der Nasspressung die höchsten Werte. Dabei hatte der jeweilige Holzanteil an sich keinen klaren Einfluss. Die zum Vergleich nassverpresste Platte aus 100 % Holzfasern weist bei allen vier getesteten Parametern gute Ergebnisse auf und erreicht bei der Biegefestigkeit sogar den dreifachen Wert der höchsten SH Versuchsergebnisse. Dieses gute Ergebnis für das Holzfasermaterial war zu erwarten. Trotzdem liefern die Kaffee-Silberhäutchen je nach Verfahren gleichwertige oder bessere Werte bei einzelnen Parametern. Sie verschlechtert aber auch die mechanischen Eigenschaften der Nasspressergebnisse von Holz durch ihre Beimischung teils sehr deutlich.

5 Schlussfolgerung

Das Ziel in der Verwendung von Kaffee-Silberhäutchen in verschiedenen Formen ist die Nutzung der speziellen Inhaltsstoffe und die Reduzierung der Silberhäutchenmenge, welche als Abfall entsorgt wird. Die Recherche und Versuche in dieser Arbeit zeigten, dass eine vielfältige Anwendung möglich ist. Die Literaturrecherche zeigt, dass die besondere chemische Zusammensetzung der Inhaltsstoffe von Kaffee-Silberhäutchen eine Vielzahl von Möglichkeiten eröffnet. Vor allem der Gehalt an Antioxidantien und Ballaststoffen spricht für die Hochwertigkeit und das hohe Potential dieses Rohstoffes. Er ist Lieferant wichtiger Stoffen für die Lebensmittel- und Kosmetikindustrie, hochwertiger Dünger und Pflanzensubstrat, sowie in technischen Anwendungen verwendbar. Die Verwendung der Silberhäutchen in einem 3D-druckbaren Filament und im Kunststoffspritzguss konnte erreicht werden. Dabei haben sie als Füllstoff in Kombination mit PLA und PHB sowohl positive als auch negative Effekte auf die 3D-Druckbarkeit und das Druckergebnis sowie auf die Ergebnisse des Spritzgusses. Da der Druck nur mit einer 1,5 mm Durchmesser Extruderdüse wirklich gelungen ist eignen sich diese Filamente besonders für die Anwendung bei der Erstellung von besonders großen und voluminösen Körpern. Als positiv kann das Erscheinungsbild der gedruckten und spritzgegossenen Werkstücke bewertet werden, da sie in Optik und Haptik sofort als Naturstoff erkennbar sind. Im Verfahren des Kunststoffspritzgusses können so in Kombination mit verschiedenen Thermoplasten Produkte hergestellt werden, die vielfältig verwendbar sind. Großes Potential bildet dabei die Koppelung an den Kaffeekonsum selbst in Form der Produkte die dabei Verwendung finden.

Die mechanischen Prüfungen zeigen, dass die Pressung der Kaffee-Silberhäutchen zu Briketts, im Zuge der Volumensreduktion dieses Stoffes nach dem Anfallen bei der Kaffeeröstung, einen negativen Effekt auf die mechanischen Eigenschaften hat, vor allem bei der Weiterverwendung im FDM 3D-Druckverfahren. Ob diese negativen Effekte schwerer wiegen als die dadurch gewonnenen Vorteile bei Lagerung und Transport der Kaffee-Silberhäutchen durch die Volumensreduktion gilt es noch zu erheben. Die teilweise guten Ergebnisse bei der Verpressung der Kaffee-Silberhäutchen durch die Aktivierung der Eigenbindungskräfte eröffnen ebenfalls neue Möglichkeiten. In Kombination mit anderen Materialien kann die Festigkeit und der Zusammenhalt der Pressergebnisse deutlich gesteigert werden, so dass sie für eine breite Anwendung infrage kommen. Großes Alleinstellungsmerkmal der fertigen Produkte mit Silberhäutchenanteil ist das besondere Erscheinungsbild und der oft angenehm wahrnehmbare Kaffeegeruch.

Literaturverzeichnis

Aurich, T., 2001. Spritzgießen und resultierende Verbundeigenschaften von Flachsfaserverstärktem Polypropylen. Dissertation. Chemnitz. http://monarch.qucosa.de/fileadmin/data/qucosa/documents/4422/data/dissaurich.pdf [Eingesehen am 07.09.2017].

aqua-calc, 2017. Weight to Volume conversion based on density. AVCalc LLC. http://www.aqua-calc.com/calculate/weight-to-volume/substance/coffee-coma-and-blank-fresh-blank-beans [Eingesehen am 17.05.2017].

Ballesteros, L. F.; Teixeira, J. A.; Mussatto, S. I., 2014. Chemical, Functional, and Structural Properties of Spent Coffee Grounds and Coffee Silverskin. Food Bioprocess Technol 2014, 7, 3493–3503. Springer Science+Business Media New York

Borrelli, R.; Esposito, F.; Napolitano, A.; Ritieni, A.; Fogliano, V., 2004. Characterization of a New Potential Functional Ingredient: Coffee Silverskin. Journal of Agricultural and Food Chemistry 2004, 52, 1338-1343.

Börzel, H., 2005. Acrodur: die ökologische Alternative zu duroplastischen Standart-Bindemitteln. Hofer Vliesstofftage 2005. http://www.hofer-vliesstofftage.de/vortraege/2005/2005-13.pdf [Eingesehen am 19.07.2017].

Bresciani, L.; Calani, L.; Bruni, R.; Brigheni, F.; Del Rio, D., 2013. Phenolic composition, caffeine content and antioxidant capacity of coffee silverskin. Food Research International 61 (2014) 196–201.

BASF, s.a.. Acrodur. Ludwigshafen. https://www.standort-ludwigshafen.basf.de/group/corporate/site-ludwigshafen/en_GB/literature-document:/Handelsname+Acrodur+950+L-Brosch%C3%BCre--Acrodur+Ecotechnology+by+BASF-Deutsch.pdf [Eingesehen am 19.07.2017].

Elwert, M.; Bach, R., 2017. Aufbau einer Kaffeekirsche. Circle Products GmbH. http://www.coffeecircle.com/kaffeewissen/weg-des-kaffees-von-ernte-bis-roestung/ [Eingesehen am 10.01.2017].

European Coffee Federation, 2016. European Coffee Report 2014/2015, European Coffee Federation. http://www.ecf-coffee.org/images/European_Coffee_Report_2014-15.pdf [Eingesehen am 17.05.2017].

Toschi, T. G.; Cardenia, V.; Bonaga, G.; Mandrioli, M. und Rodriguez-Estrada M.T., 2014. Coffee Silverskin: Characterization, Possible Uses, and Safety Aspects. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 62, 10836-10844. http://pubs-1acs-1org-1bokusummon.pisces.boku.ac.at/doi/full/10.1021/jf503200z [Eingesehen am 03.03.2016].

Garcia–Serna, E.; Martinez–Saez1, N.; Mesias, M.; Morales, F. J.; del Castillo M. D., 2014. Use of Coffee Silverskin and Stevia to Improve the Formulation of Biscuits. Polish Journal of Food and Nutrition Sciences, 2014 Vol. 64, No. 4, pp. 243–251.

Govero, C.; Haastert, M.; Kuhlemann, A.K., 2014. Verfahren zum Züchten von Pilzen. Patent, Veröffentlichungsnummer: DE102012001682 B4. http://www.google.com.na/patents/DE102012001682B4?hl=de&cl=en [Eingesehen am 04.08.2017].

Guerrero-de-Mier, A.; Espinosa, M. M.; Dominguez, M., 2015. Bricking: A new slicing method to reduce warping. Procedia Engineering 132 (2015) 126–131. http://www-1sciencedirect-1com-100001d8b054b.pisces.boku.ac.at/science/article/pii/S187770581504 3994?via%3Dihub [Eingesehen am 04.08.2017].

Hut & Stiel, 2017. Der Schwammerl-Kreislauf. Wien. Hut & Stiel - Die Wiener Pilzkultur. http://www.hutundstiel.at [Eingesehen am 14.07.2017].

Instron GmbH, s.a. Biegemodul. Darmstadt. http://www.instron.de/de-de/our-company/library/glossary/m/modulus-in-bending [Eingesehen am 03.01.2017].

Iwata, T., 2015. Biologisch abbaubare und biobasierte Polymere: die Perspektiven umweltfreundlicher Kunststoffe. Angewandte Chemie 127 (11) 3254–3260.

Jimenez-Zamora, A.; Silvia Pastoriza, S.; Rufian-Henares J. A., 2014. Revalorization of coffee by-products. Prebiotic, antimicrobial and antioxidant properties. LWT - Food Science and Technology 61 (2015) 12-18.

Jokanović, M. R.; Džinić N. R.; Cvetković B. R.; Grujić S.; Odžaković B., 2012. CHANGES OF Physical Properties of Coffee Beans during Roasting. University of Novi Sad and University of Banja Luka, Serbia and Bosnia and Herzegovina. http://www.doiserbia.nb.rs/img/doi/1450-7188/2012/1450-71881243021J.pdf [Eingesehen am 17.05.2017].

Kalweit, A.; Paul, C.; Peters, S.; Wallbaum, R. (Edit.) (2012): Handbuch für technisches Produktdesign. Material und Fertigung; Entscheidungsgrundlagen für Designer und Ingenieure. 2., bearb. Aufl. Springer, Berlin, Heidelberg. 78.

Martinez-Saez, N.; Ullata, M.; Martin-Cabrejas, M. A.; Martorell, P.; Genoves, S.; Ramon R.; Del Castillö, M. D., 2013. A novel antioxidant beverage for body weight control based on coffee silverskin. Food Chemistry 150 (2014) 227–234. http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814613015495 [Eingesehen am 03.03.2016]

Montanuniversität, s.a. Biegefestigkeit. Institut für Struktur- und Funktionskeramik Montanuniversität Leoben. http://www.isfk.at/de/1597/ [Eingesehen am 03.01.2017]

N.N., 2016. Abfallprodukt mit Potential. Das Infoblatt der Stadt Wien, Juni 2016, Seite 8.

Narita, Y.; Inouye, K., 2014. Review on utilization and composition of coffee silverskin. Food Research International 61 (2014) 16–22.

O'Keefe, J. H.; Bhatti, S. K.; Patil, H. R.; Dinicolantonio, J. J.; Lucan, S.C.; Lavie, C. J., 2013. Effects of habitual coffee consumption on cardiometabolic disease, cardiovascular health, and all-cause mortality. Journal of the American College of Cardiology. http://www.onlinejacc.org/content/accj/62/12/1043.full.pdf [Eingesehen am 12.01.2017].

Pourfarzad, A.; Mahdavian-Mehr, H.; Sedaghat, N., 2012. Coffee silverskin as a source of dietary fiber in bread-making: Optimization of chemical treatment using response surface methodology. LWT– Food Science and Technology 50 (2013) 599-606.

Rodrigues, F.; Pereira, C.; Pimentel, F.B.; Alves, R.C.; Ferreira, M.; Sarmento, B.; Helena Amaralf, M.; Oliveira M. B., 2014a. Are coffee silverskin extracts safe for topical use? An in vitro andin vivo approach. Industrial Crops and Products 63 (2015) 167–174

Rodrigues, F.; Palmeira-de-Oliveira, A.; das Neves, J.; Sarmento, B.; Amaral, M. H.; Oliveira, M. B., 2014b. Pharmaceutical Biology: Coffee silverskin: A possible valuable cosmetic ingredient, ISSN 1744-5116 online. http://informahealthcare.com/phb [Eingesehen am 03.03.2016].

Schönhammer, S., 2016. Entwicklung eines FDM-3D-Druckfilaments auf Basis biobasierter Kunststoffe und Naturstoffen. Masterarbeit an der Universität für Bodenkultur Wien. Tulln.

Steyrer, B., 2015a. Beurteilung von Kunststoffen für FDM Drucker. Projektstudie an der Universität für Bodenkultur Wien. Tulln.

Steyrer, B., 2015b. Entwicklung naturstoffbasierter Filamente für FDM 3D Drucker. Masterarbeit an der Universität für Bodenkultur Wien. Tulln.

Spektrum Akademischer Verlag, 1998. Lexikon der Physik., Spektrum der Wissenschaft Verlagsgesellschaft mbH, Heidelberg.
http://www.spektrum.de/lexikon/physik/bruchdehnung/2046 [Eingesehen am 19.08.2016].

Wurm, D. 2017. Kaffee-Dünger, Graz. http://www.kaffeeduenger.at/ [Eingesehen am 14.04.2017].

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Quantifizierung der Phenolischen Verbindungen von Kaffee-Silberhäutchen (Breciani, et al. 2013) 3
Tabelle 2: Chemische Zusammensetzung von Kaffee-Silberhäutchen (Ballesteros, et al., 2014) 9
Tabelle 3: Extrudereinstellungen bei Compoundieung des PLA, PHB und Silberhäutchen Gemisches.....13
Tabelle 4: Anteil der Compoundbestandteile an der Gesamtmischung.....15
Tabelle 5: Extrudereinstellungen bei Compoundieung des PLA, PHB und Silberhäutchen Gemisches.....15
Tabelle 6: Grundeinstellungen 3D-Druck.....17
Tabelle 7: Grundeinstellungen der Presse.....22
Tabelle 8: Feuchtigkeitsgehalte.....29
Tabelle 9: ANOVA-Tabelle für den SH-Anteil in % bei 3D-Druck und Spritzguss.....33
Tabelle 10: ANOVA-Tabelle für Biegemodul in MPa nach Rohstoffausgangsform für 3D-Druck.....34
Tabelle 11: ANOVA-Tabelle für Biegemodul in MPa nach Rohstoffausgangsform für Spritzguss 34
Tabelle 12: ANOVA-Tabelle für Biegefestigkeit in MPa nach Rohstoffausgangsform für 3D-Druck.....36
Tabelle 13: ANOVA-Tabelle für Biegedehnung in % nach Rohstoffausgangsform für 3D-Druck.....38
Tabelle 14: ANOVA-Tabelle für Schlagzähigkeit in kJ/m² nach Rohstoffausgangsform für 3D-Druck.....40
Tabelle 15: ANOVA-Tabelle für Schlagzähigkeit in kJ/m² nach Rohstoffausgangsform für Spritzguss 40
Tabelle 16: ANOVA-Tabelle für Biegemodul in MPa nach SH Mahlgrad in mm.....47
Tabelle 17: ANOVA-Tabelle für Biegefestigkeit in MPa nach SH Mahlgrad in mm.....48
Tabelle 18: ANOVA-Tabelle für Biegedehnung in % nach SH Mahlgrad in mm.....49
Tabelle 19: ANOVA-Tabelle für Schlagzähigkeit in kJ/m² nach SH Mahlgrad in mm ...50
Tabelle 20: ANOVA-Tabelle für Biegemodul in MPa nach Pressgrad.....54
Tabelle 21: ANOVA-Tabelle für Biegefestigkeit in MPa nach Rohstoffausgangsform ..56
Tabelle 22: ANOVA-Tabelle für Biegedehnung in % nach Rohstoffausgangsform.....57
Tabelle 23: ANOVA-Tabelle für Biegedehnung in % nach Pressgrad.....58
Tabelle 24: ANOVA-Tabelle für Biegemodul in MPa nach SH-Anteil in % 61
Tabelle 25: ANOVA-Tabelle für Biegefestigkeit in MPa nach SH-Anteil in %.....62
Tabelle 26: ANOVA-Tabelle für Biegedehnung in % nach SH-Anteil in % 62
Tabelle 27: ANOVA-Tabelle für Biegemodul in MPa nach SH-Anteil in % mit Acrodur 64
Tabelle 28: ANOVA-Tabelle für Biegedehnung in % nach SH-Anteil in % mit Acrodur 64
Tabelle 29: ANOVA-Tabelle für Schlagzähigkeit in kJ/m² nach SH-Anteil in % mit Acrodur 65
Tabelle 30: Ergebnisse der Siebanalyse 86
Tabelle 31: Versuchsreihenzusammensetzung und Ergebnisse der mechanischen Prüfungen 3D Druck und Spritzguss 87
Tabelle 32: Versuchsreihenzusammensetzung und Ergebnisse der mechanischen Prüfungen Pressen.....88
Tabelle 33: Multipler Mittelwertvergleich der mechanischen Eigenschaften mit signifikanten Unterschieden zwischen den Varianten.....89

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Top 5 Länder aus denen die EU Staaten die Grünen Kaffeebohnen beziehen (European Coffee Federation, 2016) 1
Abbildung 2: Aufbau einer Kaffeekirsche (Elwert und Bach, 2017) 7
Abbildung 3: Silberhäutchen in loser Form 8
Abbildung 4: Silberhäutchen in brikettierter Form 8
Abbildung 5: Flussdiagramm der einzelnen Versuchsschritte (eigene Darstellung) 11
Abbildung 6: Schematische Darstellung des Extrudiervorganges (eigene Darstellung) 14
Abbildung 7: Darstellung des 3D-Druckers (eigene Darstellung) 16
Abbildung 8: Verpressen mit Stempel.....19
Abbildung 9: Materialblock vor dem Verpressen.....21
Abbildung 10: Vollständiger Pressaufbau 22
Abbildung 11: Normprüfkörper im "Repetier-Host".....23
Abbildung 12: Druck eines Normprüfkörpers 24
Abbildung 13: Untersuchung der Bruchflächen im Rasterelektronenmikroskop 26
Abbildung 14: Oozing (links) und Warping (Guerrero-de-Mier et al., 2015) (rechts) beim FDM Verfahren 27
Abbildung 15: 3D-gedruckte Captive Balls mit unterschiedlichem SH Gehalt 30
Abbildung 16: Verschiedene Größen des "Captive Ball".....31
Abbildung 17: Spritzgegossene und 3D-gedruckte Normprüfkörper mit Angaben zum Silberhäutchenanteil.....32
Abbildung 18: Biegemodul 3D-Druck und Spritzguss (Werte für BP/Spritzguss von Schönhammer, 2016).....33
Abbildung 19: Vergleich Biegemodul von 3D-Druck und Spritzguss 35
Abbildung 20: Biegefestigkeit 3D-Druck und Spritzguss (Werte für BP/Spritzguss von Schönhammer, 2016).....36
Abbildung 21: Vergleich Biegefestigkeit von 3D-Druck 37
Abbildung 22: Biegedehnung 3D-Druck und Spritzguss (Werte für BP/Spritzguss von Schönhammer, 2016).....38
Abbildung 23: Vergleich Biegedehnung von 3D-Druck 39
Abbildung 24: Schlagzähigkeit 3D-Druck und Spritzguss (Werte für BP/Spritzguss von Schönhammer, 2016).....40
Abbildung 25: Vergleich Schlagzähigkeit von 3D-Druck und Spritzguss 41
Abbildung 26: Bruchflächen des 3D-gedruckten Basispolymers (li.) im Kontrast zu einem SH Compound (re.) unter dem REM bei 40-facher Vergrößerung.....42
Abbildung 27: Bruchflächen der 3D-gedruckten Compounds mit 10% (li.), 20% (mi.) und 30% (re.) SH-Anteil jeweils von SHBK (o.) und SHUV (u.) 43
Abbildung 28: Bruchfläche des als Biegestab 3D-gedruckten SHBK 30% Compounds (links) und des dafür Verwendeten SHBK 30 % Compoundfilaments (rechts) 44
Abbildung 29: Spritzgegossenen Becher aus Silberhäutchen Compound 45
Abbildung 30: erster Pressversuch.....46
Abbildung 31: Mit Stempel verpresste Platten und daraus gewonnene Normprüfkörper 46
Abbildung 32: Vergleich Biegemodul nach Trockenpressung 47
Abbildung 33: Vergleich Biegefestigkeit nach Trockenpressung.....49
Abbildung 34: Vergleich Biegedehnung nach Trockenpressung.....50
Abbildung 35: Vergleich Schlagzähigkeit nach Trockenpressung.....51
Abbildung 36: REM-Aufnahmen von SHBK 1,5, 0,5 und 0,12 bei 40-, 80-, und 500-facher Vergrößerung 52
Abbildung 37: Seitenansicht eines Normprüfkörpers von SHUV 0,5 bei 80-, und 500-facher Vergrößerung 53
Abbildung 38: Normprüfkörper aus verpressten Pellets und eine Pellet-Platte 53
Abbildung 39: Biegemodule Pelletspressung.....54
Abbildung 40: Vergleich Biegemodul nach Pressgrad 55
Abbildung 41: Biegefestigkeit Pelletspressung 55

Abbildung 42: Vergleich Biegefestigkeit nach Rohstoffausgangsform 56
Abbildung 43: Biegedehnung Pelletspressung 57
Abbildung 44: Vergleich Biegedehnung nach Rohstoffausgangsform.....57
Abbildung 45: Vergleich Biegedehnung nach Pressgrad 58
Abbildung 46: Schlagzähigkeit Pelletspressung 59
Abbildung 47: Nassverpresste Silberhäutchen / Holzfaser Platten 60
Abbildung 48: Vergleich Biegemodul nach SH-Anteil 61
Abbildung 49: Vergleich Biegefestigkeit nach SH-Anteil.....62
Abbildung 50: Vergleich Biegedehnung nach SH-Anteil 63
Abbildung 51: Vergleich Biegemodul nach SH-Anteil mit Acrodur 64
Abbildung 52: Vergleich Biegedehnung nach SH-Anteil mit Acrodur 65
Abbildung 53: Vergleich Schlagzähigkeit nach SH-Anteil mit Acrodur 65
Abbildung 54: Biegemodul der unterschiedlichen Naturstofffilamente (Thermoholz und C100 von Schönhammer, 2016).....70
Abbildung 55: Biegefestigkeit der unterschiedlichen Naturstofffilamente (Thermoholz und C100 von Schönhammer, 2016).....71
Abbildung 56: Biegedehnung der unterschiedlichen Naturstofffilamente (Thermoholz und C100 von Schönhammer, 2016).....72
Abbildung 57:Schlagzähigkeit der unterschiedlichen Naturstofffilamente (Thermoholz und C100 von Schönhammer, 2016).....73
Abbildung 58: Bruchflächen von 3D-Druck und Spritzguss.....74

Danksagung

Ich möchte mich an dieser Stelle für die kompetente Betreuung und die freundliche Unterstützung der MitarbeiterInnen des Instituts für Naturstofftechnik und des Instituts für Holztechnologie und Nachwachsende Rohstoffe sehr herzlich bedanken. Besonderer Dank gebührt dabei meinem Betreuer Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.nat.techn. Rupert Wimmer und meinen Mitbetreuern Dipl.-Ing. Eva Sykacek und ARat Ing. Christian Weichhart, sowie Hannes Frech M.Sc. und Ing. Wolfgang Schlager für die zahlreichen Unterweisungen, Inputs und Hilfestellungen die diese Arbeit ermöglicht haben.

Weiters möchte ich mich auch bei Herrn Dieter Wurm und seinem Unternehmen Kaffee-Dünger für den Forschungsauftrag und die Bereitstellung der Kaffee Silberhäutchen bedanken.

Außerdem Bedanke ich mich bei meiner gesamten Familie für die vielfältige Unterstützung während meiner gesamten Studienzeit.

Anhang

Tabelle 30: Ergebnisse der Siebanalyse

Rohstoff	**SHUV**		**SHBK**	
Feuchtigkeitsgehalt	3,06 % H2O		2,91 % H2O	
Schüttgewicht	225,92 g/l		332,15 g/l	
Fraktionen mm	Masse g	M.–Anteil %	Masse g	M.–Anteil %
X > 1,400	0,2	0,3	0,3	0,4
1,400 > X > 1,000	0,1	0,1	0,5	0,7
1,000 > X > 0,710	0,4	0,6	0,7	1,1
0,710 > X > 0,500	0,3	0,4	0,5	0,7
0,500 > X > 0,250	1,6	2,3	1,8	2,6
0,250 > X > 0,100	18,4	26,4	13,6	19,5
0,100 > X > 0,063	15,0	21,4	14,8	21,1
0,063 > X > 0,045	12,7	18,2	10,4	14,9
X < 0,045	21,3	30,3	27,4	39,0
SUMME	70	100	70	100

Tabelle 31: Versuchsreihenzusammensetzung und Ergebnisse der mechanischen Prüfungen 3D Druck und Spritzguss

Verfahren	Bezeichnung	Rohstoff	Mahlgröße SH	SH-Anteil	Sonstige Anteile	Anmerkung	Biegemodul (Mpa)		Biegefestigkeit (Mpa)		Biegedehnung (%)		Schlagzähigkeit (kJ/m²)	
							M	SD	M	SD	M	SD	M	SD
3D Druck	SHUV 10	SHUV	0,12 mm	10%	90% BP		2540	338	54,2	4,7	3,6	0,22	10,6	1,32
	SHUV 20			20%	80% BP		2440	173	38,2	3,16	3,6	0,14	7,14	0,78
	SHUV 30			30%	70% BP		2450	210	31	2,71	3,7	0,46	8,52	1,17
	SHBK 10	SHBK		10%	90% BP		1880	108	39,4	3,53	3,7	0,15	8,29	0,65
	SHBK 20			20%	80% BP		2230	192	36,3	4,18	3,2	0,24	7,46	0,93
	SHBK 30			30%	70% BP		2050	339	30,8	2,95	2,9	0,18	5,96	1,13
	BP	PLA + PHB	4 mm		90% PLA 10% PHB		2650	502	81,9	4,94	4,2	0,14	17,69	2,04
Spritzguss	SHUV 10	SHUV	0,12 mm	10%	90% BP		3460	55,2	70,4	0,453	3,5	0,081	16,87	1,2
	SHUV 20			20%	80% BP		3810	212	64,4	4,26	3,2	0,15	14,1	0,68
	SHUV 30			30%	70% BP		4350	31,4	52,3	0,315	2,8	0,041	10,57	1,15
	SHBK 10	SHBK		10%	90% BP		3590	41,1	75,5	0,777	3,5	0,1	13,77	1,81
	SHBK 20			20%	80% BP		3960	52,3	66,2	0,469	3	0,065	10,37	1,59
	SHBK 30			30%	70% BP		4360	21	58,9	0,461	2,4	0,024	7,85	1,57
	BP	PLA + PHB	4 mm		90% PLA 10% PHB		3200	30	88,3	2,28	3,8	0,13	26,92	2,3

*M….Mittelwert; *SD….Standartabweichung, BP Spritzguss Werte von Schönhammer 2016

Tabelle 32: Versuchsreihenzusammensetzung und Ergebnisse der mechanischen Prüfungen Pressen

Verfahren	Bezeichnung	Rohstoff	Mahlgröße SH	SH-Anteil	Holz-Anteil	Anmerkung	Biegemodul (Mpa)		Biegefestigkeit (Mpa)		Biegedehnung (%)		Schlagzähigkeit (kJ/m²)	
							M	SD	M	SD	M	SD	M	SD
Trocken-verpressen mit Stempel	SHUV 1,5	SHUV	1,5 mm	100%			3429	523	14,7	1,511	0,84	0,137	1,39	0,167
	SHUV 0,5		0,5 mm				4650	610	20,3	3,23	0,54	0,069	1,53	0,25
	SHUV 0,12		0,12 mm				5276	906	20,9	4,118	0,46	0,077	1,57	0,180
	SHBK 1,5	SHBK	1,5 mm				3440	1090	15	3,1	0,81	0,25	1,39	0,17
	SHBK 0,5		0,5 mm				4460	1380	22,3	5,85	0,58	0,067	1,59	0,24
	SHBK 0,12		0,12 mm				5450	1210	22,4	4,43	0,46	0,1	1,53	0,23
Trocken- ver-pressen von Pellets	SHUV LV	SHUV		100%			1760	1290	8,88	3,88	0,4	0,16	1,54	0,5
	SHUV MV						2710	1360	8,75	2,09	0,23	0,047	1,56	0,5
	SHBK LV	SHBK	1,5 mm				548	831	13,6	2,43	0,62	0,098	2,05	0,75
	SHBK MV						5170	1170	14,7	2,55	0,3	0,04	1,61	0,49
Nassverpressen von unverarbeiteten SH	100% H	SHUV			100%	Eingeweicht in 100% Wasser	4140	1040	60,6	8	2	0,25	4,75	1,12
	25% SH			25%	75%		1930	650	21,9	7,2	1,4	0,31	3,72	4
	37,5% SH			37,5%	62,5%		1230	768	9,65	6,98	2,1	1,1	3,02	0,76
	50% SH			50%	50%		1840	841	16,4	4,64	1,1	0,27	4,82	6,12
	62,5% SH			62,5%	37,5%		1660	558	15	4,39	1	0,17	4,68	6,76
	75% SH			75%	25%		767	227	6,31	1,65	1,2	0,23	2,12	0,59
Nassverpressen von unverarbeiteten SH mit Acrodur	25% SH	SHUV		25%	75%	Eingeweicht in 3% Acrodur und 97 % Wasser	1600	721	16,5	5,75	1,8	0,24	4,58	1,59
	50% SH			50%	50%		1800	562	16	6,47	1,2	0,29	3,53	0,84
	75% SH			75%	25%		793	419	10,9	10,1	1,1	0,37	1,7	0,55
Nassverpressen von SH gemahlen	1,5 mm	SHUV	1,5mm	50%	50%	Eingeweicht in 100% Wasser	1990	906	17,4	7,19	1,2	0,19	3,43	0,3
	4 mm		4mm	50%	50%		2290	886	19,3	7,44	1,3	0,38	2,93	0,68

*M….Mittelwert; *SD….Standartabweichung

Tabelle 33: Multipler Mittelwertvergleich der mechanischen Eigenschaften mit signifikanten Unterschieden zwischen den Varianten

Trockenpressung mit Stempel															
Biegemodul				Biegefestigkeit				Biegedehnung				Schlagzähigkeit			
Kontrast	Sig.	Differenz	+/- Grenzen		Sig.	Differenz	+/- Grenzen	Kontrast	Sig.	Differenz	+/- Grenzen	Kontrast	Sig.	Differenz	+/- Grenzen
0.12 - 0.5		716,429	733,851	0.12 - 0.5		-0,17857	2,82336	0.12 - 0.5	*	-0,09929	0,0964112	0.12 - 0.5		-0,004	0,130139
0.12 - 1.5	*	1928,57	733,851	0.12 - 1.5	*	6,8	2,82336	0.12 - 1.5	*	-0,36429	0,0964112	0.12 - 1.5	*	0,159	0,130139
0.5 - 1.5	*	1212,14	733,851	0.5 - 1.5	*	6,97857	2,82336	0.5 - 1.5	*	-0,265	0,0964112	0.5 - 1.5	*	0,163	0,130139
Trockenpressung von SH Pellets (Unterscheide nach Rohstoff Ausgangsform)															
Biegemodul				Biegefestigkeit				Biegedehnung				Schlagzähigkeit			
				Kontrast	Sig.	Differenz	+/- Grenzen	Kontrast	Sig.	Differenz	+/- Grenzen				
				Rohstoff	*	-5,35071	2,13313	Rohstoff	*	-0,14286	0,125948				
Trockenpressung von SH Pellets (Unterscheide nach Pressgrad)															
Biegemodul				Biegefestigkeit				Biegedehnung				Schlagzähigkeit			
Kontrast	Sig.	Differenz	+/- Grenzen					Kontrast	Sig.	Differenz	+/- Grenzen				
Rohstoff	*	-1933,5	1023,49					Rohstoff	*	0,241429	0,0985244				
Nasspressung von SH / Holz Gemisch (Unterscheide SH zu Holz Verhältnis)															
Biegemodul				Biegefestigkeit				Biegedehnung				Schlagzähigkeit			
Kontrast	Sig.	Differenz	+/- Grenzen	Kontrast	Sig.	Differenz	+/- Grenzen	Kontrast	Sig.	Differenz	+/- Grenzen				
0 - 25	*	2390,24	802,59	0 - 25	*	39,4952	6,68879	0 - 25	*	0,6	0,583104				
0 - 37.5	*	3089,67	802,59	0 - 37.5	*	51,7181	6,68879	0 - 37.5		-0,09571	0,583104				
0 - 50	*	2483,24	802,59	0 - 50	*	45,0095	6,68879	0 - 50	*	0,864286	0,583104				
0 - 62.5	*	2667,38	802,59	0 - 62.5	*	46,3281	6,68879	0 - 62.5	*	0,998571	0,583104				
0 - 75	*	3555,38	802,59	0 - 75	*	55,0624	6,68879	0 - 75	*	0,795714	0,583104				
25 - 37.5		699,429	771,104	25 - 37.5	*	12,2229	6,42638	25 - 37.5	*	-0,69571	0,560228				
25 - 50		93	771,104	25 - 50		5,51429	6,42638	25 - 50		0,264286	0,560228				
25 - 62.5		277,143	771,104	25 - 62.5	*	6,83286	6,42638	25 - 62.5		0,398571	0,560228				

25 - 75	*	1165,14	771,104	25 - 75	*	15,5671	6,42638	25 - 75		0,195714	0,560228				
37.5 - 50		-606,429	771,104	37.5 - 50	*	-6,70857	6,42638	37.5 - 50	*	0,96	0,560228				
37.5 - 62.5		-422,286	771,104	37.5 - 62.5		-5,39	6,42638	37.5 - 62.5	*	1,09429	0,560228				
37.5 - 75		465,714	771,104	37.5 - 75		3,34429	6,42638	37.5 - 75	*	0,891429	0,560228				
50 - 62.5		184,143	771,104	50 - 62.5		1,31857	6,42638	50 - 62.5		0,134286	0,560228				
50 - 75	*	1072,14	771,104	50 - 75	*	10,0529	6,42638	50 - 75		-0,06857	0,560228				
62.5 - 75	*	888	771,104	62.5 - 75	*	8,73429	6,42638	62.5 - 75		-0,20286	0,560228				
Nasspressung von SH / Holz Gemisch mit Acrodur (Unterscheide SH zu Holz Verhältnis)															
Biegemodul				Biegefestigkeit				Biegedehnung				Schlagzähigkeit			
Kontrast	Sig.	Differenz	+/- Grenzen					Kontrast	Sig.	Differenz	+/- Grenzen	Kontrast	Sig.	Differenz	+/- Grenzen
25 - 50		-206,714	652,626					25 - 50	*	0,591429	0,338507	25 - 50	*	1,045	0,997224
25 - 75	*	806,343	652,626					25 - 75	*	0,72	0,338507	25 - 75	*	2,88	0,997224
50 - 75	*	1013,06	652,626					50 - 75		0,128571	0,338507	50 - 75	*	1,835	0,997224
Nasspressung von SH / Holz Gemisch Vergleich zwischen Platten mit und ohne Acrodur (Signifikante Unterschiede nur bei Biegedehnung bei Platten mit 25% SH)															
Biegemodul				Biegefestigkeit				Biegedehnung				Schlagzähigkeit			
								Kontrast	Sig.	Differenz	+/- Grenzen				
								25 - 25	*	-0,38571	0,334272				

* bezeichnet einen statistisch signifikanten Unterschied.