



**DURO
BAST**



Stakeholder-Workshop Naturfaserhydrophobierung

08. November 2023

Lais Weber, Fraunhofer LBF



Bundesministerium
für Ernährung
und Landwirtschaft



Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe e.V.

Gefördert durch: Bundesministerium für Ernährung
und Landwirtschaft aufgrund eines Beschlusses des
Deutschen Bundestages (FKZ: 2220NR090E)

Biokomposite – Potential und Limitierung?

Naturfaserverstärkte Kunststoffe (NFK)

- Alternative für glas- und kohlefaserverstärkte Kunststoffe (GFK und CFK)
 - Nachwachsend und geringer Dichte
 - Herstellung verbraucht weniger Energie
 - bessere akustische und mechanische Eigenschaften
 - bessere biologische Kompatibilität
- Problem der Faser-Matrix-Anbindung
 - physikalische Verfahren: (bspw. Plasmabehandlung)
 - Geringe Faser-Matrix-Interaktion als Problemfaktor
 - Feuchtaufnahme als Problemfaktor
 - Quellen der Fasern im Komposit
 - Schimmelbildung und Pilz-/Bakterienwachstum



Reduktion der Feuchtaufnahme als Projektziel

Motivation – Stand der Technik

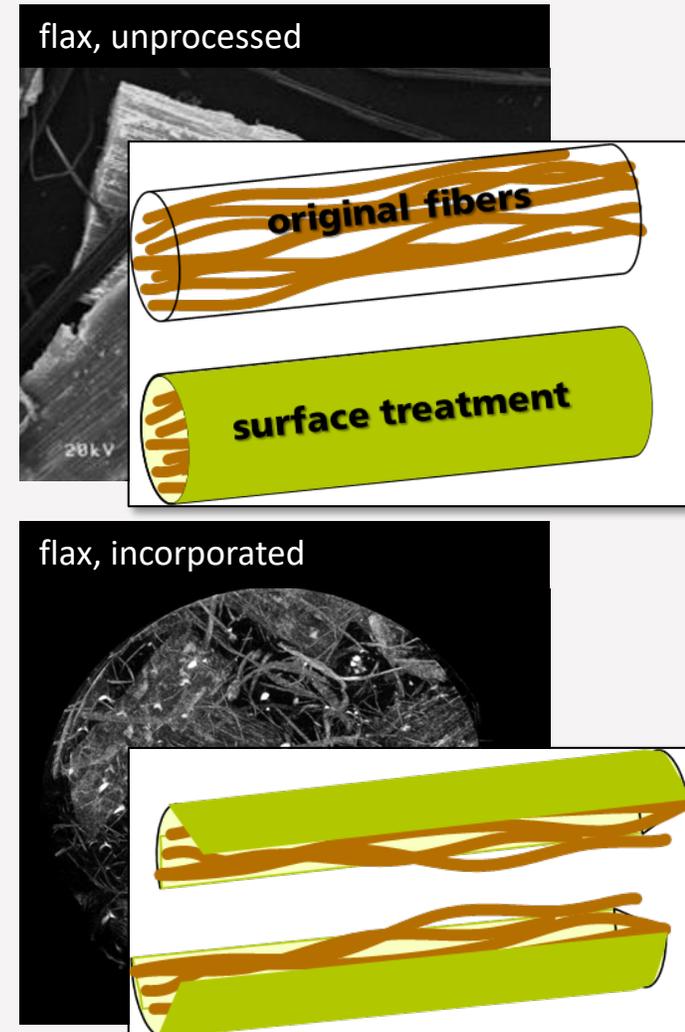
„Durch die Hydrophobierung der Naturfasern lassen sich diese in strukturellen Faserverbundanwendungen einsetzen. Bei Erfolg eröffnen sich zudem weitere Anwendungsfelder des entwickelten Verfahrens für Industrie und Wissenschaft. Das Verfahren kann als Beschichtungsverfahren für klassische Faserverbundkunststoffe zum Einsatz kommen.“

Motivation – Stand der Technik

1. Oberflächenbehandlung mit Hydrophobierungsreagenz
 - **Physikalische Methoden** (z.B. Plasma)
 - **Chemische Methoden** (z.B. Natronlauge, Silanebehandlung, Azetylierung oder Benzoylierung)
 - **Zusatz von Haftvermittlern** zur Polymermatrix, um die Oberflächen zu modifizieren (MAPP)

→ Naturfasermaterial unterscheidet sich von synthetischen Fasern

- Keine kompakte Faser
- Ausfransen legt nicht modifizierte Oberflächen frei
- Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften



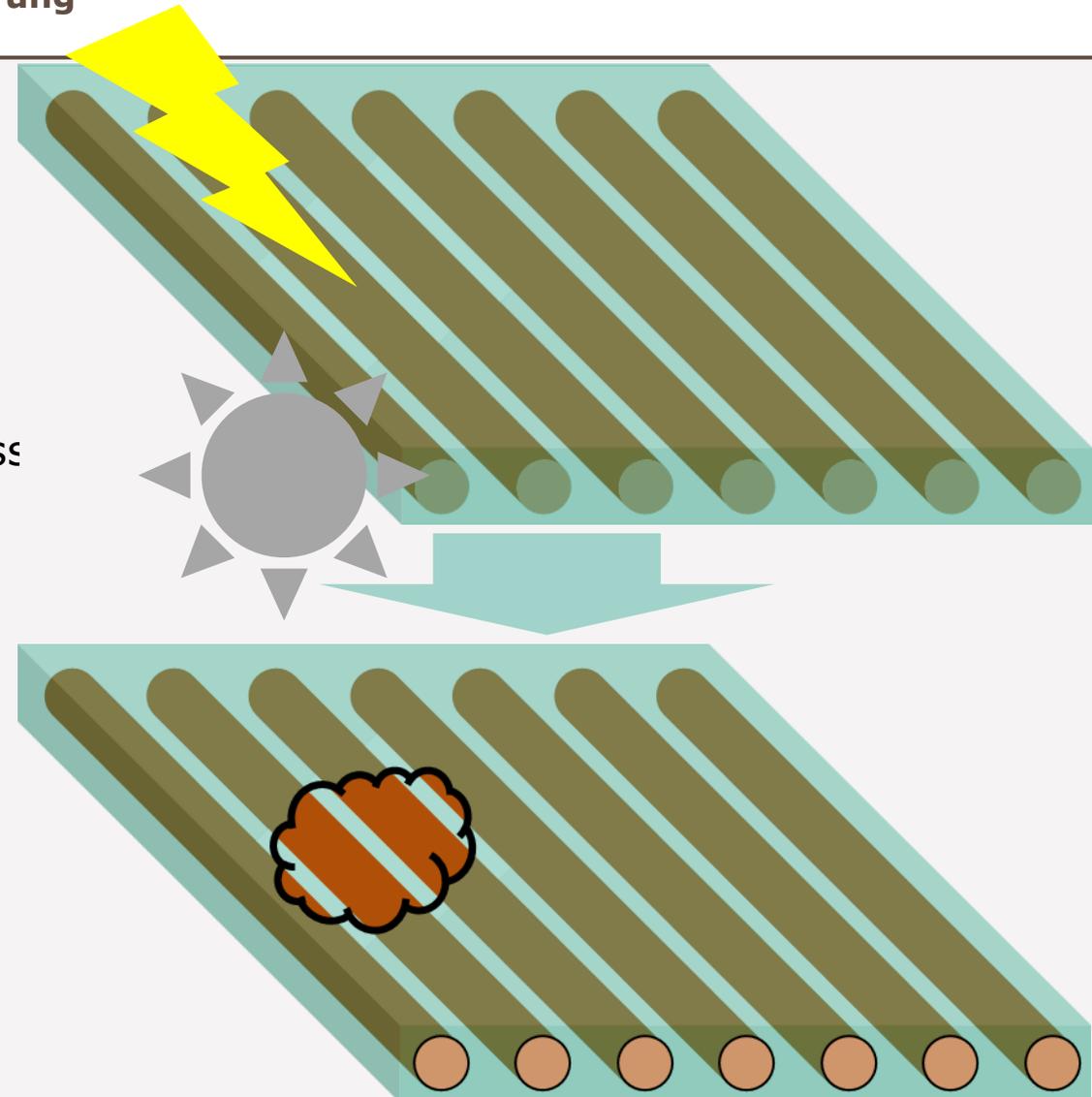
Motivation – Stand der Technik

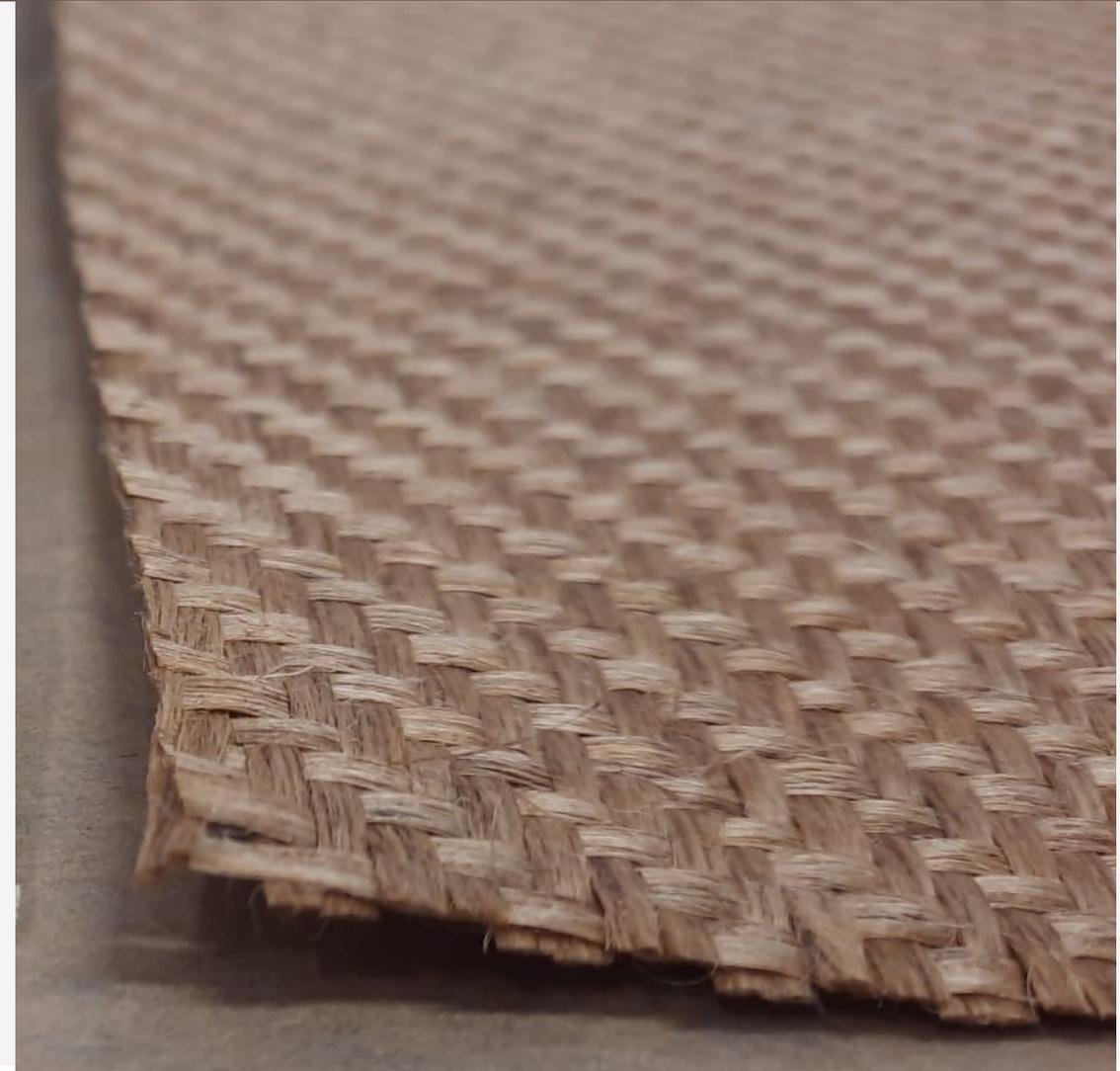
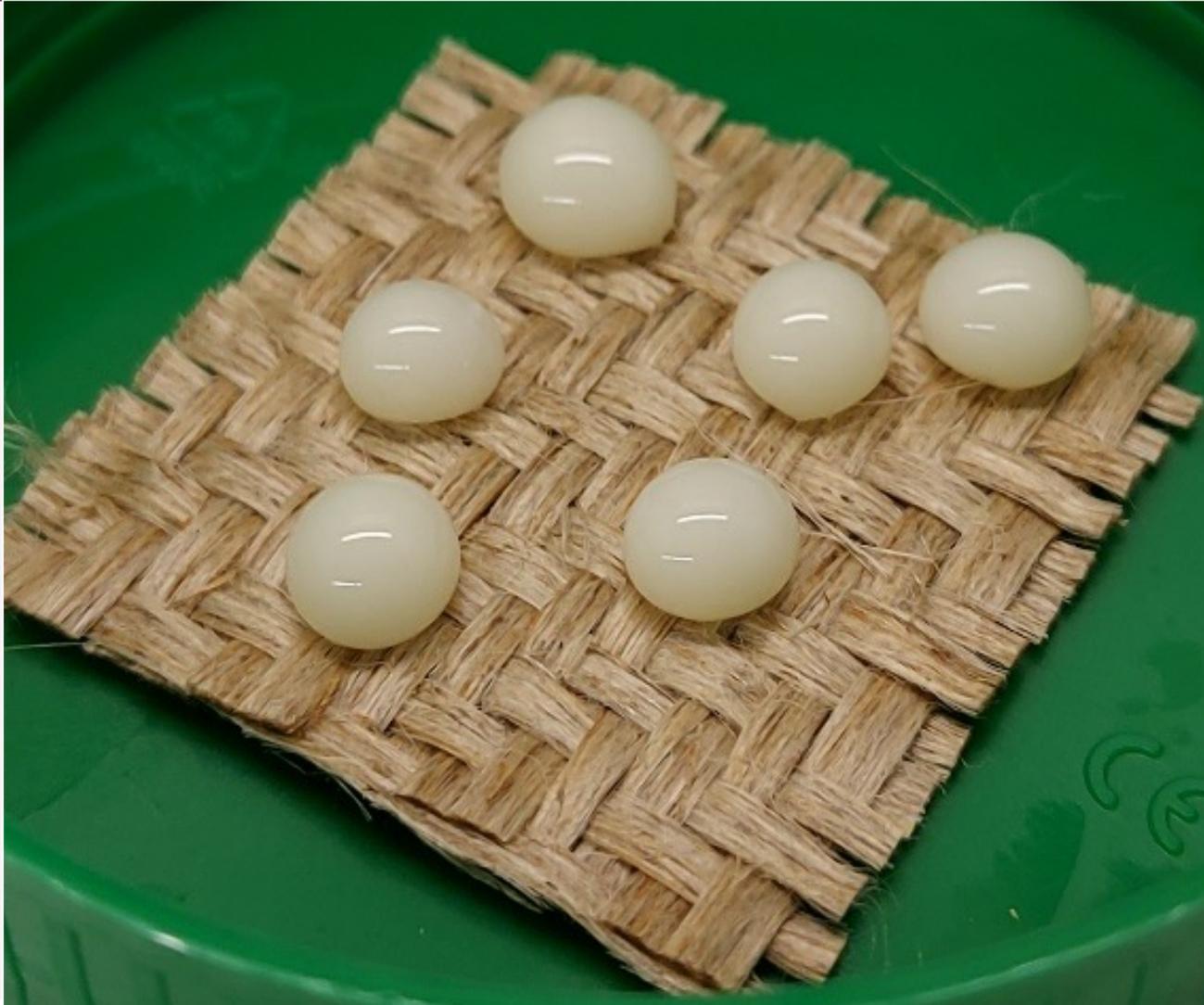
2. Verkapseln des Fasermaterials mit Matrix-Polymer

- Hydrophobes Material ohne freiliegende Faser
- Feuchtaufnahme dominiert von Matrix-Polymer
- Faserhohlräume im Faserinneren bleiben unbeeinflusst

→ **Probleme bei Nachbearbeitung oder Schäden**

- Freilegen von nicht-modifizierten Oberflächen
 - Schimmelbildung
 - Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften
 - Verfärbungen und Schäden durch Quellung





Einsatz von Kavitätenpolymerisation

1. Einbringen von hydrophilem Monomeren in Kavitäten

- Alle Monomere können biobasiert gewonnen werden (bsp. Milchsäure, Glycerin, usw.)
- Hydrophile Monomere mit Alkohol- und Säure-Gruppen
- Hohe Hydrophilie sorgt für leichtes und vollständiges Eindringen

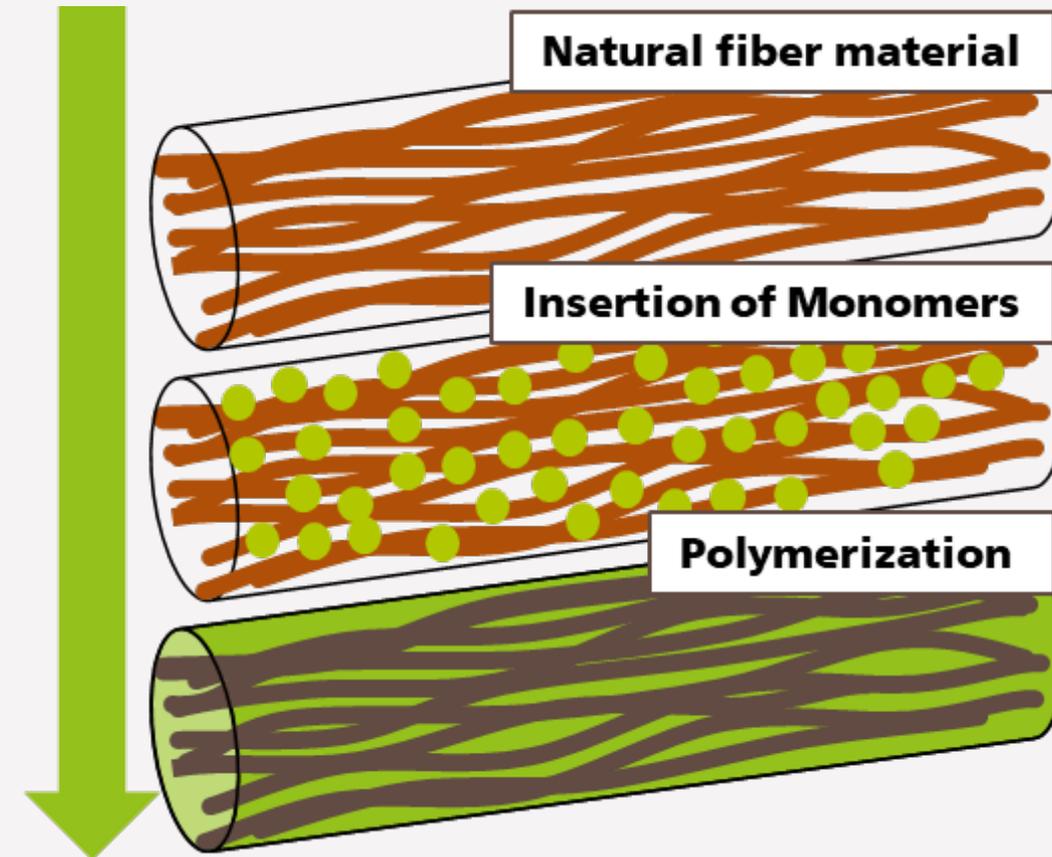
2. Polymerisation vor Ort mittels Polykondensation

- Optimierte Komposition angepasst auf Fasermaterial
- Kovalente Bindung zwischen Monomer und Faser
 - kein Auswaschen des Polymers
 - bessere Faser-Matrix-Interaktion
- Schäden legen keine nichtbehandelten Oberflächen frei

Vollständige Hydrophobierung der Fasern

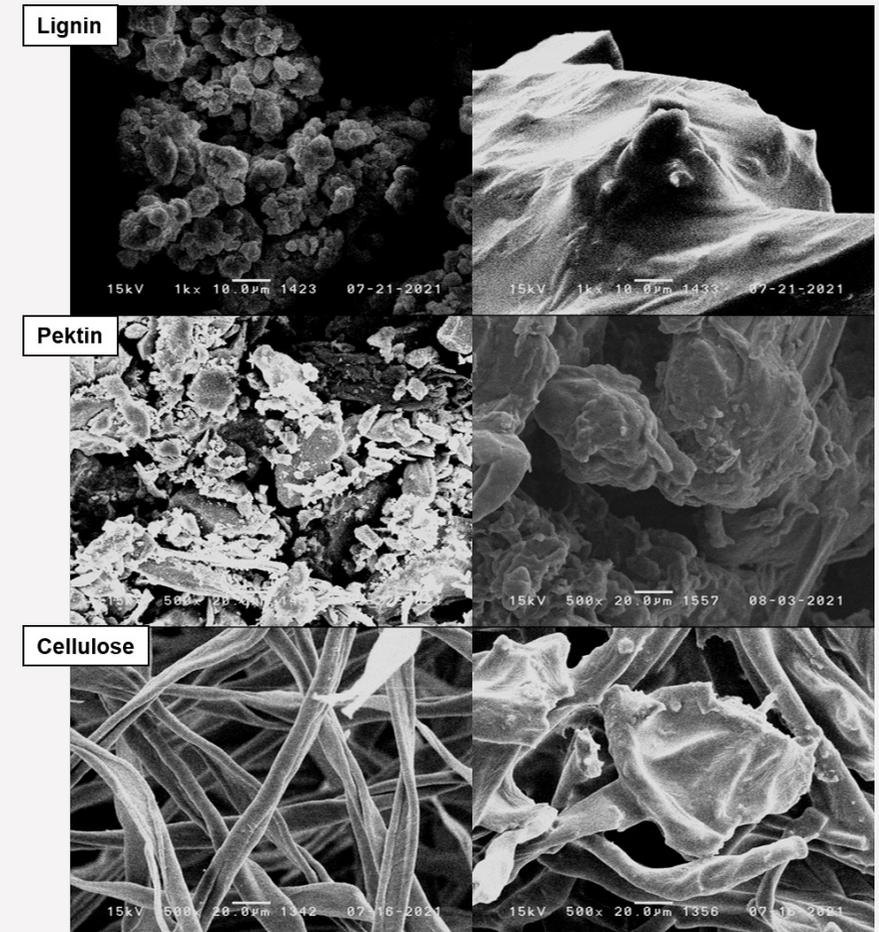
Optimierung der Kavitätenpolymerisation

1. Analyse der Einzelkomponenten
 - Lignin
 - Pektin
 - Cellulose
2. Optimierung der Reaktionsführung
 - Reaktionstemperatur
 - Reaktionszeit
3. Optimierung der Polymerzusammensetzung
 - Variation der Monomere – hydrophobe Bestandteile
 - Variation der funktionellen Gruppen der Monomere



Optimierung der Kavitätenpolymerisation

1. Analyse der Einzelkomponenten
 - Lignin
 - Pektin
 - Cellulose
2. Optimierung der Reaktionsführung
 - Reaktionstemperatur
 - Reaktionszeit
3. Optimierung der Polymerzusammensetzung
 - Variation der Monomere – hydrophobe Bestandteile
 - Variation der funktionellen Gruppen der Monomere



Optimierung der Kavitätenpolymerisation

1. Analyse der Einzelkomponenten

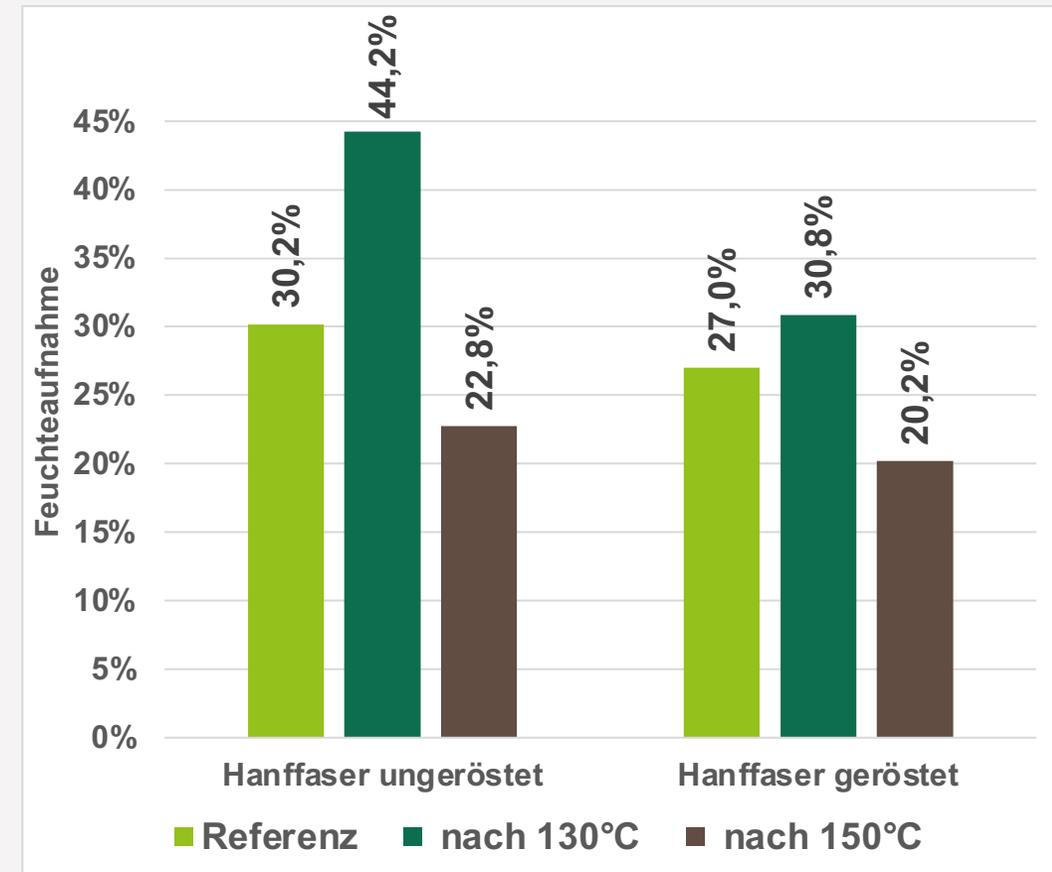
- Lignin
- Pektin
- Cellulose

2. Optimierung der Reaktionsführung

- Reaktionstemperatur
- Reaktionszeit

3. Optimierung der Polymerzusammensetzung

- Variation der Monomere – hydrophobe Bestandteile
- Variation der funktionellen Gruppen der Monomere



Optimierung der Kavitätenpolymerisation

1. Analyse der Einzelkomponenten

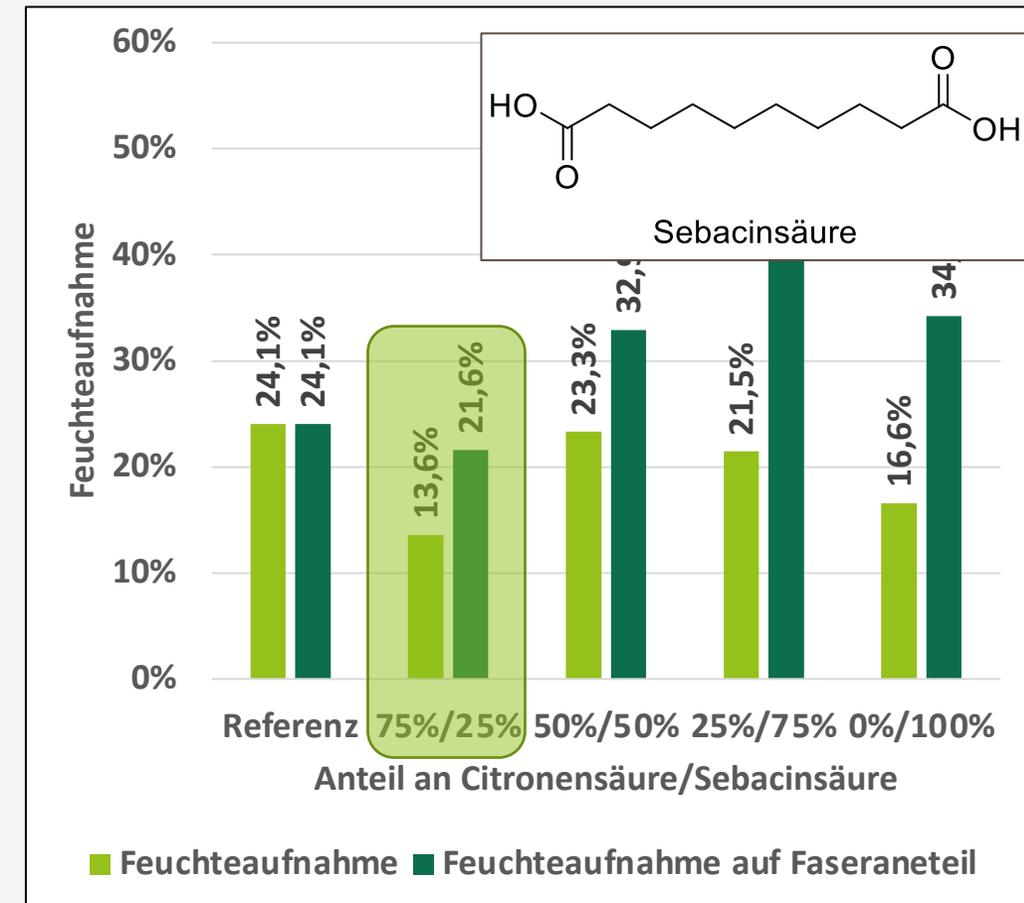
- Lignin
- Pektin
- Cellulose

2. Optimierung der Reaktionsführung

- Reaktionstemperatur
- Reaktionszeit

3. Optimierung der Polymerzusammensetzung

- Variation der Monomere – hydrophobe Bestandteile
- Variation der funktionellen Gruppen der Monomere



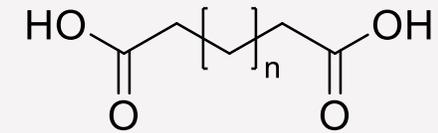
Ergebnisse der Optimierung der Methode

Einbringen von hydrophilem Monomeren durch Tränken

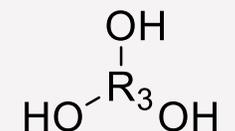
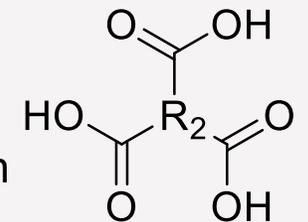
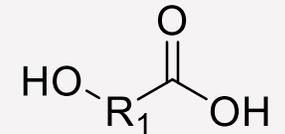
- Hohe Hydrophilie sorgt für vollständige Aufnahme der Monomeren in den Fasern
- 4 Basis-Monomere mit Alkohol- und Säure-Gruppen
- Einsatz von biobasierten Monomeren

Polymerisation basiert auf einer Polykondensation

- Polymerisation vor Ort mittels Temperatur
- Optimierte Mischung der Monomere um funktionelle Gruppen der Fasern auszugleichen
- Kovalente Anbindung der Fasern durch Reaktion



bifunctional acid



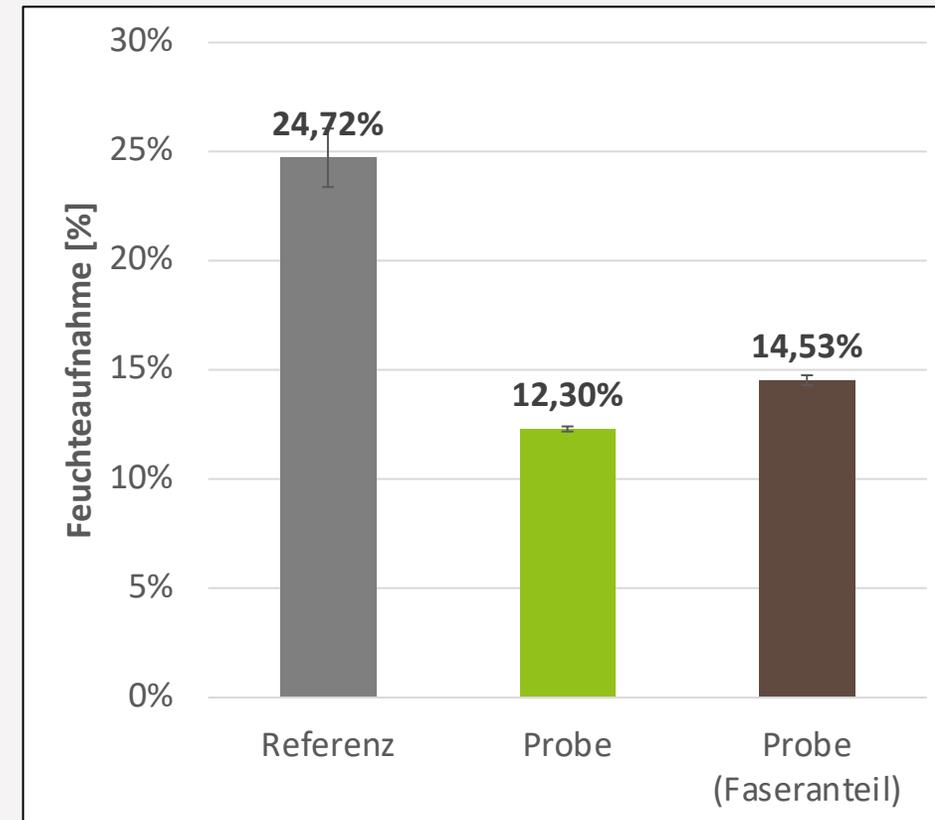
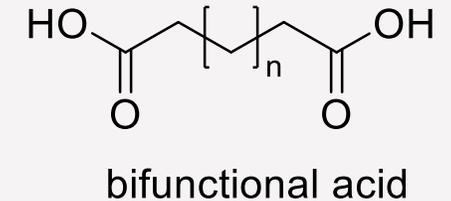
Ergebnisse der Kavitätenpolymerisation

Kavitätenpolymerisation reduziert die Feuchtaufnahme

- Identifikation von Gewebe als bester Ansatz
- Versteifung der Fasern während der Behandlung
- Langkettige Säurekomponente essentiell für gute Reduktion
- Lange Reaktionszeiten nötig, für vollständigen Umsatz

Reduktion der Feuchtaufnahme um 50%

- Auf 12% Feuchtaufnahme der Gesamtprobe
- 14,5% Feuchtaufnahme des Faseranteils
 - Annahme: Polymeranteil nimmt 0% Feuchte auf
- Homogenisierung der Feuchtaufnahme
 - Geringere Schwankungen zwischen Einzelproben



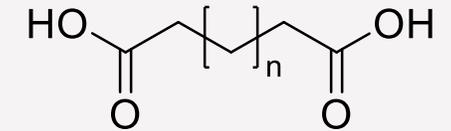
Ergebnisse der Kavitätenpolymerisation

Kavitätenpolymerisation reduziert die Feuchtaufnahme

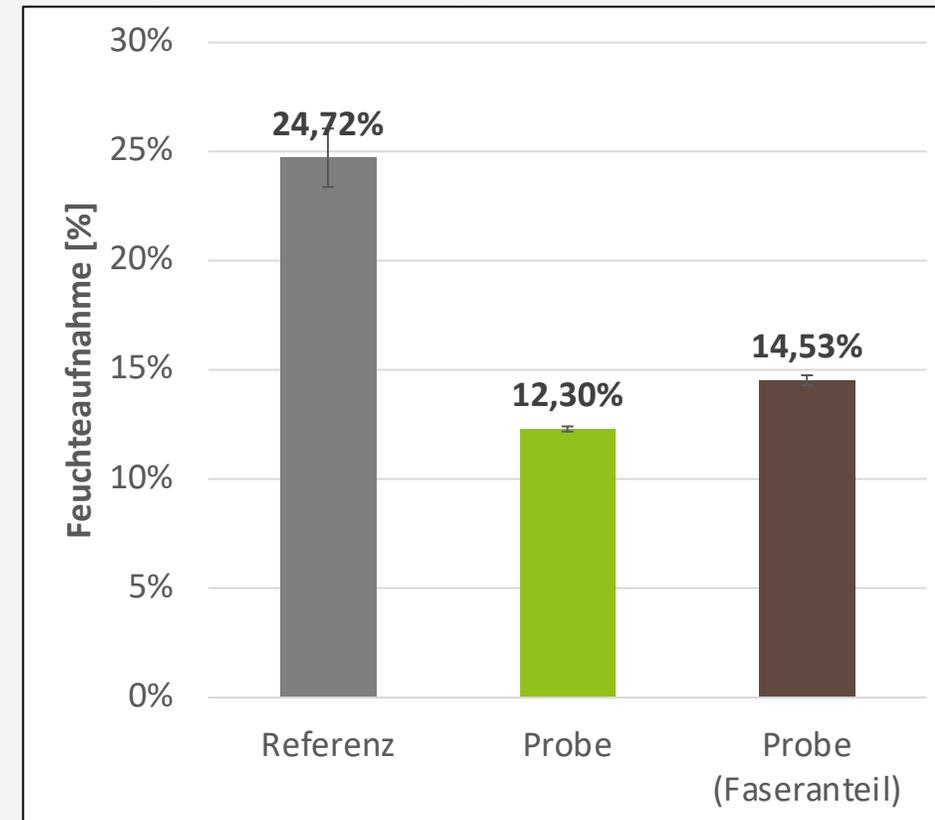
- Identifikation von Gewebe als bester Ansatz
- Versteifung der Fasern während der Behandlung
- Langkettige Säurekomponente essentiell für gute Reduktion
- **Lange Reaktionszeiten** nötig, für vollständigen Umsatz

Reduktion der Feuchtaufnahme um 50%

- Auf 12% Feuchtaufnahme der Gesamtprobe
- 14,5% Feuchtaufnahme des Faseranteils
 - Annahme: Polymeranteil nimmt 0% Feuchte auf
- Homogenisierung der Feuchtaufnahme
 - Geringere Schwankungen zwischen Einzelproben



bifunctional acid



Optimierung der Reaktionszeiten

Reaktion im Ofen

- Präpolymerisation 1 Stunden
- Polymerisation 15 Stunden
- Nachkondensieren 0,5 Stunde

Reaktion in der Presse

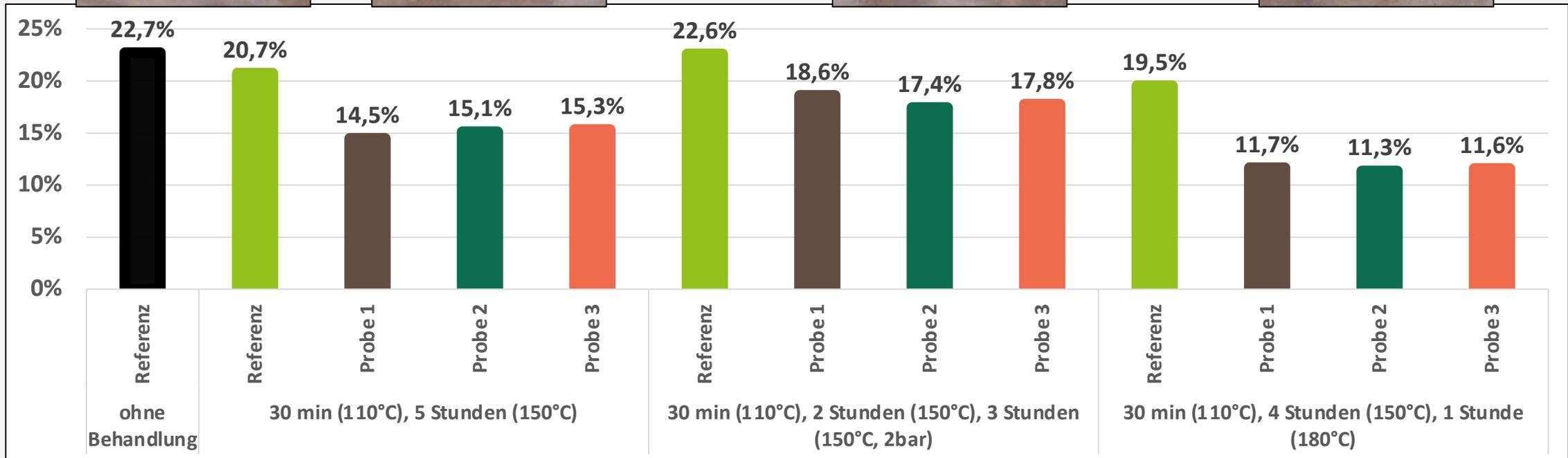
- Präpolymerisation 0,5 Stunden
- Polymerisation 4 Stunden
- Nachkondensieren 1 Stunde



Verringerung der Zykluszeiten

Reaktionsführung in der Presse

Ziel: Verringerung der Zykluszeiten durch die Übertragung
 Einkauf: Behälterergewebe in
 e D: aturen und Re



Optimierung der Reaktionszeiten

Reaktion im Ofen

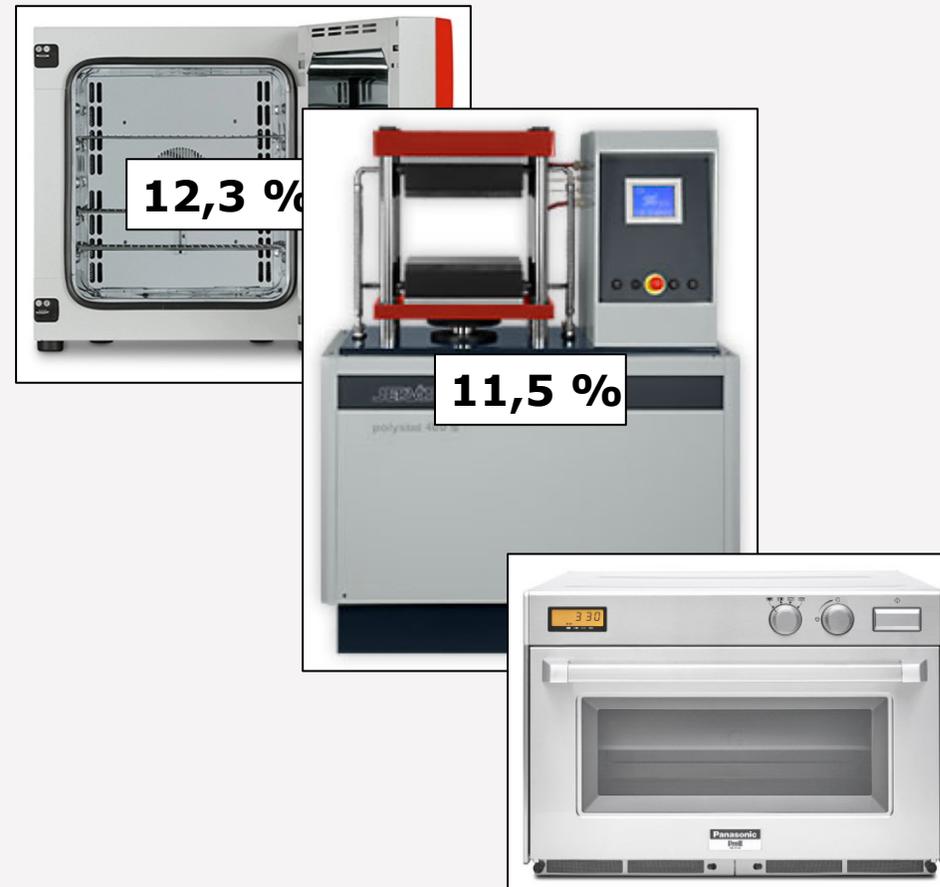
- Präpolymerisation 1 Stunden
- Polymerisation 15 Stunden
- Nachkondensieren 0,5 Stunde

Reaktion in der Presse

- Präpolymerisation 0,5 Stunden
- Polymerisation 4 Stunden
- Nachkondensieren 1 Stunde

Reaktion in der Mikrowelle

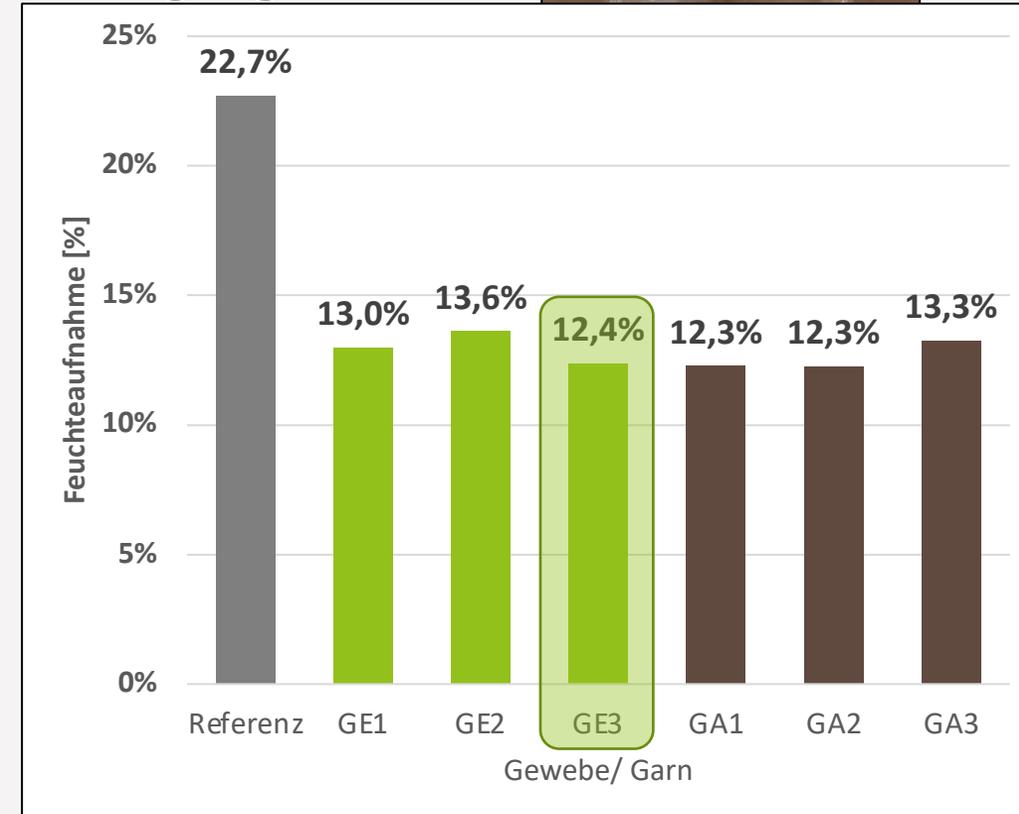
- Polymerisation 40 Minuten
- Nachkondensieren 30 Minuten



Kavitätenpolymerisation in der Mikrowelle

Ziel: Verringerung der Zykluszeiten durch direkt Wärmeübertragung

- Machbarkeitsuntersuchung mittels Haushalts-Mikrowelle
 - Synthese von Reinpolymer (11% Feuchtaufnahme)
 - Höher als die Produkte aus dem Ofen
 - Signifikant reduzierte Reaktionszeit (< 90 Minuten)
 - Übertragung der Synthese auf das Fasergewebe
 - Variation der Reaktionszeiten als Stellschraube
 - Feuchtaufnahme zeigt gute Ergebnisse



Optimierung der Kavitätenpolymerisation

Reduktion der Reaktionszeiten

Reaktion im Ofen

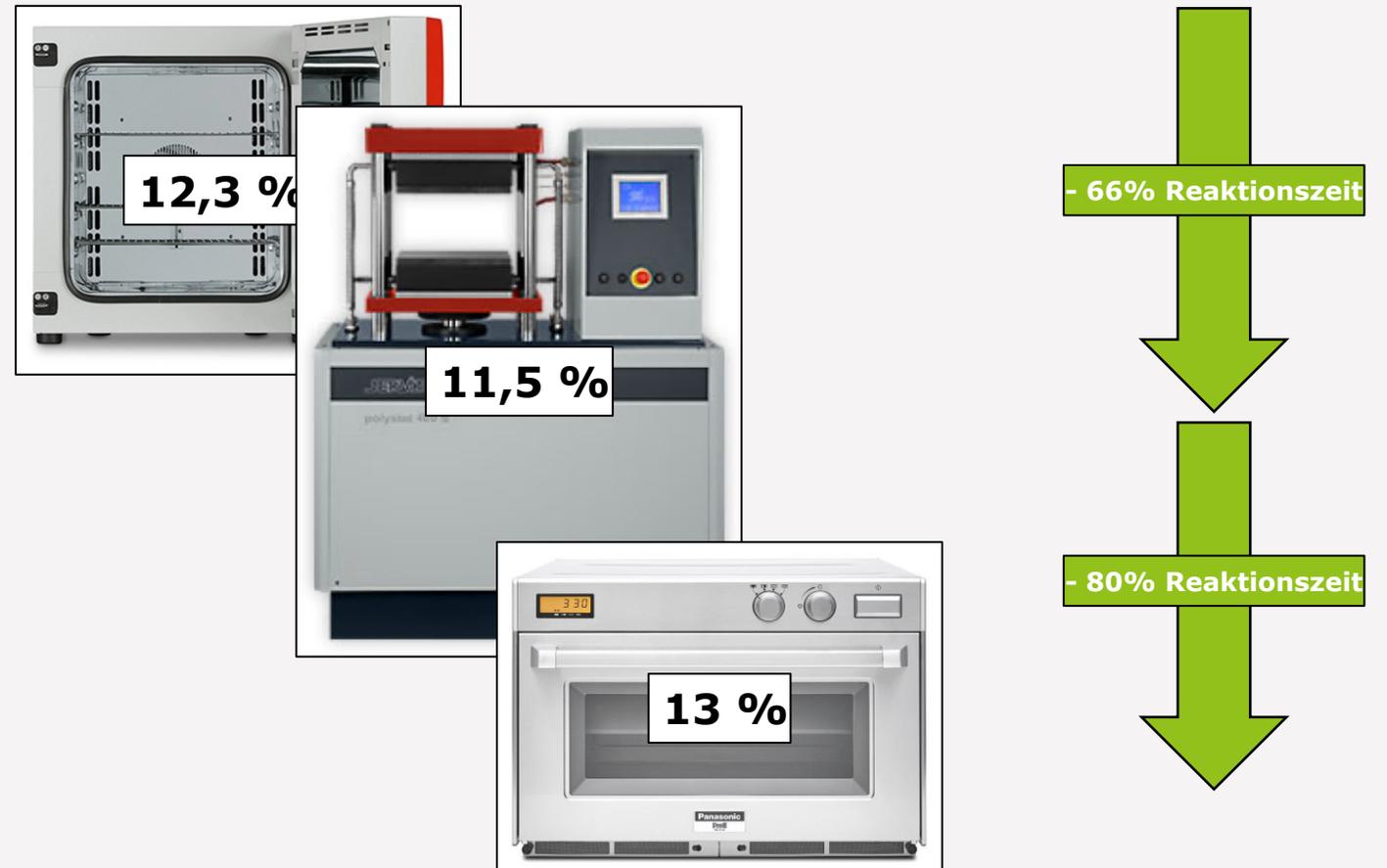
- Präpolymerisation 1 Stunden
- Polymerisation 15 Stunden
- Nachkondensieren 0,5 Stunde

Reaktion in der Presse

- Präpolymerisation 0,5 Stunden
- Polymerisation 4 Stunden
- Nachkondensieren 1 Stunde

Reaktion in der Mikrowelle

- Polymerisation 40 Minuten
- Nachkondensieren 30 Minuten



Sorptionsisotherme

Herstellung von unterschiedlich behandelten Fasermaterialien

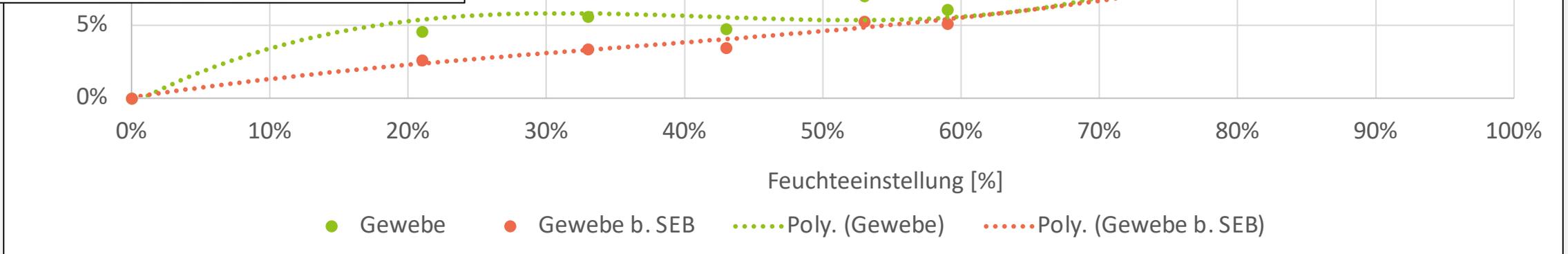
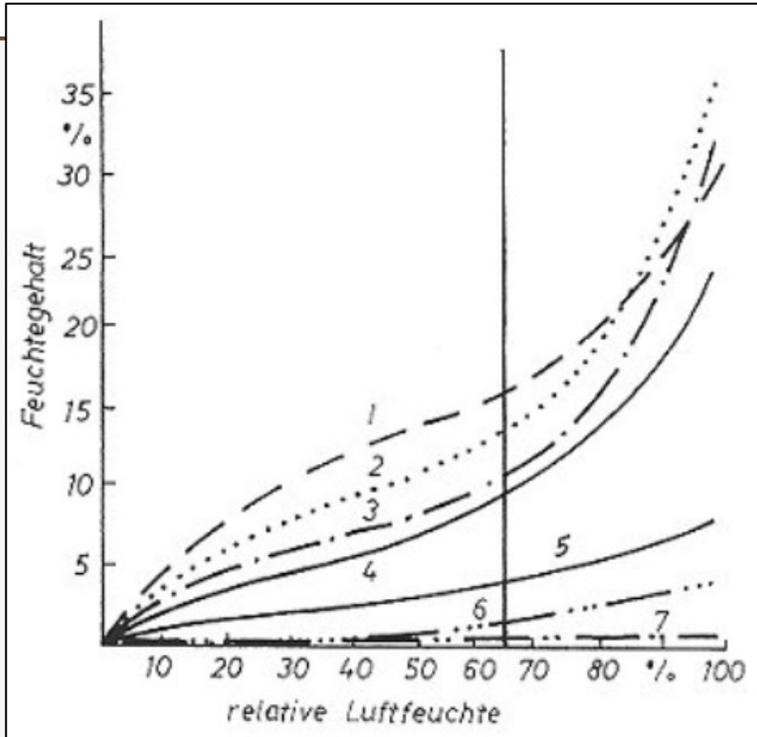
- Unbehandeltes Garn und Gewebe
- Behandlung mit Sebacinsäure-Mischung

Analyse der Feuchtaufnahme

- Einsatz von Exsikkatoren mit variierenden Umgebungsfeuchten
- Eingestellte Umgebungsfeuchte: 21%, 33%, 43%, 53%, 59%, 75%, 79%, 90%

→ **Trendlinie als Polynom 3. Grades**

Analyse der Feuchtaufnahme



Zusammenfassung

Durchführung und Optimierung der Kavitätenpolymerisation

- Machbarkeitsstudie, Reaktionszeiten und -temperaturen, Zusammensetzung der Monomermischung

Identifikation der optimalen Reaktionsführung und -mischung

- Modifikation des Gewebes
- Lange Reaktionszeiten bei relativ hohen Temperaturen

Reduktion der Reaktionszeiten auf unter 90 Minuten

- Mikrowellensynthese als vielversprechende Methode

Analyse der Feuchtaufnahme bei unterschiedlichen Umgebungsfeuchten

- Erstellung von Sorptionsisothermen zur Analyse

Weitere Arbeiten

Übertragung der Mikrowellensynthese in eine Labormikrowelle

- Vielversprechendste Methode in Bezug auf Reaktionszeiten und Temperaturbelastungen
- Einfluss von Frequenz und Intensität

Entwicklung eines wasserbasierten Verfahrens zur Kavitätenpolymerisation

- Bisher: Sebacinsäure als schwerlösliche Komponente
- Änderung der Monomierzusammensetzung
 - Verwendung von bifunktionellen Säuren mit geringerer Kettenlänge

