

PURIMA GmbH & Co. KG

Entwicklung eines neuartigen Reinigungs- verfahrens für recycelte Kohlenstofffasern

Abschlussbericht über ein Entwicklungsprojekt,
gefördert unter dem Az: 33929 von der
Deutschen Bundesstiftung Umwelt

von

Ralf Pape, PURIMA GmbH & Co. KG,
Tim Rademacker, CFK Valley Stade Recycling GmbH
&
Caterina Linnig, Lehrstuhl für Leichtbau im Automobil,
Universität Paderborn

Porta Westfalica, März 2021

Der Abschlussbericht ist erhältlich bei:

PURIMA GmbH & Co. KG

Südstraße 4

32457 Porta Westfalica

Tel. +49 57 31 - 3 04 70-0

Fax +49 57 31 - 3 04 70-30

info@purima.com

06/02		Projektkennblatt der Deutschen Bundesstiftung Umwelt			
Az	33929	Referat	01	Fördersumme	406.000 €
Antragstitel		Entwicklung eines neuartigen Reinigungsverfahrens für recycelte Kohlenstofffasern			
Stichworte		Kohlenstofffasern, Ultraschallreinigung, Pyrolyse, Recycling			
Laufzeit		Projektbeginn		Projektende	
24 Monate		01.07.2018		30.06.2020, verlängert bis zum 31.12.2020	
Projektphase(n)		1			
Zwischenberichte		31.03.2020			
Bewilligungsempfänger				Tel 05731 30470 12	
PURIMA GmbH & Co. KG Südstraße 4 32457 Porta Westfalica				Fax 05731 30470 30	
				Projektleitung	
				Ralf Pape	
				Bearbeiterin	
				Marielle Pape	
Kooperationspartner		CFK Valley Stade Recycling GmbH & Co. KG Stader Straße 55 – 63 21737 Wischhafen			
		Universität Paderborn Warburger Str. 100 33098 Paderborn Ausführende Stelle: Lehrstuhl für Leichtbau im Automobil (LiA)			
Zielsetzung und Anlass des Vorhabens					
Ziel dieses Projekts ist es, den bestehenden Recyclingprozess von kohlenstofffaserverstärktem Kunststoff zu optimieren, um damit die Qualität des Recyclats zu erhöhen und die Kapazität der Recyclinganlage zu steigern. Dabei soll der bisherige Prozess der thermischen Reinigung der pyrolysierten Fasern durch ein Reinigungsverfahren mittels Ultraschall ersetzt werden. Auch die Akzeptanz des Recyclats auf dem CFK-Markt soll durch den sicheren Prozess der Ultraschallreinigung verbessert werden.					
Darstellung der Arbeitsschritte und der angewandten Methoden					
Im Rahmen des Projekts wird zunächst die Machbarkeit der Ultraschallreinigung von pyrolysierten Kohlenstofffasern nachgewiesen. Dazu werden CFK-Platten im Pyrolyseofen behandelt und anschließend einer thermischen beziehungsweise der Ultraschallreinigung in standardisierten Ultraschallbecken im Labormaßstab unterzogen. Im Zuge der Parameterstudie werden die Einflussfaktoren zum Erreichen des optimalen Reinigungseffektes bei der Ultraschallreinigung untersucht. Anschließend erfolgt die Charakterisierung der Kohlenstofffasern und ein direkter Vergleich der Reinigungsverfahren anhand der vorliegenden Ergebnisse wird gezogen.					
Nach der Machbarkeitsstudie ist eine Optimierung der Prozessparameter und Festlegung weiterer Randbedingungen für den Prozess geplant. Dafür ist unter anderem eine Grundlagenuntersuchung zur Prozesstechnik notwendig. Im Rahmen dieser Untersuchung sind die Möglichkeiten der Ultraschalltechnik zusammenzutragen und entsprechend der Anforderungen an das Ultraschallreinigungsverfahren auf den					

möglichen Einsatz in der geplanten Anwendung zu prüfen. Der somit im Labormaßstab entwickelte Reinigungsprozess wird anschließend für die Anwendung in der industriellen Verarbeitung angepasst. Im Anschluss steht der Aufbau einer Prototypanlage zur Ultraschallreinigung pyrolysierter Kohlenstofffasern an. Zur Validierung der bisherigen Untersuchungsergebnisse werden Kohlenstofffasern in der aufgebauten Anlage unter den ermittelten Parametern und festgelegten Randbedingungen gereinigt. Es folgt eine abschließende Charakterisierung des gereinigten Materials.

Ergebnisse und Diskussion

Im ersten Schritt konnte die Machbarkeit der Reinigung pyrolysierter Kohlenstofffasern gezeigt werden. Die pyrolysierten Kohlenstofffasern wurden in Ultraschallbäder im Labormaßstab überführt und dort unter Berücksichtigung verschiedener Parameter beschallt. In mehreren Optimierungsschleifen lag der Fokus dabei insbesondere auf der Reinigungsdauer, der Frequenz des Ultraschalls, der Temperatur des Ultraschallmediums und dem Einsatz verschiedener Tenside.

Die Sauberkeit der Oberfläche der Kohlenstofffasern wurde durch Aufnahmen eines Rasterelektronenmikroskops untersucht. Ultraschallgereinigte Proben zeigten deutlich weniger Anhaftungen von Pyrolysekoks im Vergleich zu den thermisch nachbehandelten Kohlenstofffasern. Die mechanischen Eigenschaften der ultraschallgereinigten Kohlenstofffasern liegen auf vergleichbarem Niveau der neuen Kohlenstofffasern.

Die Untersuchung der chemischen Zusammensetzung der Oberfläche der Kohlenstofffasern mittels XPS zeigte einen deutlichen Einfluss der thermischen Reinigung auf die aktiven, funktionellen Gruppen. Der Anteil der Carbonyl- und Carboxylgruppen ist nach der thermischen Behandlung deutlich höher als nach der Ultraschallreinigung. Im Zusammenhang mit diesen Ergebnissen wurden zur Beurteilung der Verbindungsfestigkeit der gereinigten Kohlenstofffasern und einem Matrixpolymer Pull-Out-Versuche durchgeführt. Trotz der deutlichen Unterschiede bezüglich der funktionellen Gruppen auf der Oberfläche, zeigte sich eine vergleichbar hohe Verbindungsfestigkeit der ultraschallbehandelten Kohlenstofffasern.

Parallel zur Optimierung der Ultraschallprozessparameter wurden Grundprinzipien eines Prozesskonzepts erarbeitet. Entsprechend der Anforderungen an einen industriellen Ultraschallreinigungsprozess wurde das Konzept einer Förderschnecke ausgewählt. Basierend auf diesen grundlegenden Untersuchungen erfolgte die Entwicklung und Fertigung eines Prototyps der Reinigungsanlage im industriellen Maßstab.

Die Funktionalität des Prototyps wurde im Rahmen von Förderversuchen validiert.

Die Versuche zeigten, dass das Konzept der Förderschnecke einen automatisierten Prozessablauf zur Reinigung der pyrolysierten Kohlenstofffasern grundlegend gewährleistet. Größere Mengen an Kohlenstofffasern durchlaufen die verschiedenen Misch-, Ultraschall-, Spül- und Trocknungszonen unter Einhaltung und Kontrolle der im Labormaßstab festgelegten und auf den industriellen Prozess übertragenen Parameter, und werden schließlich vom Pyrolysekoks befreit. Der Reinigungsprozess erfolgt ohne chemische Zusätze und das genutzte Wasser wird innerhalb der Anlage wiederaufbereitet. Die Qualität der Ultraschallreinigung steht im Zusammenhang mit dem Grad der Vorbehandlung, der vorgeschalteten Pyrolyse des Ausgangsmaterials. REM-Aufnahmen der mittels des Prototyps gereinigten Kohlenstofffasern bestätigen das gewünschte Reinigungsergebnis.

Öffentlichkeitsarbeit und Präsentation

Im Rahmen des Projektes wurde ein neuartiges Verfahren entwickelt, welches in den bisherigen Wiedergewinnungsprozess für Kohlenstofffasern integriert werden soll. Aufgrund geplanter Patentierung des neuen Prozesses wurde auf Veröffentlichungen bisher verzichtet.

Fazit

Im Rahmen des Projektes wurde die Entwicklung eines ultraschallbasierten Reinigungsverfahrens für recycelte Kohlenstofffasern erfolgreich abgeschlossen. Die Machbarkeitsstudie erbrachte den Nachweis, dass eine Reinigung pyrolysierter Kohlenstofffasern mittels Ultraschall möglich ist. Durch Optimierungen konnte ein geeigneter Parametersatz zur Ultraschallreinigung identifiziert werden.

Der Prototyp der Reinigungsanlage konnte erfolgreich validiert werden. Das Förderschneckenkonzept ermöglicht einen automatisierten Reinigungsprozess unter Einhaltung von gewählten Prozessparametern ohne den Einsatz chemischer Zusätze und mit integrierter Wasseraufbereitung.

Das neue Reinigungsverfahren weist Vorteile im Vergleich zur thermischen Nachbehandlung, dem aktuellen Stand der Technik, auf. Durch ultraschallbasierte Reinigung konnten sowohl die höheren mechanischen Eigenschaften als auch eine verbesserte Sauberkeit der Oberfläche der Kohlenstofffasern realisiert werden. Zudem konnte durch eine Verringerung der Prozessdauer und des generell geringeren Energiebedarfes des neuen Reinigungsverfahrens eine Verbesserung der energetischen Bilanz von circa 40 % erreicht werden.

Inhaltsverzeichnis	Seite
1 Zusammenfassung	11
2 Einleitung.....	12
3 AP 1 – Umsetzung des Reinigungsverfahrens	16
3.1 Probenherstellung und Charakterisierung	16
3.2 Pyrolyse und Fasercharakterisierung	18
3.3 Ultraschallfaserreinigung	19
3.4 Charakterisierung gereinigter Fasern	20
3.5 Verbundprobenherstellung aus Recyclaten & Charakterisierung	27
4 AP 2 – Realisierung des Reinigungsprozesses.....	29
4.1 Grundlagenuntersuchung zur Prozesstechnik.....	29
4.2 Optimierung der Parameter	30
4.3 Anwendung auf industriellen Maßstab.....	45
5 AP 3 – Aufbau einer Versuchsvorrichtung	46
5.1 Entwicklung einer Versuchsvorrichtung.....	46
5.2 Aufbau der Vorrichtung.....	46
5.3 Validierung der Funktionsweise.....	48
6 Fazit.....	50
7 Literaturverzeichnis	52

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2.1: Globaler CFK-Bedarf in Tsd. Tonnen 2010-2023 (*Schätzung) [1]	12
Abbildung 2.2: Schematischer Aufbau der Pyrolyseanlage zum Recycling von kohlenstofffaserverstärkten Kunststoffen [2]	14
Abbildung 2.3: Arbeits- und Zeitplan des Projekts.....	14
Abbildung 3.1: Darstellung der Arbeitsschritte des ersten Arbeitspakets	16
Abbildung 3.2: Versuchsaufbau der Einzelfaserzugversuche.....	17
Abbildung 3.3: Zugeschnittene CFK-Platten (links), wiedergewonnene Kohlenstofffasern nach der Pyrolyse (rechts).....	18
Abbildung 3.4: REM-Aufnahmen der neuen Kohlenstofffasern	22
Abbildung 3.5: REM-Aufnahmen der pyrolysierten Kohlenstofffasern ohne Reinigungsbehandlung.....	23
Abbildung 3.6: REM-Aufnahmen der pyrolysierten Kohlenstofffasern nach thermischer Reinigungsbehandlung	23
Abbildung 3.7: REM-Aufnahmen der gereinigten Kohlenstofffasern nach 3 Minuten (links) und 10 Minuten (rechts) Reinigungsdauer bei 25 kHz	24
Abbildung 3.8: REM-Aufnahmen der gereinigten Kohlenstofffasern nach 3 Minuten (links) und 10 Minuten (rechts) Reinigungsdauer bei 40 kHz	24
Abbildung 3.9: REM-Aufnahmen der gereinigten Kohlenstofffasern nach 3 Minuten (links) und 10 Minuten (rechts) Reinigungsdauer bei 75 kHz	24
Abbildung 3.10: REM-Aufnahmen der gereinigten Kohlenstofffasern nach 3 Minuten (links) und 10 Minuten (rechts) Reinigungsdauer bei 132 kHz	25
Abbildung 3.11: Einfluss der Ultraschallfrequenz auf die Zugfestigkeit der gereinigten Kohlenstofffasern.....	25
Abbildung 3.12: Einfluss der Ultraschallfrequenz auf den Elastizitätsmodul der gereinigten Kohlenstofffasern.....	26
Abbildung 3.13: Einfluss der Ultraschallfrequenz auf die Bruchdehnung der gereinigten Kohlenstofffasern.....	26
Abbildung 4.1: REM-Aufnahmen der gereinigten Kohlenstofffasern nach 3 Minuten (links) und 10 Minuten (rechts) Ultraschallbehandlung bei 25 kHz und 20 °C (oben) sowie 60°C (unten)	32
Abbildung 4.2: REM-Aufnahmen der gereinigten Kohlenstofffasern nach 3 Minuten (links) und 10 Minuten (rechts) Ultraschallbehandlung bei 25 kHz sowie dem Einsatz von Tensid A (oben) sowie Tensid B (unten)	32
Abbildung 4.3: Einfluss der Temperatur des Ultraschallmediums auf die Zugfestigkeit der gereinigten Kohlenstofffasern	33
Abbildung 4.4: Einfluss der Temperatur des Ultraschallmediums auf den Elastizitätsmodul der gereinigten Kohlenstofffasern.....	34

Abbildung 4.5: Einfluss der Temperatur des Ultraschallmediums auf die Bruchdehnung der gereinigten Kohlenstofffasern	35
Abbildung 4.6: Einfluss von Tensiden auf die Zugfestigkeit der gereinigten Kohlenstofffasern (60 °C)	35
Abbildung 4.7: Einfluss von Tensiden auf den Elastizitätsmodul der gereinigten Kohlenstofffasern (60 °C)	36
Abbildung 4.8: Einfluss von Tensiden auf die Bruchdehnung der gereinigten Kohlenstofffasern (60 °C)	36
Abbildung 4.9: Vergleich der mittleren Zugfestigkeit der pyrolysierten Kohlenstofffasern ohne Reinigungsbehandlung, nach thermischer Reinigung sowie Ultraschallreinigung.....	37
Abbildung 4.10: Spektrum und Elementzusammensetzung der Oberfläche der Kohlenstofffasern nach der Pyrolyse	39
Abbildung 4.11: Detailspektrum des C 1s- Peaks zur genauen Analyse der Bindungs- und Oxidationszustände der Kohlenstofffasern nach der Pyrolyse .	41
Abbildung 4.12: Kraft-Weg-Verlauf eines Pull-Out-Versuchs an einer pyrolysierten Kohlenstofffaser	43
Abbildung 4.13: Lokale Grenzflächenscherfestigkeit τ_d von pyrolysierten Kohlenstofffasern ohne Reinigung sowie mit thermischer und Ultraschall-Reinigung mit entsprechender Standardabweichung der Messwerte.....	44
Abbildung 5.1: Technische Zeichnungen des Prototyps der Ultraschallreinigungsanlage	47
Abbildung 5.2: REM-Aufnahmen der gereinigten Kohlenstofffasern vor (links) und nach (rechts) der Behandlung mit dem entwickelten Prototyp.....	49

Tabellenverzeichnis

Tabelle 3-1: Ergebnisse der Charakterisierung der Neufaser und Vergleich mit den Herstellerangaben	17
Tabelle 3-2: Versuchsplan der Machbarkeitsstudie mit den Proben 1-8	20
Tabelle 3-3: Ermittelte Faserdurchmesser der neuen Kohlenstofffasern sowie nach den verschiedenen Recyclingprozessen	21
Tabelle 4-1: Versuchsplan der weiteren Optimierung der Prozessparameter mit Proben 9-14.....	31
Tabelle 4-2: Elementzusammensetzung der obersten 5 - 10 nm der untersuchten Oberflächen in At %.....	40
Tabelle 4-3: Detailspektrum der jeweiligen C 1s - Peaks der untersuchten Kohlenstofffaseroberflächen in At %	41

Abkürzungs- und Begriffsverzeichnis

°C	Grad Celsius
At %	Atomprozent
Binding energy	Bindungsenergie
C	Elementsymbol Kohlenstoff
C 1s	1s Orbital des Kohlenstoffs
CF	Kohlenstofffaser
rCF / rC-Faser	Recycelte Kohlenstofffaser
CFK	Kohlenstofffaserverstärkte Kunststoffe
CPS	Counts per seconds
CO ₂	Kohlenstoffdioxid
DBU	Deutsche Bundesstiftung Umwelt
E-Modul	Elastizitätsmodul
eV	Elektronenvolt
F_d	Debonding- Force, Ablösekraft
F_{max}	Maximalkraft
l_e	Einbettlänge
LiA	Lehrstuhl für Leichtbau im Automobil
N	Elementsymbol Stickstoff
N 1s	1s Orbital des Stickstoffs
O	Elementsymbol Sauerstoff
O 1s	1s Orbital des Sauerstoffs
τ_d	Lokale Grenzflächenscherfestigkeit
REM	Rasterelektronenmikroskopie
RTM	Resin Transfer Moulding-Verfahren
SFPO-Test	Single-Fiber-Pull-Out-Test
SPS	Speicherprogrammierbare Steuerung
VE-Wasser	Demineralisiertes bzw. vollentsalztes Wasser
XPS	Röntgenphotoelektronenspektroskopie (engl. X-ray photoelectron spectroscopy)

1 Zusammenfassung

Im Rahmen des vorliegenden Projektes wurde ein Verfahren zur ultraschallbasierten Reinigung pyrolysierter Kohlenstofffasern entwickelt. Die Durchführung des seitens der Deutschen Bundesstiftung Umwelt (DBU) geförderten Projekts (AZ 33929) erfolgte durch die Projektpartner PURIMA GmbH & Co. KG, CFK Valley Stade Recycling GmbH & Co. KG sowie dem Lehrstuhl für Leichtbau im Automobil an der Universität Paderborn.

Ziel des Projekts war es, den bestehenden Recyclingprozess von kohlenstofffaserverstärktem Kunststoff (CFK) zu optimieren, um die Qualität des Recyclats zu erhöhen und die Kapazität der vorhandenen Rückgewinnungstechniken zu steigern. Dabei wurde der bisherige Prozess der thermischen Reinigung der pyrolysierten Fasern durch ein Reinigungsverfahren mittels Ultraschall ersetzt.

Zunächst wurde der Nachweis über die Machbarkeit einer Ultraschallreinigung von pyrolysierten Kohlenstofffasern geführt. Eine erste Eingrenzung der Ultraschallprozessparameter im Labormaßstab führte bereits zu guten Reinigungsergebnissen. Im Zuge weiterführender Optimierungsschritte dieser Prozessparameter konnte anhand von Untersuchungen zur Faserflächenbeschaffenheit, dem Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften sowie der Verbindungsfestigkeit zwischen Kohlenstofffaser und Matrixpolymer, ein geeigneter Parametersatz zur Ultraschallreinigung ausgewählt werden. Die Reinigung der Kohlenstofffasern mit einer Ultraschallfrequenz von 25 kHz und Reinigungsdauer von 10 Minuten bei 60 °C in Wasser ohne Tenside erzielte bestmögliche Reinigungsergebnisse. Im Vergleich zu den thermisch gereinigten Kohlenstofffasern ist die Zugfestigkeit 24,02 % höher und die Verbindungsfestigkeit zwischen Kohlenstofffaser und Matrixpolymer liegt auf vergleichbar hohem Niveau.

Zur Entwicklung eines Reinigungskonzepts wurden die Anforderungen an einen industriellen Reinigungsprozess diskutiert. Schlussendlich wurde ein Konzept auf Basis eines Schneckenförderers ausgewählt. Auf Basis dieser Voruntersuchungen erfolgte die Entwicklung und die Fertigung eines Prototyps der Reinigungsanlage im industriellen Maßstab. Zur Validierung der Funktionalität des Konzepts wurden Förderversuche mit pyrolysierten Kohlenstofffasern durchgeführt. Die Versuche zeigten, dass das Konzept der Schneckenförderung der Kohlenstofffasern in der Prototypanlage sowie die automatisierte Ultraschallreinigung unter Einhaltung der Prozessparameter gewährleistet werden kann. Die Qualität der Ultraschallreinigung steht im Zusammenhang mit dem Grad der Vorbehandlung, der vorgeschalteten Pyrolyse des Ausgangsmaterials.

2 Einleitung

Der Schutz der Umwelt sowie die Ressourcenschonung sind einige der wichtigsten Fragestellungen der Zukunft. Im Bereich der Automobilbranche wird intensiv daran gearbeitet, durch Leichtbau den Energiebedarf und damit die CO₂-Emissionen von Fahrzeugen zu reduzieren. Ein wesentlicher Leichtbauansatz ergibt sich durch den vermehrten Einsatz kohlenstofffaserverstärkter Kunststoffe (CFK). An der kostengünstigen und ressourcenschonenden Fertigung der Bauteile aus diesem Werkstoff wird daher sehr intensiv geforscht. Um die Gesamtbilanz bezüglich der CO₂-Emissionen, die sich in jeder Phase des Produktlebenszyklus ergeben, zu verbessern, sind insbesondere effiziente Recyclingprozesse für CFK von wesentlicher Bedeutung.

Recyclingmöglichkeiten für derartige CFK-Strukturen beschränken sich aktuell lediglich auf die mechanische Aufbereitung und der damit verbundenen Verwendung als Füllstoff ohne jegliche Materialaufwertung oder der thermischen Verwertung als Ersatzbrennstoffmaterial, beispielsweise in der Zementherstellung. Das zu bevorzugende Recyclingverfahren der CFK-Abfälle ist die Rückgewinnung der reinen Kohlenstofffaser als Sekundärrohstoff. Um die Marktfähigkeit der recycelten Kohlenstofffaser (auch rC-Faser oder rCF) weiterhin auszubauen, sind effizientere Wiedergewinnungsprozesse und mehr Kapazitäten erforderlich.

Bei Betrachtung der Entwicklung des globalen CFK-Bedarfs der vergangenen Jahre in Abbildung 2.1 fällt das stetige Wachstum dieses Marktes ins Auge. Auch für die nächsten Jahre bis 2023 wird ein beständiger Anstieg des Bedarfs von rund 12 % prognostiziert [1]. Nahezu die gesamten produzierten Kohlenstofffasern finden Anwendung in CFK. Dementsprechend analog zu der Entwicklung des CFK-Bedarfs sieht auch der globale Bedarf an Kohlenstofffasern aus. Hier wird ebenfalls eine Wachstumsrate von ca. 10 % in den nächsten Jahren erwartet.

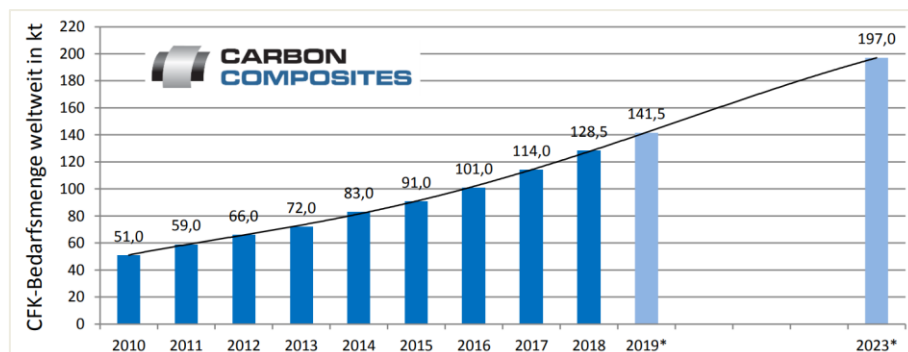


Abbildung 2.1: Globaler CFK-Bedarf in Tsd. Tonnen 2010-2023 (*Schätzung) [1]

Für das Jahr 2023 wird ein weltweiter CFK Bedarf von 197.000 t prognostiziert. Mit der Annahme, dass 20 % davon allein als Produktionsabfall anfallen, müssen dann mindestens 39.400 Tonnen CFK im Jahr 2023 recycelt werden. Für diese Betrachtung sind zu erwartende End of Life Bauteile nicht berücksichtigt. Um dieser Entwicklung Rechnung zu tragen, müssen vorhandene Recyclingprozesse erweitert und optimiert werden.

Die erste und einzige deutsche Großanlage zur Wiedergewinnung der Kohlenstofffasern aus CFK betreibt die Firma CFK Valley Stade Recycling in Wischhafen (siehe Abbildung 2.2). In einem mehrstufigen Wiedergewinnungsprozess wird zuerst die Kunststoffmatrix der CFK-Struktur mittels eines Pyrolyseprozesses zersetzt und die freigelegten Kohlenstofffasern anschließend thermisch von den Pyrolyserückständen (Pyrolysekoks) gereinigt. Aufgrund der nicht exakt steuerbaren Prozessatmosphäre ist im weiteren Reinigungsschritt eine Schädigung der Kohlenstofffaser nicht sicher auszuschließen. Mit der im Rahmen dieses Projektes zu entwickelnden Prozesstechnik der Ultraschallreinigung von recycelten Kohlenstofffasern kann dieser komplexe Wärmebehandlungsschritt der thermischen Reinigung zur Entfernung von anhaftendem Pyrolysekoks auf den pyrolysierten Kohlenstofffasern ersetzt werden. Zusätzlich kann die Durchsatzgeschwindigkeit im vorgeschalteten Pyrolyseofen durch die möglicherweise schnellere Reinigungsmethode der Ultraschallreinigung ohne Auswirkung auf die Sauberkeit und Qualität der Kohlenstofffasern gesteigert werden. Es wird erwartet, dass durch das neuartige Reinigungsverfahren und die gestiegene Durchsatzmenge des Pyrolyseofens eine Energieersparnis im laufenden Betrieb von bis zu 30 % erreicht werden kann. Neben der Verbesserung der ökologischen Bilanz der rC-Fasern können diese ebenfalls deutlich günstiger produziert werden. Der Preisvorteil kann direkt an den Kunden weitergegeben werden, wodurch das Einsatzpotential der Kohlenstofffasern auf dem Markt für den Wiedereinsatz steigt. Weiterhin trägt das neue Reinigungsverfahren zur Verbesserung der Arbeitssicherheit im Betrieb bei. Durch den Einsatz des wasserbasierten Ultraschallreinigungsprozesses verbleiben sowohl die Restanhaftungen als auch kritische Faserbruchstücke im Wasser und gelangen nicht in die Umgebungsluft.



Abbildung 2.2: Schematischer Aufbau der Pyrolyseanlage zum Recycling von kohlenstoffaserverstärkten Kunststoffen [2]

Ziel dieses Projekts ist es, den bestehenden Recyclingprozess von kohlenstoffaserverstärktem Kunststoff zu optimieren, um die Qualität des Recyclats zu erhöhen und die Kapazität der Recyclinganlage zu steigern. Dabei soll der bisherige Prozess der thermischen Reinigung der pyrolysierten Fasern durch ein Reinigungsverfahren mittels Ultraschall ersetzt werden.

Arbeits- und Zeitplan		1. Jahr				2. Jahr			
		I	II	III	IV	I	II	III	IV
AP 1	Umsetzung des Reinigungsverfahrens								
AP 1.1	Probenherstellung und Charakterisierung								
AP 1.2	Pyrolyse und Fasercharakterisierung								
AP 1.3	Ultraschallfaserreinigung								
AP 1.4	Charakterisierung gereinigter Fasern								
AP 1.5	Verbundprobenherstellung aus Recyclaten und Charakterisierung								
AP 2	Realisierung des Reinigungsprozesses								
AP 2.1	Grundlagenuntersuchung zur Prozesstechnik								
AP 2.2	Optimierung der Parameter								
AP 2.2	Anwendung des Prinzips auf industriellen Maßstab								
AP 3	Aufbau einer Versuchsvorrichtung								
AP 3.1	Entwicklung einer Versuchsvorrichtung								
AP 3.2	Aufbau der Vorrichtung								
AP 3.3	Validierung der Funktionsweise								
PT	Projektbegleitender Ergebnistransfer								
	Öffentlichkeitsarbeit								
PK	Projektkoordination								
	Projektleitung								
	Meilenstein 1: Reinigung mittels Ultraschall wurde nachgewiesen					1.			
	Meilenstein 2: Reinigungsverfahren optimiert						2.		
	Meilenstein 3: Versuchsvorrichtung aufgebaut							3.	

Abbildung 2.3: Arbeits- und Zeitplan des Projekts

Die einzelnen Projektinhalte werden, wie in Abbildung 2.3 dargestellt, in drei Arbeitspakete (AP) gegliedert.

Im Rahmen des Projekts wird zunächst die Machbarkeit der Ultraschallreinigung von pyrolysierten Kohlenstofffasern nachgewiesen. Dazu werden CFK-Platten im Pyrolyseofen behandelt und anschließend einer thermischen bzw. der Ultraschallreinigung in standardisierten Ultraschallbecken im Labormaßstab unterzogen. Im Zuge der Parameterstudie werden die Einflussfaktoren zum Erreichen des optimalen Reinigungseffektes bei der Ultraschallreinigung untersucht. Anschließend erfolgt die Charakterisierung der Kohlenstofffasern und ein direkter Vergleich der Reinigungsverfahren anhand der vorliegenden Ergebnisse wird gezogen.

Nachdem der Nachweis über die Machbarkeit des Ultraschallreinigungsverfahrens erbracht wurde, ist eine Optimierung der Parameter und Festlegung weiterer Randbedingungen für den Prozess geplant. Dafür ist unter anderem eine Grundlagenuntersuchung zur Prozesstechnik notwendig. Im Rahmen dieser Untersuchung sind die Möglichkeiten der Ultraschalltechnik zusammenzutragen und auf den möglichen Einsatz in der geplanten Anwendung zu prüfen. Der somit im Labormaßstab entwickelte Reinigungsprozess wird anschließend für die Anwendung in der industriellen Verarbeitung angepasst.

Im Anschluss steht der Aufbau einer Prototypanlage zur Ultraschallreinigung pyrolysierten Kohlenstofffasern an. Zur Validierung der bisherigen Untersuchungsergebnisse werden Kohlenstofffasern in der aufgebauten Anlage unter den ermittelten Parametern und festgelegten Randbedingungen gereinigt. Es folgt eine abschließende Charakterisierung des gereinigten Materials.

3 AP 1 – Umsetzung des Reinigungsverfahrens

Das erste Arbeitspaket soll der Untersuchung der Machbarkeit der Ultraschall-Reinigung von pyrolysierten Kohlenstofffasern dienen. Dazu werden CFK-Platten zunächst in der Pyrolyse der Firma CFK Valley Stade Recycling GmbH und entsprechend festgelegter Parameter mittels Ultraschall bei der Firma PURIMA GmbH & Co. KG behandelt. Anschließend erfolgt die Charakterisierung der recycelten Kohlenstofffasern am Lehrstuhl für Leichtbau im Automobil an der Universität Paderborn (siehe Abbildung 3.1).

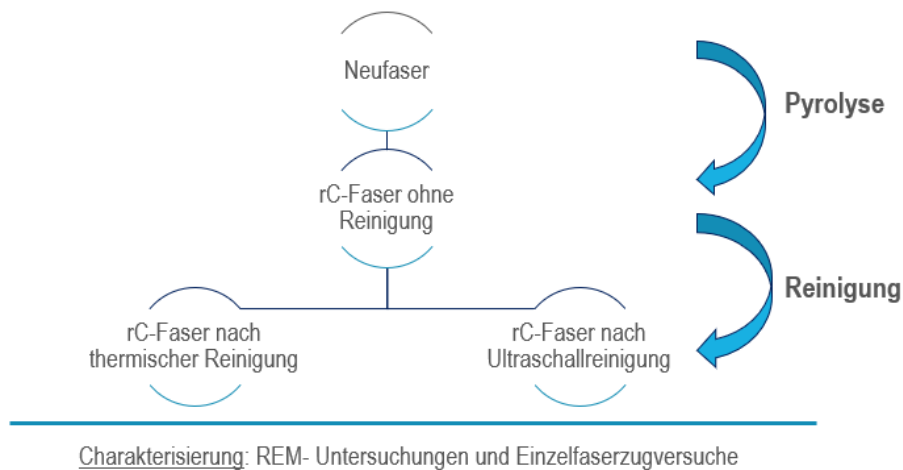


Abbildung 3.1: Darstellung der Arbeitsschritte des ersten Arbeitspakets

3.1 Probenherstellung und Charakterisierung

Um die geplanten Arbeiten im Rahmen des Projekts durchführen zu können, wurden SIGRACOMP® CFK-Platten des Herstellers SGL Carbon mit einem Kohlenstofffasergewebe aus der Fasertypen C T24-5.0/270-E100 [3] und einem Faservolumengehalt von 40% beschafft.

Im ersten Schritt wurden die mechanischen Kennwerte der verwendeten Kohlenstofffasern am Lehrstuhl für Leichtbau im Automobil (LiA) durch Einzelfaserzugversuche ermittelt. Die Vorbereitung der Proben, die Durchführung sowie Auswertung der Einzelfaserzugversuche wurde in Anlehnung an die Norm ASTM 3379 durchgeführt. Um die Zugversuche der Einzelfasern in einer universellen Zugprüfmaschine zu realisieren, wurden Papierträgerrahmen verwendet. Die Einzelfasern wurden auf den Papierträgerrahmen aufgeklebt und nach der Aushärtung des Klebstoffs zur Prüfung in eine Vorrichtung in einer Zugprüfmaschine eingespannt. Vor dem Start des Versuchs wurden die Seitenteile des Papierrahmens mit einer Schere durchtrennt, um einzig die Kohlenstofffaser im Versuch zu belasten. Die Prüfgeschwindigkeit betrug 0,5 mm/min. Zur statistischen Absicherung der Ergebnisse wurden pro Parametersatz jeweils 50 Proben untersucht.

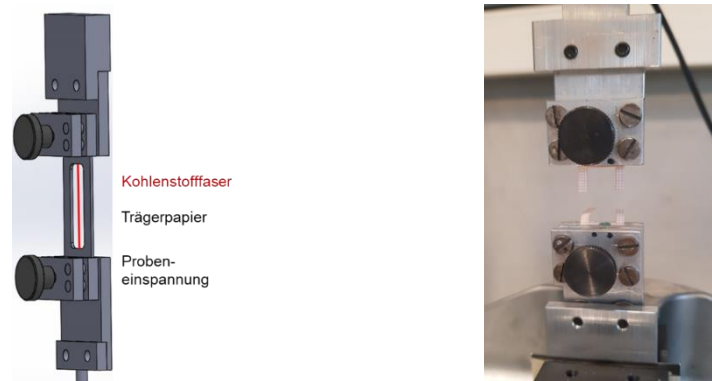


Abbildung 3.2: Versuchsaufbau der Einzelfaserzugversuche

Zur Ermittlung der maximalen Zugfestigkeit der wiedergewonnen Kohlenstofffasern wurden aus dem aufgezeichneten Kraft-Weg-Diagramm Maximalkräfte auf die Querschnittsfläche der neuwertigen Kohlenstofffasern (siehe Tabelle 3-3) bezogen. Der Elastizitätsmodul und die Bruchdehnung konnten ebenfalls aus dem Kraft-Weg-Diagramm errechnet werden.

Die seitens des Herstellers angegebenen Materialeigenschaften der verwendeten Kohlenstofffasern sowie die Ergebnisse der Charakterisierung der entsprechenden Neufasern sind in Tabelle 3-1 vergleichend gegenübergestellt.

Tabelle 3-1: Ergebnisse der Charakterisierung der Neufaser und Vergleich mit den Herstellerangaben

		Zugfestigkeit [MPa]	Elastizitätsmodul [GPa]	Bruchdehnung [%]
Herstellerangaben [3]		5.000	270	1,9
Charakterisierung der Neufaser (LiA)	Arithmetisches Mittel	4.496	262	1,02
	Standardabweichung	763	17	0,003

Bei Betrachtung der Ergebnisse zeigt sich eine deutliche Diskrepanz zwischen den Herstellerangaben des entsprechenden Kohlenstofffasertyps im Vergleich zur Charakterisierung, welche am LiA durchgeführt wurde. Die Zugfestigkeit der Einzelfasern liegt um 10,08 % niedriger als der Hersteller angegeben hat. Eine ähnliche Tendenz zeigt sich sowohl bei dem Elastizitätsmodul als auch bei der ermittelten Bruchdehnung. Während der Elastizitätsmodul um lediglich 2,96 % verringert ist, zeigt sich bei der

ermittelten Bruchdehnung im Vergleich zu den Herstellerwerten ein Unterschied von 46,32 %.

Für den weiteren Verlauf des Projekts wurden die ermittelten Kennwerte des LiA als Referenzwert zum Vergleich mit den Kennwerten der recycelten Kohlenstofffasern herangezogen.

3.2 Pyrolyse und Fasercharakterisierung

Vor der pyrolytischen Behandlung der CFK-Platten bei CFK Valley Stade Recycling GmbH wurden diese Platten mittels Wasserstrahlschneiden zu Platten mit Abmessungen von 30 · 30 mm² zugeschnitten, um eine einfachere Handhabung der Kohlenstofffasern in der Pyrolyse und dem Ultraschallmedium zu ermöglichen. Die resultierenden Faserlängen von circa 30 mm sind für eine mögliche Weiterverarbeitung in textilen Verfahren, wie beispielsweise der Herstellung eines Vlieses, sehr gut geeignet.

In Abbildung 3.3 sind die zugeschnittenen CFK-Platten jeweils vor (links) und nach der Pyrolyse (rechts) zusehen. Ein Teil der wiedergewonnenen Kohlenstofffasern wurde im Anschluss an die Pyrolyse nach aktuellem Stand der Technik bei der Firma CFK Valley Stade Recycling der thermischen Reinigung in einem Ofen mit definierter Atmosphäre unterzogen. Diese Kohlenstofffasern dienen als Referenz für die Machbarkeitsuntersuchungen der Ultraschallreinigung.

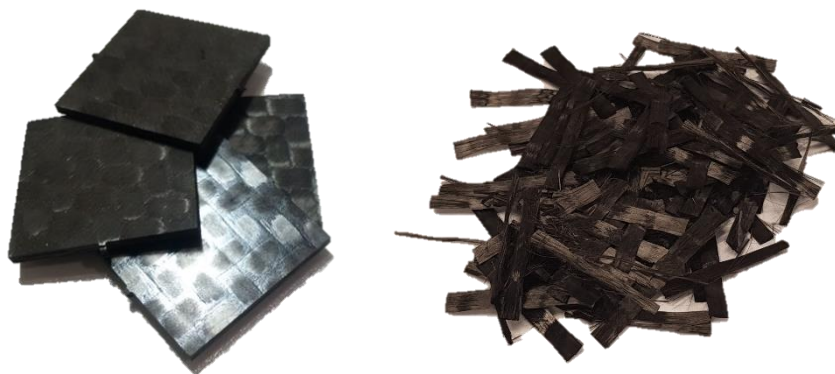


Abbildung 3.3: Zugeschnittene CFK-Platten (links), wiedergewonnene Kohlenstofffasern nach der Pyrolyse (rechts)

Ein weiterer Teil der pyrolysierten Kohlenstofffasern wurden ohne einen weiteren Reinigungsprozess entnommen und anschließend bei PURIMA GmbH & Co. KG unter der Variation relevanter Prozessparameter mittels Ultraschalltechnik gereinigt.

3.3 Ultraschallfaserreinigung

Ziel der Ultraschallreinigung ist die Entfernung der Anhaftungen, wie Pyrolysekoks (siehe Abbildung 3.5 auf Seite 23), auf der Oberfläche der pyrolysierten Kohlenstofffasern. Die Ultraschallreinigung im Rahmen der Parameterstudie wurde bei PURIMA in Ultraschallanlagen im Labormaßstab durchgeführt.

Basierend auf der jahrelangen Expertise von PURIMA im Bereich der Ultraschalltechnik sind im Konsortium die wesentlichen Prozessparameter für die Reinigung der pyrolysierten Kohlenstofffasern identifiziert und deren Grenzen erarbeitet worden.

Dabei handelt es sich um folgende Einflussfaktoren:

- Ultraschallfrequenz
- Reinigungsdauer
- Temperatur des Ultraschallmediums
- Verwendung verschiedener Tenside zur Verbesserung des Reinigungsergebnisses

Die Änderung der Frequenz der Ultraschallschwinger beeinflusst die Reinigungsintensität im Ultraschallmedium, da diese einen maßgeblichen Einfluss auf die Größe der sich bildenden Kavitationsbläschen hat. Ist die Frequenz kleiner, entstehen in der Dekompressionsphase größere Bläschen mit großer Wirkung. Die Erhöhung der Frequenz bewirkt hingegen eine vermehrte Bildung dieser Bläschen, welche jedoch kleiner und weniger wirkungsvoll sind. Somit muss die Frequenz je nach Anwendungsgebiet angepasst werden. Eine falsch gewählte zu hohe oder zu niedrige Frequenz sowie eine zu kurze oder lange Reinigungsdauer des Reinigungsguts kann dazu führen, dass das gewünschte Reinigungsergebnis nicht erzielt oder die Kohlenstofffaser in ihrer Eigenschaft negativ beeinflusst wird. Die Temperatur eines Ultraschallmediums nimmt insbesondere Einfluss auf die Wirksamkeit zugesetzter Tenside und trägt so zur Verbesserung der Reinigungsleistung bei.

Für die erste Eingrenzung des Prozessfensters wurden lediglich der Frequenzbereich sowie die Reinigungsdauer variiert und die Ultraschallreinigung nach dem Versuchsplan in Tabelle 3-2 durchgeführt.

Zur Ultraschallreinigung wurden Ultraschallbecken im Labormaßstab mit einem Volumen von 25 l und einer Leistung von 500 W verwendet. Diese wurden für die Versuche mit Leitungswasser sowie 0,1 % Tensid zur Verbesserung der Schallweiterleitung befüllt und auf 20 °C temperiert.

Tabelle 3-2: Versuchsplan der Machbarkeitsstudie mit den Proben 1-8

Reinigungsdauer \ Frequenz	Temperatur	25 kHz	40 kHz	75 kHz	132 kHz
3 Minuten	20 °C	1	2	3	4
10 Minuten		5	6	7	8

Für die Reinigung der jeweiligen Proben wurden Bechergläser mit 500 ml VE-Wasser und den wiedergewonnenen Kohlenstofffasern befüllt und entsprechend des Versuchsplans (Tabelle 3-2) mit definierter Frequenz und Reinigungsdauer beschallt. Anschließend wurden die gereinigten Kohlenstofffasern gespült, gefiltert und luftgetrocknet.

3.4 Charakterisierung gereinigter Fasern

In Bezug auf das Ziel des vorliegenden Forschungsvorhabens wird durch die Charakterisierung und dem daraus resultierenden Vergleich der verschiedenen Parameterkombinationen eine erste Eingrenzung des Prozessfensters zur Ultraschallreinigung vorgenommen. Die zentralen Bewertungskriterien zur Eingrenzung der Prozessparameter sind die schadensfreie und saubere Oberfläche sowie bestmögliche Erhaltung der mechanischen Eigenschaften der ultraschallgereinigten Kohlenstofffaser im Vergleich zu Kohlenstofffasern nach der thermischen Reinigung.

Ermittlung des Faserdurchmessers der untersuchten Kohlenstofffasern

Im ersten Schritt wurde der Durchmesser der untersuchten Kohlenstofffasern mittels mikroskopischen Methoden von über 100 Proben pro Parametersatz (siehe Tabelle 3-1) ermittelt. Der Durchmesser der verwendeten Kohlenstofffasern wird für die Auswertung verschiedener Untersuchungen herangezogen. Zusätzlich kann der Faserdurchmesser Aufschluss über Anhaftungen oder Schädigungen an der Faseroberfläche geben.

Tabelle 3-3: Ermittelte Faserdurchmesser der neuen Kohlenstofffasern sowie nach den verschiedenen Recyclingprozessen

	Durchmesser [μm]	Standardabweichung
Neue Kohlenstofffaser (LiA)	7,01	0,29
Kohlenstofffasern nach Pyrolyse	7,27	0,24
Kohlenstofffasern nach Pyrolyse & thermischer Reinigung	6,99	0,36
Kohlenstofffasern nach Pyrolyse & Ultraschallreinigung ¹	7,02	0,39

Die in Tabelle 3-3 aufgeführten Ergebnisse der Durchmesserermittlung zeigen Unterschiede zwischen den verschiedenen Behandlungen der Kohlenstofffasern.

Die Kohlenstofffasern nach der Pyrolyse zeigen mit einem Faserdurchmesser von 7,27 μm eine Vergrößerung des Durchmessers im Vergleich zu den Neufasern als auch den gereinigten Kohlenstofffasern. Die Vergrößerung des Faserdurchmessers resultiert mutmaßlich durch Anhaftungen von Pyrolysekoks auf der Oberfläche, der aufgrund des Rückgewinnungsprozesses und der damit verbundenen Zersetzung der Polymermatrix hervorgerufen wird. Die Reinigung hat das Ziel der Entfernung des Pyrolysekokes. Die Entfernung des Pyrolysekokes wird augenscheinlich von beiden Reinigungsbehandlungen erreicht, was sich durch das Erreichen des ursprünglichen Faserdurchmesser beider Nachbehandlungsarten niederschlägt. Während die ultraschallgereinigten Kohlenstofffasern einen Durchmesser von 7,02 μm aufweisen, hat die thermische Reinigung der Kohlenstofffasern eine geringfügige Durchmesserreduktion auf 6,99 μm zur Folge. Die Unterschiede zwischen den Reinigungsverfahren sind allerdings nicht signifikant.

Sauberkeit der Faseroberfläche

Nach der Pyrolyse und der Sublimation des Matrixpolymers verbleiben Anhaftungen in Form von Pyrolysekoks auf der Oberfläche der Kohlenstofffasern. Diese haben aufgrund der hohen Porosität und geringen Festigkeit einen negativen Einfluss auf die Verbindungseigenschaften zwischen wiedergewonnener Kohlenstofffaser und dem späteren Matrixpolymer. Eine schlechte Oberflächenqualität der Kohlenstofffasern

¹ Die Ermittlung des Durchmessers der ultraschallgereinigten Kohlenstofffasern basiert auf den Reinigungsparametern Frequenz: 25 kHz, Reinigungsdauer: 10 Minuten.

kann zur Verschlechterung der Eigenschaften von CFK-Strukturen führen. Die Entfernung des Pyrolysekokes ist somit ein wesentliches Qualitätskriterium für das in diesem Projekt zu entwickelnde Reinigungsverfahren. Die Sauberkeit der Oberfläche der wiedergewonnenen Kohlenstofffasern wurde im Rahmen des Projekts anhand von optischen Untersuchungen mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) beurteilt. Die REM-Aufnahmen der Proben verschiedener Prozessparametersätze wurden untereinander hinsichtlich der verbleibenden Verunreinigungen verglichen. Proben ohne Reinigungsbehandlung wurden als Referenz herangezogen. Zusätzlich dienten die REM-Aufnahmen zur Beurteilung möglicher ultraschallinduzierter Oberflächenschädigungen, welche das Prozessfenster der Ultraschallreinigung weiter eingrenzen.

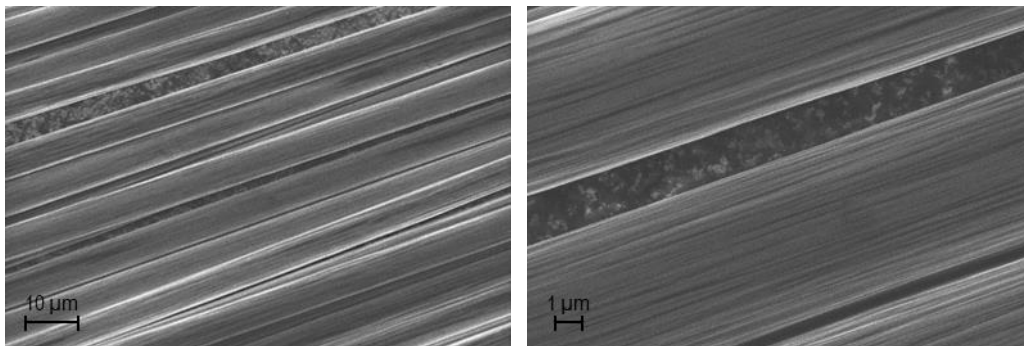


Abbildung 3.4: REM-Aufnahmen der neuen Kohlenstofffasern

Abbildung 3.4 zeigt REM-Aufnahmen der verwendeten neuen Kohlenstofffasern, welche mit 1 % Schlichte überzogen sind. Die Kohlenstofffasern zeichnen sich durch die gleichmäßige und saubere Oberfläche aus.

In Abbildung 3.5 sind REM-Aufnahmen der Kohlenstofffasern nach der Pyrolyse ohne Reinigungsbehandlung zu sehen. Im Gegensatz zu den oben dargestellten neuen Kohlenstofffasern zeigen die REM-Aufnahmen den Zustand der Kohlenstofffasern mit den typischen Anhaftungen und Verunreinigungen, welche nach der Pyrolyse an der Oberfläche der recycelten Kohlenstofffasern verbleiben. Diese Aufnahmen dienten im Verlauf des Projekts als Referenz zur Beurteilung des Einflusses der thermischen und ultraschallbasierten Reinigung auf die Sauberkeit der Oberfläche der Kohlenstofffasern.

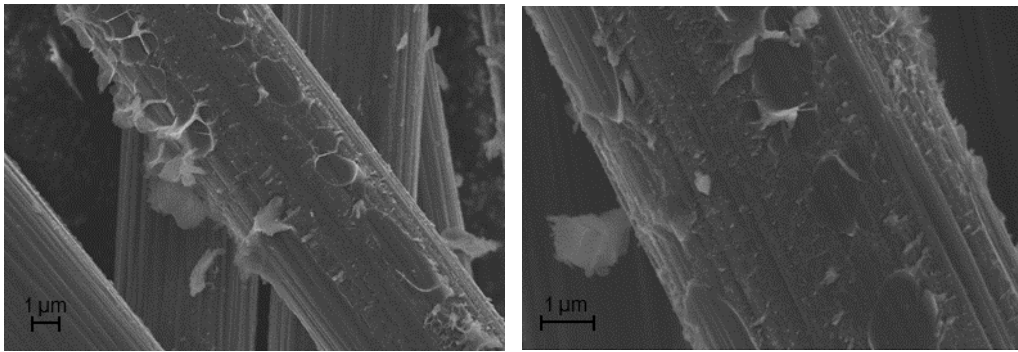


Abbildung 3.5: *REM-Aufnahmen der pyrolysierten Kohlenstofffasern ohne Reinigungsbehandlung*

Die REM-Aufnahmen der pyrolysierten Kohlenstofffasern nach thermischer Reinigungsbehandlung sind in Abbildung 3.6 dargestellt. Die thermische Reinigung wurde bei CFK Valley Stade Recycling durchgeführt. Der Einfluss sowohl der thermischen als auch der ultraschallbasierten Reinigung ist anhand der gezeigten REM-Aufnahmen (siehe Abbildung 3.6 bis Abbildung 3.10) sichtbar. Im Vergleich zu den ungereinigten Kohlenstofffasern (Abbildung 3.5) sind auf den Oberflächen der gereinigten Kohlenstofffasern beider Reinigungsmethoden insgesamt deutlich weniger Anhaftungen und Verunreinigungen zu finden.

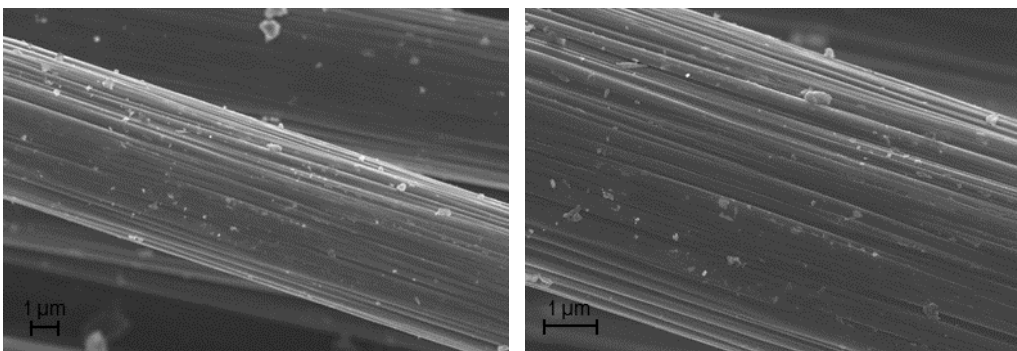


Abbildung 3.6: *REM-Aufnahmen der pyrolysierten Kohlenstofffasern nach thermischer Reinigungsbehandlung*

Es zeigen sich Unterschiede der Reinigungsergebnisse sowohl zwischen den verschiedenen Reinigungsmethoden als auch den Varianten der Ultraschallprozessparameter. Auf der Oberfläche der thermisch gereinigten Kohlenstofffasern verbleiben tendenziell mehr Rückstände als nach der Ultraschallreinigung.

Bei Betrachtung der REM-Aufnahmen der Ultraschallbehandlung (Abbildung 3.7 bis Abbildung 3.10) der Kohlenstofffasern fällt auf, dass sich nach einer Reinigungsdauer von 3 Minuten, unabhängig von der gewählten Ultraschallfrequenz, deutlich mehr Pyrolysekoks auf der Oberfläche befindet als nach 10-minütiger Behandlungsdauer.

Zudem ist ein Einfluss der verwendeten Ultraschallfrequenz auf die Sauberkeit der Oberfläche der Kohlenstofffasern zu erkennen. Insbesondere nach 10-minütiger Behandlungsdauer sinkt die Reinigungsleistung bzw. steigt der Anteil der Anhaftungen mit zunehmender Ultraschallfrequenz. Nach 10-minütiger Reinigung mit einer Frequenz von 25 kHz stellt sich der beste Reinigungseffekt ein. Ultraschallinduzierte Schädigungen an der Oberfläche der Kohlenstofffasern wurden auch bei dieser niedrigen Frequenz nicht beobachtet.

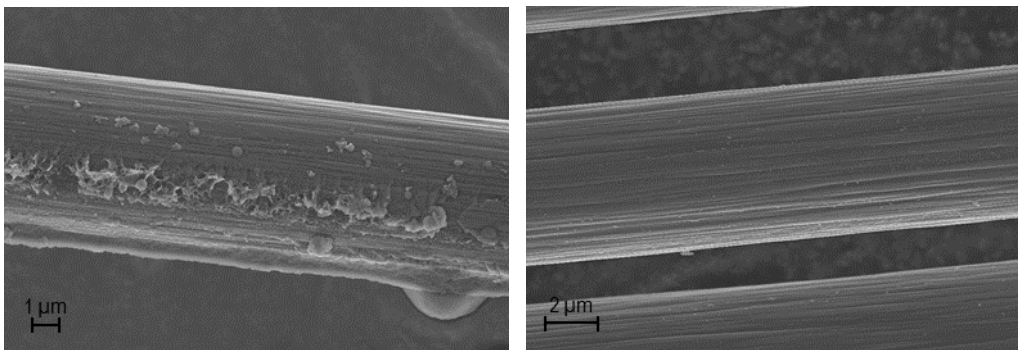


Abbildung 3.7: REM-Aufnahmen der gereinigten Kohlenstofffasern nach 3 Minuten (links) und 10 Minuten (rechts) Reinigungsdauer bei 25 kHz

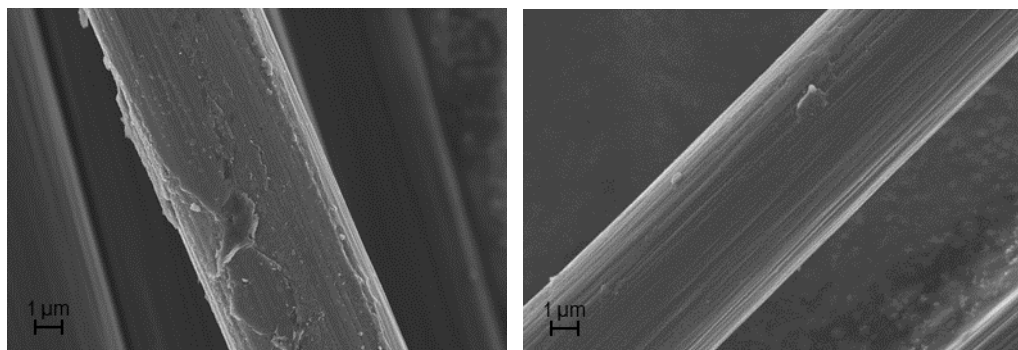


Abbildung 3.8: REM-Aufnahmen der gereinigten Kohlenstofffasern nach 3 Minuten (links) und 10 Minuten (rechts) Reinigungsdauer bei 40 kHz

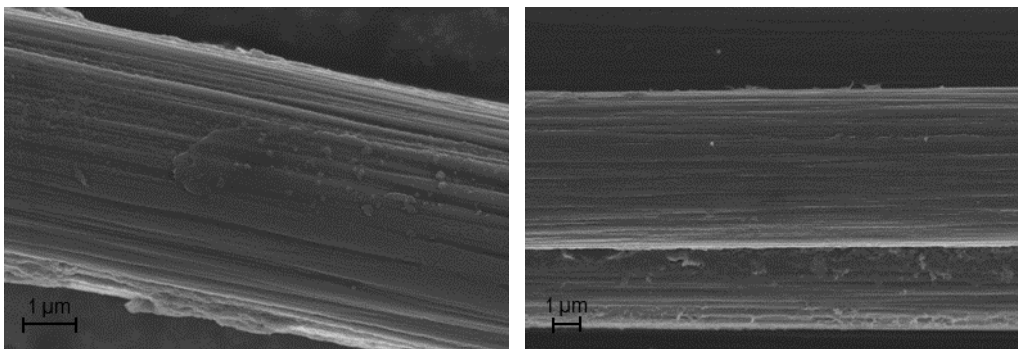


Abbildung 3.9: REM-Aufnahmen der gereinigten Kohlenstofffasern nach 3 Minuten (links) und 10 Minuten (rechts) Reinigungsdauer bei 75 kHz

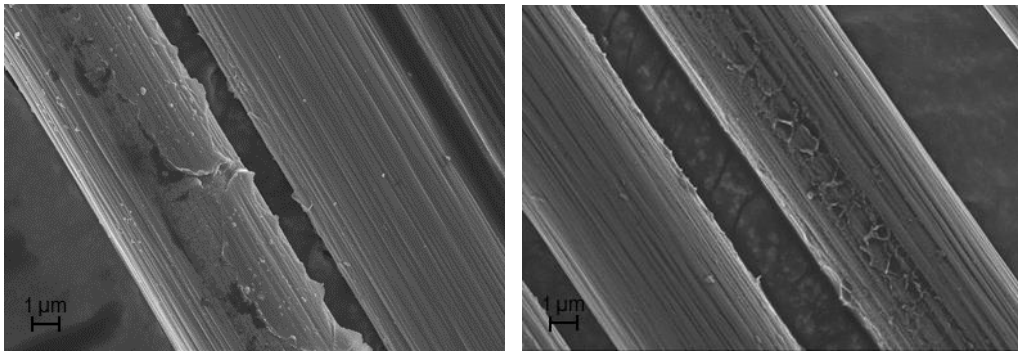


Abbildung 3.10: REM-Aufnahmen der gereinigten Kohlenstofffasern nach 3 Minuten (links) und 10 Minuten (rechts) Reinigungsdauer bei 132 kHz

Mechanische Eigenschaften der Kohlenstofffasern

Die mechanischen Eigenschaften, wie Steifigkeit und Festigkeit sind wesentliche Qualitätsfaktoren für wiedergewonnene Kohlenstofffasern sowie deren Verstärkungspotential in CFK-Strukturen. Diese wurden, wie im Abschnitt 3.1 beschrieben, durch Einzelfaserzugversuche der Kohlenstofffasern entsprechend des Versuchsplans in Tabelle 3-2 durchgeführt und hinsichtlich der Zugfestigkeit, dem E-Modul und der Bruchdehnung ausgewertet.

Die genannten mechanischen Kennwerte sind in Abbildung 3.11 bis Abbildung 3.13 unter Berücksichtigung der Ultraschallfrequenzen von 25, 40, 75 sowie 132 kHz sowie der Reinigungsdauer von 3 bzw. 10 Minuten dargestellt.

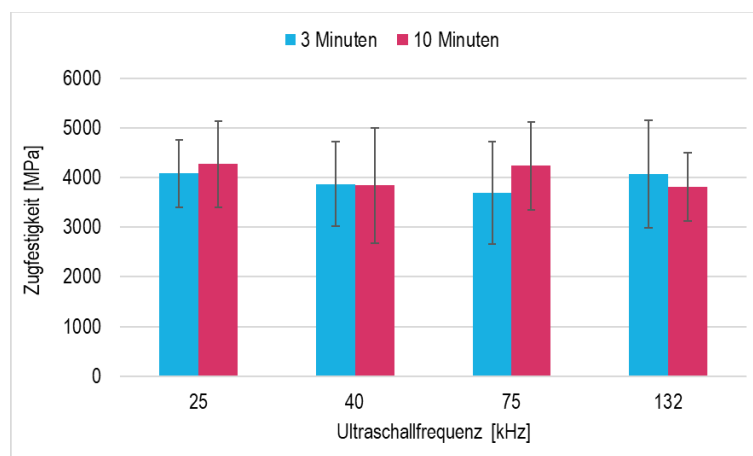


Abbildung 3.11: Einfluss der Ultraschallfrequenz auf die Zugfestigkeit der gereinigten Kohlenstofffasern

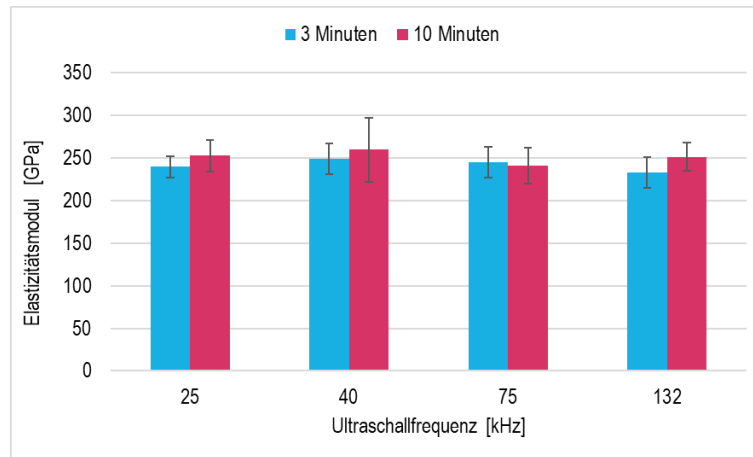


Abbildung 3.12: Einfluss der Ultraschallfrequenz auf den Elastizitätsmodul der gereinigten Kohlenstofffasern

Bei Betrachtung der Ergebnisse der Kohlenstofffasern nach der Ultraschallreinigung mit 25, 40 sowie 75 kHz ist zu sehen, dass die mittlere Zugfestigkeit der Kohlenstofffasern nach 10-minütiger Reinigung deutlich über der nach 3-minütiger Reinigung liegt. Bei der Frequenz von 25 kHz erhöht sich die mittlere Zugfestigkeit von 4080,51 MPa (3 Minuten) um 4,63 % auf 4269,57 MPa (10 Minuten). Bei 40 bzw. 75 kHz liegt der Unterschied zwischen den Reinigungsdauern von 3 und 10 Minuten bei 7,49 % bzw. 12,90 %. Lediglich bei einer Ultraschallfrequenz von 132 kHz erreicht die Variante nach 3 Minuten Reinigungsdauer eine 6,25 % höhere mittlere Zugfestigkeit. Dieser Zusammenhang ist beim E-Modul sowie der Bruchdehnung nicht eindeutig zu beobachten.

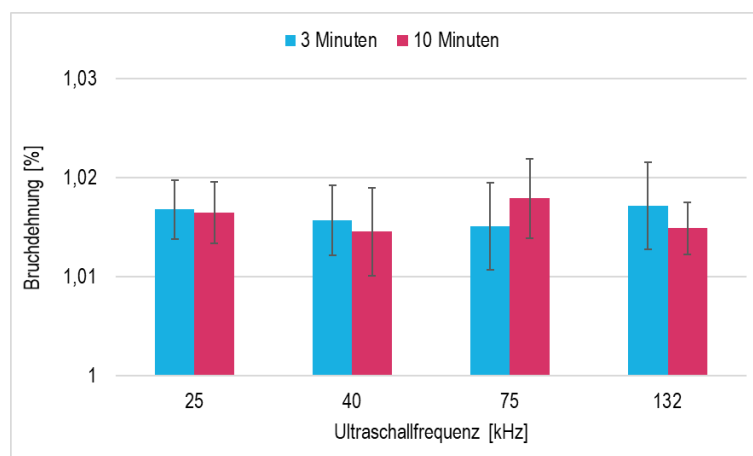


Abbildung 3.13: Einfluss der Ultraschallfrequenz auf die Bruchdehnung der gereinigten Kohlenstofffasern

Unabhängig von der Reinigungsdauer erreichen die Varianten mit der niedrigsten Ultraschallfrequenz von 25 kHz die höchste mittlere Zugfestigkeit von 4080,51 MPa (3 Minuten) bzw. 4269,57 MPa (10 Minuten).

Fazit der Untersuchungen

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass der Nachweis der Machbarkeit der Ultraschallreinigung von pyrolysierten Kohlenstofffasern sowie die Eingrenzung der untersuchten Prozessparameter Ultraschallfrequenz und Reinigungsdauer erfolgreich abgeschlossen wurde. Die Auswertung der Einzelfaserzugversuche zeigt, dass Kohlenstofffasern, die mit einer Ultraschallfrequenz von 25 kHz gereinigt wurden, bezüglich der Zugfestigkeit die besten Eigenschaften aufweisen. Bei der Reinigungsdauer der Kohlenstofffasern stellte sich eine Behandlung von 10 Minuten als vorteilhaft heraus. Der Reinigungseffekt dieser Parameterkombination konnte ebenfalls anhand der REM-Untersuchungen nachgewiesen werden. Schädigungen der Kohlenstofffasern durch den Einsatz niedriger Ultraschallfrequenzen wurden nicht beobachtet. Aus diesem Grund wurde die folgende Parameterkombination als geeignet ausgewählt:

- Ultraschallfrequenz: 25 kHz
- Reinigungsdauer: 10 Minuten

Im weiteren Verlauf des Projektes wurde der ausgewählte Parametersatz für die Optimierung der verbleibenden Einflussfaktoren „Temperatur“ und „Tensideinsatz“ (Abschnitt 3.3) sowie die weiterführenden Untersuchungen zu den resultierenden Verbindungseigenschaften von Kohlenstofffasern und Matrixpolymer im Arbeitspaket 2.2 herangezogen.

3.5 Verbundprobenherstellung aus Recyclaten & Charakterisierung

Im Rahmen dieses Arbeitspakets wurde im Projektantrag die Herstellung von Verbundproben aus Recyclaten sowie deren Charakterisierung geplant. Diese Untersuchungen sollten Aufschluss über die Haftungseigenschaften der recycelten Kohlenstofffasern zum Matrixpolymer geben, welche neben den mechanischen Eigenschaften ein wesentlicher Einflussfaktor der Eigenschaften einer CFK-Struktur sind. Diese wurden abweichend vom Plan aus vielfältigen Gründen nicht durchgeführt.

Die Herstellung von Verbundproben mit entsprechendem Faservolumengehalt von 40 % ist mit einem enormen Bedarf von mehreren Kilogramm recycelten Kohlenstofffasern sowie der Herstellung von Vlieshalbzeugen zur Weiterverarbeitung der recycelten Kohlenstofffasern verbunden. Aufgrund der umfangreichen Versuchspläne und des iterativen Optimierungsprozesses im Rahmen der Ultraschallreinigung ist die Herstellung und Charakterisierung von Verbundproben sowohl ökologisch als auch im Rahmen dieses Projektes nicht sinnvoll.

Es existieren vielfältige mikromechanische Untersuchungsmethoden auf der Basis von Einzelfasern, welche hinreichend Aufschluss über die Haftungseigenschaften zwischen recycelten Kohlenstofffasern und Matrixpolymer geben. Diese bieten generell den Vorteil, dass Wechselwirkungen zwischen den Fasern und Matrix entfallen, die im Verbund auftreten. So liegt der Fokus auf der Auswertung der wesentlichen Einflussfaktoren der Eigenschaften der Kohlenstofffaser und deren Veränderungen durch die Variation der Prozessparameter. Darüber hinaus kann ein deutlich höherer Stichprobenumfang realisiert werden.

Die Herstellung von Verbundproben und der Vergleich der verschiedenen Reinigungsverfahren sollte zum Ende des Projektes im Rahmen der Validierung des Anlagenkonzepts erfolgen.

4 AP 2 – Realisierung des Reinigungsprozesses

In diesem Arbeitspaket wurden zunächst grundlegende Untersuchungen zur Auslegung der Prototypanlage durchgeführt sowie Grundprinzipien zur Realisierung des Reinigungsprozesses herausgearbeitet. Nach erfolgreichem Abschluss der Machbarkeitsstudie zur Ultraschallreinigung von Kohlenstofffasern und einer ersten Eingrenzung des Prozessfensters (AP 1) erfolgte eine Optimierung der Reinigungsparameter hinsichtlich der Temperatur und dem Einsatz von Tensiden sowie die Festlegung weiterer Randbedingungen für den automatisierten Reinigungsprozess. Den Abschluss des Arbeitspakets 2 bildete die Skalierung des Prozesskonzepts auf einen industriellen Maßstab.

4.1 Grundlagenuntersuchung zur Prozesstechnik

Ziel des Arbeitspaketes war die Entwicklung von Grundprinzipien auf deren Basis die Erarbeitung eines Prozesskonzepts erfolgte. Im Konsortium wurden die Anforderungen an den industriellen Ultraschallreinigungsprozess diskutiert.

Die pyrolysierten Kohlenstofffasern sollten die Prototypanlage kontinuierlich und automatisiert entlang der Prozessschritte, unter Einhaltung der optimierten Prozessparameter durchlaufen. Gleichzeitig soll eine Überwachung und die Möglichkeit zur manuellen Anpassung der Parameter gewährleistet werden. Dabei sollten die Kohlenstofffasern so durch das System geführt werden, dass diese durchmischt und homogen vereinzelt vorliegen, um eine gleichmäßige Einwirkung des Ultraschalls realisieren zu können. Die einzelnen Arbeitsschritte Ultraschallreinigung, Spülen und Trocknen, die in den Labortests durchgeführt wurden, galt es in eine geschlossene Anlage zu übertragen. Der gelöste Pyrolysekoks muss dem Prozesswasser mit geeigneten Trennverfahren entzogen und gefiltert werden. Dadurch kann das verunreinigte Prozesswasser wiederaufbereitet und dem Reinigungsprozess als Kreislaufsystem umweltschonend zugeführt werden, sodass ein geschlossener Wasserkreislauf entsteht. Der Zustand der Kohlenstofffasern in ihren Eigenschaften darf nicht negativ beeinflusst werden. Eine Einbindung in bestehende Prozesssysteme oder nachgeschaltete Prozessanlagen ist ebenfalls einzuplanen.

Unter Berücksichtigung der Anforderungen wurden durch die Erfahrung der Firma PURIMA verschiedene Konzepte zur Umsetzung des Reinigungsverfahrens besprochen, erarbeitet und diskutiert. Der Fokus lag im ersten Schritt auf der zugrundeliegenden Fördertechnologie zur Realisierung eines kontinuierlichen Reinigungsverfahrens. Es wurde die Möglichkeit zur Förderung der Kohlenstofffaser in einem Rohrleitungssystem mit Pumpen diskutiert. Durch Umwälzung der Kohlenstofffasern im flüssigen Medium können die Fasern homogen verteilt an verbauten Ultraschallschwingern vorbeigeführt werden. Jedoch ist die Kontrolle der festgelegten Prozessparameter, wie die

Reinigungsdauer aufgrund der frei im Medium beweglichen Fasern und ungleichmäßige mechanische Einwirkung des Ultraschalls schwierig umsetzbar.

Als Alternative zur unregelmäßigen Förderung der Kohlenstofffasern wurde der Einsatz eines Schneckenförderers angedacht. Die Förderschnecke gewährleistet einen kontinuierlichen und gleichmäßigen Transport der Kohlenstofffasern insbesondere entlang der Ultraschallbehandlungszonen. Zusätzlich werden die Kohlenstofffasern durch die Schnecke stetig durchmischt und so eine homogene Reinigung gewährleistet. Durch die mechanischen Reibkräfte zwischen den Kohlenstofffasern können bereits Partikel von der Oberfläche gelöst werden, jedoch dürfen die wirkenden Kräfte nicht so hoch sein, dass Faserschädigungen zu erwarten sind. Die Überwachung und Regelung der Prozessparameter und der resultierenden gereinigten Kohlenstofffasern lässt sich durch die Nutzung einer Förderschnecke deutlich einfacher realisieren.

Für die Kombination der Reinigungsanlage in das bestehende Anlagenkonzept der Pyrolyse und eine Zuführung der gereinigten Fasern in mögliche nachgeschaltete Systeme ist der Einsatz einer Förderschnecke ideal.

4.2 Optimierung der Parameter

Nach erfolgreichem Abschluss der Machbarkeitsstudie und der ersten Eingrenzung des Prozessfensters für die Ultraschallreinigung der Kohlenstofffasern erfolgte die Optimierung weiterer Reinigungsparameter. Wie in Abschnitt 3.4 erläutert, wurde als erste Eingrenzung eine Ultraschallfrequenz von 25 kHz und eine Reinigungsdauer von 10 Minuten als geeigneter Parametersatz zur Entfernung des Pyrolysekoks auf Kohlenstofffasern identifiziert. Da die Reinigungsleistung durch die Variation der Temperatur des Ultraschallmediums sowie durch den Einsatz von Tensiden potenzielle Verbesserungen erreicht werden können, wurde eine mögliche Verringerung der Reinigungsdauer auf 3 Minuten bei den Untersuchungen nicht ausgeschlossen.

Für die Optimierung der weiteren Parameter wurden die Kohlenstofffasern nach dem Versuchsplan in Tabelle 4-1 mittels Ultraschall gereinigt und analog zu den Methoden aus Arbeitspaket 1.4 charakterisiert.

Tabelle 4-1: Versuchsplan der weiteren Optimierung der Prozessparameter mit Proben 9-14

Reinigungsdauer	Tensid	Frequenz	Temperatur	Ohne Tensid	Tensid A (0,3 %)	Tensid B (0,3 %)
3 Minuten		25 kHz	60 °C	9	10	11
10 Minuten				12	13	14

Sauberkeit der Faseroberfläche

Abbildung 4.1 zeigt REM-Aufnahmen mit einer Ultraschallfrequenz von 25 kHz gereinigten Kohlenstofffasern unter Variation der Reinigungsdauer von 3 (links) bzw. 10 Minuten (rechts) und Temperatur des Ultraschallmediums von 20 °C (oben) bzw. 60 °C (unten).

Wie schon bei der Diskussion der REM-Aufnahmen im Abschnitt 3.4 verdeutlicht wurde, ist die 3-minütige Reinigung der Kohlenstofffasern bei 20 °C nicht ausreichend, um eine gute Sauberkeit der Oberfläche zu erzielen. Dieser Zusammenhang bestätigt sich ebenfalls bei der Erhöhung der Temperatur des Ultraschallmediums auf 60 °C. Nach einer Reinigungsdauer von 10 Minuten bei 60 °C zeigen sich wie bei 20 °C weniger Anhaftungen an der Oberfläche. Im Vergleich der beiden Temperaturstufen erzielt die Reinigung bei 60 °C tendenziell bessere Reinigungsergebnisse.

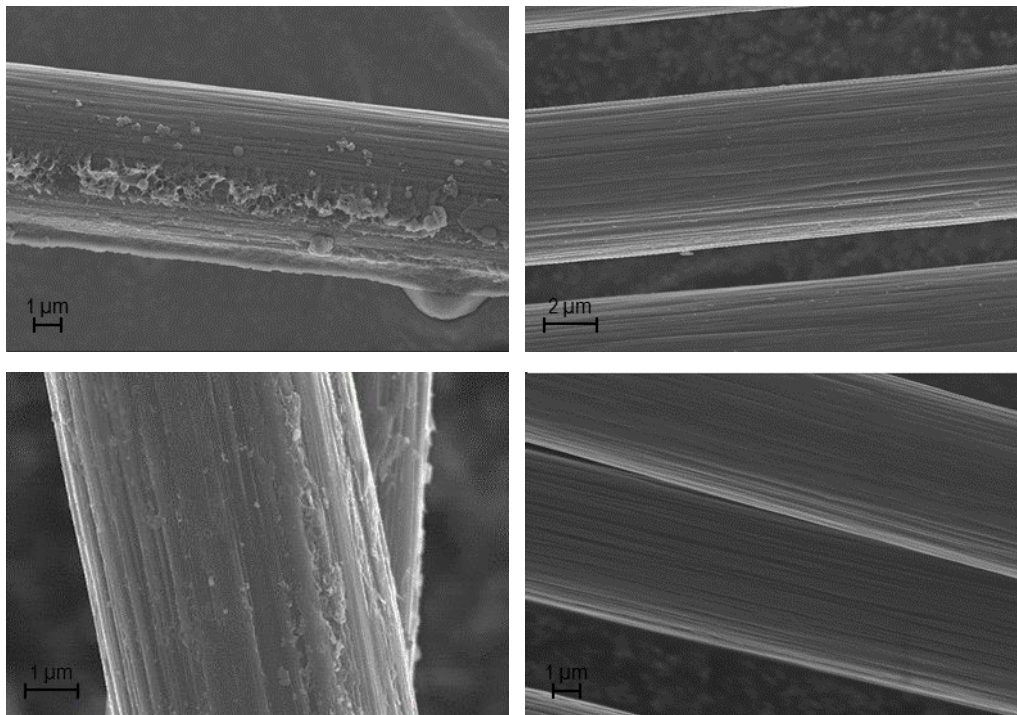


Abbildung 4.1: REM-Aufnahmen der gereinigten Kohlenstofffasern nach 3 Minuten (links) und 10 Minuten (rechts) Ultraschallbehandlung bei 25 kHz und 20 °C (oben) sowie 60°C (unten)

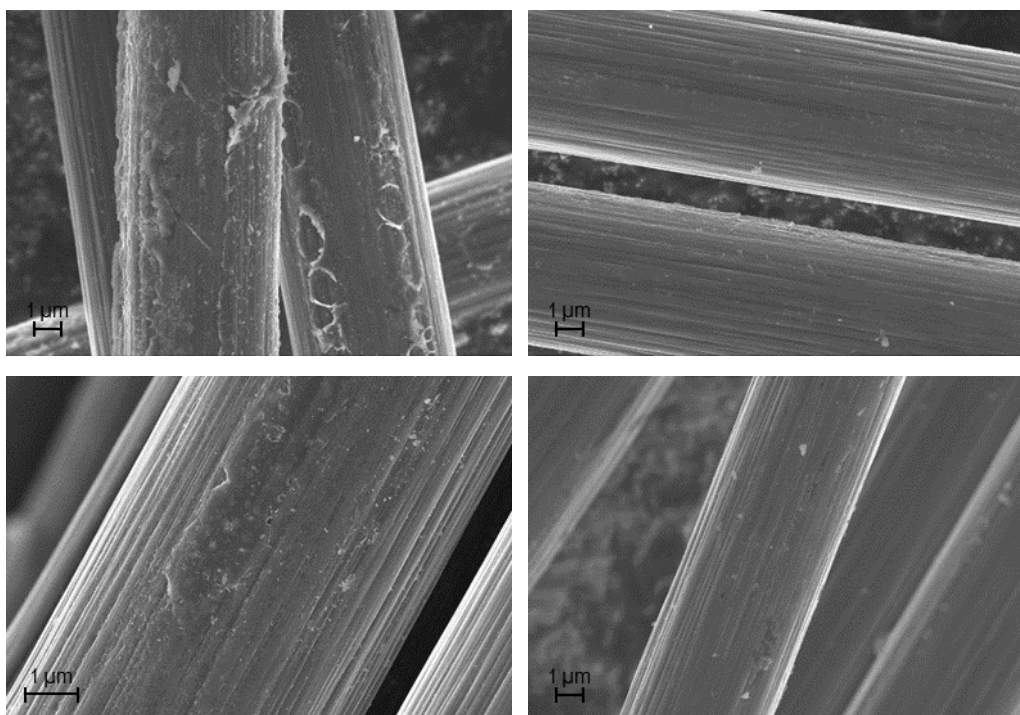


Abbildung 4.2: REM-Aufnahmen der gereinigten Kohlenstofffasern nach 3 Minuten (links) und 10 Minuten (rechts) Ultraschallbehandlung bei 25 kHz sowie dem Einsatz von Tensid A (oben) sowie Tensid B (unten)

Für die Beurteilung des Einflusses von Tensiden auf die Reinigungsleistung wurden aufgrund der vorherigen Ergebnisse lediglich die Temperatur des Ultraschallmediums von 60 °C untersucht. Die REM-Aufnahmen dieser Untersuchungen sind in der Abbildung 4.2 dargestellt. Analog zu Abbildung 4.1 sind jeweils REM-Aufnahmen der Kohlenstofffasern nach 3 Minuten (links) bzw. 10 Minuten (rechts) Reinigungsdauer mit Einsatz von Tensid A (oben) und Tensid B (unten) dargestellt.

Der Einsatz von Tensiden bei 60 °C kann die Reinigungsleistung bei einer Reinigungsdauer von 3 Minuten nur geringfügig verbessern. Die Kohlenstofffasern nach 10-minütiger Reinigung zeigen im Vergleich deutlich weniger Anhaftungen auf der Oberfläche. Die Reinigungsergebnisse der beiden Tenside unterscheiden sich nicht voneinander. Im Vergleich zu den Kohlenstofffasern, welche ohne Tenside bei 60 °C gereinigt wurden (Abbildung 4.1, rechts unten) ist tendenziell kein Zusammenhang zwischen dem Einsatz von Tensiden und der Sauberkeit der Oberfläche zu erkennen.

Mechanische Eigenschaften der Kohlenstofffasern

Analog zu der Machbarkeitsstudie in Abschnitt 3.4 werden im Folgenden die Ergebnisse der Optimierung der Prozessparameter (siehe Tabelle 4-1) erläutert.

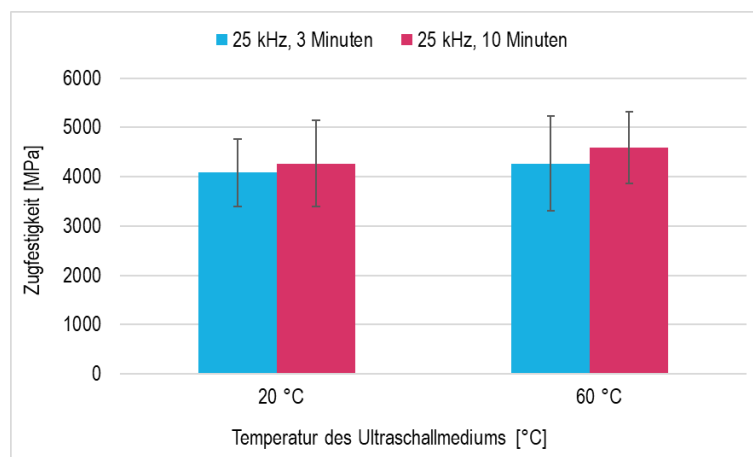


Abbildung 4.3: *Einfluss der Temperatur des Ultraschallmediums auf die Zugfestigkeit der gereinigten Kohlenstofffasern*

Aus den Kraft-Weg-Diagrammen der Einzelfaserzugversuche wurden die Zugfestigkeit, der E-Modul und die Bruchdehnung der Kohlenstofffasern nach der Ultraschallreinigung mit einer Ultraschallfrequenz von 25 kHz, einer Reinigungsdauer von 3 bzw. 10 Minuten sowie den untersuchten Temperaturstufen 20 °C und 60 °C ermittelt. Abbildung 4.3 bis Abbildung 4.5 zeigen den Einfluss der beiden untersuchten Temperaturstufen des Ultraschallmediums auf die jeweiligen mechanischen Kennwerte der gereinigten Kohlenstofffasern.

Die Ergebnisse zeigen, dass sowohl die mittlere Zugfestigkeit als auch der mittlere E-Modul unabhängig von der Temperatur im Ultraschallmedium höher sind, wenn die Kohlenstofffasern für 10 Minuten gereinigt werden. So ist die Zugfestigkeit der Kohlenstofffasern nach 10-minütiger Reinigung bei 20 °C mit 4269,57 MPa um 4,63 % höher als nach der 3-minütigen Reinigung mit 4080,51 MPa. Bei einer Reinigungstemperatur von 60 °C liegt die Zugfestigkeit sogar 7,61 % höher als die Variante nach 3 Minuten Reinigungsdauer (4265,84 MPa). Lediglich bei der Bruchdehnung nach 3-minütiger Ultraschallreinigung ist diese Tendenz nicht zu erkennen. Des Weiteren ist ein positiver Einfluss der höheren Behandlungstemperatur von 60 °C auf die Eigenschaften der Kohlenstofffasern zu erkennen. Die Zugfestigkeit der Kohlenstofffasern nach 10-minütiger Reinigung bei 25 kHz bei 60 °C ist mit 4590,80 MPa 7,52 % höher als die Reinigung bei gleicher Frequenz und Dauer bei 20 °C.

Aufgrund des positiven Einflusses der Reinigungstemperatur von 60 °C auf die mechanischen Eigenschaften und der Verbesserung der Reinigungsleistung von Tensiden bei steigender Temperatur, wurden im nächsten Schritt die zwei Tenside zur Reinigung der Kohlenstofffasern bei einer Temperatur von 60 °C untersucht.

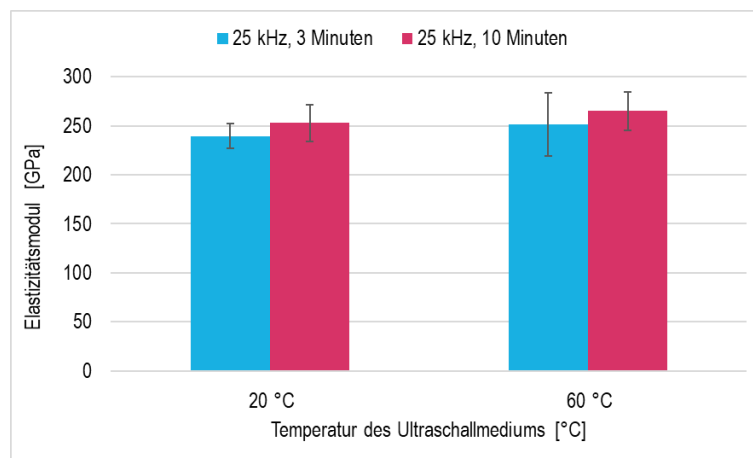


Abbildung 4.4: *Einfluss der Temperatur des Ultraschallmediums auf den Elastizitätsmodul der gereinigten Kohlenstofffasern*

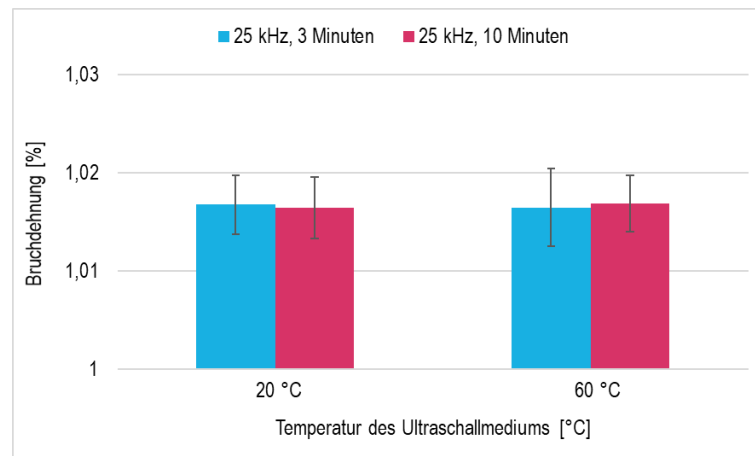


Abbildung 4.5: *Einfluss der Temperatur des Ultraschallmediums auf die Bruchdehnung der gereinigten Kohlenstofffasern*

In Abbildung 4.6 bis Abbildung 4.8 sind die Ergebnisse der Einzelfaserzugprüfungen mit den zwei verwendeten Tensiden sowie der Vergleich mit den Kohlenstofffasern, welche ohne den Einsatz von Tensiden gereinigt wurden, dargestellt. Alle Kohlenstofffasern wurden bei einer Temperatur von 60 °C mit einer Frequenz von 25 kHz behandelt.

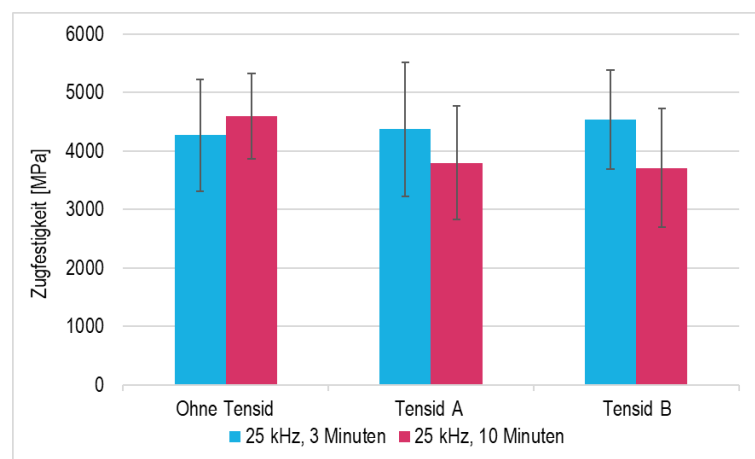


Abbildung 4.6: *Einfluss von Tensiden auf die Zugfestigkeit der gereinigten Kohlenstofffasern (60 °C)*

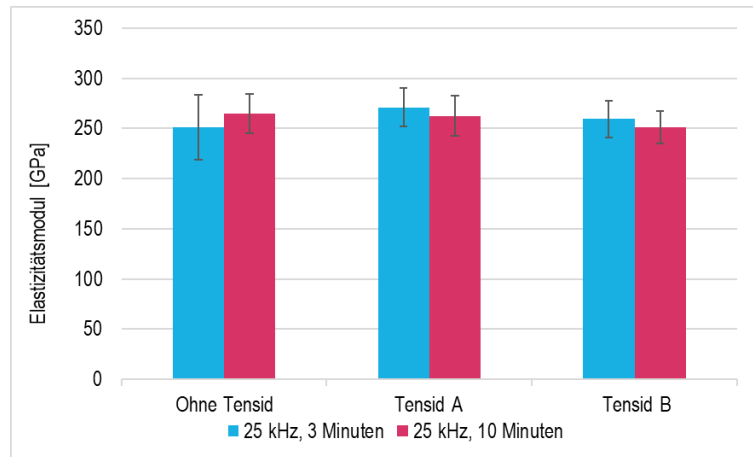


Abbildung 4.7: Einfluss von Tensiden auf den Elastizitätsmodul der gereinigten Kohlenstofffasern (60 °C)

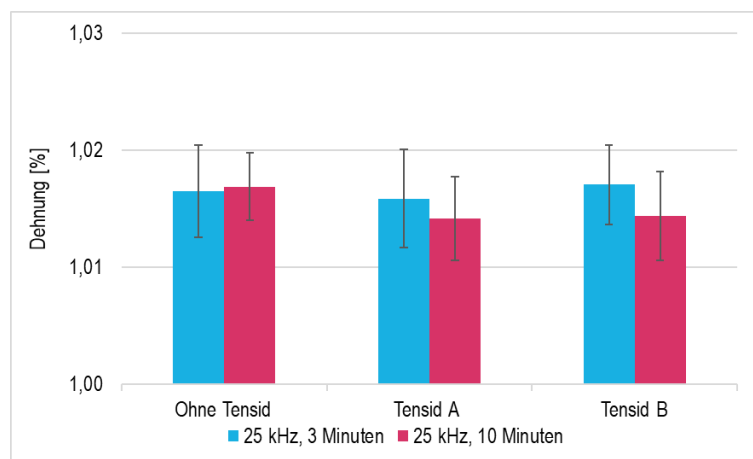


Abbildung 4.8: Einfluss von Tensiden auf die Bruchdehnung der gereinigten Kohlenstofffasern (60 °C)

Die Ergebnisse zeigen eine Verringerung der Zugfestigkeit durch den Einsatz von Tensiden bei den Kohlenstofffasern, die 10 Minuten gereinigt wurden. Während die mittlere Zugfestigkeit der ohne Tensid gereinigten Kohlenstofffasern 4590,80 MPa beträgt, reduziert sich diese bei der Verwendung von Tensid A um 17,39 % und bei Tensid B um 19,24 %. Gleiches gilt auch für den mittleren E-Modul sowie die Bruchdehnung der Kohlenstofffasern nach einer Reinigungsdauer von 10 Minuten. Im Gegensatz dazu wirkt sich der Einsatz der Tenside positiv auf die mechanischen Eigenschaften bei der 3-minütigen Reinigung aus. Die Zugfestigkeit steigt um 2,37 % (Tensid A) bzw. um 6,23 % (Tensid B). Analog dazu erhöhen sich der E-Modul und die Bruchdehnung durch den Einsatz von Tensiden bei dieser Behandlungsdauer.

Diese Ergebnisse lassen die Schlussfolgerung zu, dass ein längerer Kontakt der Kohlenstofffasern mit Tensiden zu einer Degradierung der Eigenschaften der Kohlenstofffaser führt. Ein eindeutiger Zusammenhang zwischen den verwendeten Tensiden ist jedoch nicht erkennbar.

Vergleich der Ergebnisse mit der Referenz

Zum Abschluss der Optimierung der Prozessparameter ist der Vergleich zwischen den Kohlenstofffasern nach der Pyrolyse ohne weitere Behandlungsschritte sowie nach thermischer und ultraschallbasierter Reinigung in Abbildung 4.9 dargestellt.

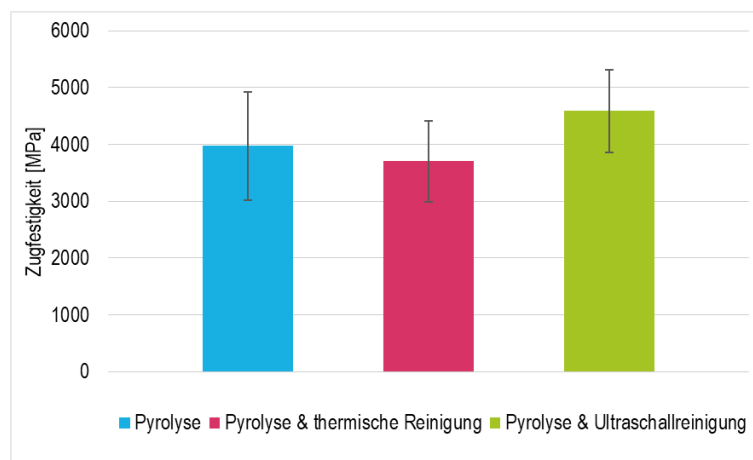


Abbildung 4.9: *Vergleich der mittleren Zugfestigkeit der pyrolysierten Kohlenstofffasern ohne Reinigungsbehandlung, nach thermischer Reinigung sowie Ultraschallreinigung*

Es zeigt sich, dass die Kohlenstofffasern nach der Ultraschallreinigung mit dem ausgewählten Parametersatz die beste mittlere Zugfestigkeit erreicht. Diese liegt auf dem Niveau der untersuchten neuen Kohlenstofffasern (vergleiche Abschnitt 3.1). Im Vergleich zum aktuellen Stand der Technik führt die Ultraschallreinigung der Kohlenstofffasern zu einer Verbesserung der mittleren Zugfestigkeit von 24,02 %. An dieser Stelle ist der Einfluss der oxidativen Atmosphäre bei der thermischen Reinigung auf die mechanischen Kennwerte der Kohlenstofffasern deutlich erkennbar.

Fazit der Untersuchungen

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die Sauberkeit der Oberfläche der Kohlenstofffasern nach einer Reinigungsdauer von 3 Minuten trotz des Einsatzes von Tensiden und Temperaturerhöhung deutlich schlechter ist als nach 10-minütiger Ultraschallbehandlung. Es ist somit eine Reinigungsdauer von 10 Minuten notwendig, um eine verlässliche Reinigungsleistung zu erreichen. Die REM-Aufnahmen weisen auf eine

Verbesserung der Reinigungsergebnisse mit höherer Temperatur des Ultraschallmediums bei 10-minütiger Reinigung hin. Die mechanischen Eigenschaften der Kohlenstofffasern weisen eine analoge Tendenz auf.

Die Sauberkeit der Faseroberfläche wird durch den Einsatz von Tensiden weder verbessert noch verschlechtert, allerdings tritt eine Verringerung der mechanischen Eigenschaften der Kohlenstofffasern nach einer Reinigung von 10 Minuten beim Einsatz von Tensiden auf. Die Verwendung von Tensiden ist aufgrund dieser Erkenntnisse nicht zu empfehlen.

Basierend auf den oben diskutierten Ergebnissen wurden für die Ultraschallreinigung folgende Prozessparameter ausgewählt:

- Ultraschallfrequenz: 25 kHz
- Reinigungsdauer: 10 Minuten
- Temperatur des Ultraschallmediums: 60 °C
- Einsatz von Tensiden: Keine Tenside

Der ausgewählte Parametersatz wurde weiterführenden Untersuchungen zur chemischen Oberflächenzusammensetzung und den Verbindungseigenschaften zwischen Kohlenstofffasern und Matrixpolymer unterzogen. Im Rahmen dieser Untersuchungen wurden die Kohlenstofffasern nach Reinigung mit dem ausgewählten Parametersatz als „Kohlenstofffasern nach Pyrolyse & Ultraschallreinigung“ bezeichnet.

Analyse der chemischen Oberflächenzusammensetzung der Kohlenstofffasern

Neben den mechanischen Eigenschaften der Kohlenstofffaser spielt auch die Faser-Matrix-Haftung eine wichtige Rolle für die Eigenschaften von kohlenstofffaserverstärkten Kunststoffen [4]. Die Faser-Matrix-Haftung beruht auf mechanischen, physikalischen sowie chemischen Wechselwirkungen zwischen Faser und Matrixpolymer. Mechanische Bindungen entstehen hauptsächlich durch den Formschluss des fließfähigen Matrixpolymers und der unebenen und damit vergrößerten benetzbaren Oberfläche der Kohlenstofffasern. Physikalische Bindungsmechanismen zwischen Kohlenstofffaser und Matrixpolymer werden durch die Entstehung von Van-der-Waals-Kräften und Wasserstoffbrückenverbindungen realisiert. Die chemischen Wechselwirkungen basieren auf der Ausbildung kovalenter Bindungen zwischen freien Elektronen an der Oberfläche der Kohlenstofffaser und des Matrixpolymers. Dementsprechend ist die chemische Zusammensetzung der Oberfläche insbesondere mit aktiven, funktionellen Gruppen ein maßgeblicher Einflussfaktor der Verbindungsfestigkeit von kohlenstofffaserverstärkten Kunststoffen.

Ein Verfahren zur Analyse der chemischen Zusammensetzung der Faseroberfläche im Bereich von 5-10 nm ist die Röntgenphotoelektronenspektroskopie (engl. *X-ray*

photoelectron spectroscopy, XPS). Die Ergebnisse der Untersuchung geben zusätzlich Aufschluss über den Bindungszustand der vorhandenen Kohlenstoffatome [5]. Abbildung 4.10 zeigt das Spektrum einer pyrolysierten Kohlenstofffaser ohne Reinigungsbehandlung, in dem die jeweiligen Peaks von Kohlenstoff (C 1s), Sauerstoff (O 1s) und Stickstoff (N 1s) zu sehen sind.

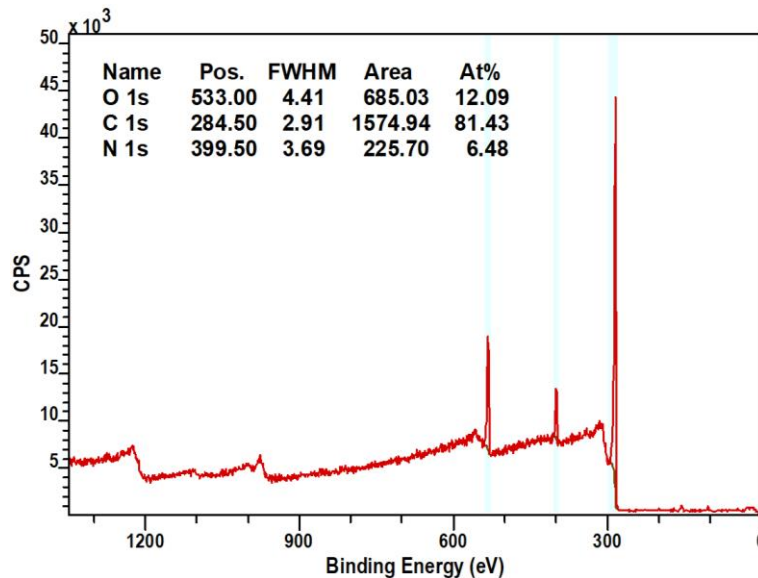


Abbildung 4.10: *Spektrum und Elementzusammensetzung der Oberfläche der Kohlenstofffasern nach der Pyrolyse*

Die ermittelte Elementarzusammensetzung der Oberflächen aller untersuchten Kohlenstofffasern sind in der folgenden Tabelle 4-2 zusammengefasst.

Bei der Analyse der Elementzusammensetzungen sind je nach Behandlung der Kohlenstofffaser Unterschiede erkennbar. Auf der Oberfläche der Kohlenstofffasern ohne Reinigung und nach Ultraschallreinigung sind ähnliche Zusammensetzung der untersuchten Elemente zu finden. Analog zum Anteil an Kohlenstoff auf den Oberflächen beider Faservarianten, sind nur geringfügige Unterschiede zwischen den Sauerstoff- und Stickstoff-Anteilen sichtbar.

Tabelle 4-2: Elementzusammensetzung der obersten 5 - 10 nm der untersuchten Oberflächen in At %

Bezeichnung	C 1s	O 1s	N 1s
Kohlenstofffasern nach Pyrolyse	81,43	12,09	6,48
Kohlenstofffasern nach Pyrolyse & thermischer Reinigung	75,84	22,21	1,95
Kohlenstofffasern nach Pyrolyse & Ultraschallreinigung	81,93	13,35	4,72

Die Oberflächenzusammensetzung der thermisch gereinigten Kohlenstofffasern unterscheidet sich im Vergleich zu den beiden erst genannten Varianten deutlich. Der gemessene Anteil an Kohlenstoff ist mit 75,84 At % ca. 7% niedriger, während auch der Anteil an Stickstoff mit 1,95 At % geringer ausfällt als bei den ungereinigten sowie den ultraschallgereinigten Kohlenstofffasern. Im Gegensatz dazu zeigt sich eine Erhöhung des Sauerstoffanteils um nahezu 100 % auf 22,21 At %. Die hohe Konzentration an Sauerstoff ist an dieser Stelle eindeutig auf den Einfluss der thermischen Reinigung unter oxidativen Bedingungen zurückzuführen.

Die detaillierte Auflösung der C 1s-Peaks der Kohlenstofffasern (siehe Abbildung 4.11) gibt zusätzlich Aufschluss über den Bindungszustand der untersuchten Elemente. Es sind weitere charakteristische Peaks zu erkennen, je nachdem welcher Bindungstyp und -partner in Bezug auf Kohlenstoffatome vorliegen. Folgende funktionelle Gruppen können anhand charakteristischer Peaks entsprechend der typischen Bindungsenergie (siehe Tabelle 4-3) in Abbildung 4.11 identifiziert werden.

Tabelle 4-3: Erwartete funktionelle Gruppen und ihre Positionen im C 1s-Peak [5, 6]

Typische Bindungsenergie	Bindungstyp	Bezeichnung
284,4 – 284,6 eV	C–C	Aliphatische Bindung
285,0 – 286,3 eV	C–O bzw. C–N	Ether- bzw. Aminbindung
287,6 – 289,1 eV	C=O bzw. C–OOH	Carbonyl- bzw. Carboxylgruppen

Tabelle 4-4: Detailspektrum der jeweiligen C 1s - Peaks der untersuchten Kohlenstoff-faseroberflächen in At %

Bezeichnung	C–C	C–O, C–N	C=O, C–OOH
Kohlenstofffasern nach Pyrolyse	77,55	13,33	6,49
Kohlenstofffasern nach Pyrolyse & thermischer Reinigung	78,27	5,87	15,10
Kohlenstofffasern nach Pyrolyse & Ultraschallreinigung	84,31	10,16	4,70

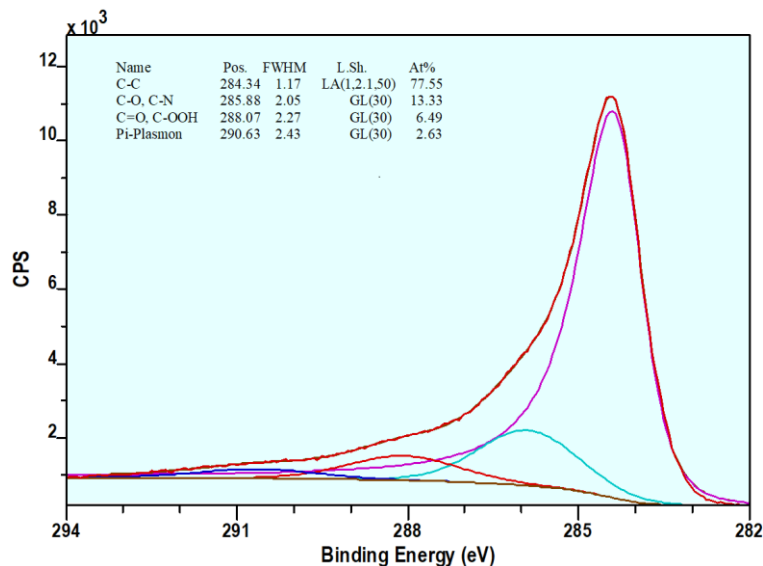


Abbildung 4.11: Detailspektrum des C 1s- Peaks zur genauen Analyse der Bindungs- und Oxidationszustände der Kohlenstofffasern nach der Pyrolyse

Aliphatische Bindungen (C–C) sind der Hauptbestandteil der Oberfläche aller Proben. Sowohl nach der Pyrolyse als auch der thermischen Reinigung sind mit 77,55 At % bzw. 78,27 At % ähnliche Anteile der Kohlenstoffbindung auf der Oberfläche zu finden. Auf der Oberfläche der ultraschallgereinigten Kohlenstofffasern liegt der Anteil bei 84,31 At %. Der Bindungstyp ist chemisch inert und geht keine Reaktion mit einem Matrixpolymer ein.

Bei der Analyse der Ether- bzw. Aminbindungen (C–O, C–N) zeigt sich, dass diese auf Kohlenstofffasern nach der thermischen Reinigung mit 5,78 At % in deutlich geringem Maße existieren. Wiederrum entstehen durch die thermische Reinigung der Kohlenstofffasern mit 15,10 At % deutlich mehr Carboxyl- und Carbonylgruppen (C=O, C–OOH) auf der Faseroberfläche. Im Vergleich zu den anderen Varianten ist der Anteil

der aktiven funktionellen Gruppen mehr als doppelt so hoch. Insbesondere die reaktiven funktionellen Carboxyl- und Carbonylgruppen eignen sich als kovalente Bindungspartner des Matrixpolymers. Aus dem Anteil der entsprechenden funktionellen Gruppen lassen sich Annahmen über die Verbindungsfestigkeit zwischen Kohlenstofffaser und Matrixpolymer treffen. Je höher der Anteil der Carboxyl- und Carbonylgruppen auf der Oberfläche der Kohlenstofffasern ist, desto höher ist die Verbindungsfestigkeit zwischen Kohlenstofffasern und Matrixpolymer [7, 8]. Im Gegensatz zum erkennbaren Einfluss der thermischen Reinigung auf die Oberflächenzusammensetzung zeigt sich kein Zusammenhang zwischen der Ultraschallreinigung der Kohlenstofffaser und einer Erhöhung der Aktivität der Faseroberfläche. Folglich ist eine höhere Grenzflächenscherfestigkeit der Kohlenstofffasern nach der thermischen Reinigung zu erwarten. Diese wird im Folgenden untersucht.

Mikromechanische Charakterisierung der Faser-Matrix-Grenzfläche

Im Anschluss an die Untersuchungen der Oberflächenzusammensetzung der Kohlenstofffasern mittels XPS wurden die tatsächlichen Verbindungseigenschaften zwischen Kohlenstofffaser und Matrixpolymer anhand von Single-Fiber-Pull-Out-Tests (SFPO-Test) charakterisiert. Beim SFPO-Test handelt es sich um ein direktes mikromechanisches Testverfahren, bei dem die Kraffteinleitung in eine senkrecht in einem Matrixpolymertropfen eingebettete Kohlenstofffaser erfolgt [9, 10]. Ein gültiger Versuch liegt dann vor, wenn die Kohlenstofffaser unbeschädigt aus dem Matrixpolymertropfen herausgezogen wird. Dies wird erreicht, wenn die Scherkräfte zwischen der Kohlenstofffaser und Matrixpolymer höher sind als die maximale Zugfestigkeit der Kohlenstofffaser. Im gegenteiligen Fall führt der SFPO-Test zu einem vorzeitigen Versagen der Kohlenstofffaser und somit nicht zu den geforderten Ergebnissen. Die Probenvorbereitung und Durchführung der Versuche ist komplex und hat großen Einfluss auf die erzielten Ergebnisse.

Diese Herausforderung zeigte sich insbesondere bei der Probenvorbereitung und Versuchsdurchführung am LiA. Trotz des hohen Probenumfangs konnten in früheren Untersuchungen keine validen Ergebnisse aus den SFPO-Tests erreicht werden. Aufgrund dessen wurden die SFPO-Versuche extern von der Firma Tex Techno Herbert Stein GmbH & Co. KG durchgeführt. Dort wird die Vorbereitung der SFPO-Proben mittels der teilautomatisierte Einbettstation FIMABOND realisiert, die eine exakte Vorbereitung der Proben und somit verlässliche Ergebnisse der Versuche gewährleistet. Die Versuchsvorbereitung erfolgte wie folgt:

1. Mischen des 2K- Harzsystem² und Entgasung für blasenfreie Verarbeitung

² Bei dem verwendeten Matrixpolymer handelt es sich um ein Epoxidharzsystem EPIKOTE Resin 5475 und EPIKURE Curing Agent 5443 des Herstellers Hexion [11].

2. Einbettung der einzelnen Kohlenstofffasern in einen Harztropfen mit einer Tiefe von $75\ \mu\text{m}$ bei einer Geschwindigkeit von $300\ \mu\text{m}/\text{min}$
3. Aushärtung des Harztropfens bei $120\ ^\circ\text{C}$ für $300\ \text{s}$
4. Abkühlung auf Raumtemperatur

Anschließend wurde die eingebettete Kohlenstofffaser mit Gummiklemmen in die Prüfmaschine FAVIMAT eingespannt und mit einer Geschwindigkeit von $0,1\ \text{mm}/\text{min}$ aus dem Harztropfen herausgezogen. Zur Charakterisierung der Verbindungseigenschaften zwischen Kohlenstofffaser und Matrixpolymer wurden für die jeweiligen Kohlenstofffasern ohne Reinigungsbehandlung sowie mit thermischer und ultraschallbasierter Reinigung 15 gültige Versuche ausgewertet.

Abbildung 4.12 zeigt den typischen Kraft-Weg-Verlauf eines Pull-Out-Versuchs am Beispiel einer pyrolysierten Kohlenstofffaser ohne Reinigung. Anhand der aus dem Verlauf ablesbaren Kenngrößen, erfolgt die Ermittlung der lokalen Grenzflächenscherfestigkeit (engl. *Local interfacial shear strength*, local IFSS)

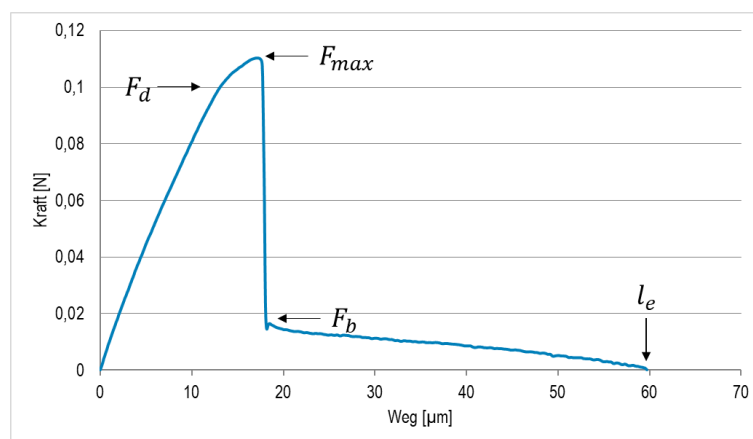


Abbildung 4.12: Kraft-Weg-Verlauf eines Pull-Out-Versuchs an einer pyrolysierten Kohlenstofffaser

In Abbildung 4.13 sind die Ergebnisse der lokalen Grenzflächenscherfestigkeit τ_d der drei untersuchten pyrolysierten Proben ohne Reinigung sowie mit thermischer und Ultraschallreinigung dargestellt. Die vorliegenden Ergebnisse geben Aufschluss über den

Einfluss der Reinigungsverfahren auf die lokale Grenzflächenscherfestigkeit τ_d und somit auf die Haftung zwischen Kohlenstofffasern und Matrixsystem.

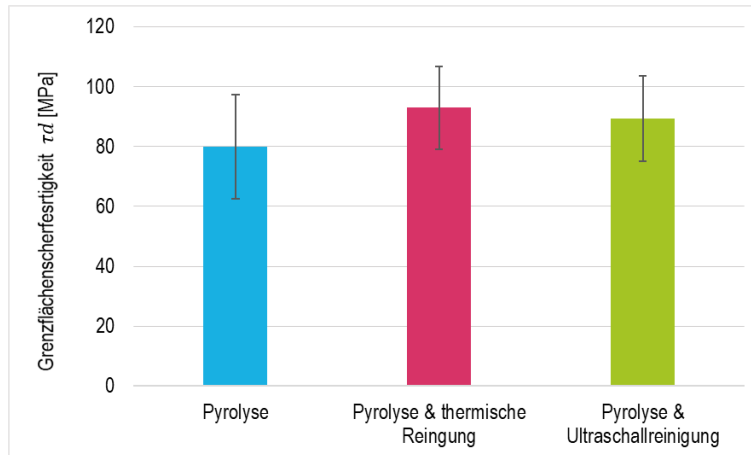


Abbildung 4.13: Lokale Grenzflächenscherfestigkeit τ_d von pyrolysierten Kohlenstofffasern ohne Reinigung sowie mit thermischer und Ultraschall-Reinigung mit entsprechender Standardabweichung der Messwerte

Es zeigt sich, dass die pyrolysierten, ungereinigten Kohlenstofffasern mit 79,91 MPa eine deutlich niedrigere lokale Grenzflächenscherfestigkeit aufweisen, als die Kohlenstofffasern nach thermischer Reinigung (92,88 MPa) sowie nach Ultraschallreinigung (89,36 MPa). Zwischen den thermisch gereinigten und Ultraschall gereinigten Proben ergeben sich aus den Ergebnissen signifikanten Unterschiede. Dies lässt zum einen den Schluss zu, dass die Entfernung des porösen und nicht tragfähigen Pyrolysekoks sowohl durch thermische als auch durch Ultraschall-Reinigung zu einer signifikanten Verbesserung der lokalen Grenzflächenscherfestigkeit τ_d führt. Zum anderen zeigt sich, dass die mittels Ultraschall gereinigten Kohlenstofffasern trotz der laut XPS-Untersuchungen geringeren Anzahl aktiver Gruppen auf der Oberfläche eine ähnlich hohe lokale Grenzflächenscherfestigkeit erreichen und somit gegenüber den thermisch gereinigten Kohlenstofffasern nicht im Nachteil sind.

Im Rahmen des Arbeitspakets wurden zunächst Untersuchung mittels des Single-Fiber-Push-Out-Tests [12] geplant. Der Single-Fiber-Push-Out-Test bietet im Vergleich zum Single Fiber Pull-Out Test den Vorteil, dass mit einmaliger Probenpräparation eine Vielzahl von Versuchen mit entsprechenden Ergebnissen erzielt werden kann. Im Rahmen des Projektes wurde daher ein Nanoindenter des Herstellers Helmut Fischer GmbH beschafft, um die Versuche zum Push-Out der Kohlenstofffaser aus der Matrix an bestehenden Geräten am Institut zu realisieren. Sowohl die Vorbereitung der Probenkörper als auch erste Vorversuche haben keine validen Ergebnisse geliefert.

Schlussendlich konnten aufgrund eines Geräteschadens im Zusammenhang eines Umzugs keine weiteren Tests durchgeführt werden.

4.3 Anwendung auf industriellen Maßstab

Ziel dieses Arbeitspakets war die Skalierung des Reinigungsprozesses auf den industriellen Maßstab, um die Umsetzung des Verfahrens im Rahmen des bestehenden Pyrolyseprozesses zu etablieren. Die zusätzlichen Anforderungen an den industriellen Prozess wurden im Konsortium diskutiert. Der Fokus lag dabei insbesondere auf der Erzielung des gewünschten Durchsatzes der neuen Ultraschallreinigungsanlage, was maßgeblich vom Output des Pyrolysereaktors abhängt. Um einen wirtschaftlichen Betrieb der Reinigungsanlage im Recyclingprozess zu gewährleisten, ist ein Durchsatz von 150 kg gereinigter Kohlenstofffasern pro Stunde notwendig.

Dabei wurden die Parameter wie die Geometrie bzw. Steigung der Förderschnecke in Verbindung mit dem Durchmesser, der Länge und Winkelstellung in Förderrichtung und die Rotationsgeschwindigkeit unter Berücksichtigung der Verweilzeiten in den einzelnen Prozesszonen auf das Schüttgewicht des Materials von 0,2-0,3 kg/l abgestimmt, um dem Durchsatz gerecht zu werden.

Entsprechend der Anforderungen an den industriellen Ultraschallreinigungsprozess von Seiten des Pyrolysereaktors erfolgte die Entwicklung der Ultraschallreinigungsanlage entsprechend der erarbeiteten Anforderungen in Arbeitspaket 3.1.

5 AP 3 – Aufbau einer Versuchsvorrichtung

Das dritte Arbeitspaket des Projektes befasste sich mit der Konstruktion, dem Aufbau sowie der Validierung der entwickelten Ultraschallreinigungsanlage.

Zudem wurde das entwickelte Ultraschallreinigungsverfahren mit der thermischen Nachbehandlung der Kohlenstofffasern, dem bisherigen Stand der Technik, hinsichtlich der resultierenden Fasereigenschaften und der ökologischen Bilanz gegenübergestellt.

5.1 Entwicklung einer Versuchsvorrichtung

Im Rahmen dieses Arbeitspakets lag der Fokus auf der Entwicklung einer Versuchsvorrichtung zur Reinigung der pyrolysierten Kohlenstofffasern. Diese wurde basierend auf dem Reinigungskonzept aus Abschnitt 4.1 bei der Firma PURIMA entwickelt.

Als Basis für die Entwicklung der Anlage und Geometrien der Förderschnecke wurden bestehende Systeme mit ähnlichen Aufgabenstellungen bzw. vergleichbar zu fördernden Materialien bewertet und analysiert.

Da die Materialien in der Basis dennoch stark von dem Schüttgutverhalten der pyrolysierten Fasern abweichen, wurde bei der Entwicklung auf einfach und schnell zu ändernde Förderparameter Wert gelegt. Diese umfassten die Wendelgeometrie und den Kerndurchmesser der Förderschnecke, welche durch ein Wechseln der Elemente einfach realisierbar sein musste. Des Weiteren sollte die Winkelstellung der Schnecke frei anwählbar sein. Außerdem mussten die Schneckengeschwindigkeit, Spül- und Medienströme sowie die Temperaturen, im Besonderen Wasser und Luftstrom frei anwähl- und regelbar sein.

5.2 Aufbau der Vorrichtung

Im Rahmen dieses Arbeitspakets wurde basierend auf der Entwicklung ein Prototyp der Reinigungsanlage bei PURIMA entsprechend der technischen Zeichnungen gefertigt und aufgebaut. Die technischen Zeichnungen in Abbildung 5.1 zeigen die Seitenansichten sowie die Schnittansicht des Prototyps der Ultraschallreinigungsanlage.

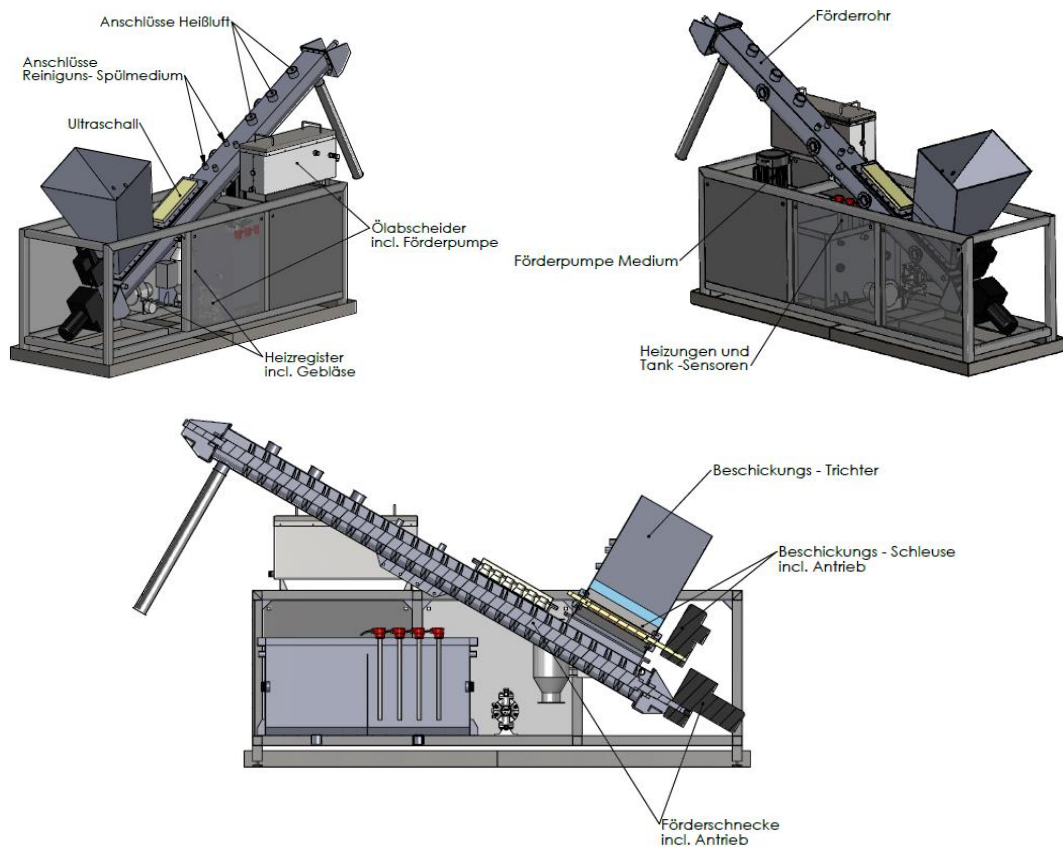


Abbildung 5.1: Technische Zeichnungen des Prototyps der Ultraschallreinigungsanlage

Die Beschickung der Reinigungsanlage mit den pyrolysierten Kohlenstofffasern erfolgt über einen Trichter. Im unteren Teil des Beschickungstrichters befindet sich ein Rotor, welcher die Kohlenstofffasern gleichmäßig an die darunterliegende Förderschnecke übergibt. Des Weiteren übernimmt der Rotor die Aufgabe, dass keine Verstopfungen oder Unterbrechungen in der Förderschnecke entstehen.

Der Schneckentrog der Förderschnecke ist mit Wasser gefüllt, welches entsprechend der ausgewählten Prozessparameter auf 60 °C temperiert ist. Die Temperierung des Prozesswassers erfolgt in der Vorwärm- und Mischzone unterhalb des Beschickungstrichters.

Die zu reinigenden Kohlenstofffasern werden durch die Förderschnecke an den Ultraschallschwingern kontinuierlich entlanggeführt und entsprechend der Reinigungsdauer von 10 Minuten beschallt.

Nach der Ultraschallzone folgt die Spülung der Kohlenstofffasern mit frischem Wasser, um die gelösten Verunreinigungen zu entfernen. Je nach weiterer Behandlung der Kohlenstofffasern können diese in der Vortrocknungszone mittels Heißluft auf eine definierte Feuchte getrocknet werden. Der Austrag der Kohlenstofffasern wird durch ein

Rohr realisiert, durch welches das vorgetrocknete Material an die nächsten Prozessschritte übergeben wird. Die Reinigungsanlage verfügt über einen geschlossenen Wasserkreislauf. Gelöste Schmutzpartikel werden nach der Ultraschallreinigung über Filterkerzen gefiltert, durch einen Schwerkraft-Abscheider kontinuierlich ausgetragen und können über ein Ventil abgelassen werden. Das aufbereitete Prozesswasser wird wiederverwendet und weiterhin kontinuierlich durch die Bereiche der Reinigungsanlage gepumpt. Die Steuerung der Reinigungsanlage wird über eine SPS und ein Operator Panel realisiert. Am Operator Panel können relevante Prozessparameter, wie unter anderem die Temperatur des Prozesswassers, die Pumpenleistung und die Schneckengeschwindigkeit gesteuert werden.

5.3 Validierung der Funktionsweise

Zur Validierung der Funktionsweise des aufgebauten Prototyps wurden bei PURIMA Förderversuche mit größeren Mengen pyrolysierten Kohlenstofffasern durchgeführt. Eine zentrale Fragestellung war, inwiefern die Reinigung der pyrolysierten Kohlenstofffasern in Form eines kontinuierlichen Prozesses realisiert werden kann. Zusätzlich sollte gezeigt werden, dass der in Abschnitt 4.3 festgelegte Durchsatz der Anlage erreicht wird.

Zur Realisierung der Versuche wurde die Anlage im Technikum bei PURIMA aufgebaut und in Funktion gebracht. Die Tankanlagen wurden mit VE-Wasser befüllt und die folgenden zu regelnden Parameter eingefahren bzw. auf Funktion geprüft:

- Temperatur von Wasser und Luftstrom
- Förderleistung der Pumpen und Filter
- Schneckengeschwindigkeit und Winkelstellung
- Funktionskontrolle Schaltschrank, Operator Panel und Sicherheitskreise

Die Prozessfasern wurden unter Einhaltung der Arbeitssicherheit händisch in den Zufuhrtrichter gefüllt. Da das Ausgangsmaterial im Gegensatz zu den Laborfasern stark mit Pyrolysekoks verunreinigt war, schwamm es auf und musste händisch mit Wasser benetzt und eingetaucht werden. Die Prozessfasern unterschieden sich im Reinheitsgrad stark von den Laborfasern. Die Schwierigkeit des Aufschwimmens konnte durch Zugabe von Tensiden minimiert werden. Aus dem Testlauf ergibt sich hier Handlungsbedarf in der Konstruktion der Zuführung.

Sobald die Benetzung erfolgt ist und somit ein Sinken der Fasern eintritt, ist eine Förderung durch die Schnecke sofort möglich, die entsprechend der Umdrehung/min in der Leistung variabel ist. Der Nachweis der einstellbaren und regelbaren Leistung konnte sofort erbracht werden.

In den Testreihen war es möglich, mit der Anlage einen Durchsatz von bis zu 40 kg/h zu realisieren.

Auf Grund der schräg gestellten Förderschnecke ist eine Abtrocknung durch das zurücklaufende Wasser gut zu realisieren. Die Nachtrocknung durch die Warmluftzufuhr wurde auf Grund der Staubentwicklung nicht durchgeführt. Hier bedarf es einer geeigneten Filtertechnik zur Einhaltung des Arbeiterschutzes.

Das aus dem Schneckenauslauf austretende Material ist als handfeucht zu bezeichnen und bei geringer Nachtrocknung in dem weiterführenden Prozess gut zu verwenden.

Im Anschluss an die Förderversuche wurden die wiedergewonnenen Kohlenstofffasern hinsichtlich der Sauberkeit der Oberfläche mittels REM-Aufnahmen untersucht.

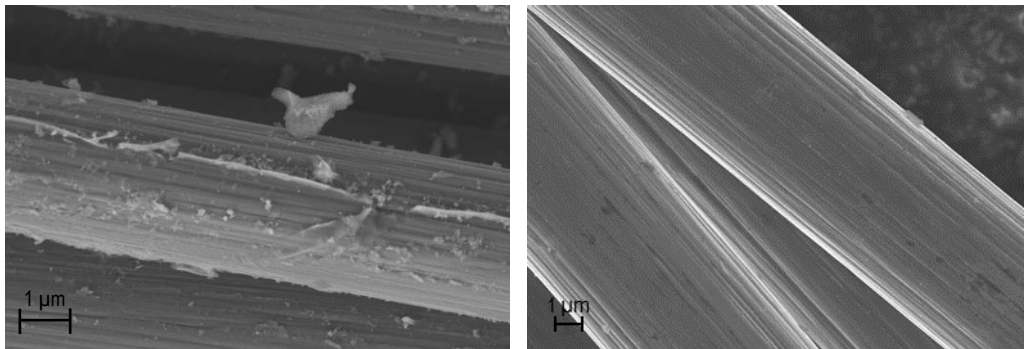


Abbildung 5.2: REM-Aufnahmen der gereinigten Kohlenstofffasern vor (links) und nach (rechts) der Behandlung mit dem entwickelten Prototyp

Die REM-Aufnahmen vor und nach der Ultraschallreinigung sind in Abbildung 5.2 links bzw. rechts dargestellt. Es ist zu sehen, dass die Oberflächen der gereinigten Kohlenstofffasern weniger Pyrolysekoks aufweisen. Die Behandlung der Kohlenstofffasern mit dem Prototyp der Reinigungsanlage führt demnach zu guten Reinigungsergebnissen.

6 Fazit

Ziel dieses Projektes war die Entwicklung eines Reinigungsverfahrens für recycelte Kohlenstofffasern, um den bestehenden Recyclingprozess von kohlenstofffaserverstärktem Kunststoff zu optimieren, die Qualität des Recyclats zu erhöhen und die Kapazität der vorhandenen Rückgewinnungstechniken zu steigern. Dazu wurde der bisherige Prozess der thermischen Reinigung der pyrolysierten Fasern durch ein Reinigungsverfahren mittels Ultraschall ersetzt.

Die zu Beginn des Projektes durchgeführte Machbarkeitsstudie zeigt, dass sich die Ultraschallbehandlung zur Entfernung des Pyrolysekokes von der Oberfläche der recycelten Kohlenstofffasern eignet. Dies konnte durch REM-Untersuchungen der entsprechenden Kohlenstofffasern nachgewiesen werden. Nach weiteren Optimierungsschleifen der relevanten Ultraschallprozessparameter wurde eine geeignete Parameterkombination zur Reinigung der Kohlenstofffasern herausgearbeitet. Im Vergleich mit dem bisherigen Stand der Technik, der thermischen Reinigung der Kohlenstofffasern, zeigte sich, dass die Ultraschallbehandlung zu einer Verbesserung der mechanischen Eigenschaften führt. Diese liegen annähernd auf dem Niveau der neuen Kohlenstofffasern. Bei den durchgeführten Analysen zum Nachweis von funktionellen Gruppen auf der Oberfläche der Kohlenstofffasern zeigten sich deutliche Unterschiede zwischen den beiden Verfahren. Die resultierende Verbindungsfestigkeit zwischen den thermisch- und ultraschall-gereinigten Kohlenstofffasern lag auf vergleichbar hohem Niveau.

Um die Ultraschallreinigung in den industriellen Recyclingprozess einbinden zu können, erfolgten zunächst grundlegende Untersuchungen zur möglichen Prozesstechnik einer Reinigungsanlage. Im Konsortium wurden die Anforderungen an einen industriellen Reinigungsprozess diskutiert und verschiedene Konzepte zur Förderung der Kohlenstofffasern identifiziert. Schlussendlich wurde das Konzept einer Förderschnecke ausgewählt. Auf Basis dieser Voruntersuchungen erfolgte die Entwicklung und die Fertigung eines Prototyps der Reinigungsanlage im industriellen Maßstab.

Die Auswahl des Schneckenkonzeptes basierend auf Erfahrungswerten mit ähnlichen Materialien, konnte erfolgreich umgesetzt und angewendet werden. Der Prototyp ermöglicht einen automatisierten kontinuierlichen Transport der Kohlenstofffasern, indem diese entlang der einzelnen Prozessabschnitt unter Einhaltung der festgelegten Parameter gereinigt werden.

Zur Validierung der Funktionalität des Konzepts wurden Förderversuche mit pyrolysierten Kohlenstofffasern durchgeführt. Die Versuche zeigten, dass eine kontinuierliche Förderung durch eine Transportschnecke möglich ist und die Leistung entsprechend der gewählten Geometrien frei einstellbar und regelbar ist. Weiterhin konnte nachgewiesen werden, dass die Laborparameter auf eine Industrieanlage übertragbar

sind. Der Testlauf in der Prototypanlage zeigte ebenso Schwachstellen auf, im Besonderen das Zuführen des Materials. Hier sind weiterführende konstruktive Lösungen zu realisieren.

Zur weiteren Validierung der Ultraschallreinigung und dem Vergleich mit dem bisherigen Stand der Technik wurden Tests an Verbundprüfkörpern geplant. Die damit verbundene Herstellung von Vlieshalbzeugen aus den wiedergewonnenen Kohlenstofffasern und die anschließende Herstellung der Verbundprüfkörper mittels des RTM-Verfahrens konnten, aufgrund der seit Beginn 2020 herrschenden Covid-19 Pandemie und den damit verbundenen Einschränkungen, nicht durchgeführt werden.

Wie in der Einleitung angesprochen, ist die energetische Bilanz von Kohlenstofffasern ein zentraler Punkt der Diskussionen. Durch die Entwicklung des ultraschallbasierten Reinigungsverfahrens ist eine Reduktion der gesamten Prozessdauer zum Recycling von Kohlenstofffasern realisierbar. Zudem ist der Energiebedarf der Reinigungsanlage deutlich geringer. Dies macht sich in der energetischen Bilanz bemerkbar. Im Vergleich mit dem Stand der Technik kann eine Reduktion des Energieverbrauchs von ca. 40 % erreicht werden.

7 Literaturverzeichnis

- [1] DR. ELMAR WITTEN (AVK) & ALFONS SCHUSTER: Der Composites-Markt Europa: Marktentwicklungen, Herausforderungen und Chancen. URL https://composites-united.com/media/3989/ger_ccev_marktbericht_2019_kurzversion.pdf – Überprüfungsdatum 2021-03-02
- [2] CFK VALLEY STADE RECYCLING GMBH & CO. KG: Unternehmen. URL <https://www.cfk-recycling.de/index.php?id=5>. – Aktualisierungsdatum: 2021-03-02 – Überprüfungsdatum 2021-03-02
- [3] SGL CARBON SE: Broschüre Die Möglichmacher: Sigrafil- Endloscarbonfaser. URL <https://www.sglcarbon.com/pdf/SGL-Broschuere-Die-Moeglichmacher-DE.pdf>
- [4] LENGSELD, Hauke; MAINKA, Hendrik; ALTSTÄDT, Volker: Carbonfasern: Herstellung, Anwendung, Verarbeitung, 2019
- [5] BLYTH, R.I.R; BUQA, H.; NETZER, F.P; RAMSEY, M.G; BESENHARD, J.O; GOLOB, P.; WINTER, M.: XPS studies of graphite electrode materials for lithium ion batteries. In: Applied Surface Science 167 (2000), 1-2, S. 99–106
- [6] VISWANATHAN, Hema; WANG, Yu-Qing; AUDI, Ahmad Ali; ALLEN, Philip J.; SHERWOOD, Peter M. A.: X-ray Photoelectron Spectroscopic Studies of Carbon Fiber Surfaces. 24. Interfacial Interactions between Polyimide Resin and Electrochemically Oxidized PAN-Based Carbon Fibers. In: Chemistry of Materials 13 (2001), Nr. 5, S. 1647–1655. URL <https://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/cm000930h> – Überprüfungsdatum 2021-03-04
- [7] SCHÜRMAN, Helmut: Konstruieren mit Faser-Kunststoff-Verbunden. 2., bearbeitete und erweiterte Auflage. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2007 (VDI-Buch)
- [8] EHRENSTEIN, Gottfried Wilhelm: Faserverbund-Kunststoffe: Werkstoffe - Verarbeitung - Eigenschaften. 2. völlig überarbeitete Auflage. München: Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG, 2006
- [9] EDITH MÄDER: Surface, interphase and composite property relations in fibre-reinforced polymers 1994
- [10] GERHARD KALINKA, Burt Neumann: Bestimmung von Interface-Festigkeit oder -Trennarbeit mit dem Pull-out-Versuch. 2006
- [11] Datenblatt EPIKOTE Resin 05475_EPIKURE Curing Agent 05443
- [12] LIANG, C.; & HUTCHINGSON, J. W.: Mechanics of the fiber pushout test. In: Mechanics of Materials 14 (1993), S. 207–221