

# Methoden zur qualitativen und quantitativen Analyse der Mikrostruktur von Naturfaserwerkstoffen

Dissertation  
zur Erlangung des Doktorgrades  
des Departments Biologie  
der Fakultät für Mathematik,  
Informatik und Naturwissenschaften  
der Universität Hamburg

vorgelegt von  
**Thomas Walther**  
aus Norderstedt

Hamburg  
2006

Genehmigt vom Department Biologie  
der Fakultät für Mathematik, Informatik und Naturwissenschaften  
an der Universität Hamburg  
auf Antrag von Herrn Professor Dr. J. RESSEL  
Weiterer Gutachter der Dissertation:  
Herr Dr. habil. M. DUNKY  
Tag der Disputation: 09. Oktober 2006

Hamburg, den 25. September 2006



A handwritten signature in black ink, consisting of a large initial 'R' followed by a cursive name.

Professor Dr. Reinhard Lieberei  
Leiter des Departments Biologie

## Kurzfassung

Die Bedeutung von Materialien aus nachwachsenden Rohstoffen hat in den letzten Jahren erheblich zugenommen. Moderne, leistungsfähige Werkstoffe müssen nicht mehr ausschließlich aus synthetischen Materialien hergestellt werden. Fasern aus Holz und anderen pflanzlichen Nicht-Holz-Naturfasern bieten genügend Potential, um diese Anforderungen zu erfüllen. Für eine umfassende Beurteilung der Zusammenhänge zwischen den Eigenschaften und der Struktur der Fasern in diesen Werkstoffen ist eine Charakterisierung der Mikrostruktur unerlässlich.

Eine Optimierung der Eigenschaften kann nur durch das Verständnis der Struktur der Fasern und der daraus hergestellten Faserwerkstoffe gewährleistet werden. Wichtig ist hierbei insbesondere die Möglichkeit, sowohl qualitative als auch quantitative Untersuchungen durchführen zu können.

Im Rahmen dieser Arbeit werden elektronenmikroskopische und mikrotomographische Methoden zur Untersuchung der Struktur von so genannten Naturfaserwerkstoffen vorgestellt und miteinander verglichen.

Verfahren der Rasurelektronenmikroskopie (REM), Transmissionselektronenmikroskopie (TEM), Umweltrasterelektronenmikroskopie (ESEM) und der Mikrotomographie ( $\mu$ CT) wurden für die Beurteilung von Naturfaserwerkstoffproben eingesetzt. Einen Schwerpunkt der Untersuchungen bildete die Mikrotomographie von mitteldichten Faserplatten (MDF), die als Grundlage für eine eingehende dreidimensionale Bildanalyse genutzt wurde.

Im Zusammenhang mit der Untersuchung der Faserstruktur wurde versucht, die Klebharzverteilung auf den Fasern mit Hilfe der vorgestellten Methoden qualitativ und quantitativ auszuwerten. Ergänzt werden die Arbeiten durch die Prüfung der mechanischen Eigenschaften der Faserplatten und einer Simulation der Permeabilität und der Wärmeleitfähigkeit an den gewonnenen Tomographiedaten.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einführung</b>	<b>10</b>
1.1	Hintergrund . . . . .	10
1.2	Zielsetzung . . . . .	11
<b>2</b>	<b>Naturfasern</b>	<b>13</b>
2.1	Begriffe und Hintergründe . . . . .	13
2.2	Holz . . . . .	21
2.3	Nicht-Holz-Naturfasern . . . . .	22
2.3.1	Hanf . . . . .	22
2.3.2	Kenaf . . . . .	24
2.3.3	Sisal . . . . .	27
<b>3</b>	<b>Kenntnisstand zur Mikrostrukturanalyse von Naturfaserwerkstoffen</b>	<b>30</b>
3.1	Mikroskopische Untersuchungen . . . . .	30
3.1.1	Span- und faserbasierte Werkstoffe . . . . .	31
3.1.2	Papier . . . . .	35
3.2	Tomographische Untersuchungen . . . . .	36
3.2.1	Span- und faserbasierte Werkstoffe . . . . .	37
3.2.2	Papier . . . . .	39
3.3	Faserwerkstoffmodelle . . . . .	41
<b>4</b>	<b>Material</b>	<b>44</b>
4.1	Einzelfasern und Faserbündel . . . . .	44
4.1.1	Holzfasern . . . . .	44
4.1.2	Hanf . . . . .	46
4.1.3	Kenaf . . . . .	47
4.1.4	Sisal . . . . .	48
4.2	Mitteldichte Faserplatten (MDF) . . . . .	49
4.2.1	Laborplatten . . . . .	49
4.2.1.1	Herstellungsverfahren . . . . .	49
4.2.1.2	Klebharzmarkierung . . . . .	51
4.2.2	Industrieplatten . . . . .	55

## Inhaltsverzeichnis

---

4.3	Faserplatten aus Holzfasern und Nicht-Holz-Naturfasern . . . . .	56
4.3.1	MDF mit Nicht-Holz-Naturfaserbeimischung . . . . .	56
4.3.2	Unorientierte Sisal-Faserplatte . . . . .	57
4.3.3	Orientierte Kenaf-Faserplatten . . . . .	57
<b>5</b>	<b>Methoden</b>	<b>60</b>
5.1	Mikroskopische Untersuchungen . . . . .	61
5.1.1	Rasterelektronenmikroskopie REM . . . . .	61
5.1.2	Umweltrasterelektronenmikroskopie ESEM mit EDX . . . . .	62
5.1.3	Transmissionselektronenmikroskopie TEM . . . . .	63
5.2	Mikrotomographie . . . . .	65
5.2.1	Messeinrichtung am BW2 des HASLYAB . . . . .	65
5.2.2	Probenvorbereitung . . . . .	67
5.2.3	Datenaufnahme . . . . .	70
5.2.4	Datenaufbereitung . . . . .	72
5.2.5	Datenauswertung . . . . .	77
5.3	Mechanische und physikalische Untersuchungen . . . . .	79
5.3.1	Werkstoffprüfung . . . . .	79
5.3.1.1	Rohdichteprofil . . . . .	79
5.3.1.2	Querzugfestigkeit . . . . .	81
5.3.1.3	Biegung . . . . .	81
5.3.1.4	Quellung . . . . .	81
5.4	Strömungssimulationen an Faserstrukturen . . . . .	82
5.4.1	Permeabilität . . . . .	83
5.4.2	Wärmeleitfähigkeit . . . . .	85
<b>6</b>	<b>Ergebnisse und Diskussion</b>	<b>87</b>
6.1	Strukturbeschreibung 2D . . . . .	87
6.1.1	Fasermaterial . . . . .	87
6.1.1.1	Holzfasern . . . . .	88
6.1.1.2	Hanf . . . . .	92
6.1.1.3	Kenaf . . . . .	96
6.1.1.4	Sisal . . . . .	99
6.1.2	2D-Darstellung von Faserplatten-Querschnitten . . . . .	102
6.1.2.1	MDF . . . . .	102
6.1.2.2	MDF mit Nicht-Holz-Naturfaserbeimischung . . . . .	104
6.1.2.3	Unorientierte Sisal-Faserplatte . . . . .	108
6.1.2.4	Orientierte Kenaf-Faserplatte . . . . .	109
6.1.3	2D-Darstellung von Faserplatten-Oberflächen . . . . .	109
6.1.3.1	MDF . . . . .	109
6.1.3.2	MDF mit Nicht-Holz-Naturfasern und Nicht-Holz-Naturfaserplatten . . . . .	111

## Inhaltsverzeichnis

---

6.1.4	Besonderheiten bei der unorientierten Sisal-Faserplatte . . .	113
6.2	Strukturparameter 3D mit Schwerpunkt auf MDF . . . . .	116
6.2.1	Perspektivische Darstellung . . . . .	117
6.2.2	Auswahl der Subvolumina-Bereiche . . . . .	125
6.2.3	Volumenanteile bei unterschiedlichen Rohdichten . . . . .	134
6.2.4	Äußere und innere Faseroberfläche . . . . .	140
6.2.5	Anzahl Fasern und Faserbündel . . . . .	143
6.2.6	Faser-Faser-Kontakte . . . . .	147
6.2.7	Faserorientierung . . . . .	151
6.3	Klebharzidentifizierung . . . . .	155
6.3.1	Klebharzverteilung auf der Faseroberfläche . . . . .	155
6.3.1.1	MDF Fasern . . . . .	155
6.3.1.2	Nicht-Holz-Naturfasern . . . . .	158
6.3.2	Klebharzverbindungen zwischen den Fasern . . . . .	160
6.3.2.1	MDF . . . . .	160
6.3.2.2	Faserplatten aus Nicht-Holz-Naturfasern . . . . .	162
6.3.3	Klebharzverteilung in den markierten MDF-Proben . . . . .	164
6.3.3.1	Bariumverteilung . . . . .	164
6.3.3.2	Iodverteilung . . . . .	172
6.4	Mechanische und physikalische Untersuchungen . . . . .	180
6.4.1	Rohdichteprofilmessung . . . . .	180
6.4.1.1	Gammastrahlen-Messungen . . . . .	180
6.4.1.2	Vergleich mit Synchrotronstrahl-Messungen . . . . .	183
6.4.2	Querzugfestigkeit . . . . .	186
6.4.2.1	Ergebnisse . . . . .	186
6.4.2.2	Versagensmuster . . . . .	186
6.4.3	Biegung . . . . .	192
6.4.3.1	Ergebnisse . . . . .	192
6.4.3.2	Versagensmuster . . . . .	193
6.4.4	Quellung . . . . .	198
6.4.4.1	Ergebnisse . . . . .	198
6.5	Strömungssimulationen an Faserstrukturen . . . . .	200
6.5.1	Permeabilität . . . . .	200
6.5.2	Wärmeleitfähigkeit . . . . .	201
<b>7</b>	<b>Schlussfolgerungen</b>	<b>203</b>
7.1	Wissenschaftliche Implikationen . . . . .	203
7.2	Technologische Implikationen . . . . .	207
<b>8</b>	<b>Ausblick</b>	<b>211</b>
	<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>213</b>

## *Inhaltsverzeichnis*

---

<b>Tabellenverzeichnis</b>	<b>216</b>
<b>Normenverzeichnis</b>	<b>218</b>
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>219</b>

## Abkürzungen und Begriffe

BaSO <sub>4</sub>	Bariumsulfat
Binärdaten	enthalten nur die Werte 0 und 1
Bit	kleinste Speichereinheit, kann nur den Wert 0 oder 1 annehmen
CCD	Charge-Coupled Device, ladungsgekoppeltes Bauteil
CT	Computertomographie
DESY	Deutsches Elektronen-Synchrotron
DS	Deckschicht
ESEM	Environmental Scanning Electron Microscope, Umwelt-rasterelektronenmikroskop
Feldröste	Mikrobieller Abbau von geernteten Faserpflanzen durch Pilze und Bakterien zur Erleichterung der mechanischen Trennung der Bastfasern
Float	Gleitkommaszahl
HASYLAB	Hamburger Synchrotronstrahlungslabor
HDF	Hochdichte Faserplatte
Integer	Ganzzahl
Iopromid	Triiodbenzoesäure-Derivat für Röntgenkontrastmittel
IPATES	Integrated Pressing and Testing System, Miniaturheißpresse
KMnO <sub>4</sub>	Kaliumpermanganat
Kenaf 90°	fünfschichtige Labor-Kenaf-Faserplatte mit 0°-90°-0°-90°-0° Orientierung
LM	Lichtmikroskop
μCT	Mikrocomputertomographie, Mikrotomographie
MDF	Mitteldichte Faserplatte
MDF-H	Labor-MDF mit 50 % Hanf-Beimischung
MDF-S	Labor-MDF mit 50 % Sisal-Beimischung
MDF 300 - 1000	MDF mit Rohdichten 300 kg/m <sup>3</sup> , 500 kg/m <sup>3</sup> , 800 kg/m <sup>3</sup> , 1.000 kg/m <sup>3</sup>
ML	gemeinsame Mittellamelle bestehend aus Primärwand-Mittellamelle-Primärwand
MS	Mittelschicht
MUF-Harz	Melamin-Harnstoff-Formaldehydharz
OSB	Oriented Strand Board, Grobspanplatte
PF-Harz	Phenol-Formaldehydharz
Pixel	Bildpunkt oder Bildelement
PMDI	Polymeres Diphenylmethandiisocyanat Klebharz
P	Primärwand

## *Abkürzungen und Begriffe*

---

REM	Rasterelektronenmikroskop
REM-EDX	Rasterlektronenmikroskop mit Zusatzausrüstung für die Energiedispersive Röntgenanalyse
S1	Sekundärwand 1
S2	Sekundärwand 2
Segmentierung	Erstellung von Regionen durch Zusammenfassung benachbarter Voxel nach einem bestimmten Kriterium
SEM	Scanning Electron Microscope, Rasterelektronenmikroskop
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
TF-Harz	Tannin-Formaldehydharz
TIFF	Tagged Image File Format, Dateiformat für Bilddaten
UF-Harz	Harnstoff-Formaldehydharz
VIGRA	Vision with Generic Algorithms, Bildanalyse-Datenbank
VK	Variationskoeffizient (relative Standardabweichung)
Voxel	Volumetric Pixel, dreidimensionales Äquivalent eines Pixels
VS	Labor-Sisalfaserplatte aus 100 % Sisal
Wiggler	lineare Folge von Permanentmagneten zur Verstärkung von Synchrotronstrahlung
ZS1	Zwischenschicht 1
ZS2	Zwischenschicht 2

# 1 Einführung

## 1.1 Hintergrund

Über die Mikrostruktur von Holz- und Nicht-Holz-Naturfaserwerkstoffen finden sich in der Literatur der vergangenen 30 Jahre nur wenige Publikationen. Die Kenntnis über die Struktur dieser Werkstoffe beschränkt sich zumeist auf die Interpretation zweidimensionaler lichtmikroskopischer Schnitte oder rasterelektronenmikroskopischer Aufnahmen. Von besonderem Interesse war hierbei schwerpunktmäßig die Verteilung des verwendeten Klebharzes, um eine Korrelation zwischen der beobachteten Struktur und den mechanischen Festigkeiten herstellen zu können.

Unberücksichtigt blieb dabei, dass es sich immer nur um die Betrachtung von Schnitten und Oberflächen handelte. Die zwangsläufige Entstehung von Artefakten bei der Propenpräparation blieb vielfach unerwähnt bzw. es fehlten Vergleichsmöglichkeiten mit unpräparierten Probenbereichen.

Mit dem Einsatz der Mikrotomographie ( $\mu$ CT) in der Holzforschung Ende der 1990er Jahre eröffneten sich neue Methoden zur Strukturuntersuchung von Naturfaserwerkstoffen, da nun eine unzerstörte Probe dreidimensional abgebildet werden konnte. Allerdings gingen mit den neuen Methoden auch neue Anforderungen an die Auswertung der gewonnenen Daten einher. Eine überschaubare Anzahl an Publikationen zeigt eindrucksvoll, welche Möglichkeiten die Mikrotomographie zur Darstellung von Faserstrukturen bieten kann.

Die gewonnenen Informationen aus den Aufnahmen wurden in allen bisher beschriebenen Arbeiten jedoch nur bis zu einem bestimmten Punkt qualitativ und quantitativ ausgewertet. Es scheint bis heute besonders im Bereich der Auswertung von Tomographieaufnahmen vielfach an Möglichkeiten und Kapazitäten zu mangeln, diese Daten erfolgreich aufzuarbeiten. Zu beobachten ist in diesem Zusammenhang auch, dass verschiedene Methoden der Bildanalyse zum Einsatz kommen, die auf Standardverfahren basieren. Viele dieser Verfahren wurden für die Beantwortung medizinischer Fragestellungen entwickelt und lassen sich nicht ohne weiteres auf Naturfaserwerkstoffe übertragen.

Trotz dieser Defizite wurde mit der Entwicklung von einfachen Fasernetzwerk-Modellen begonnen, die aber u. a. das Vorkommen verschiedener Fasergeometrien sowie die Existenz von Einzelfasern und Faserbündeln unberücksichtigt ließen

und damit nur teilweise die tatsächlichen Strukturverhältnisse reflektierten. Ein Großteil der Informationen für diese Modelle basierte auf der Betrachtung zweidimensionaler Aufnahmen.

Unter diesem Hintergrund erscheint es notwendig, die Lücke zwischen der reinen Strukturbetrachtung und der Entwicklung von Modellen zu schließen. Erst eine umfassende und genaue Strukturcharakterisierung ermöglicht die Nachbildung von komplexen Faserstrukturen mit dem Ziel, ein realitätsnahes und funktionelles Modell zu etablieren. Hierzu gehört der Vergleich der bislang verwendeten Methoden zur Strukturbetrachtung, sowie die Auswertung von dreidimensionalen Daten.

Eine interdisziplinäre Herangehensweise unter Berücksichtigung der Potenziale und Grenzen der Mikroskopie und der Mikrotomographie verbunden mit einer Anpassung der Bildanalyse an die zu untersuchenden Strukturen erschien aussichtsreich, um eine grundlegende Methodik im Bereich der Holzwerkstoffwissenschaften zu etablieren.

Diese Arbeit soll aussichtsreiche Möglichkeiten der Auswertung aufzeigen und die Methodik verdeutlichen.

### 1.2 Zielsetzung

Das Ziel dieser Arbeit war die Herstellung eines qualitativen Zusammenhanges zwischen der Struktur und den Eigenschaften von Faserplatten aus Holzfasern und anderen Nicht-Holz-Naturfasern, um Grundlagen für die Entwicklung leistungsfähiger Simulationsmodelle für die Modellierung von komplexen Netzwerken aus Naturfasern zu schaffen. Eine Erfassung der mechanischen Eigenschaften der Rohmaterialien sowie der hergestellten Faserplatten war daher unumgänglich, um die Wechselwirkung zwischen Mikrostruktur und Eigenschaftsentstehung interpretieren zu können.

Für das systematische Vorgehen wurden die folgenden Arbeitsziele definiert:

- Charakterisierung von Naturfasern mit Hilfe von abbildenden Verfahren und mechanischen Prüfungen als Grundlage für die Untersuchung von Faserwerkstoffen
- Charakterisierung von Naturfaserwerkstoffen unterschiedlicher Dichte und Struktur mit abbildenden Verfahren und mechanisch-physikalischen Untersuchungen
- Entwicklung einer Methodik zur Auswertung von 3D-Datensätzen von Faserwerkstoffen als Ergänzung zu etablierten Bildanalyseverfahren im 2D-Bereich

- Aufzeigen weiterführender Auswertungsansätze der erfassten Strukturdaten als Grundlage für die dreidimensionale Simulation von Materialeigenschaften

Für das Erreichen der jeweiligen Arbeitsziele musste ein interdisziplinärer Ansatz gewählt werden, da die gestellte Aufgabe mehrere Wissenschaftsgebiete tangiert. Gefordert waren Verfahren der Mikroskopie, der Elektronenmikroskopie und der Mikrotomographie sowie der Bildanalyse von dreidimensionalen Strukturen. Des Weiteren war Fachwissen zur Verfahrenstechnik der Herstellung von Faserplatten und über die biologischen Strukturen des Fasermaterials notwendig.

Die Fragestellungen wurden im Rahmen des Projektes „Mechanische und feinstrukturelle Untersuchungen an Holz- und anderen Naturfaserwerkstoffen“ der Arthur und Aenne Feindt-Stiftung in Hamburg bearbeitet. Dabei wurde mit den folgenden externen Institutionen und Einrichtungen zusammengearbeitet:

- Projekt „Microstructure of Natural Fiber Composites“ mit dem GKSS-Forschungszentrum Geesthacht am Hamburger Synchrotronstrahlungslabor (HASYLAB) aus dem Bereich des Deutschen Elektronen-Synchrotrons (DESY) in Hamburg
- Projekt „Bildanalyse von 3D-Strukturen von MDF“ mit der Arbeitsgruppe Kognitive Systeme des Departments Informatik der Universität Hamburg
- Projekt „Berechnung der Permeabilität und der Wärmeleitfähigkeit von Faserplatten anhand von 3D-Tomographiedaten“ mit dem Fraunhofer Institut für Techno- und Wirtschaftsmathematik in Kaiserslautern
- Projekt „Entwicklung und Herstellung von orientierten Kenaf-Faserplatten“ im Rahmen eines sechsmonatigen Forschungsstipendiums der Japanese Society for the Promotion of Science (JSPS) an der Universität Kyoto in Japan
- Mikroskopische Untersuchungen am Max-Planck-Institut für Kolloid- und Grenzflächenforschung, Abteilung Biomaterialien, in Golm bei Potsdam
- Fasermaterialeigenschaftsbestimmung am Faserinstitut Bremen e.V.

## 2 Naturfasern

Untersuchungen der Mikrostruktur gehören in allen naturwissenschaftlichen und technischen Disziplinen zu den etablierten Methoden, um Strukturen zu charakterisieren und um Materialeigenschaften zu bestimmen. Verfahren zur Untersuchung der Mikrostruktur lassen sich in verschiedene Bereiche einteilen, die sowohl apparativ als auch methodisch unterschiedliche Ansätze verfolgen. Geometrisch betrachtet handelt es sich bei Mikrostrukturen um den Größenbereich von 1  $\mu\text{m}$  bis 1.000  $\mu\text{m}$ , also dem Bereich zwischen einem Tausendstel Millimeter und einem Millimeter.

Bezogen auf den Bereich organischer Materialien mit dem Schwerpunkt auf Holz und Faserpflanzen lassen sich in Anlehnung an die Beschreibung der Holzstruktur nach Niemz (1993) die Schwerpunkte dieser Arbeit zur Mikrostruktur anhand der Abbildung 2.1 zur Einteilung der Strukturmerkmale eingrenzen. Merkmale, die bei der Untersuchung von Werkstoffen zum Tragen kommen, sind kursiv dargestellt. Einige Strukturmerkmale lassen sich nicht vollständig der Mikro- oder Nanostruktur zuordnen, da es sich um Phänomene im Grenzbereich zwischen beiden Ebenen handelt. Die charakteristischen Merkmale der Mikrostruktur, die der darüberliegenden Makrostruktur sowie der darunterliegenden Nanostruktur zuzuweisen sind, bilden daher den Rahmen der hier aufgeführten Arbeiten.

### 2.1 Begriffe und Hintergründe

Für ein klares Verständnis der in dieser Arbeit verwendeten Begriffe ist es notwendig, diese kurz zu definieren, um eine Abgrenzung zwischen den Bereichen herstellen zu können.

Der im Folgenden verwendete Begriff **Naturfasern** umfasst sowohl **Holzfasern** als auch **Nicht-Holz-Naturfasern**. Unter der Bezeichnung Holzfasern werden alle Zelltypen (Tracheide, Gefäß, Parenchymzelle, Librifaser etc.) von Laub- und Nadelbäumen sowohl als Einzelfaser wie auch als Faserbündel zusammengefasst. Die Bezeichnung Nicht-Holz-Naturfasern umfasst alle pflanzlichen Fasern von Ein- und mehrjährigen Pflanzen (Hanf, Flachs, Sisal etc.), die als Einzelfaser oder Faserbündel vorkommen.

Der Begriff **Naturfaserwerkstoffe** fasst sowohl die **Holzwerkstoffe** (MDF, Spanplatte, OSB) als auch die **Nicht-Holz-Naturfaserwerkstoffe** zusammen. Unter den

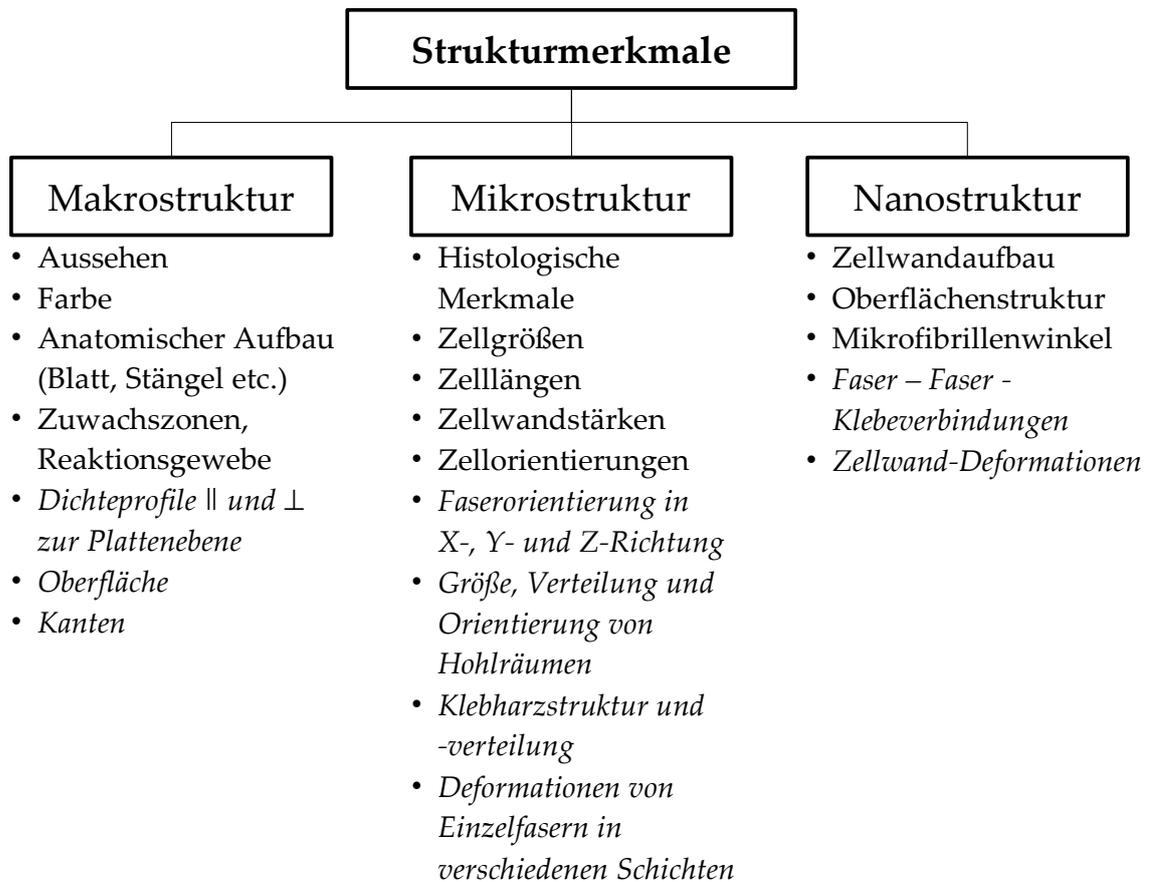


Abb. 2.1: Ausgewählte Strukturmerkmale von Holz, Faserpflanzen und Faserwerkstoffen (kursiv) auf verschiedenen Ebenen.

Begriff Nicht-Holz-Naturfaserwerkstoffe fallen sämtliche Werkstoffe, die unter Beteiligung von Nicht-Holz-Naturfasern hergestellt werden. In diesem Zusammenhang sei auch auf die ausführliche Gegenüberstellung und den Vergleich zwischen den Eigenschaften von Nicht-Holz-Naturfaserwerkstoffen und Holzwerkstoffen bei Dunky (2004) verwiesen.

Die derzeit noch häufig verwendete Trennung zwischen Holzwerkstoffen und Nicht-Holz-Naturfaserwerkstoffen erscheint nicht mehr zeitgemäß, da beispielsweise mit der Etablierung der neuen Produktgruppe der Wood Plastic Composites, die mit unterschiedlichen Anteilen an Holzfasern bzw. Holzmehl ebenfalls alle Merkmale von Nicht-Holz-Naturfaserwerkstoffen erfüllen, keine klare Abgrenzung mehr möglich ist.

Einen besonderen Schwerpunkt in diesem Themenfeld stellen die faserbasierten Holzwerkstoffe dar, deren wirtschaftlich größte Bedeutung inzwischen die Mittel-

dichten Faserplatten (MDF) erlangt haben. Innerhalb der letzten 30 Jahre ist ein deutlicher Anstieg der weltweiten Produktion zu verzeichnen und es kann mit einer weiter zunehmenden Ausweitung der Produktionskapazität gerechnet werden. Eine Übersicht über die ungefähren Produktionsmengen und die Relationen in 2004 (FAO, 2005) gibt die Tabelle 2.1. Die MDF Produktion in Deutschland entspricht derzeit einem Drittel der gesamteuropäischen Produktion. Im Gegensatz zu den im Trocken- bzw. Halbtrockenverfahren hergestellten MDF-Platten ist die Herstellung von porösen Faserplatten (Faserdämmplatten/Insulating board, SB) und harten Faserplatten (Hardboard, HB) im Nassverfahren aufgrund des erhöhten chemischen Sauerstoffbedarfs (CSB) für die Abwasseraufbereitung und den notwendigen strengen Umweltschutzauflagen in den Hintergrund getreten.

Tabelle 2.1: FAO Faserplattenproduktion 2004

<b>Produktion in Mio. m<sup>3</sup></b>	<b>Gesamt</b>	<b>Insulating board</b>	<b>MDF</b>	<b>Hardboard</b>
Weltweit	45,9	6,7	32,8	6,4
in Europa	15,9	1,4	11,8	2,8
in Deutschland	3,6	0	3,6	0

Historisch betrachtet gehören Holzwerkstoffe mit Fasercharakter zu den ersten plattenförmigen Holzwerkstoffen, die zu Beginn des 20. Jahrhunderts entwickelt wurden. Sie zeichnen sich gegenüber Vollholz und anderen Holzwerkstoffen durch einen sehr homogenen Aufbau aus. Sie sind in der Regel sehr gut mechanisch bearbeitbar und verfügen in Plattenebene über keine Vorzugsrichtung. Nachteilig wirkt sich jedoch eine erhöhte Sensibilität gegenüber Änderungen der Umgebungsfeuchte aus. Diese Reaktion auf Feuchteänderungen ist stark abhängig vom Herstellungsverfahren, der Menge und des Typs des eingesetzten Bindemittels und möglicher hydrophobierender Zuschlagstoffe wie z. B. Paraffin.

In der Regel werden Holzfaserverwerkstoffe nach der Art des Herstellungsverfahrens eingeteilt. Es dominiert hierbei die Herstellung von plattenförmigen Werkstoffen gegenüber Faserformteilen. Eine weitere Unterscheidung wird zusätzlich nach der mittleren Rohdichte des jeweiligen Plattentypes durchgeführt, die zwischen 150 kg/m<sup>3</sup> und über 1.000 kg/m<sup>3</sup> liegen kann. Eine Übersicht über die mögliche Einteilung von Holzwerkstoffen mit Fasercharakter gibt die Abbildung 2.2 nach Niemz (1993).

Zu den Faserplatten, die nach dem Trocken- bzw. Halbtrockenverfahren hergestellt werden, gehören die mitteldichten Faserplatten (MDF) und die hochdichten Faserplatten (HDF). Die Fasern werden chemisch durch die Zugabe von Bindemitteln vernetzt.

Die mechanische Verfilzung der Fasern, die bei der Herstellung von Faserplatten im Nassverfahren von entscheidender Bedeutung ist, spielt hierbei eine eher

## 2 Naturfasern

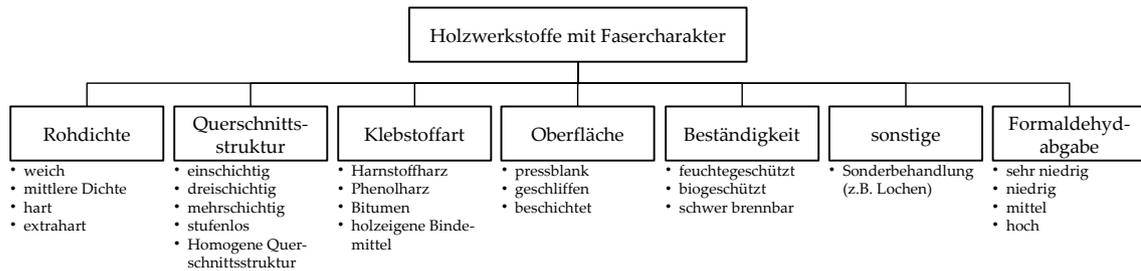


Abb. 2.2: Einteilung von Holzwerkstoffen mit Fasercharakter (Niemz, 1993)

untergeordnete Rolle. Bei der Herstellung im Nassverfahren werden die Fasern analog zur Herstellung von Papier in einem wässrigen Medium über einem Sieb entwässert, was zu einer Verschlingung der Fasern untereinander führt. Anschließend werden die entstandenen Faservliese auf Pressblechen mit Siebauflage verpresst. In der Regel werden keine Klebharze bzw. nur maximal 1 % Klebharz oder Hydrophobierungsmittel zugesetzt, so dass die chemische Bindung der Fasern untereinander weitgehend über Wasserstoffbrücken erfolgt.

Für die industrielle Produktion von MDF und HDF werden analog zur Spanplattenproduktion organische Klebharze eingesetzt. Die gebräuchlichsten Klebharze sind vor allem Harnstoff-Formaldehydharze (UF), Melaminverstärkte UF-Harze (mUF), Phenol-Formaldehydharze (PF) und Klebstoffe auf Isocyanat-Basis (PMDI). Der Einsatz des jeweiligen Klebharzes wird in erster Linie durch den Preis und die späteren Einsatzbedingungen der Faserplatte bestimmt. UF-Harze sind die meistverwendeten Klebharze zur Herstellung von MDF und HDF und machen mengenmäßig über 90 % der eingesetzten Klebstoffe aus. Für die Verwendung in Faserplatten wird als Rohstoff grundsätzlich Industrie-Restholz und Schwachholz aus Laub- und Nadelhölzern aus Durchforstungen eingesetzt. Den Großteil des Rohmaterials machen Sortimenten aus Nadelhölzern aus, wobei je nach Plattentyp sowohl entrindete Stämme als auch nicht entrindete Stämme verarbeitet werden können. Laubhölzer und Fasern aus Nicht-Holz-Naturfasern sowie Altholz können ebenfalls zum Einsatz kommen, jedoch ergeben sich hieraus andere Anforderungen an den Herstellprozess und die Aufbereitung des Fasermaterials. Eine kurze Übersicht hierzu liefern Deppe und Ernst (1996).

Die Eigenschaften der hergestellten Faserplatten sind maßgeblich abhängig von der mittleren Rohdichte und dem Rohdichteprofil senkrecht zur Plattenebene.

Zusätzliche Einflussgrößen sind die:

- Art und Aufbereitung des Faserrohstoffes, wie z. B.

- Nadelholz, vorzugsweise ohne Rindenanteil
- Laubholz
- Nicht-Holz-Naturfasern
- Faseraufschlussverfahren
- Fasergrößenverteilung
- Faserfeuchte
- Bindemitteltyp und Beleimungsgrad
- Verwendung von Hilfs- und Zuschlagstoffen, wie z. B.
  - Härter bzw. Beschleuniger
  - Formaldehydemissionreduzierende Substanzen
  - Hydrophobierende Substanzen
  - Fungizide
  - Flammschutzmittel
- Nachbehandlung der Platten (Temperung, Ölbehandlung etc.)

Die Vielzahl an Einflussfaktoren auf die Eigenschaften der Faserplatte lässt erahnen, wie vielfältig die Ansätze und Methoden zur Eigenschaftsuntersuchung sind. Eine Vielzahl von Veröffentlichungen mit den unterschiedlichsten Zielrichtungen zeigt, dass noch immer einige fundamentale Aspekte einer intensiveren Untersuchung bedürfen.

Die Vielfalt sowie eine systematische Einteilung der Naturfasern zeigt Abbildung 2.3. Die für diese Arbeit verwendeten Fasern sind hervorgehoben. Die Systematik der Einteilung der verschiedenen Fasern wurde von Schnegelsberg (1999) erarbeitet und von Müssig (2001) umgesetzt.

Die Darstellung lässt sich noch um einen Unterpunkt erweitern. Die derzeitige Systematik der Naturfasern schließt Holzfasern prinzipiell aus und vernachlässigt damit nicht nur die hohe wirtschaftliche Bedeutung dieser Fasern als Rohstoff, sondern auch die korrekte Einordnung unter dem Oberbegriff Naturfasern. Holzfasern lassen sich botanisch der Gruppe der Fasern aus Sprossachsen zuordnen. Dieses gilt sowohl für Holzfasern von Angiospermen wie auch von Gymnospermen, d. h. für Fasern von Laub- und Nadelbäumen.

Aufgrund der im Vergleich zu den Nicht-Holz-Naturfasern hohen Produktionsmengen und der traditionellen Zuordnung des Holzes zur Forstwirtschaft und der damit verbundenen Trennung zwischen Landwirtschaft und Forstwirtschaft, wurden die Holzfasern lange Zeit als eigenständige Gruppe betrachtet. Erst in den letzten Jahren rückt diese Trennung mehr und mehr in den Hintergrund.

Die wirtschaftliche Bedeutung der verschiedenen Nicht-Holz-Naturfasern wird aus Abbildung 2.4 ersichtlich. Im Vergleich zur Produktion von Holzfasern für die Zellstoff- und Papierherstellung mit einem weltweiten Aufkommen von ca. 340 Mio. t (plus Faserplatten) in 2004 (FAO, 2005) ist die Weltproduktion der anderen Nicht-Holz-Naturfasern um den Faktor 60 geringer. Dieses Zahlenverhältnis

## 2 Naturfasern

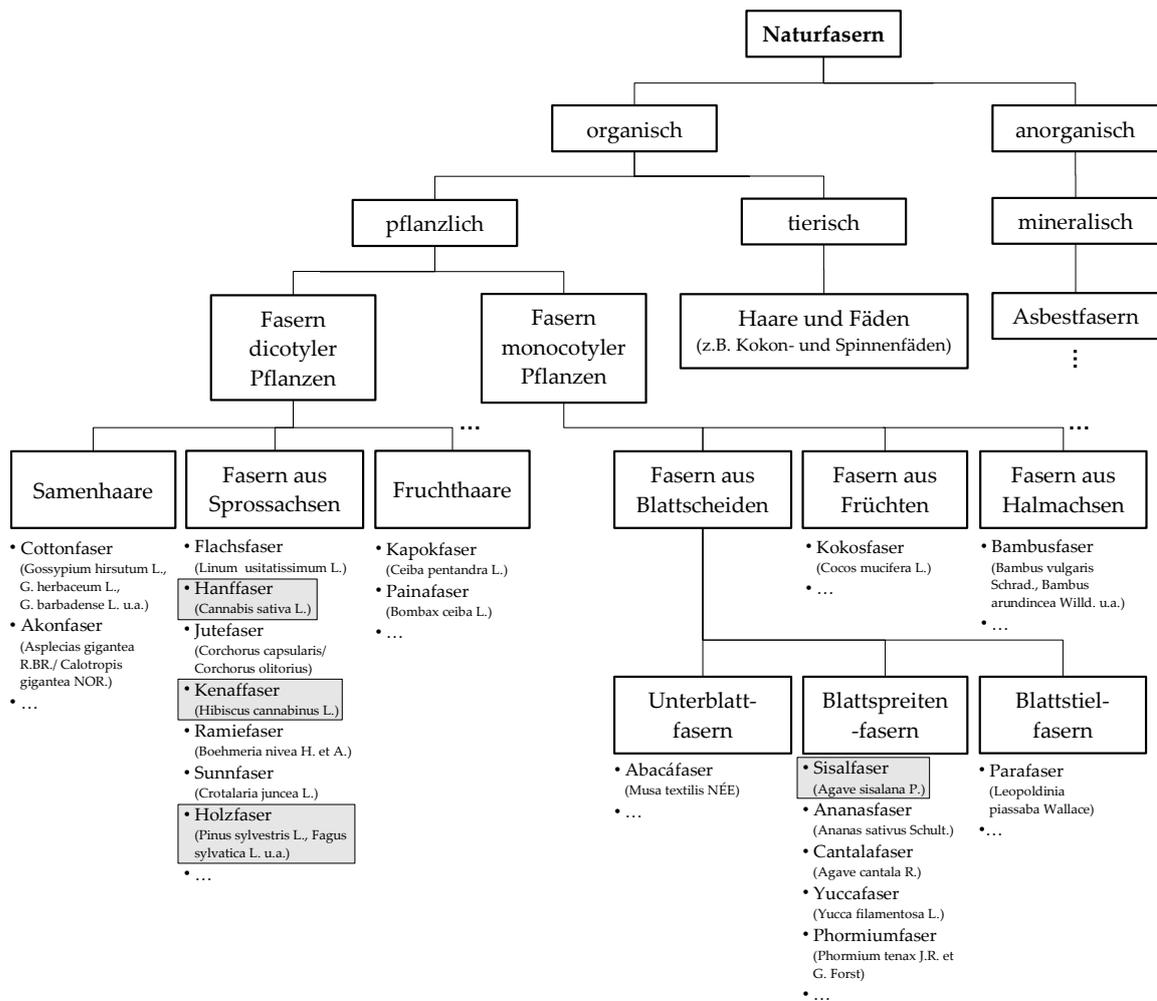


Abb. 2.3: Einteilung der Naturfasern nach Müssig (2001), erweitert um die Holzfasern. Die in dieser Arbeit verwendeten Fasern sind hervorgehoben.

## 2 Naturfasern

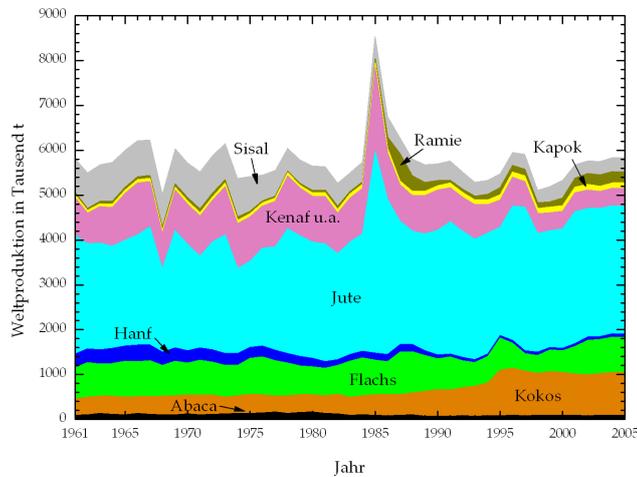


Abb. 2.4: Weltproduktion der wichtigsten Nicht-Holz-Naturfasern, basierend auf Daten der FAO (2005). Die Daten zu Hanf und Flachs schließen die Produktion von Tauwerk mit ein. Kenaf u. a. schließen Kenaf, Mesta, Rosselle, Kongojute und Paka mit ein.

darf aber nicht darüber hinweg täuschen, dass die Nicht-Holz-Naturfasern von erheblicher regionaler Bedeutung sind.

Bei den Nicht-Holz-Naturfasern stellen die Jute-, Flachs- und Kokosfasern den größten Anteil an der Gesamtproduktion. Bemerkenswert ist bei der Betrachtung der Produktionsdaten, dass im Jahr 1985 ein enormer Anstieg der Juteproduktion zu verzeichnen ist. Ursächlich hierfür ist das Hauptproduktionsland Bangladesh, welches aufgrund von schweren Überflutungen in 1984 hohe Ernteaufälle zu verzeichnen hatte. Aufgrund der Knappheit des Angebotes verdoppelte sich der Weltmarktpreis und die lokalen Farmer pflanzten mehr Jute an, was im darauf folgenden Jahr zu einer Steigerung der Produktion von über 50% führte und einen starken Preisverfall in Verbindung mit einer Verringerung der Anbauflächen zur Folge hatte.

Ein relativ geringes Aufkommen im Vergleich zu den Jute-, Flachs-, Kokos-, Kenaf- und Sisalfasern verzeichnen die Abaca-, Ramie-, Hanf- und Kapokfasern, die aufgrund der Anbaubedingungen nur in bestimmten Regionen angebaut werden können. Zusätzlich kommen noch regionale Unterschiede hinzu, die z. B. die hohe Bedeutung des Hanfanbaus in Europa unberücksichtigt lassen.

Die zu erwartende Variation der Eigenschaften, die für alle Naturfasern typisch ist, spiegelt sich auch in der Beschreibung der ausgewählten Fasern wider. Aufgrund unterschiedlicher Standorte, Ernteverfahren und Provenienzen sind die in der Literatur angegebenen Werte für die Faserdimensionen, die chemische Zusam-

mensetzung sowie die mechanischen Eigenschaften großen Schwankungsbreiten unterworfen. Es werden daher in der Beschreibung der im Folgenden verwendeten Fasern allgemeine Angaben über diese Eigenschaften dargestellt, die im Kapitel 4 mit den Daten der Faseruntersuchung durch das Faserinstitut Bremen e.V. bzw. durch eigene Untersuchungen ergänzt werden.

## 2.2 Holz

Als wichtigster Rohstoff für die Herstellung von Faserplatten sind mengenmäßig die Holzfasern dominierend. Je nach lokaler Verfügbarkeit werden Laubhölzer und Nadelhölzer eingesetzt, die sich in ihrem anatomischen Aufbau unterscheiden. Der Begriff Holzfaser wird hier für alle Arten von Zellen (Tracheiden, Parenchymzellen, Gefäße etc.) verwendet, die in Laub- und Nadelhölzern vorkommen. Eine umfassende Übersicht der Eigenschaften und der Eignung unterschiedlicher Holzarten zur Herstellung von MDF findet sich in Teil 3 „Einflussgrößen“ bei Dunky und Niemz (2002) sowie bei Deppe und Ernst (1996).

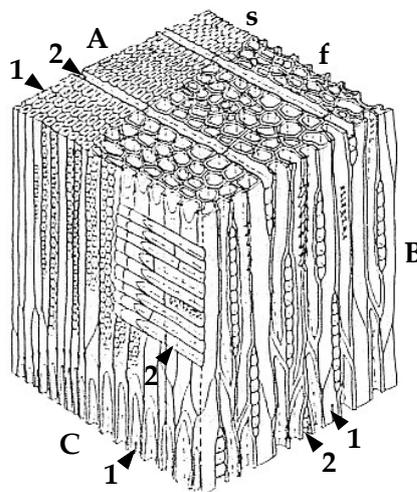


Abb. 2.5: Anatomischer Aufbau von Nadelholz nach Niemz (1993) mit (A) Querschnitt, (B) Tangentialschnitt, (C) Radialschnitt, (s) Spätholz mit dicken Zellwänden, (f) Frühholz mit dünnen Zellwänden, (1) Tracheiden und (2) Holzstrahlen.

In Abbildung 2.5 ist eine vereinfachte Darstellung des anatomischen Aufbaus von Nadelholz zu sehen, welches je nach Holzart zu über 90 % aus Tracheiden besteht. Im Querschnitt gut zu erkennen ist der Übergangsbereich vom Frühholz (f) zum Spätholz (s) mit einem deutlichen Wechsel der Zellwanddicke. Zusätzlich gut zu erkennen sind die radial verlaufenden Holzstrahlen, welche durch große Öffnungen (Tüpfel) mit den Längstracheiden verbunden sind. Im Fasermaterial lassen sich diese Charakteristika regelmäßig wiederfinden.

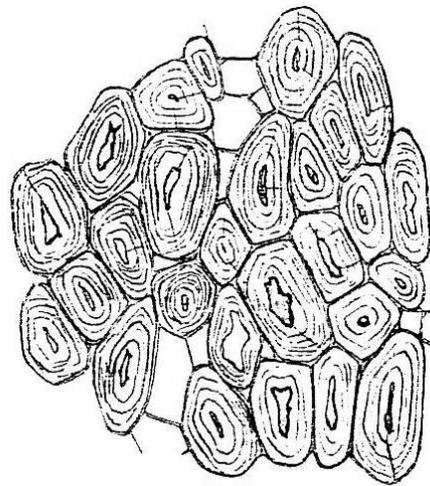
## 2.3 Nicht-Holz-Naturfasern

### 2.3.1 Hanf

Hanf (*Cannabis sativa* L.) gehört zur Familie der *Moraceae* und ist seit vielen Jahrhunderten eine geschätzte Faserpflanze. Die Herkunftsregion wird mit Mittelasien angegeben, inzwischen ist die Pflanze in Kultur weltweit zu finden. Wirtschaftliche Verwendung finden nahezu alle Teile der Pflanze, den größten Anteil hat jedoch die Fasergewinnung zur Herstellung von technischen Textilien, Seilen und Spezialpapieren. Die Rohfaserbündel sowie der Aufbau eines Faserbündels zeigt Abbildung 2.6.



(a) Hanffaserbündel



(b) Struktur Faserbündel

Abb. 2.6: Hanf - Anatomischer Aufbau (a) Geröstete Hanffaserbündel und (b) Hanffaserbündel im Querschnitt (260 $\times$ ) (Quelle (b): von Wiesner (1927)).

Die Fasergrößenverteilung in Tabelle 2.2 zeigt die zu erwartenden Größen der einzelnen Fasern eines Faserbündels. Aufgrund der oben erwähnten Variation der Messwerte wird an dieser Stelle nur auf die Größe der Einzelfaser eingegangen. Die Zellwanddicke der Einzelfaser wird in den wenigsten Arbeiten angegeben, zumal das Lumen der Einzelfaser teilweise kaum zu erkennen ist und eine Identifizierung der Zellwände erschwert.

Die chemische Zusammensetzung von Hanffasern ist in Tabelle 2.3 angegeben. Hierbei ist zu beachten, dass es sich um beispielhafte Angaben handelt, die mit Vorsicht betrachtet werden müssen. Aufgrund der unterschiedlichen Standorte und Subspecies von *Cannabis sativa* L. sind Abweichungen in der chemischen Zusammensetzung zu erwarten. Eine Vielzahl von Quellen in Franck (2005) mit unterschiedlichen Angaben verdeutlicht diese Problematik. Im Vergleich zu Holz-

fasern weist *Cannabis sativa L.* einen höheren Celluloseanteil und einen deutlich niedrigeren Ligninanteil auf.

Tabelle 2.2: Hanf - Einzelfasergrößenverteilung nach Franck (2005)

	<b>Mittelwert</b>	<b>Maximum</b>	<b>Minimum</b>
Länge (mm)	25	55	5
Durchmesser ( $\mu\text{m}$ )	25	41	13
Zellwanddicke ( $\mu\text{m}$ )	k.A.	k.A.	k.A.

Tabelle 2.3: Hanffaser - Chemische Zusammensetzung nach Franck (2005)

<b>Komponente</b>	<b>Gewichtsanteil in %</b>
Cellulose	60 - 72
Hemicellulosen	11 - 19
Pektin	0,2 - 2,0
Lignin	2,3 - 4,7
Wasserlösliche Bestandteile	2,1
Fette und Wachse	1,4
Asche	0,8

### 2.3.2 Kenaf

Kenaf (*Hibiscus cannabinus L.*) aus der Familie der *Malvaceae* gehört zu den einjährigen Faserpflanzen. Es handelt sich um eine von ca. 200 Species der Gattung *Hibiscus*, die im nördlichen Indien beheimatet ist. In Kultur wird Kenaf in tropischen und warmgemäßigten Zonen in Indien, China, Thailand, Südamerika, Mexiko und den USA angebaut. Wirtschaftliche Verwendung finden die Bastfasern der Rinde für die Herstellung von Tauwerk und zur Herstellung von Zellstoff und Papier. Der Holzanteil des Stängels wird überwiegend als Brennmaterial genutzt. Die Verteilung der Faserbündel und des Holzanteils im Gewebe wird aus Abbildung 2.7 deutlich. Die Faserbündel (F) sind ausschließlich im Bast konzentriert, wo hingegen der Holzanteil (H) des Stängels zu einem Großteil aus Parenchymgewebe besteht.

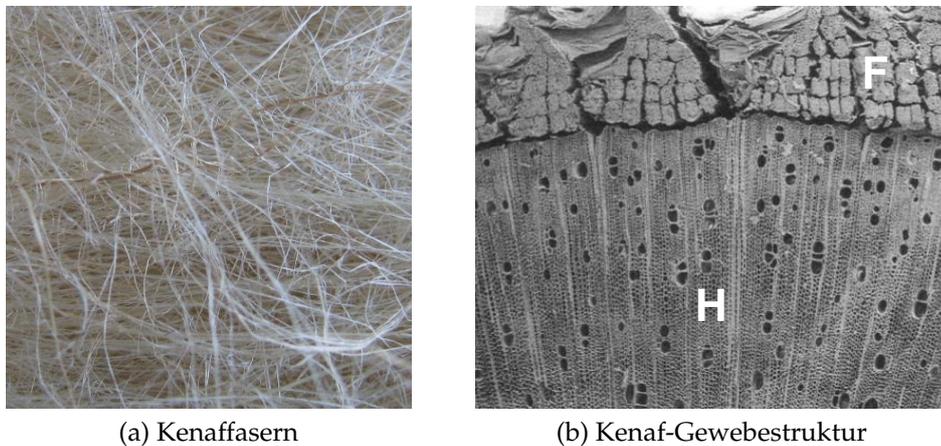


Abb. 2.7: Kenaf - Anatomischer Aufbau (a) Kenaffasern und (b) Kenaf-Gewebestruktur des Stängels - REM-Aufnahme (20×) mit Faserbündeln (F) und Holzanteil (H) (Quelle: Roger M. Rowell, Forest Products Laboratory and University of Wisconsin in Franck (2005)).

Details des Aufbaus der Bastfaserbündel zeigt Abbildung 2.8 von von Wiesner (1927), der von der Unregelmäßigkeit des Faserbündelaufbaus berichtet. Auffallend ist die unterschiedliche Größe des Lumens der einzelnen Fasern sowie eine teilweise sehr stark ausgebildete Mittellamelle inklusive Primärwand.

Interessante Alternativen zur bisherigen Verwendung als Rohmaterial für Seile und Taue sind die Verwendung für die Herstellung von Faserwerkstoffen und bindemittelfreien Spanplatten in China, Malaysia und Japan (Ohnishi et al., 2000, 2003; Kawai et al., 2002; Okuda und Sato, 2004; Xu et al., 2004, 2005).

In diesem Zusammenhang geben die Angaben zu den Faserbündelgrößen in Abhängigkeit von der Höhe im Stängel von Ververis et al. (2004) in Tabelle 2.4 Aufschluss über die Variation, die sich schon innerhalb einer Pflanze zeigt.

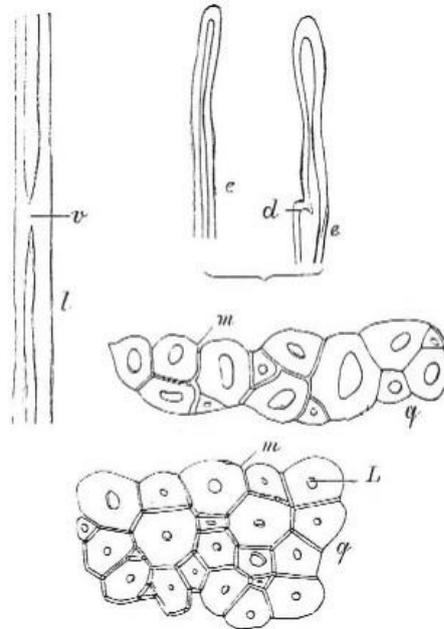


Abb. 2.8: Kenaf-Bastfasern (250 $\times$ ) (Quelle: von Wiesner (1927)) mit e = stumpfe Enden der Faser, d = Rudiment eines Seitenzweiges, l = Längsansicht eines bei v vollständig verdickten Bastfaserstückes, q = Querschnitte mit kleinem Lumen L sowie dicken Mittellamellen m.

Tabelle 2.4: Kenaf - Einzelfasergrößen nach Verweris et al. (2004)

<b>Stängelhöhe vom Boden</b>	<b>10 %</b>	<b>50 %</b>	<b>90 %</b>
Länge (mm)	2,30	2,33	2,37
Durchmesser ( $\mu\text{m}$ )	22,09	21,65	21,52
Lumendurchmesser ( $\mu\text{m}$ )	11,03	10,69	10,90
Zellwanddicke ( $\mu\text{m}$ )	4,53	4,37	4,32

Die chemische Zusammensetzung von *Hibiscus cannabinus L.* nach Ohnishi et al. (2003) ist in Tabelle 2.5 angegeben. Bei der Betrachtung der Angaben ist davon auszugehen, dass der Pektin-Anteil sowie der Anteil an wasserlöslichen Bestandteilen sowie Fetten und Wachsen deutlich unter 1 % liegt und den Hemicellulosen zugeschlagen wurde. Beachtenswert ist der geringe Lignin-Anteil von unter 3 %, der im Vergleich zu Holz und anderen Nicht-Holz-Naturfasern deutlich niedriger ist.

Tabelle 2.5: Kenaf - Chemische Zusammensetzung nach Ohnishi et al. (2003)

<b>Komponente</b>	<b>Gewichtsanteil in %</b>
Cellulose	69,2
Hemicellulosen	27,2
Pektin	k.A.
Lignin	2,8
Wasserlösliche Bestandteile	k.A.
Fette und Wachse	k.A.
Asche	0,8

### 2.3.3 Sisal

Sisal (*Agave sisalana* L.) gehört, obwohl vielfach zu den Einjahrespflanze gezählt, zu den mehrjährigen Faserpflanzen. Bei Sisal handelt es sich um eine von 250 bis 300 Species der Gattung *Agave* aus der Familie der *Agavaceae*, die in Mittelamerika beheimatet sind. In Kultur wird die Pflanze in Südamerika, Ostafrika, Madagaskar und Asien angebaut. Als wichtigste Produzenten gelten Brasilien, Kenia, Tansania, Madagaskar, Mexiko, China und Haiti. Bereits seit vielen Jahrhunderten werden die Blatffasern und der Saft dieser Pflanze wirtschaftlich genutzt. Die Pflanze stellt keine hohen Ansprüche an den Untergrund und toleriert Trockenheit und hohe Temperaturen. Die aus den Blattspreiten gewonnenen Sisalfasern werden überwiegend zu Seilen, Garnen, Geweben und Säcken verarbeitet. Des Weiteren werden die Fasern teilweise zur Papier- und Hartfaserplattenherstellung genutzt.

Einen Überblick über das Aussehen der verwendeten Rohfasern und das Erscheinungsbild der Sisalpflanze gibt die Abbildung 2.9.

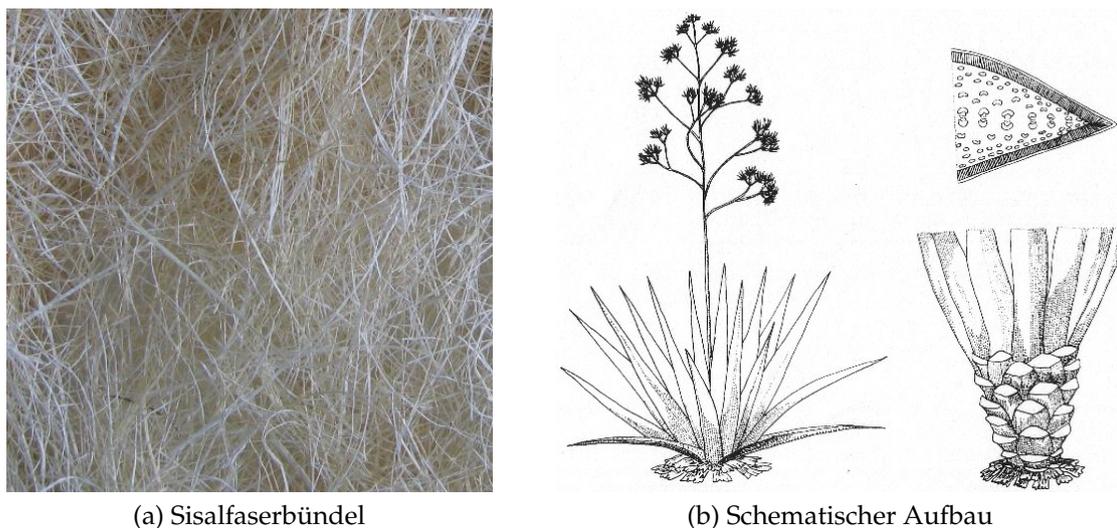


Abb. 2.9: Sisal - Anatomischer Aufbau (a) Sisalfasern und (b) Schematischer Aufbau (Quelle: Franke (1994)): Links: Pflanze mit Blütenschaft und Bulbillen an den Blütenstielen, Rechts oben: Querschnitt durch einen Teil des Blattes mit Verteilung der Faserbündel, Rechts unten: abgeernteter Stammteil.

Obwohl die Fasern der Pflanze bereits vielfach untersucht wurden, sind in der Literatur nur wenige Details zum Aufbau des Gewebes zu finden. Detaillierte Beschreibungen des Aufbaus der Sisal-Pflanze und der daraus gewonnenen Faserbündel zeigen von Wiesner (1927) und Franke (1994). Die Abbildung 2.10 verdeutlicht das Vorkommen der Faserbündel im Blatt und die Verteilung der verschiedenen Gewebetypen, die die Hauptbestandteile des Blattes bilden.

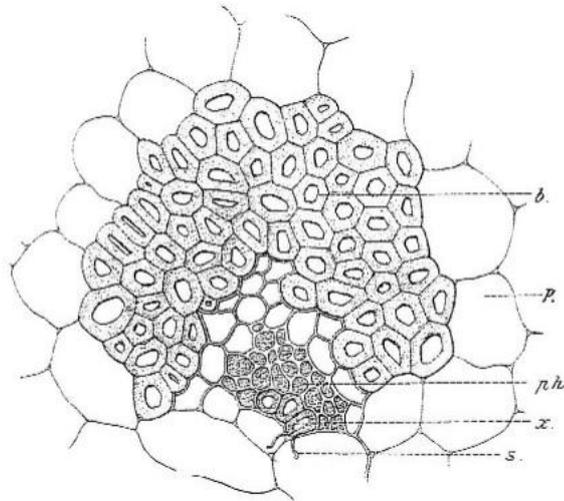


Abb. 2.10: Querschnitt durch ein kollaterales Gefäßbündel von *Agave sisalana* L. (400×) (Quelle: von Wiesner (1927)) mit b = Bastzellen (Fasern), P = Parenchymgewebe, ph = Siebteil des Phloems, x = Xylem mit Schraubengefäßen (s).

Martins et al. (2004) beschreibt die Struktur von brasilianischen Sisalfaserbündeln im REM vor und nach einer Acetylierung sowie einer NaOH-Behandlung zur Verwendung in Nicht-Holz-Naturfaserverbundwerkstoffen. Er identifiziert drei unterschiedliche Faserbündeltypen, die im Blatt von *Agave sisalana* L. vorkommen: Mechanische Faserbündel (Mechanical fibers), Band-Faserbündel (Ribbon fibers) und Xylem-Faserbündel (Xylem fibers). Die so genannten mechanischen Faserbündel, die qualitativ am hochwertigsten sind, weisen einen annähernd kreisrunden Querschnitt und Anhaftungen von umgebendem Parenchymgewebe auf. Band-Faserbündel besitzen die höchsten Faserlängen und lassen sich leicht der Länge nach aufspalten. Xylem-Faserbündel haben deutlich dünnere Zellwände und sind entsprechend empfindlich gegenüber mechanischer Beanspruchung.

Martins et al. (2004) verwendeten Restmengen aus der Gewinnung von mechanischen Faserbündeln, so dass in den Untersuchungen eine Mischung unterschiedlicher Konzentration aus allen drei Typen festgestellt wurde.

Yu in Franck (2005) beschreibt detailliert die Eigenschaften der Sisalfaserbündel und deren Aufbereitung. Die wirtschaftlich genutzten Sisalfasern sind die Faserstränge, die so genannten Cellulosesclerenchymzellen, die als Festigungsgewebe im Blatt vorkommen. Ein Grossteil der vorkommenden Faserbündel (ca. 770 von 1.000 bis 1.200 Faserbündeln pro Blatt) bildet die Hauptmasse des nutzbaren Fasermaterials. Durch maschinelles Zerquetschen des Blattgewebes und Waschen werden die Faserbündel freigelegt und anschließend in der Sonne getrocknet. Die dabei auftretende Ausbleichung führt zu einer weißen bis leicht gelblichen Fär-

bung der Fasern. Im Anschluss daran werden die Fasern durch Bürsten gestreckt und geschmeidig gemacht.

Ein Faserbündel enthält durchschnittlich 100 bis 200 Einzelfasern. Die Größe der Einzelfasern unterliegt einer natürlichen Variation, die sich je nach Species, Anbaugebiet sowie Ernte- und Aufbereitungsverfahren ändert. Zusätzlich ergeben verschiedene Messmethoden unterschiedliche Angaben in der Literatur, da teilweise Faserbündel anstatt Einzelfasern gemessen werden. Yu in Franck (2005) stellt die Fasergrößenverteilung von einzelnen Sisalfasern in Tabelle 2.6 dar. Der Variationskoeffizient (VK) von 25 % gibt Aufschluss über die Streuung der Messwerte, der für Nicht-Holz-Naturfasern jedoch nicht ungewöhnlich ist.

Tabelle 2.6: Sisal - Einzelfasergrößenverteilung nach Yu in Franck (2005)

	<b>Mittelwert</b>	<b>Maximum</b>	<b>Minimum</b>	<b>VK (%)</b>
Länge (mm)	2,282	4,750	0,995	25,08
Durchmesser (µm)	20,32	31,60	8,00	25,81
Zellwanddicke (µm)	4,60	8,40	2,40	-

Die chemische Zusammensetzung der Sisalfasern ist in Tabelle 2.7 angegeben und sie entspricht weitgehend der Zusammensetzung der Hanffasern. Auffallend ist der höhere Ligningehalt von 10 % bis 20 %, der für die höhere Sprödigkeit und Steifigkeit der Sisalfasern mitverantwortlich sein dürfte.

Tabelle 2.7: Sisal - Chemische Zusammensetzung nach Yu in Franck (2005)

<b>Komponente</b>	<b>Gewichtsanteil in %</b>
Cellulose	55 - 65
Hemicellulosen	10 - 15
Pektin	2 - 4
Lignin	10 - 20
Wasserlösliche Bestandteile	1 - 4
Fette und Wachse	0,15 - 0,3
Asche	0,7 - 1,5

# 3 Kenntnisstand zur Mikrostrukturanalyse von Naturfaserwerkstoffen

In diesem Kapitel soll der Stand des Wissens für den Bereich der abbildenden Verfahren am Beispiel von Naturfaserwerkstoffen mit dem Schwerpunkt auf Holzfaserverwerkstoffen und Papier aufgezeigt werden. Ausgeklammert werden hierbei explizit Untersuchungen an synthetischen Materialien, wie z. B. Verbundwerkstoffe mit Glasfasern bzw. Kohlefasern sowie metallische und keramische Verbundwerkstoffe. Des weiteren gehören synthetische Werkstoffe mit Naturfaseranteil, wie z. B. Wood Plastic Composites, auch wenn diese mit der gleichen Methodik untersucht und analysiert werden können, nicht in den Schwerpunkt dieser Arbeit.

Eine weitere Eingrenzung wurde im Bereich der abbildenden Verfahren vorgenommen, da die umfassende Darstellung weiterer Methoden wie beispielsweise der Einsatz spektroskopischer Untersuchungsmethoden den Rahmen dieser Arbeit überschritten hätte. Eine Evaluierung und Festlegung auf bestimmte Verfahren wurde zu Beginn der Untersuchungen vorgenommen. Der Überblick über die bisherigen Untersuchungsmethoden wird sich daher auf die ausgewählten Verfahren der Licht- und Elektronenmikroskopie sowie der Mikrotomographie beschränken.

## 3.1 Mikroskopische Untersuchungen

Strukturuntersuchungen von Werkstoffen mit Hilfe mikroskopischer Methoden gehören zu den etablierten Verfahren, um Objekte schnell und zuverlässig zu erfassen und zu charakterisieren. Hierzu finden sich seit Beginn der 1970er Jahre bis Mitte der 1990er Jahre verschiedene grundlegende Arbeiten mit dem Schwerpunkt auf Holzwerkstoffen und Papier.

Die Auflösung und Tiefenschärfe von lichtmikroskopischen, rasterelektronenmikroskopischen (REM, ESEM) und transmissionselektronenmikroskopischen Systemen (TEM) wird von Tomographieverfahren derzeit noch nicht erreicht, was die Bedeutung der Mikroskopie in Hinblick auf die Untersuchung kleinster Strukturen unterstreicht.

### 3.1.1 Span- und faserbasierte Werkstoffe

Begleitet von steigenden Kapazitäten und Produktionszahlen in der Holzwerkstoffindustrie finden sich vermehrt ab dem Beginn der 1970er Jahre wissenschaftliche Arbeiten zur Mikrostruktur von Holzwerkstoffen und insbesondere zu Holzfaserwerkstoffen. Im Rahmen der Ausweitung der traditionellen Holzforschung von Vollholz auf Holzwerkstoffe gerieten insbesondere die im Trockenverfahren hergestellten Mitteldichten Faserplatten (MDF) immer mehr in den Fokus der Untersuchungen.

Eine sehr umfassende Beschreibung der Mikrostruktur von Holzfaserwerkstoffen und deren Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften findet sich bei Mataka in Jayne (1972). Den Schwerpunkt seiner Untersuchungen bildeten die Ausrichtung der Fasern in der Fasermatte während des Heißpressens, die Kontaktflächen zwischen den Fasern sowie die Verteilung von Hohlräumen und das Verformungsverhalten der Fasern. Die Analyse von Papierstrukturen bildete die Grundlage seiner Herangehensweise. Er erweitert diese Analyse auf die Struktur von Holzfaserplatten und formuliert drei Parameter, die entscheidenden Einfluss auf die Platteneigenschaften haben:

1. die Abmessungen und physikalischen Eigenschaften der Einzelfasern im unbehandelten Rohstoff.
2. die Veränderungen der Abmessungen und der Eigenschaften der Einzelfasern durch den Defibrierungsprozess.
3. die Art der Vliesbildung und der anschließende Heißpressvorgang.

Durch Mikrofotografie wurden die Querschnitte von Fasern vermessen und ausgewertet. Ergänzend wurden Röntgenaufnahmen zur Darstellung des Dichteprofiles der Faserplatten aufgenommen, die jedoch dem Stand der Technik entsprechend nur qualitative Aussagen zuließen. Für die Berechnung der Deformation der Einzelfasern wurde vereinfachend angenommen, dass der Querschnitt einer Holzfaser kreisförmig ist, was nur stark idealisiert der tatsächlichen anatomischen Struktur einer Faser entspricht. Mataka geht auch auf die Besonderheit der Faserbündel ein, die sich anders als Einzelfasern verhalten und die in ihrem Deformationsverhalten Eigenschaften von Vollholz zeigen. Er macht sie für das unregelmäßige Auftreten von größeren Hohlräumen in der Platte verantwortlich, die in der Umgebung von Faserbündeln beobachtet wurden. Als Phänomene, die während des Pressvorgangs auftreten, nennt er

- das Durchbiegen der Faser,
- das Ausrichten und Bewegen der Faser in der Matte,
- sowie die Querschnittsveränderung der Faser infolge der Deformation

als die entscheidenden Strukturveränderungen der Fasern in der gestreuten Matte, die zusammen mit dem Einwirken von Temperatur und Feuchte auftreten.

Kruse und Parameswaran (1978) beschreiben Mikrostrukturuntersuchungen an Rindenplatten, die mit unterschiedlichen Klebharzen (UF, PF und PMDI) gebunden wurden. Die Strukturanalyse mittels Lichtmikroskop, TEM, REM und REM-EDX für die Detektierung eines mit Brom markierten PF-Harzes zeigte, dass die lichtmikroskopischen Verfahren zur Erkennung von Klebverbindungen nur bedingt geeignet waren. Zusätzlich wurde festgestellt, dass eine Quellung der Proben während der Präparation auftrat und dass die Kontrastierung der Klebharze für lichtmikroskopische Untersuchungen nicht ausreichend war.

Die TEM-Untersuchungen der Klebfugen zwischen den verschiedenen Zelltypen des Rindengewebes zeigten die gute Benetzung der Oberflächen mit den getesteten Klebharzen. Der Aussage dieser rein optischen Begutachtung der Kontaktflächen wurde folgerichtig nur eine begrenzte Beweiskraft zugeordnet, da auch chemische Reaktionen die Güte der Verklebungen und die damit verbundenen Veränderungen in der mechanischen Festigkeit beeinflussen. Charakterisiert wurden zusätzlich zu den TEM-Untersuchungen die Bruchbilder von senkrecht zur Plattenebene zerstörten Proben (Querzugproben) im REM, die zusätzliche Aussagen über die Verklebungsqualität lieferten. Die REM-EDX Analyse lieferte einen Nachweis, dass das Klebharz bei der Beleimung in die Zellwände eindringt. Weitere Aussagen konnten hierzu nicht getroffen werden. Ergänzend zu den Arbeiten von Kruse und Parameswaran (1978) ist die Arbeit von Parameswaran und Himmelreich (1979), die sich mit der Mikrostruktur von Sulfitablauge gebundenen Spanplatten auseinandersetzt. Methodisch wird der gleiche Ansatz aus den o. a. Arbeiten für die Untersuchungen gewählt und vertiefend auf das Eindringen des Klebharzes in die Lumina und in die Zellwand eingegangen.

Short (1981) berichtet über die Eigenschaften und die Struktur von Holzfasern für den Einsatz in Faserplatten, die in unterschiedlichen Refinern zerfasert wurden und dann im Nass- und Trockenverfahren zu Probenplatten verpresst wurden. Die REM-Untersuchungen des Fasermaterials und der Bruchflächen von Querzugproben gaben Aufschluss über die Qualität der eingesetzten Holzfasern. Auftretende Phänomene, wie die Verdrehung der Fasern in Verbindung mit tangentialen und radialen Schwindungserscheinungen auf den Faseroberflächen sowie die Beobachtung von Zellwandrissen, werden ausführlich diskutiert und ihre Auswirkungen auf die mechanische Festigkeit der Faserplatten dargestellt.

Im Zusammenhang mit der Mikrostruktur von Holzwerkstoffen muss die Arbeit von Côté und Hanna (1983) berücksichtigt werden, die sich ausführlich mit der Mikrostruktur der Bruchflächen an Vollholz beschäftigen. Ein Schwerpunkt der Untersuchungen bildete die elektronenmikroskopische Charakterisierung der Bruchflächen bei unterschiedlichen mechanischen Belastungen an *Liquidambar styraciflua L.*, *Quercus rubra L.*, *Carya tomentosa Nutt.* und *Pinus palustris Mill.* Die Proben wurden auf Druck und Zug längs zur Faserrichtung belastet und es

wurden Scherversuche in der radialen und tangentialen Ebene der Probe durchgeführt.

Die Eingrenzung auf drei mögliche Versagensmuster *Intercell failure*, *Intrawall failure* und *Transwall failure* für die Beschreibung des Bruchversagens von Holzverbunden auf der Mikroebene ist erstmals von Côté und Hanna (1983) vorgenommen worden. *Intercell failure* beschreibt das Versagen der Mittellamelle und die damit verbundene Trennung von Fasern entlang der gemeinsamen Mittellamelle, *Intrawall failure* bezieht sich auf das Versagen innerhalb der Sekundärwand bzw. der Grenze zwischen der Sekundärwand 1 (S1) und der Sekundärwand 2 (S2). Der Begriff *Transwall failure* bezeichnet das Versagen der gesamten Zellwand, was besonders für das Verhalten von dünnwandigen Zellen beobachtet wurde. Alle Verhaltensmuster lassen sich bei der Betrachtung der Bruchflächen an Holzfaserwerkstoffen wiederfinden und werden von nachfolgenden Autoren (u. a. Sell und Zimmermann (1993)) immer wieder aufgegriffen und verwendet.

Furuno et al. (1983) arbeiteten mit unterschiedlichen Einstellungen bei der Beleuchtung von Spänen für Spanplatten aus Laubhölzern unterschiedlicher Dichte und verglichen die Methode der Fluoreszenzmikroskopie und der Kathodolumineszenz/Rasterelektronenmikroskopie zur Identifizierung des markierten Klebharzes auf den Spänen. Basierend auf diesen Untersuchungen wurde die Methodik der Fluoreszenzmikroskopie von Murmanis et al. (1986a,b) und Youngquist et al. (1987) für Mikrostrukturuntersuchungen an Hartfaserplatten und MDF eingesetzt. Murmanis et al. (1986a) beschreiben detailliert die Probenpräparation für die Fluoreszenzmikroskopie und zeigen die Faserstruktur und die markierte Klebharzverteilung bei unterschiedlicher Dosierung in den Faserplatten. Bei Murmanis et al. (1986b) werden TEM-Untersuchungen der Faserstruktur und der Klebharzverteilung des verwendeten PF-Harzes in unterschiedlicher Dosierung von 0,5 % bis 8,0 % Festharzanteil zur Beurteilung der Qualität von Faserplatten herangezogen. Kritisch betrachtet werden muss jedoch die kurzzeitige Lagerung der Proben vor der Einbettung in einer wässrigen Kaliumpermanganat-Lösung ( $\text{KMnO}_4$ ) zur Kontrastierung, die ein Quellen der Proben verursacht haben könnte.

Präzise werden hingegen die Auswirkung der Desintegration der Mittellamelle und die damit verbundene Veränderung der Faseroberflächen beschrieben. Das Klebharz auf den Faseroberflächen und den Kontaktflächen zwischen den Fasern wurde aufgrund seiner Färbung eindeutig identifiziert und es wurde ein teilweises Vorhandensein in den Lumina festgestellt. Die im Nassverfahren hergestellten Plattenproben wiesen selbst bei Klebharzkonzentrationen von 4 % eine sehr gleichmäßige Bindemittelverteilung auf, während bei den im Trockenverfahren hergestellten Proben hoher Rohdichte größere Klebharz-Agglomerationen zu erkennen waren. Murmanis et al. (1986b) berichten auch von einem höheren Anteil an dunkler, granulärer Substanz zwischen den Fasern der im Trockenverfahren

hergestellten Probenplatten, die als mögliche Reste von zerkleinertem Zellwandmaterial interpretiert wurden.

Youngquist et al. (1987) variierten die Einstellungen zur Beleimung von Fasern und korrelierten die mechanischen Festigkeiten der Probenplatten zu den vorangegangenen Untersuchungen (Murmanis et al., 1986a,b) mit Hilfe der Fluoreszenzmikroskopie. Die Messung der Querkzugfestigkeit der Proben konnte in direkten Zusammenhang mit der beobachteten Klebharzverteilung gebracht werden. Die Querkzugfestigkeit lag umso höher, je gleichmäßiger das Klebharz in den Proben verteilt war.

Bei Donaldson und Lomax (1989) finden sich qualitative und quantitative Untersuchungen zur Mikrostruktur von Klebharz-Faser-Bindungen bei MDF, dargestellt mit Hilfe der Interferenz-Mikroskopie. Ziel der Untersuchungen war die Verteilung von PF-Harz und UF-Harz auf der Faseroberfläche sowie an den Kontaktstellen zwischen zwei Fasern. Die Unterscheidung der beiden Klebharze in ihrem Benetzungsverhalten und ihrer Verteilung in der Deck- und Mittelschicht werden präzise dargestellt und der Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften der Platte wird hervorgehoben.

Butterfield et al. (1992) beschreiben ausführlich die Oberflächenstruktur von Holzfasern aus *Pinus radiata L.* in MDF-Proben, die nach Querkzugtests und der Prüfung der Biegefestigkeit im REM betrachtet wurden. Besonderes Augenmerk wurde auf das Versagen der Klebeverbindungen (sog. Klebstoffbrücken) zwischen den Fasern und dem Versagen der Zellwand bzw. von Zellwandbestandteilen der Fasern gelegt. Die Untersuchung von MDF mit drei verschiedenen Klebstoffsystemen (UF-Harz, MUF-Harz und TF-Harz) und den verwendeten Refinerfasern ließ Rückschlüsse auf typische Versagemuster zu. Bruchflächen an Querkzugproben zeigten ein deutliches Versagen in der Faserwand zwischen S1 und S2, besonders in der Nähe von Klebstoffbrücken zwischen zwei angrenzenden Fasern. Die Klebstoffbrücken selbst erschienen unbeschädigt.

Vielfach wurden Ablösungen bzw. Anheftungen von dünnem Wandmaterial ehemals benachbarter Fasern im Bereich der Klebstoffbrücken auf den Bruchflächen beobachtet. Der Einsatz unterschiedlicher Klebharze hatte keine Auswirkungen auf das Versagemuster. Die Bruchcharakteristik der Biegeprüfungen zeigte hingegen ein Versagen der Zellwände zusätzlich zu den Ablösungen im Bereich der Klebstoffbrücken. Die Geometrie der Fasern und Deformationen durch den Heißpressvorgang wurden nicht berücksichtigt. Bemerkenswert war die insgesamt nur selten beobachtete Zerstörung der Klebstoffbrücken selbst. Butterfield et al. (1992) verglichen hier die Versagenscharakteristik mit anderen holzbasierten Werkstoffen und stellten Unterschiede zu Vollholz und spanförmigen Holzwerkstoffen fest.

Im Zusammenhang mit der Aufbereitung von *Pinus radiata L.* Fasern für die Verwendung in Faserplatten wurde von Donaldson (1995) die Zellwandstruktur

und ihr Versagen beim Aufschluss untersucht. In Ergänzung zu den bereits vielfach untersuchten Faktoren wie Holzart, Dichte, Holzfeuchte, Zellgrößen und Mikrofibrillenwinkel wurden drei genetisch unterschiedliche *Pinus radiata L.* Arten betrachtet. Dabei zeigten sich Unterschiede im Ligningehalt der S1 und der S2, die sich auf die Festigkeit der Fasern auswirkten.

Untersuchungen von Roffael und Stobbe (1996) zur Struktur von Frühholz- und Spätholzfaser in MDF mit Hilfe der Licht- und Elektronenmikroskopie verdeutlichen das unterschiedliche Verdichtungsverhalten der Fasern während des Heißpressvorganges, ohne dass die Autoren näher auf die Phänomene eingehen.

Gillah (2000) und Gillah et al. (2000) befassen sich mit der Herstellung von vernadelten MDF aus Holzfasern und Sisalfasern. Die hergestellten Varianten zeigten deutlich höhere mechanische Festigkeiten als herkömmliche MDF. Gillah (2000) geht in seiner Arbeit auf die Mikrostruktur von vernadelten und herkömmlichen MDF ein und zeigt anhand von REM-Aufnahmen und Confocal Laser Scanning-Mikroskopie (CLSM) die Möglichkeiten einer einfachen Auswertung der Faserorientierung und der Hohlräume auf. Erstaunlicherweise wiesen dabei die vernadelten MDF keine abweichende Faserorientierung zu den nicht vernadelten MDF auf, was möglicherweise auf die zweidimensionale Betrachtung zurückzuführen ist.

#### 3.1.2 Papier

Der Werkstoff Papier steht seit den 1950er Jahren im Fokus von Mikrostrukturuntersuchungen zur Verbesserung der Eigenschaften und zur Aufklärung über das Verhalten von Zusatzstoffen bis hin zur Verteilung von Beschichtungen bzw. der Eindringung von Füllstoffen in die Struktur. Da eine Darstellung aller Untersuchungen zu diesem Themengebiet den Rahmen dieser Arbeit übersteigen würde, werden exemplarisch Arbeiten zur Mikrostrukturuntersuchung an Papier vorgestellt, die von der Methodik auch für Naturfaserwerkstoffe anwendbar sind. Von besonderer Bedeutung sind hierbei die Arbeiten von Kallmes, Corte und Bernier, die sich über mehrere Jahre hinweg mit der Entwicklung von grundlegenden theoretischen Modellen zur Beschreibung von Fasernetzwerken im Bereich der Papierforschung auseinandersetzen.

In der ersten Publikation zur Erfassung der Geometrie von zweidimensionalen Fasernetzwerken von Kallmes und Corte (1960) wird die Basistheorie eines Netzwerkes, bestehend aus übereinander gelegten, dünnen Schichten beschrieben. Die Entwicklung theoretischer Grundlagen sowie deren Verifizierung durch Versuchsreihen bildeten die Grundlage der Untersuchungen. Bestimmt wurde die Faserverteilung in der Schicht, die freie Faserlänge zwischen zwei Kontaktstellen, die Verteilung der Faserlängen und -breiten sowie die Krümmung einzelner Fasern. Die ermittelten Werte zeigten eine gute Übereinstimmung mit den theoretisch bestimmten Werten. Kallmes et al. (1961) übertragen das entwickelte zweidimen-

sionale Netzwerk in ein mehrschichtiges Modell. Die Anwendbarkeit des mehrschichtigen Netzwerkes für die Berechnung des E-Moduls, der Biegefestigkeit und der Reißfestigkeit wurde durch Laborversuche verifiziert, da eine visuelle Auswertung der Papierproben aufgrund der Dicke zum damaligen Zeitpunkt nicht möglich war.

Ergänzend wurde von Kallmes und Bernier (1963) ein neuer Ansatz für die Berechnung der freien Faserlänge entwickelt und durch ein Monte Carlo Experiment sowie Untersuchungen an Oberflächenschichten von Papierproben überprüft. Anwendung findet die neue Methodik für die Berechnung der relativen Kontaktfläche zwischen den Fasern, die in Kallmes und Eckert (1964) vorgestellt wird. In Hinblick auf die Gesamtkontaktfläche wird das Lumen der Fasern mit berücksichtigt, welches weitgehend kollabiert vorliegt und die tatsächliche Kontaktfläche von Faser zu Faser vergrößert. Die mikroskopische Betrachtung von Kontaktflächen zwischen den Fasern in Papierproben in Verbindung mit einer N<sub>2</sub>-Adsorption (sog. BET-Methode), mit der sich die freie Faseroberfläche bestimmen lässt, führte zu vergleichbaren Ergebnissen.

Bei Walbaum und Zak (1976) finden sich ausführliche Beschreibungen zur Probenvorbereitung für die Mikrostrukturuntersuchungen von Querschnitten durch verschiedene Papierproben im Licht- und Elektronenmikroskop. Die Empfindlichkeit der Proben während der Präparation wird hervorgehoben und die Verbesserung der Einbettung dargestellt. Erste Hinweise auf den Einsatz von computergestützter Bildanalyse zur Auswertung der Aufnahmen werden gegeben.

Nanko et al. (1989) zeigen die Möglichkeiten des TEM für die Identifizierung der Faser-Faser-Bindungen in Papier. Das Anfärben von vereinzelt Cellulosefibrillen auf der Faseroberfläche mit Hilfe von kolloidem Palladium wird beschrieben, um die Kontaktflächen zwischen zwei Fasern zu identifizieren.

Allem (1998) charakterisiert die Querschnitte gestrichener Papiere mit Hilfe von Bildanalysemethoden und weist auf die unzureichende Verwendung der Bildanalyse für die Mikrostrukturauswertung hin. Eigene Versuche mit Hilfe von virtuellen Gitternetzlinien, die auf die REM-Aufnahmen gelegt wurden, dienten der Auswertung der Verteilung und der Eindringtiefe eines Füllstoffes.

Arbeiten zur visuellen Strukturanalyse nach 1998 befassen sich überwiegend mit der Verwendung tomographischer Untersuchungsmethoden, die im folgenden Abschnitt vorgestellt werden.

## 3.2 Tomographische Untersuchungen

Eine bedeutende Entwicklung stellt der Einsatz tomographischer Verfahren dar, die in zunehmendem Maße für Untersuchungen im Bereich der Materialwissenschaften genutzt werden, da hiermit kleine dreidimensionale Strukturen zerstö-

rungsfrei abgebildet werden können. In der Literatur finden sich in den letzten Jahren zunehmend mehr Arbeiten, die sich mit der 3D-Struktur von verschiedenen Faserwerkstoffen auseinandersetzen. Hierbei werden jedoch vornehmlich Untersuchungen an Papier und anderen Faserwerkstoffen behandelt und nur wenige Untersuchungen an Holz und Holzwerkstoffen vorgestellt.

Tomographische Verfahren basieren in der Regel auf der Auswertung von Röntgenbildern eines Gegenstandes oder eines Lebewesens, die aus in verschiedenen Winkeln aufgenommenen Einzelbildern zu einem dreidimensionalen Bilddatensatz zusammengefügt wurden. Dieser Datensatz lässt sich am Computer aufbereiten und auswerten. Die tomographische Untersuchung von Lebewesen und Werkstoffen mit Hilfe der Computertomographie ist seit Anfang der 1970er Jahre möglich. Entwickelt und realisiert von Alan M. Cormick und G. Hounsfield, gehört dieses Verfahren zu den etablierten Methoden, dreidimensionale Strukturen zerstörungsfrei abzubilden.

Der Einsatz von tomographischen Verfahren zur Mikrostrukturuntersuchung von Werkstoffen hat in den letzten Jahren mit dem Aufkommen kleiner und kompakter Tomographiegeräte (z. B. Produkte der Firma Skyscan) erheblich an Bedeutung gewonnen und ist aus vielen Bereichen der Materialwissenschaften nicht mehr wegzudenken. Maire et al. (2001) geben hierzu einen umfassenden Überblick über die möglichen Anwendungsgebiete.

#### 3.2.1 Span- und faserbasierte Werkstoffe

Die Strukturuntersuchung von Holzwerkstoffen mit Hilfe von Computertomographie (CT) rückt seit Mitte der 1990er Jahre in den Fokus der Forschung. Erste Untersuchungen der Struktur von kleinen Proben von verschiedenen Holzwerkstoffen mittels Mikrotomographie wurden von Shaler (1997), Shaler et al. (1998) und Groom et al. (1999) vorgestellt.

Bei Groom et al. (1999) finden sich erstmals fundierte und detaillierte Auswertungen der Mikrotomographieaufnahmen von MDF-Proben. Die Eigenschaften von Faserplatten aus Holzfasern sowie die Auswertung von Mikrotomographieaufnahmen und die Bestimmung der Orientierung und Krümmung von ausgewählten Fasern aus einer  $1,28 \text{ mm} \times 1,09 \text{ mm} \times 0,37 \text{ mm}$  großen Probe stellten einen großen Schritt in Richtung Strukturanalyse dar, auch wenn die Probengröße als sehr klein für eine strukturelle Auswertung angesehen werden muss. Die Auswertung der Daten wurde manuell durchgeführt und 72 von Hand ausgewählte Fasern aus einer unbekannt Anzahl vorhandener Fasern bzw. Faserfragmente wurden vermessen und die Orientierung sowie die Krümmung bestimmt. Die Methodik und die Qualität der Aufnahmen spiegeln den Stand des Wissens der damaligen Zeit wider und geben nur wenig Aufschluss über die Verhältnisse von

erkannten und nicht erkannten Fasern im Gesamtgefüge. Diese Arbeit stellt die Ausgangsposition für die eigenen Mikrotomographie-Untersuchungen dar.

Im gleichen Jahr wurden von Illman und Dowd (1999) hochauflösende Aufnahmen von Massivholzproben präsentiert, die durch Pilzbefall abgebaut worden waren. Es wurden Charakterisierungsmethoden vorgestellt, mit denen die Struktureigenschaften ausgewertet wurden.

Des Weiteren zeigen Sugimori und Lam (1999) für den Holzwerkstoffbereich anhand der Hohlraumverteilung in Holzwerkstoffen die Möglichkeiten des Einsatzes der Mikrotomographie zur Analyse von Strukturen auf, um die Eigenschaften von Holzwerkstoffen zu verbessern. Wimmer et al. (2000) berichten über die Messung der Strandorientierung von OSB mit Hilfe der Mikrotomographie, in der bei einer Auflösung von 50  $\mu\text{m}$  Proben mit einer Kantenlänge von 2 cm gemessen wurden. Durch die Analyse von virtuellen 2D-Schnitten in Abständen von 150  $\mu\text{m}$  durch die Probe wurde mit Hilfe von Bildanalysetools die Orientierung von einzelnen Strands berechnet. Eine ähnliche Herangehensweise findet sich bei Ekevad (2004), der anhand von aneinander gefügten virtuellen 2D-Schnitten aus Mikrotomographieaufnahmen den Faserverlauf in einer Vollholzprobe beschreibt. Steppe et al. (2004) nutzen die Mikrotomographie für die Verfolgung des Gefäßverlaufs in Buchen- und Eichenproben.

Einen Schritt weiter in Richtung 3D-Strukturanalyse zur Simulation und Modellierung von Holzfaserverwerkstoffen gehen die Arbeiten von Faessel et al. (2003, 2005), die versuchen, die bisherigen Erkenntnisse über die Mikrostruktur von Fasermatten in eine Simulation umzusetzen (eine ausführlichere Darstellung dieser Arbeiten findet sich im Kapitel 3.3). Im Zusammenhang mit diesen Untersuchungen steht auch die dreidimensionale Charakterisierung von sehr leichten Holzfaserdämmplatten mit einer Dichte von 45  $\text{kg}/\text{m}^3$  bis 170  $\text{kg}/\text{m}^3$  durch Lux et al. (2006a), die anhand der Tomographieaufnahmen mit morphologischen Operationen die Größenverteilung der Fasern und der Hohlräume sowie die lokale Orientierung der Fasern bestimmen. Die Bildanalysemethoden werden ausführlich vorgestellt und die Vorgehensweise bei der Aufbereitung der Rohdaten erklärt. Die gewählten Ansätze dienen der Erstellung eines statistischen Modells zur Simulation des Netzwerkes von leichten Fasermatten.

Im Zusammenhang mit tomographischen Untersuchungen an Holz und Holzwerkstoffen ist auch die Arbeit von Vetter et al. (2006) zu erwähnen, die das Eindringen einer markierten Silanverbindung als Holzschutzmittel in Holzproben mit Hilfe von REM-EDX und Mikrotomographie untersuchen und die beiden Methoden miteinander vergleichen. Bei einer Auflösung von 10  $\mu\text{m}$  des Tomographiegerätes konnte das Eindringen der Silanverbindung in den Holzverbund detektiert werden. Die Kombination von REM und  $\mu\text{CT}$  erscheint vor diesem Hintergrund vielversprechend für die Untersuchung von komplexen Fragestellungen zu sein.

### 3.2.2 Papier

Die Untersuchung der Mikrostruktur von Papier mittels tomographischer Verfahren stellt hohe Anforderungen an die Apparaturen, die zum Erfassen der Struktur notwendig sind. Die Arbeiten mit mikroskopischen und spektroskopischen Methoden ermöglichen die Analyse der Oberflächenstrukturen, die Erfassung der Struktur in Z-Richtung senkrecht zur Oberfläche ist jedoch nicht ohne weiteres möglich. Eine dreidimensionale Erfassung kann nur mit mikrotomographischen Methoden erfolgen. Hierbei wirkt sich die geringe Dicke der Papierproben von ca. 100  $\mu\text{m}$  verbunden mit der starken Verdichtung der Fasern erschwerend auf die Strukturuntersuchung aus. Erst durch das Aufkommen von Mikrotomographieapparaturen mit sehr hohen Ortsauflösungen ist die Untersuchung von sehr kleinen Strukturen mit einer Größe von 1  $\mu\text{m}$  bis 2  $\mu\text{m}$  möglich. Eine größer werdende Zahl von Untersuchungen in den letzten Jahren befassen sich mit dem Einsatz der Mikrotomographie zur Strukturaufklärung von Papier, jedoch bieten einige Arbeiten nur Ansätze für vertiefende Untersuchungen, da teilweise nicht an das zu untersuchende Material angepasste Standard-Bildanalysemethoden eingesetzt wurden oder auf eine qualitative und quantitative Auswertung verzichtet wurde. In letzter Zeit ist eine Zunahme von Arbeiten mit verbesserten Bildanalysemethoden zu verzeichnen, die präzisere Ergebnisse liefern.

Bei Goel et al. (2001) finden sich erste Untersuchungen von Papierproben mit Hilfe der Mikrotomographie. Die Vorgehensweise bei der Probenuntersuchung sowie eine einfache Datenaufbereitung und -auswertung wird beschrieben. Durch Schwellwertbildung, anschließendem Binarisieren der gewonnenen Datensätze verschiedener Papierproben und durch Auszählen der Pixel wurde das Verhältnis von Hohlräumen zu Fasermaterial bestimmt und mit konventionellen Methoden der Porositätsbestimmung (gravimetrische Bestimmung bzw. Quecksilberporiosimetrie) verglichen.

Samuelsen et al. (2001) stellen ebenfalls Voruntersuchungen mit Mikrotomographie an Papier mit Hilfe von Synchrotronstrahlung vor. Die Aufnahmen zeigen die hohe Auflösung und Kontrastschärfe, die an Synchrotron-Messplätzen erzielt werden kann. Eine Fortführung der Untersuchungen durch Antoine et al. (2002) und Weitkamp (2002) mit einer Auflösung von 1  $\mu\text{m}$  erlaubt die Darstellung von 3D-Papierstrukturen im trockenen wie auch im feuchten Zustand. Ein Schwerpunkt dieser Arbeiten lag auf der Rekonstruktion und der Aufbereitung der Aufnahmen zur Datenanalyse, sowie der Beseitigung von Artefakten und der Segmentierung von Faserwänden und Hohlräumen mit einfachen morphologischen Methoden. In diesem Zusammenhang kann auch die Arbeit von Aronsson (2002) gesehen werden, die sich mit der Bildanalyse der 3D-Struktur von Papier befasst und mit neu entwickelten Segmentierungsalgorithmen arbeitet. Schwerpunktmäßig wird die Einzelfasersegmentierung verfolgt, die anhand von Ultradünnschnitt-

ten im Lichtmikroskop und im REM durch Mikrotomographieaufnahmen ergänzt wird. Die Vorgehensweise zeigt deutlich die Schwierigkeiten der korrekten Fasersegmentierung auf und stellt eine gute Grundlage für die im Rahmen dieser Arbeit vorgestellten Methoden zur Bildanalyse von Faserstrukturen dar.

Bei Holmstad (2004) und Holmstad et al. (2005) findet sich ein umfassender Vergleich von Synchrotronbasierten  $\mu$ CT-Aufnahmen von Papier bei niedriger und hoher Auflösung mit herkömmlichen Mikrotomographiegeräten und es werden ausführliche Arbeiten zur Bildanalyse von Papier vorgestellt. Untersucht wurden sowohl 2D- als auch 3D-Strukturen an Papierproben, und es wurde ein kritischer Vergleich der Methoden und Ergebnisse angestellt. Teilbereiche der Arbeit waren auch die Bestimmung der Hohlraumstrukturen, verbunden mit einer Porengrößenverteilung, und die Erfassung von Oberflächenstrukturen. Besonderes Augenmerk verdient die Evaluation der Mikrotomographie-Untersuchungsmöglichkeiten an der European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) in Grenoble (Frankreich), die deutlich die Stärken und Schwächen der Aufnahmen im Phasenkontrastmodus und im Absorptionsmodus aufzeigt. Die Auflösung bei der Untersuchung im Phasenkontrastmodus betrug  $1\ \mu\text{m}$  für hochauflösende Aufnahmen und  $5\ \mu\text{m}$  für Aufnahmen im Absorptionsmodus mit niedriger Auflösung. Holmstad et al. (2005) kommen zu der Aussage, dass sich die niedrige Auflösung bereits zum Vergleich von Faserstrukturen verschiedener Proben eignet, wo hingegen sich die hohe Auflösung für mehr grundlegende Untersuchungen der Struktur in Bezug auf die Vermessung von geometrischen Strukturen eignet. Vergleiche und Unterschiede zwischen beiden Methoden werden anhand von drei Papiertypen dargestellt. Weiterführende Ansätze bieten die Abschnitte zur Porositätsverteilung und zur Berechnung der Permeabilität, die unter Bildanalyseaspekten erläutert werden.

In Ergänzung zu Holmstad et al. (2005) finden sich bei Sintorn et al. (2005) methodische Arbeiten zur Segmentierung und Porositätsverteilung in Papier, basierend auf zusammengefügt Dünnschnitten, die mit einem Rasterelektronenmikroskop untersucht wurden. Die bisherige Anwendung der Quecksilberporosimetrie zur Bestimmung der Porengrößenverteilung, wie beispielsweise bei Rance (1982) vorgestellt, liefert keine Rückschlüsse über die geometrische Struktur der Poren, da die Abhängigkeit des anzuwendenden Druckes zwar vom Durchmesser einer zu füllenden Pore abhängt, deren Form jedoch nicht erfasst werden kann.

Sintorn et al. (2005) erläutern daher den Einsatz der Bildanalyse für die Auswertung von 3D-Aufnahmen von Papierproben auf der Basis der Verfolgung einzelner Hohlräume durch die Probe. Die Verwendung einer auf den Probentyp angepassten Distanz-Transformation (Distance transformation) und eines Wasserscheiden-Algorithmus (Watershed algorithm) führte zu einer selektiven Unterscheidung der erkannten Hohlräume nach Größe und Häufigkeit. Einschränkungen der Aussagekraft der Ergebnisse werden durch die eher flach ausgeprägten Hohlräu-

me in der Probe erwähnt, die mit den herkömmlichen Bildanalysemethoden nicht ausreichend erfasst werden können.

Eine eher allgemein gehaltene Arbeit von du Roscoat et al. (2005) zeigt detailliert die Einsatzmöglichkeiten von Synchrotronstrahlung am ESRF zur Analyse von Papierstrukturen. Nach einer ausführlichen Beschreibung der Mikrotomographieuntersuchung werden die aufbereiteten Datensätze vorgestellt und die Segmentierung in Faser, Füllmaterial und Porenräume basierend auf der Arbeit von Samuelson et al. (2001) diskutiert. Mit einer erzielten Auflösung von  $0,7 \mu\text{m}$  können kleinste Details dargestellt werden. Die verwendete Probengröße lag bei  $1,4 \text{ mm}^2 \times$  Papierdicke und wurde in 1.000 Projektionen von  $0^\circ$  bis  $180^\circ$  aufgenommen. Ein weiterer wichtiger Aspekt der Untersuchungen war die Berücksichtigung möglicher Temperatur- und Feuchteschwankungen während der Messungen, die jedoch nicht aufgezeichnet wurden. Stattdessen wurden zwei zusätzliche Aufnahmen bei  $0^\circ$  und  $90^\circ$  gemacht und die Korrelation zueinander untersucht, um die Dimensionsänderung der Probe abschätzen zu können.

Bache-Wiig und Henden (2005) setzen ihren Schwerpunkt auf die Verbesserung der Segmentierung von Einzelfasern in Holzfaserstrukturen. Die von ihnen entwickelten Methoden werden ausführlich vorgestellt und die entstandene Software zur Analyse erläutert. Von Interesse ist vor allem die Einteilung von Einzelfasern in bestimmte morphologische Klassen, um verschiedene Fasergeometrien und Faserdurchmesser zu erfassen. Erstmals werden auch Faserbündel bei der Auswertung berücksichtigt, deren Identifizierung aber nicht weiter verfolgt wird. Im Literaturteil wird detailliert auf die Methodik vorhergehender Untersuchungen anderer Autoren eingegangen.

### 3.3 Faserwerkstoffmodelle

Die Modellierung und die Simulation von dreidimensionalen Fasernetzwerken aus Holzfasern stellt einen sehr jungen Zweig der Holzwerkstoffforschung dar. Die Vorhersage der physikalischen und mechanischen Eigenschaften eines Faserwerkstoffes anhand eines Modells ermöglicht eine gezielte Material- und Prozessoptimierung bevor dieser im Labor- oder Industriemaßstab hergestellt wird. Hierbei spielen nicht nur technische Aspekte, sondern auch wirtschaftliche Überlegungen eine Rolle, da bereits vorab optimale Einstellungen entwickelt werden können. Aufgrund der benötigten Rechnerleistung sind erst in den letzten Jahren Arbeiten zur Modellierung und Simulation von Fasernetzwerken veröffentlicht worden. Insgesamt lassen sich die bekannten Untersuchungen derzeit auf zwei Autorengruppen eingrenzen:

Wang und Shaler (1998) und Wang (2000) beschreiben die Entwicklung eines 3D-Modells zur Simulation der geometrischen Struktur von Mitteldichten Faser-

platten auf der Basis von Arbeiten zu dreidimensionalen Modellierung von spanbasierten Holzwerkstoffen (Dai und Steiner, 1994a,b) und Papier (Niskanen und Alava, 1994; Stahl und Cramer, 1998; Nilsen et al., 1998).

Das gänzlich am Computer generierte Modell weist idealisierte Eigenschaften auf, die aufgrund von Annahmen und Beobachtungen von einfachen Strukturen gewonnen wurden. Mit Hilfe der Monte-Carlo-Simulation wurden zufällige Netzwerke von Fasern generiert und die erstellten Strukturen wurden quantitativ ausgewertet. Erweitert wurde die Arbeit durch die Variation der Geometrien der modellierten Fasern, wie z. B. die Verwendung von flachgepressten Fasern. Die Auswertung der Struktur beinhaltet die Porositätsverteilung, die Dichteverteilung und die Kontaktflächenberechnung zwischen den Fasern in Abhängigkeit von der Geometrie der Fasern. Die Aussagen der Untersuchungen sind jedoch auf idealisierte Strukturen zurückzuführen und lassen sich nur teilweise mit experimentellen Arbeiten vergleichen, zumal das Vorkommen von Faserbündeln nicht berücksichtigt wurde.

Bei Faessel et al. (2003, 2005) findet sich die derzeit umfangreichste Modellierung von 3D-Faserstrukturen anhand von Mikrotomographieaufnahmen. Die Untersuchungen wurden an leichten Faserplatten aus Holz- und Kunststofffasern mit einer Rohdichte von  $45 \text{ kg/m}^3$ ,  $170 \text{ kg/m}^3$  und  $250 \text{ kg/m}^3$  durchgeführt. Die veröffentlichten Arbeiten enthalten die Beschreibung experimenteller Untersuchungen, die zur Entwicklung von Simulationsmodellen eingesetzt wurden. Die aus den  $\mu\text{CT}$ -Aufnahmen gewonnenen Informationen wurden mit Hilfe eines Visualization Toolkits (VTK library) bearbeitet und in virtuelle Fasern umgewandelt, die in ein Finite-Elemente-System exportiert wurden. Die daraus gewonnenen morphologischen Informationen wurden dazu genutzt, ein 3D-Simulationsmodell zur Erzeugung von Fasermatten zu entwickeln. Wärmeleitfähigkeitsberechnungen an diesen virtuellen Fasermatten runden die Untersuchungen ab und geben Ausblicke auf weiterführende Arbeiten und Verbesserungen der Methodik.

Lux et al. (2006b) gehen detaillierter auf die Verfahrensweise der Modellierung der Wärmeleitfähigkeit ein und erklären die Vorgehensweise und Validierung des Modells.

Es findet sich in allen drei Arbeiten dieser Autorengruppe kein Hinweis auf das Vorkommen oder die Berücksichtigung von Faserbündeln, die erheblichen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften und die Wärmeleitfähigkeit einer Faserplatte haben.

Neagu et al. (2006) nehmen die Berechnung der mechanischen Eigenschaften einer Fasermatte anhand zweier Testverfahren mit Hilfe der Verdichtung einer Matte senkrecht zur Mattenebene sowie einer Zugfestigkeitsprüfung in Mattenebene als Grundlage zur Entwicklung von Modellen zur Eigenschaftssimulation von Faserwerkstoffen aus unterschiedlichen Fasern. Die auftretenden Lastfälle und die Berechnung der Anzahl der Kontaktstellen und Kontaktflächen werden ausführ-

lich erläutert. Als Ausblick wird auf den Einsatz der Mikrotomographie zur Erfassung der *in situ* Veränderungen der Fasermatte bei der Verdichtung verwiesen. Unterschiede zwischen dickwandigen Späthholzfasern und dünnwandigen Frühholzfasern werden berücksichtigt und eine ausführliche Literaturübersicht über vorliegende Untersuchungen der Faserformen und -strukturen gegeben.

Letztendlich weisen die hier vorgestellten Arbeiten zur Simulation und Modellierung von Holzfaserwerkstoffen eine sehr hohe Komplexität auf, jedoch sind sie zum jetzigen Zeitpunkt nur bedingt aussagekräftig, da die große Variation der vorkommenden Strukturelemente und Geometrien der Einzelfasern und Faserbündel weiterhin unberücksichtigt bleiben und derzeit auch bleiben müssen, da die Erfassung aller Parameter für ein adäquates Modell (noch) zu umfangreich ist. Im Rahmen einer Erweiterung und Erhöhung der Genauigkeit dieser Modelle mit Hilfe statistischer Variationen der Geometrien und Fasertypen wäre eine größere Annäherung an die Realität möglich, was die orientierenden Arbeiten von Neagu et al. (2006) bereits aufzeigen. Anhand dieser Perspektiven erscheint die eigene Arbeit geeignet zu sein, Lücken in der Charakterisierung des Fasermaterials zu schließen und neue Ansätze für weiterführende Arbeiten zu bieten.

## 4 Material

Zur Herstellung von Faserwerkstoffen für die Untersuchung der Mikrostruktur wurden verschiedene Fasern aus Einjahrespflanzen und mehrjährigen Pflanzen ausgewählt. Dieser Teil der Arbeit beschreibt die verwendeten Rohstoffe und erläutert den Aufbau und die Herstellung der Faserplatten, die im Rahmen des Forschungsprojektes „Mechanische und feinstrukturelle Untersuchungen an Holz- und anderen Naturfaserwerkstoffen“ und während eines Forschungsaufenthaltes am Laboratory of Sustainable Materials der Universität Kyoto in Japan entwickelt wurden.

### 4.1 Einzelfasern und Faserbündel

Für die Untersuchungen wurden Fasern ausgewählt, die aufgrund ihrer Verfügbarkeit und ihren mechanischen Eigenschaften für die Herstellung von Faserwerkstoffen geeignet erschienen. Ausgewählt wurden Hanf (*Cannabis sativa L.*) als einheimische Faser sowie Sisal (*Agave sisalana L.*) und Kenaf (*Hibiscus cannabinus L.*) als tropische Fasern. Hanf stellt eine sehr zähe und hoch belastbare Faser dar, Sisal ist eine eher unflexiblere und sprödere Faser. Kenaf nimmt eine mittlere Position zwischen den beiden anderen Fasern ein.

Berücksichtigt wurde für die Auswahl auch die Art der Aufbereitung. Dabei wurde auf eine nicht zu große Schädigung der Fasern sowie auf die Vermeidung eines chemischen Aufschlussverfahrens geachtet. Diese Kriterien konnten die verwendeten Hanffaserbündel, die über eine Feldröste (Biologischer Abbau durch Pilze und Bakterien) als Aufschlussverfahren vorbereitet wurden, sowie die Sisal- und Kenaffaserbündel weitgehend erfüllen.

#### 4.1.1 Holzfasern

Das verwendete Fasermaterial zur Herstellung der Laborplatten stammte von einem europäischen MDF-Produzenten. Die verwendeten Hackschnitzel zur Herstellung von TMP-Fasern (Thermo-Mechanical Pulp) wurden nach Firmenangaben im Kocher bei einem Druck von 9,2 bar gedämpft und dann im Refiner bei einem Druck von 9 bar zerfasert. Detailliertere Informationen zur Herstellung waren nicht verfügbar.

Die Fasern enthielten 98 % Kiefer (*Pinus sylvestris L.*), die zweifelsfrei mikroskopisch identifiziert werden konnte. Die restlichen 2 % Fasern waren nach Firmenangaben Pappel, Weide, Erle und Robinie, die nicht mehr eindeutig identifiziert werden konnten. Hackschnitzel aus Altholz wurden nicht verwendet.

Die manuelle Entnahme der Fasern geschah hinter dem Trockner. Die Feuchte der Fasern bei der Entnahme betrug 6 % bis 7 %. Nach Firmenangaben können zusätzlich 0,7 % bis 1 % Festharz (UF-Harz) und 0,5 % Wachs bezogen auf atro Fasern vorhanden sein, da die Beleimung der Fasern in der Blowline nicht vollständig abgeschaltet werden konnte. Das bereits im Refiner zugefügte Wachs war ebenfalls nicht reduziert worden. Durch eine optische Überprüfung im Lichtmikroskop und Rasterelektronenmikroskop konnten diese zusätzlichen Bestandteile allerdings nicht eindeutig nachgewiesen werden. Im Folgenden werden diese Fasern als unbeleimte Fasern bezeichnet, um sie begrifflich von jenen Fasern abzugrenzen, die zur Plattenherstellung im Labor beleimt wurden.

Eine Überprüfung der Größenverteilung des Fasermaterials wurde mit einem bildanalytischen Fasergrößenmessgerät Typ Qualscan der Firma McCarthy Products Company, Seattle (USA), durch das Institut für Holztechnologie gGmbH in Dresden durchgeführt. Der Qualscan arbeitet mit Hilfe einer Digitalkamera, welche die in einer wässrigen Suspension gelösten Fasern im Durchfluss erfasst und die Aufnahmen automatisch auswertet. Durch eine vom Benutzer festgelegte Einteilung in verschiedene Größenbereiche (Staubanteil, Feinstanteil, Feinanteil, Grobanteil) können die Messwerte sortiert und eine Häufigkeitsverteilung erzeugt werden. Die Messungen wurden 5× wiederholt.

Die in den Tabellen 4.1 und 4.2 gezeigten Werte geben einen Überblick über die Beschaffenheit des Fasermaterials. Es wurden insgesamt 19.092 Fasern erkannt und vermessen. Der aus den Messungen der Länge und Breite berechnete Schlankheitsgrad der Fasern lag bei 3,11. Die gemessenen mittleren Faserlängen und Faserbreiten sind allerdings nur bedingt aussagekräftig, da die Auflösung sowie das Vorkommen von Faserbündeln und die Krümmung der Einzelfasern die Messung erschweren, da u. a. keine stark gebogenen Strukturen als solche vermessen werden können. Eine bessere Aussage über die Länge und die Breite der Fasern liefert die mittlere Korngröße. Bei einer Breite einer typischen Einzelfaser von ca. 0,02 mm weist ein gemessene Wert von 0,40 mm auf das Vorhandensein von größeren Faserbündeln hin. Die Unterteilung in verschiedene Fraktionen von Staubanteilen bis Grobanteilen zeigt die Verteilung der Messwerte innerhalb des Fasermaterials und erlaubt den Vergleich verschiedener Faserstoffe miteinander. Dagegen wies das verwendete Fasermaterial keine Auffälligkeiten auf.

Elektronenmikroskopische Untersuchungen wurden an unbeleimtem Fasermaterial und an beleimtem Fasermaterial vorgenommen. Es wurden von jeder Charge Rückstellproben angelegt, die zur Bewertung der Struktur und der Leimverteilung herangezogen wurden. Dies beinhaltete auch die mit markiertem Klebharz

versehenen Proben für die Mikrotomographieuntersuchungen in Kapitel 4.2.1.2 auf Seite 51.

Tabelle 4.1: Faserlängenverteilung der Holzfasern, gemessen mit einem bildanalytischen Messgerät Typ Qualscan der Firma McCarthy Products Company.

<b>Faserlänge</b>	
Mittlere Faserlänge (mm)	0,97
Mittlere Korngröße $K_m$ (mm)	2,05
Korngrößen-Intervall $\Delta K$ (mm)	2,94
Staubanteil 1,0 mm (%)	24,40
Feinstanteil 5,0 mm (%)	93,25
Feinanteil 10,0 mm (%)	99,61
Grobanteil 15,0 mm (%)	0,00

Tabelle 4.2: Faserbreitenverteilung der Holzfasern, gemessen mit einem bildanalytischen Messgerät Typ Qualscan der Firma McCarthy Products Company.

<b>Faserbreite</b>	
Mittlere Faserbreite (mm)	0,31
Mittlere Korngröße $K_m$ (mm)	0,40
Korngrößen-Intervall $\Delta K$ (mm)	0,43
Staubanteil 0,1 mm (%)	1,86
Feinstanteil 0,3 mm (%)	40,94
Feinanteil 0,5 mm (%)	71,49
Grobanteil 1,0 mm (%)	98,11

#### 4.1.2 Hanf

Die für die Versuche verwendeten Hanffaserbündel wurden vom Faserinstitut Bremen e. V. bereitgestellt. Es handelte sich um geröstete Faserbündel aus dem Ballen Nr. 63 der Firma NAFGO GmbH (Neerstedt, Deutschland), die 2002 in der Region Oldenburg (Niedersachsen) geerntet und aufbereitet wurden. Die Faserbündel waren wirr orientiert und wiesen bei einer Eingangsmessung eine Feuchte von 10 % auf.

Angaben zum Durchmesser und zur Länge der Faserbündel im ungekürzten Rohmaterial enthält Tabelle 4.3. Die Werte wurden vom Faserinstitut Bremen e. V. ermittelt. Die große Streuung der Durchmesser sowie die Verteilung der Faserbündellängen sind charakteristisch. Im Technikum wurden die Faserbündel zur

Weiterverarbeitung manuell auf 2 cm Länge geschnitten und bei 20 °C und 65 % relativer Feuchte bis zur Gewichtskonstanz klimatisiert.

Tabelle 4.3: Hanf - Faserbündelgrößen Ballen Nr. 63 (NAFGO GmbH), bestimmt durch das Faserinstitut Bremen e. V. in 2002

	Mittelwert	Maximum	Minimum	S	VK (%)
Durchmesser (µm)	42,9	150,0	5,0	34,3	80,00
	Mittelwert	L < 25 mm	L 50 %	L 1 %	VK (%)
Länge (mm)	58,5	35,7 %	38,8	253,5	94,60

### 4.1.3 Kenaf

Die Faserbündel, die zur Herstellung von orientierten Faserplatten eingesetzt wurden, kamen aus der Anhui Provinz in der Volksrepublik China. Das Fasermaterial mit einer Länge von bis zu 50 cm war bereits mechanisch über ein System gummierter Walzen, die mit verschiedenen Geschwindigkeiten betrieben wurden, in Längsrichtung orientiert und zu einer Rolle mit einer Breite von 12 cm und einer Länge von ca. 200 m aufgewickelt worden (siehe Abbildung 4.1). Das mittlere Flächengewicht betrug ca. 140 g/m<sup>2</sup> mit einer Standardabweichung von 37 g/m<sup>2</sup>. Bei der Lagerung im Normklima bei 20 °C und 65 % relativer Feuchte betrug die gemessene Feuchte der Fasern 9,92 % mit einer Standardabweichung von 0,6 %.



Abb. 4.1: Aufgewickelte und orientierte Kenaf-Faserbündel auf einer Rolle mit 12 cm Breite und einer Länge von ca. 200 m.

Detaillierte Untersuchungen zur Fasergrößenverteilung des verwendeten Fasermaterials finden sich bei Kawai et al. (2002, 2004). Die mittlere Länge der Faserbündel wird mit 97,5 mm und der mittlere Durchmesser mit 74,1  $\mu\text{m}$  angegeben. Die Durchmesser der Einzelfasern werden mit 10  $\mu\text{m}$  bis 30  $\mu\text{m}$  beziffert, eine Einzelfasergrößenverteilung wird jedoch nicht angegeben. Für Untersuchungen an Kenaf in den USA (Han et al., 1999) wird eine Einzelfaserlänge von 3 mm bis 7 mm angegeben, die sehr stark abhängig von der Position im Stängel und dem Standort der Pflanze ist. Angaben zur Zellwanddicke sind nicht zu finden.

#### 4.1.4 Sisal

Bei den verwendeten Sisalfasern handelte es sich um Fasern aus Südafrika bzw. Brasilien der Firma NAFGO GmbH (ehemals Agro-Dienst) aus dem Jahr 2001, die vom Faserinstitut Bremen e. V. bereitgestellt wurden. Die Fasern entstammten nicht einer Altfaseraufbereitung. Die Eingrenzung auf ein exaktes Herkunftsland war anhand der vorliegenden Unterlagen nicht zweifelsfrei möglich. Durch das Faserinstitut Bremen e. V. wurde eine Faserbündelgrößenmessung durchgeführt, deren Ergebnisse in Tabelle 4.4 dargestellt sind. Auffällig ist bei den Messwerten die große Streuung der Faserbündeldurchmesser bedingt durch die unterschiedlichen Faserbündeltypen.

Bezogen auf die Klassifizierungen von Martins et al. (2004) wurden bei den zur Verfügung gestellten Fasern überwiegend mechanische Faserbündel und Band-Faserbündel festgestellt. Die Faserbündel lagen wirr orientiert vor und wurden für die Herstellung von Faserplatten manuell auf 2 cm Länge geschnitten.

Tabelle 4.4: Sisal - Faserbündelgrößen (NAFGO GmbH), bestimmt durch das Faserinstitut Bremen e. V.

	<b>Mittelwert</b>	<b>Maximum</b>	<b>Minimum</b>	<b>S</b>	<b>VK (%)</b>
Durchmesser ( $\mu\text{m}$ )	84,4	338,6	3,0	59,9	70,90
	<b>Mittelwert</b>	<b>Maximum</b>	<b>Minimum</b>	<b>S</b>	<b>VK (%)</b>
Länge (mm)	43,3	135,0	10,0	22,8	52,66

## 4.2 Mitteldichte Faserplatten (MDF)

Als Grundlage für die Untersuchung der Mikrostruktur von Naturfaserwerkstoffen wurden Faserplatten aus Holzfasern ausgewählt. Die Spannweite der möglichen Rohdichten von  $400 \text{ kg/m}^3$  bis  $800 \text{ kg/m}^3$  wurde auf einen Bereich von  $300 \text{ kg/m}^3$  bis  $1.000 \text{ kg/m}^3$  ausgedehnt, um eine große Bandbreite an Verdichtungsstufen abdecken zu können.

### 4.2.1 Laborplatten

Die im Labormaßstab gefertigten mitteldichten Faserplatten wurden mit einem einheitlichen Pressprogramm hergestellt und durch Veränderung der Einstreumasse die Zielrohichte der Platten variiert. Die Zieldicke der Platten betrug  $5 \text{ mm}$  bei Zielrohichten von  $300 \text{ kg/m}^3$ ,  $500 \text{ kg/m}^3$ ,  $800 \text{ kg/m}^3$  und  $1.000 \text{ kg/m}^3$ .

Die hergestellten Plattentypen und Bezeichnungen sind in Tabelle 4.5 zusammengefasst und werden im Folgenden beschrieben.

Tabelle 4.5: Übersicht über die MDF-Proben (Klebstoff = Menge und Typ des Klebstoffes auf atro Fasern, Marker = Substanz zur Markierung des Klebstoffes).

Typ	Rohdichte ( $\text{kg/m}^3$ )	Dicke (mm)	Klebstoff	Marker
MDF 300	300	5	10 % UF	
MDF 300 Iod	300	5	10 % UF	Iod
MDF 300 Barium	300	5	10 % UF	BaSO <sub>4</sub>
MDF 500	500	5	10 % UF	
MDF 500 Iod	500	5	10 % UF	Iod
MDF 500 Barium	500	5	10 % UF	BaSO <sub>4</sub>
MDF 800	800	5	10 % UF	
MDF 800 Iod	800	5	10 % UF	Iod
MDF 800 Barium	800	5	10 % UF	BaSO <sub>4</sub>
MDF 1000	1.000	5	10 % UF	
MDF 1000 Iod	1.000	5	10 % UF	Iod
MDF 1000 Barium	1.000	5	10 % UF	BaSO <sub>4</sub>
Industrie MDF	800	7	ca. 10 % UF	

#### 4.2.1.1 Herstellungsverfahren

Zur Herstellung der Platten wurde zuerst die Holzfeuchte der Fasern aus Kapitel 4.1.1 mittels Darrprobe und Schnelltest ermittelt und die Herstellparameter entsprechend angepasst. Der Beleimungsgrad (bezogen auf atro Fasern) betrug 10 %

bei einer Ziel-Mattenfeuchte von 11 %. Als Klebharz wurde Kaurit 350 (flüssig) der BASF AG (Ludwigshafen) verwendet. Die wässrige Lösung dieses Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsharzes wird überwiegend für Span- und Faserplatten eingesetzt und wurde für die Versuche hier als Universalklebharz verwendet. Der pH-Wert der Leimflotte bei 20 °C beträgt pH 7,5 bis pH 9,5 laut Herstellerangaben. Als Härter wurde 1 % Ammoniumsulfat (fest, bezogen auf den Festharzanteil) dem Leim zugemischt, um das Klebharz während des kurzen Heißpressvorgangs von 75 s vollständig auszuhärten.

Die benötigte Menge an Fasern wurde abgewogen und in einem Trommelmischer der Firma Lödige beleimt und darauf in einem Fluffer aufgelockert, um agglomerierte Faserknäuel aufzulösen. Danach wurde die Feuchte der beleimten Fasern mittels eines Schnelltests bestimmt und die Fasermatte von Hand gestreut. Das Heißpressen der Matte bei einer Temperatur von 180 °C wurde in einer Laborpresse der Firma Siempelkamp (Krefeld) mit einer Dimension von 80 cm × 60 cm durchgeführt. Die Herstellung der Proben für die Mikrotomographieuntersuchungen wurde an einer an der Universität Hamburg von Roos (2000) entwickelten Miniatur-Heißpresse IPATES (Integrated Pressing And Testing System) mit einem Durchmesser von 10 cm durchgeführt.

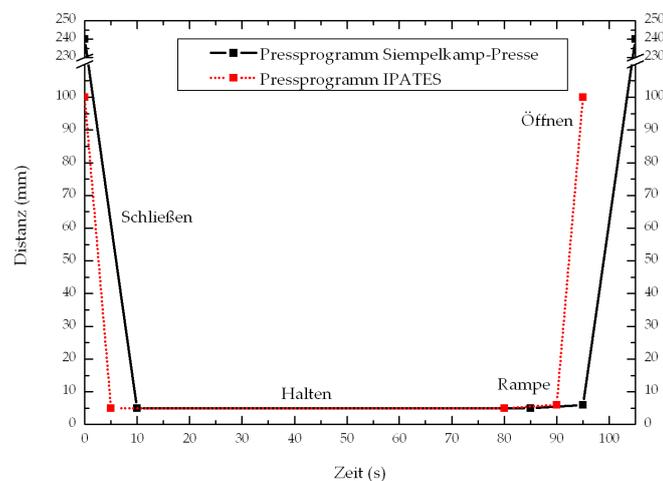


Abb. 4.2: Pressprogramm für die Siempelkamp-Presse und die IPATES.

Das Pressprogramm in Abbildung 4.2 wurde für beide Laborpressen einheitlich gestaltet. Die Pressplatten wurden auf Distanz gefahren, d. h. der Pressdruck wurde während des gesamten Vorganges konstant gehalten. Das Programm bestand aus den folgenden Schritten:

1. *Schließen* der Presse und fahren auf Distanz 5 mm, Dauer 10 s für die große Laborpresse und 5 s für die Miniatur-Heißpresse IPATES
2. *Halten* der Position und des Pressdruckes, Dauer 75 s (Presszeitfaktor 15 s/mm)
3. *Rampe* fahren von 5 mm auf 6 mm Distanz, Dauer 10 s
4. *Öffnen* der Presse und Entnahme der fertigen Platte

Die Unterschiede in der Dauer bis zum Erreichen der Distanz von 5 mm liegen in der Anlagentechnik der großen Laborpresse begründet, die aufgrund des längeren Schließweges nicht in 5 s geschlossen werden konnte, was u. a. eine Voraushärtung der Mattenoberfläche auf der Unterseite zur Folge hatte.

Bei der IPATES wurde wegen der kleinen Probengröße und der zu erwartenden Voraushärtung der Matte eine Schließzeit von 5 s verwendet. Des Weiteren wurde der Schritt 3 eingefügt, um den aufgrund der geringen Dicke von 5 mm deutlich höheren Gasdruck in der Matte abzubauen und um Ausbläser und Platzer bei Faserplatten mit hohen Zielrohdichten zu vermeiden.

Nach dem Öffnen der Presse wurden die entnommenen Platten gewogen und die Dicke an verschiedenen Punkten der Platte bestimmt. Danach wurde die Platte im Normklima (20 °C, 65 % relative Feuchte) 14 Tage lang konditioniert und dann anhand des Schnittplanes in Abbildung 5.7 aufgeteilt und die Probenkörper für die mechanischen und mikroskopischen Untersuchungen hergestellt.

### 4.2.1.2 Klebharzmarkierung

Um das Vorhandensein und die Verteilung von Klebharz visualisieren zu können wurden zwei Serien von mitteldichten Faserplatten mit markiertem Klebharz beleimt. In der Literatur sind zahlreiche mikroskopische Arbeiten zur Klebharzdetektierung auf beleimten Fasern und in Holzwerkstoffen zu finden (Youngquist et al., 1987; Kamke et al., 2002; Loxton et al., 2003; Xie et al., 2004; Grigsby et al., 2005). Für die Untersuchung von Proben mit Hilfe von  $\mu$ CT und Synchrotronstrahlung und dem Einsatz hoch absorbierender Substanzen waren zum Zeitpunkt der Anfertigung dieser Arbeit keine bekannten oder sonstigen, frei zugänglichen Informationen verfügbar.

Für die Untersuchung von Faserplatten mit Hilfe von Synchrotronstrahlung wurden Substanzen ausgewählt, die Elemente enthielten, die eine hohe Absorption bei Röntgenstrahlung aufweisen und gesundheitlich unbedenklich waren. Untersuchungen zur Auswahl und Evaluierung geeigneter Substanzen für die Anwendung bei Synchrotronstrahlung finden sich bei Fischer (2003). Die Methodik der Mikrotomographie mit Synchrotronstrahlung wird in Kapitel 5.2 auf Seite 65 vorgestellt.

Durch Voruntersuchungen von Proben mit unterschiedlichen Konzentrationen (siehe Abbildung 4.3) an Markersubstanzen mit Hilfe der Mikrotomographie am Hamburger Synchrotronstrahlungslabor (HASYLAB) des Deutschen Elektronensynchrotrons (DESY) in Hamburg (siehe Kapitel 5.2) konnten geeignete Substanzen getestet werden. Aufgrund des beschränkten Zugangs zu Messzeiten am Synchrotron konnten nur zwei größere Proben gemessen werden, die jeweils aus mehreren kleinen Proben zusammengesetzt waren, um möglichst viele Varianten beurteilen zu können.

Für die Arbeiten im Rahmen der Tomographieuntersuchungen wurden daraufhin die folgenden Markersubstanzen ausgewählt:

1. Bariumsulfat ( $\text{BaSO}_4$ ), Pulver Fluka Nr.11845 (Fluka, Buchs, Schweiz), mittlere Korngröße 1  $\mu\text{m}$  bis 2  $\mu\text{m}$
2. Iod, Präparat Ultravist® 300 (Schering AG, Berlin), nicht ionisches Röntgenkontrastmittel mit dem Wirkstoff Iopromid (entsprechend 300 mg Iod pro ml), siehe Abbildung 4.4

Die beiden ausgewählten Substanzen unterschieden sich hinsichtlich ihrer Wasserlöslichkeit. Das  $\text{BaSO}_4$  ist in seiner vorliegenden Form wasserunlöslich und es wurde keine Reaktion mit dem Klebharz oder Klebharzkomponenten erwartet. Das Iopromid hingegen ist wasserlöslich und sollte sich daher leichter gleichmäßig in der Leimflotte verteilen. Die Kontrastierung sollte durch die gleichmäßige Verteilung der Substanzen im Klebharz erzielt werden, ohne dass diese sich chemisch an das Klebharz binden und die Aushärtung beeinträchtigen. Mögliche Entmischungsvorgänge wurden zwischen dem  $\text{BaSO}_4$  und der Leimflotte für wahrscheinlich gehalten. Die nicht vorhandene Toxizität in Hinblick auf die Verarbeitung und die problemlose Entsorgung der beiden Substanzen waren ein weiterer Grund für den Einsatz als Kontrastmittel bei der Beleimung. Aus diesem Grunde wurde beispielsweise auf die Überprüfung und Verwendung des häufig für medizinische Präparate verwendeten Osmiums als Markersubstanz verzichtet, da bei der Beleimung und dem Streuen der Matte eine erhebliche Gesundheitsgefährdung bestanden hätte.

Die Markersubstanzen wurden mit einer Konzentration von 15 % bezogen auf den Festharzgehalt der Leimflotte vor der Beleimung der Holzfasern beigemischt und zeigten keine Beeinträchtigung bei der Verarbeitung. Das nicht in Wasser lösliche Bariumsulfat wurde mit Hilfe eines Magnetrührers der fertigen Leimflotte (UF-Harz plus Härter) unter Rühren zugegeben und dann 30 Minuten durchgemischt, bis sich das Pulver gleichmäßig verteilt hatte. Eine Bodensatzbildung im Becherglas war nur nach längerer Standzeit zu beobachten. Das wasserlösliche Iod wurde mit der gleichen Vorgehensweise verarbeitet und zeigte keine Auffälligkeiten. Die Messung des pH-Wertes der Lösungen zeigte eine leichte Verschiebung in Richtung pH 7,5.

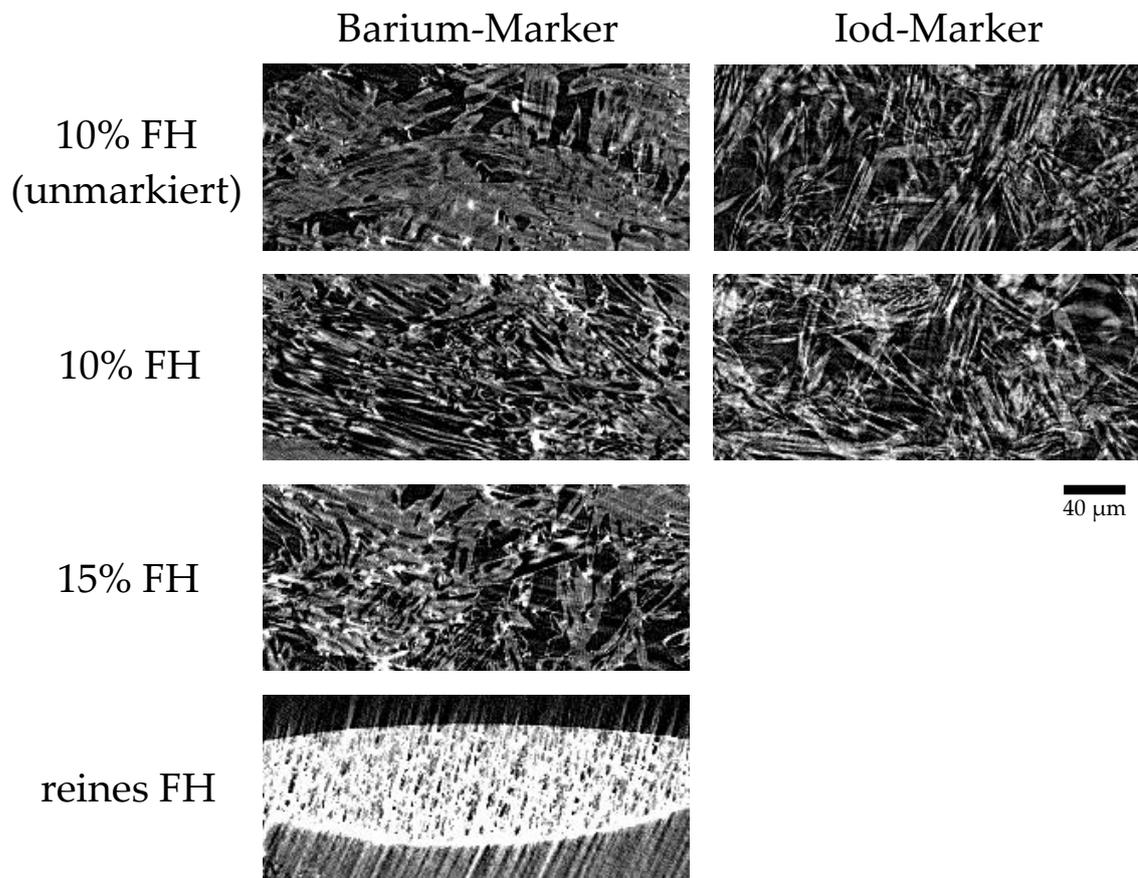


Abb. 4.3:  $\mu\text{CT}$  Schnitte von Vorversuchs-MDF mit Barium-Marker (linke Spalte) und Iod-Marker (rechte Spalte) und unterschiedlichem Festharz-Anteil (FH), mit jeweils 15 % Marker bezogen auf den FH-Anteil. Die weißen, punktförmigen Bereiche in den Schnitten in der linken Spalte stellen detektiertes Barium dar, dessen Konzentration mit zunehmendem FH-Anteil ansteigt. In der rechten Spalte zeigt sich eine leichte Kontrastanhebung durch den Iod-Marker gegenüber der unmarkierten Referenz.

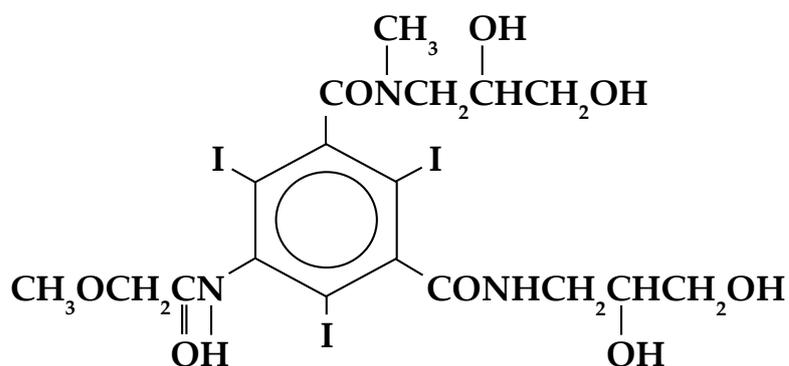


Abb. 4.4: Strukturformel von Iopromid. Als Grundkörper dient Triiodbenzoesäure mit Substituenten, die der Wasserlöslichkeit, der Verminderung der Toxizität und der besseren Ausscheidung dienen. Näheres zur Funktion von Röntgenkontrastmitteln im medizinischen Bereich findet sich bei Mielchen (2005).

Um auszuschließen, dass die beigemengten Marker einen Einfluss auf die Aushärtung des UF-Harzes haben, wurden Gelierzeitmessungen durchgeführt und der pH-Wert der Lösungen bestimmt. Zu beachten war hierbei, dass bei der Gelierzeitmessung ein Festharzanteil von 60 % in der Leimflotte notwendig ist. Die Messung der UF-Harz Referenz und der mit 15 % Bariumsulfat (bezogen auf den Festharzanteil) markierten Probe erfolgte auf der Grundlage dieser Voraussetzung. Die Messungen an der UF-Harz Referenz und der mit 15 % Iod (bezogen auf den Festharzanteil) markierten Probe wurde aufgrund des Wasseranteils der Iodlösung bei einem Festharzanteil von 50 % durchgeführt. Berücksichtigt wurde hierbei, dass mit einer Verringerung des Festharzanteils eine Vergrößerung der Ungenauigkeit der Gelierzeitmessung einhergehen kann.

Der vorbereitete Leimflotte wurde vor Beginn der Messung 1 % Ammoniumsulfat (in 20 %iger Lösung) bezogen auf den Festharzanteil beigefügt, um die Aushärtung zu beschleunigen. Jeweils 5 g der Leimflotte wurden in ein dünnwandiges Reagenzglas eingefüllt und dann in ein Wasserbad mit einer Temperatur von 100 °C verbracht. Mit dem Eintauchen des Reagenzglases in das Wasserbad wurde mit Hilfe einer Stoppuhr die Gelierzeit bestimmt. Mit einem Glasrührer wurde von Hand die Lösung in Bewegung gehalten, bis sich diese merklich verfestigte und die Kondensation einsetzte. Die verstrichene Zeit wurde gestoppt und die Proben miteinander verglichen. Unterschiede in der Gelierzeit zwischen den Mischungen ergaben sich durch den geringeren Festharzanteil. Als Referenz wurde daher eine UF-Harz Lösung mit höherem Wasseranteil eingesetzt, um ebenfalls 50 % Festharzanteil zu erreichen. Bei dem Vergleich der Markersubstanzen mit der jeweiligen Referenzprobe wurden keine Abweichungen in der Gelierzeit gemessen. Es wurde daher davon ausgegangen, dass somit keine messbare Beein-

flussung des Aushärtungsprozesses des UF-Harzes während des Heißpressvorgangs stattfindet. In diesem Zusammenhang wurde auch auf die Herstellung von großen Probenplatten und auf den Vergleich der mechanischen Festigkeiten der markierten Platten verzichtet.

Im Rahmen der Vorversuche zeigte sich, dass bei einem Festharzanteil (FH) von 10 % bezogen auf atro Fasern eine Beimischung von 15 % Marker sinnvoll erschien. Die in Abbildung 4.3 dargestellten Vergleiche der unterschiedlichen FH-Anteile sowohl für den Barium-Marker als auch für den Iod-Marker zeigen die Unterschiede auf. Die BaSO<sub>4</sub>-Partikel sind in den Abbildungen als weiße, punktförmige Absorptionen zu erkennen, die mit zunehmendem FH-Anteil häufiger auftreten. Als Gegenprobe wurde reines Klebharz (100 % FH) mit Barium-Marker tomographiert, sowie eine unmarkierte Referenzprobe verwendet. Die mit Iod-Marker versehene Probe weist gegenüber der Referenzprobe einen erhöhten Kontrast auf, der für die Ermittlung der Verteilung des Klebharzes ebenfalls hilfreich erschien. Die Qualität der in den Vorversuchen tomographierten Proben wurde durch Probleme in der Mikrotomographie-Apparatur zum damaligen Zeitpunkt erheblich verschlechtert, so dass anhand von teilweise verwischten Aufnahmen (siehe Abbildung 4.3) eine Beurteilung der Eignung der Substanzen für den Einsatz in den Hauptversuchen erfolgen musste.

Es konnte nach den Vorversuchen davon ausgegangen werden, dass keine chemische Bindung des Bariumsulfates an das Klebharz stattgefunden hatte, aber eine mögliche gleichmäßige Verteilung auf den Fasern gewährleistet war. Für das Iod konnte eine Bindung an das Klebharz aufgrund der gleichmäßigen Verteilung nicht ausgeschlossen werden.

Eine Evaluierung der Klebharzverteilung in den Laborplatten der Hauptversuche erfolgte mit Hilfe von Mikrotomographieuntersuchungen in Kapitel 5.2 sowie mit REM- und ESEM-Untersuchungen an ausgewählten Proben (Kapitel 5.1.1 und 5.1.2) sowie mit TEM-Untersuchungen an Ultradünnschnitten der Probenplatten (Kapitel 5.1.3).

### 4.2.2 Industrieplatten

Für die Mikrotomographieuntersuchungen wurde als Referenz eine annähernd einheitliche Rohdichte sowie eine industriell gestreute Faserstruktur benötigt. Um die Struktur der im Labor hergestellten Platten mit der Struktur von industriell hergestellten Platten vergleichen zu können, wurde eine 7 mm starke Industrie MDF-Platte eines bekannten Herstellers als Referenz verwendet. Von zwei Proben dieser Platte wurden Rohdichteprofile über die Plattendicke aufgenommen, sowie weitere mechanische Untersuchungen der Platte analog zur Herstellung der MDF-Laborplatten durchgeführt. Dieser Plattentyp wird im Folgenden als Industrie MDF bezeichnet.

### 4.3 Faserplatten aus Holzfasern und Nicht-Holz-Naturfasern

In Ergänzung zu der Herstellung von Laborplatten aus Holzfasern wurden Laborplatten aus Kombinationen von Holzfasern und Nicht-Holz-Naturfasern entwickelt, die durch die Mischung mit Nicht-Holz-Naturfaserbündeln höhere mechanische Festigkeiten aufweisen sollten. Zum Vergleich wurden unorientierte und orientierte Laborplatten aus Nicht-Holz-Naturfasern hergestellt.

Die hergestellten Plattentypen und Bezeichnungen sind in Tabelle 4.6 zusammengefasst und werden im Folgenden beschrieben.

Tabelle 4.6: Übersicht über die MDF-Proben mit Nicht-Holz-Naturfaseranteil (Klebstoff = Menge und Typ des Klebstoffes auf Basis Fasern).

Typ	Zielrohddichte (kg/m <sup>3</sup> )	Dicke (mm)	Klebstoff	Rohstoff
MDF-H	800	5	10 % PMDI	50 % Hanf
MDF-S	800	5	10 % PMDI	50 % Sisal
VS	800	5	10 % UF	100 % Sisal
Kenaf 90°	800	4	25 % PF	100 % Kenaf

#### 4.3.1 MDF mit Nicht-Holz-Naturfaserbeimischung

Analog zu der Herstellung der MDF-Laborplatten aus Holzfasern wurden nach dem gleichen Prinzip verschiedene Mischungen aus Holz- und Nicht-Holz-Naturfasern hergestellt. Für die mikroskopischen und mechanischen Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei herzustellende Plattentypen ausgewählt:

- MDF-H: 5 mm MDF mit einer Zielrohddichte von 800 kg/m<sup>3</sup> aus 50 % Holzfasern und 50 % Hanffaserbündeln
- MDF-S: 5 mm MDF mit einer Zielrohddichte von 800 kg/m<sup>3</sup> aus 50 % Holzfasern und 50 % Sisalfaserbündeln

Da die Platten im Rahmen einer Versuchsserie zur Herstellung von verstärkten MDF entwickelt wurden, wurde als Bindemittel der Isocyanat-Klebstoff (PMDI) DESMODUR® 1520 A20 der Firma Bayer (Leverkusen) verwendet. Die durch Verwendung von längeren Nicht-Holz-Naturfasern verstärkten MDF sollten eine höhere mechanische Festigkeit aufweisen.

Die Hanf- und Sisalfaserbündel für diese Platten wurden manuell auf 2 cm Länge geschnitten. Der Belegungsgrad für beide Plattentypen wurde auf 10 % festgelegt

und eine gemeinsame Beleimung von Holz- und Nicht-Holz-Naturfasern mit dem PMDI im Labormischer durchgeführt. Eine anschließende Auflockerung im Fluffer sorgte für eine gleichmäßige Verteilung der Fasern und Faserbündel. Die Faserplatte wurde von Hand gestreut und bei 180 °C mit dem gewählten Standard-Pressprogramm verpresst.

Nach dem Öffnen der Presse wurden die Platten entnommen, gewogen und die Dicke gemessen. Danach wurden die Platten bei 20 °C und 65% relativer Feuchtigkeit 14 Tage lang konditioniert und dann anhand des Schnittplanes gemäß Abbildung 5.7 aufgeteilt und die Probenkörper für die mechanischen und mikroskopischen Untersuchungen hergestellt. Die Verarbeitungsbedingungen entsprachen der Aufbereitung der mit dem UF-Harz beleimten Platten. Die mechanischen Eigenschaften können jedoch nicht ohne weiteres miteinander verglichen werden, da es sich sowohl um zwei unterschiedliche Klebstoffsysteme, deren Reaktionsmechanismen und Affinitäten deutliche Unterschiede aufweisen, als auch um unterschiedliche Nicht-Holz-Naturfasern handelt. Die Auswahl dieser Plattentypen für die Untersuchung der Mikrostruktur beruhte auf der Plattenstruktur, die unabhängig vom eingesetzten Klebharz betrachtet wurde.

### 4.3.2 Unorientierte Sisal-Faserplatte

Zusätzlich zu den MDF mit Nicht-Holz-Naturfaserbeimischung wurde eine unorientierte Faserplatte ausschließlich aus mit UF-Harz beleimten Sisalfaserbündeln hergestellt. Hierzu wurden auf 2 cm Länge geschnittene Sisalfaserbündel verwendet und entsprechend der in Abschnitt 4.3.1 angegebenen Herstellbedingungen unorientiert gestreut und anschließend verpresst. Der Plattentyp wird im Folgenden mit der Bezeichnung VS verwendet.

Die fertige und konditionierte 5 mm Sisal-Faserplatte mit einer Rohdichte von 800 kg/m<sup>3</sup> und einem Beleimgrad von 10% UF-Harz wurde analog der Prüfbedingungen für die anderen Faserplatten getestet und mikroskopisch untersucht.

### 4.3.3 Orientierte Kenaf-Faserplatten

Zur Erhöhung der Tragfähigkeit von Beplankungen im Hausbau wurden am Laboratory of Sustainable Materials 4 mm starke Platten mit orientierten Faserlagen aus Kenaffaserbündeln entwickelt. Ausgangspunkt hierfür sind im industriellen Maßstab gefertigte Platten der Firma Matsushita Electric Works Ltd. (Tokio, Japan) für den Einsatz im Baubereich, die als Substitutionsprodukt für 9 mm Sperrholz eingesetzt werden.

Die Zielrohddichte wurde auf 800 kg/m<sup>3</sup> festgelegt. Es wurden drei verschiedene Plattentypen mit jeweils fünf Schichten zum Vergleich der mechanischen Eigen-

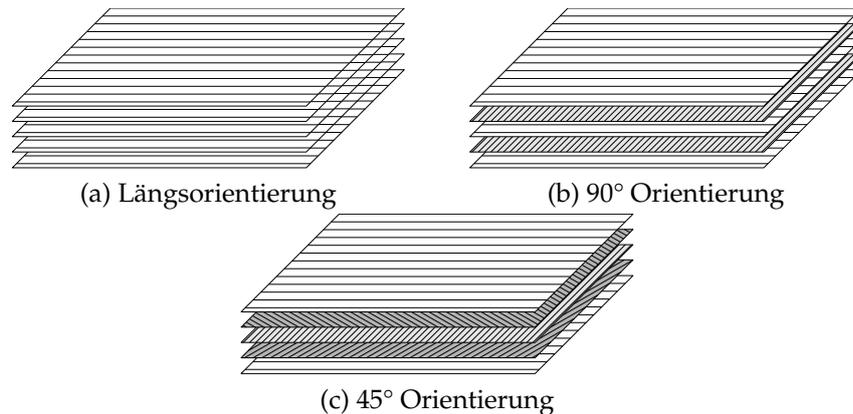


Abb. 4.5: Varianten der Kenaf-Faserplatten mit (a) Orientierung in Längsrichtung  $0^\circ$ , (b) Orientierung  $0^\circ$ - $90^\circ$ - $0^\circ$ - $90^\circ$ , (c) Orientierung  $0^\circ$ - $45^\circ$ - $90^\circ$ - $135^\circ$ - $0^\circ$ . Die Plattengröße beträgt  $500 \text{ mm} \times 600 \text{ mm}$ .

schaften vorgesehen (siehe Abbildung 4.5). Jede der fünf Schichten bestand aus vier Lagen orientierter phenolharzimprägnierter Kenaffaserbündel-Streifen.

Die auf der Rolle befindlichen 12 cm breiten Bahnen mit den in Längsrichtung orientierten Faserbündeln wurden durch eine Imprägnierlösung aus hochmolekularem PF-Harz Typ PL-2818 (Festharzanteil 73,6 %) und einem niedermolekularem PF-Harz Typ PL-3725 (Festharzanteil 53,5 %) der Firma Gunei Chemical Industry Co. Ltd. (Osaka, Japan) geführt. Die Imprägnierlösung wurde durch die Zugabe von Ethanol und Wasser so eingestellt, dass das Faserband beim Durchgang durch die Lösung eine Menge von 12,5 % hochmolekularem PF-Harz und 12,5 % niedermolekularem PF-Harz aufnahm. Das niedermolekulare PF-Harz wurde für die Imprägnierung der Faserbündel verwendet, wo hingegen das hochmolekulare PF-Harz ausschließlich dem Verbund der Faserbündel untereinander diente. Zusätzlich wurden vergleichende Versuche zu den mechanischen Festigkeiten und zur Dauerhaftigkeit gegenüber Termiten und Pilzen durchgeführt.

Nach dem Durchgang durch das Imprägnierbad wurde das Faserband durch eine Rollenpresse geführt, um die überschüssige Imprägnierlösung abzapfen zu lassen. Im Anschluss wurde das Faserband in 50 cm lange Abschnitte gekappt und für 24 h bei Raumtemperatur vorgetrocknet. Danach wurden die einzelnen Streifen gemäß der gewünschten Rohdichte und Orientierung zu Fasermatten mit einer Größe von  $500 \text{ mm} \times 600 \text{ mm}$  zusammengelegt und bei  $160^\circ \text{C}$  für 10 Minuten in einer Laborpresse verpresst. Die Presszeit von 10 Minuten wurde gewählt, um das Phenolharz vollständig auszuhärten und um eine Nachkonditionierung zu vermeiden. Mit Hilfe von Distanzleisten wurde die Plattendicke von 4 mm eingestellt und es wurden zwei Platten je Plattentyp hergestellt.

#### *4 Material*

---

Nach der Herstellung der Faserplatten wurden diese für 14 Tage bei 20 °C und 65 % relativer Feuchte im Normklima konditioniert und dann die Probenkörper für die mechanischen Untersuchungen zugeschnitten. Geprüft wurden die Proben nach dem Japanese Industrial Standard JIS A 5905 (2003) für Faserplatten.

## 5 Methoden

Die in dieser Arbeit vorgestellten Methoden umfassen experimentelle Untersuchungen an unterschiedlichen Forschungseinrichtungen im In- und Ausland, die im Rahmen der Dissertation aufgesucht wurden. Ein Großteil der vorliegenden Experimente wurde am Zentrum Holzwirtschaft der Universität Hamburg entwickelt und ausgeführt. Die Mechanischen Untersuchungen wurden größtenteils an den Prüfeinrichtungen im Technikum des Arbeitsbereiches Mechanische Holztechnologie des Zentrums Holzwirtschaft durchgeführt. Die Herstellung von orientierten Faserplatten aus Kenaf-Fasern wurden im Labor der Arbeitsgruppe Sustainable Materials von Prof. S. Kawai an der Kyoto University in Japan im Rahmen eines sechsmonatigen Forschungsaufenthaltes in 2005 vorgenommen. Die elektronenmikroskopischen Untersuchungen konnten am Institut für Holzbiologie und Holzschutz der Bundesforschungsanstalt für Forst- und Holzwirtschaft sowie am Max-Planck-Institut für Kolloid- und Grenzflächenforschung in Gölmling ausgeführt werden.

Im Rahmen eines gemeinsamen Forschungsprojektes wurden Messeinrichtungen der GKSS am Hamburger Synchrotronstrahlungslabor (HASYLAB) des Deutschen Elektronen Synchrotrons (DESY) in Hamburg für Mikrotomographieuntersuchungen genutzt. Die gewonnenen 3D-Daten wurden zusammen mit der Arbeitsgruppe Kognitive Systeme des Departments Informatik der Universität Hamburg aufbereitet und ausgewertet.

Die folgenden Abschnitte beschreiben die Methodik und den Aufbau der Messeinrichtungen.

## 5.1 Mikroskopische Untersuchungen

Die konventionelle Durchlichtmikroskopie zur Untersuchung der Mikrostruktur der Fasern und Faserwerkstoffe wurde nur zur Orientierung und Auswahl von Untersuchungsbereichen eingesetzt, da diese in Bezug auf die benötigte Schärfentiefe und das Auflösungsvermögen bei sehr kleinen Strukturen an ihre Grenzen stößt. Auf Grundlage der Beschreibungen von Latzke und Hesse (1988) zu den Vorteilen der Elektronenmikroskopie gegenüber der Lichtmikroskopie bei der Untersuchung von Naturfasern wurde ein kombinierter Ansatz aus Rasterelektronenmikroskopie und Transmissionselektronenmikroskopie gewählt.

### 5.1.1 Rasterelektronenmikroskopie REM

Die Rasterelektronenmikroskopie liefert hochauflösende Aufnahmen von Querschnitten und Oberflächenstrukturen einzelner Fasern und Faserwerkstoffe. Die Untersuchungen wurden an einem Gerät der Firma Hitachi Typ S-520 am Institut für Holzbiologie und Holzschutz der BFH durchgeführt. Die Erregerspannung lag bei 15 kV bei unterschiedlichen Vergrößerungsgraden von  $30\times$  bis  $1.700\times$ .

Für die Präparation der Einzelfasern und Faserbündel wurde Probenmaterial im Querschnitt und im Längsschnitt vorbereitet und auf Probenträger aufgebracht. Quadratische Faserplattenproben mit einer Kantenlänge von 5 mm wurden mit Apollo-Klingen und Wilkinson-Rasierklingen zugeschnitten und auf Probenträger aufgeklebt. Das Bedampfen mit Gold (Sputtern) der Präparate erfolgte mit einem Gerät der Firma BIO-RAD SEM Coating System Typ SC 510. Die Proben wurden 165 Sekunden bei einer Spannung von 2 kV und einem Plasmastrom von 20 mA bedampft. Für die Betrachtung der Quer- und Längsschnitte von einzelnen Faserbündeln wurde der Bedampfungsvorgang zweimal durchgeführt, um eine Aufladung der Proben im REM zu verringern.

Die Proben wurden im REM betrachtet und repräsentative Bereiche für Aufnahmen ausgewählt. Die Aufnahmen der ausgewählten Probenbereiche wurden mit Hilfe eines digitalen Bildaufnahmesystems DISS 5 und der Bildauswertungssoftware Digital Image Processing System (DIPS) Version 2.6.3.4 der Firma Point Electronic (Halle/Saale) durchgeführt. Es wurde eine Bildgröße von  $1.500 \text{ Pixel} \times 1.200 \text{ Pixel}$  bei einer Auflösung von  $300 \text{ dpi} \times 300 \text{ dpi}$  gewählt. Die Aufnahmen wurden mit einem Maßstab versehen und als Grafikdatei im TIFF-Format gespeichert.

### 5.1.2 Umweltrasterelektronenmikroskopie ESEM mit EDX

Untersuchungen zur Klebharzverteilung auf beleimten Holzfasern und in MDF-Proben zum Nachweis der Markersubstanzen, sowie die Identifizierung von hochabsorbierenden Bereichen auf Sisalfaserbündeln wurden am Max-Planck-Institut für Kolloid- und Grenzflächenforschung in Golm, Abteilung Biomaterialien, an einem Environmental Scanning Electron Microscope (ESEM) Typ 600 F der Firma FEI durchgeführt. Das Gerät kann im Hochvakuum, Niedrigvakuum sowie im ESEM-Modus betrieben werden und Sekundärelektronen (SE) und Rückstreu-elektronen (Backscatteredelektronen bzw. BSE) detektieren, um Oberflächentopographien abzubilden bzw. das Vorhandensein von Elementen mit höheren Ordnungszahlen aufzuzeigen. Johnsen et al. (1995) zeigten bereits erfolgreich die Möglichkeit auf, mit Hilfe von Bromverbindungen ligninreiche Zonen auf der Faser Oberfläche von Refiner-Holzfasern für die Betrachtung mit Hilfe der Rückstreuelektronendetektion zu markieren.

Der Vorteil eines ESEM liegt darin, dass die Proben in der Regel nicht bedampft werden müssen und nach der Untersuchung für weitere Aufgaben verwendet werden können. Zusätzlich kann im ESEM-Modus ein definiertes Klima (Temperatur und relative Feuchte) in der Probenkammer eingestellt werden. Eine ausführliche Beschreibung des Aufbaus und der Funktionsweise eines modernen ESEM gibt Donald (2003). Bei Turkulin et al. (2005a,b) finden sich umfangreiche Betrachtungen der Einsatzmöglichkeiten des ESEM in der Holzforschung.

Die Untersuchungen an den vorbereiteten Proben wurden am ESEM des Max-Planck Institutes im Niedrigvakuumbereich mit unbedampften Proben im SE und BSE Betrieb durchgeführt. Die Holz- und Sisalfasern sowie die MDF-Proben wurden bei Vergrößerungen von  $1.000\times$  bis  $4.000\times$  bei einer Erregerspannung von 5 kV bis 8 kV im Niedrigvakuum bei 99,99 Pa bis 130,65 Pa (entsprechend 0,75 Torr bis 0,98 Torr) betrachtet und der Länge nach bei  $1.000\times$  Vergrößerung aufgenommen. Zusätzlich wurden repräsentative Bereiche bei Vergrößerungen von  $4.000\times$  bis  $10.000\times$  abgebildet. Die Auflösung der digitalen Aufnahmen wurde auf  $1.024 \text{ Pixel} \times 943 \text{ Pixel}$  festgelegt.

Der Nachweis der im BSE-Modus erkannten Markersubstanzen mit Hilfe einer Elektronenstrahl Mikroanalyse mit einem energiespezifischen Röntgenspektrometer (Energy Dispersive X-Ray Microanalysis System = EDX) wurde in Ergänzung zu den Arbeiten am ESEM an einem Zeiss DSM 940A Rasterelektronenmikroskop durchgeführt, um die korrekte Identifizierung der Markersubstanzen zu bestätigen. Die Untersuchungen wurden an mit Iod und Barium markierten beleimten Fasern sowie an ausgewählten Sisalfaserbündeln durchgeführt, die Auffälligkeiten aufwiesen. Die Arbeiten hierzu wurden in der Abteilung Kolloidchemie des Max-Planck Institutes durchgeführt.

Bei der EDX-Untersuchung wird die Wechselwirkung des Elektronenstrahls eines Rasterelektronenmikroskops mit den in der Probe vorhandenen Elementen genutzt, die eine charakteristische Röntgenstrahlung emittieren, die von einem Detektor aufgefangen und als Spektrum dargestellt werden kann. Hierbei ist es möglich, die Verteilung eines Elementes in der Probe sowohl qualitativ als auch quantitativ zu bestimmen. Qualitativ ist dieses durch die Analyse des Emissionsspektrums an einer Stelle der Probe im so genannten Spot-Scan möglich, der für bestimmte Kanäle (Breite typischerweise 10 eV bis 20 eV) die Häufigkeit der Impulse (Röntgenquanten) misst und anhand dessen typische Spektren bestimmter Elemente identifiziert werden können. Im so genannten Mapping-Mode kann in einem definierten Ausschnitt auf der Probe eine Aufnahme der Verteilung verschiedener Elemente vorgenommen werden. Die Bereiche, in denen das betreffende Element vorkommt, werden mit einer dem Element zugeordneten Farbe und in der Intensität der Häufigkeit der gemessenen Impulse markiert. Das so gewonnene Bild kann mit der originalen REM-Aufnahme überlagert werden und zeigt dann die Konzentrationsverteilung des Elementes auf der Probe.

### 5.1.3 Transmissionselektronenmikroskopie TEM

Für die mikroskopischen Untersuchungen der Faserstruktur auf Zellwandebene stand ein Transmissionselektronenmikroskop der Firma Philips Typ CM 12 am Institut für Holzbiologie und Holzschutz der BFH zur Verfügung.

Für die Präparation der Untersuchungsobjekte wurden zwei verschiedene Einbettungsverfahren ausgewählt:

1. Einbettung nach Spurr (1969) mit einer aufsteigenden Entwässerungsreihe
2. Direkteinbettung in Spurr-Epoxidharz

Die Einzelfasern und Faserbündel wurden für die Herstellung von Querschnitten zur Untersuchung im TEM über eine sechsstufige Propylenoxid-Epoxidharz-Infiltration in reines Spurr-Epoxidharz überführt (Spurr, 1969). Das Faserplattenmaterial für die Untersuchungen im TEM wurde mit einer Direkteinbettung in Spurr-Epoxidharz fixiert. Die Einbettung in reines Harz, ohne das übliche Verfahren einer aufsteigenden Aceton-Entwässerungsreihe, für die Faserplattenproben wurde ausgewählt, um ein Quellen des Probenmaterials zu minimieren. Der hohe Wasseranteil zu Beginn der Entwässerungsreihe hatte bei Voruntersuchungen zu einem starken Quellen der Probe geführt und machte die Proben unbrauchbar, da Klebeverbindungen zwischen den Fasern gelöst wurden und sich Veränderungen in der Struktur ergaben. Die Plattenproben wurden auf eine Größe von 5 mm × 5 mm × 5 mm geschnitten und mit Hilfe von Rasierklingen saubere Schnittkanten erzeugt, um eine gute Eindringung der Harzlösung zu gewährleisten. Danach wurden die Plattenproben in Rollgläser gelegt, die Harzlösung auf-

geträufelt und die Gläser in einen Exsikkator verbracht. Durch Anlegen eines Vakuums und anschließendes Belüften wurde die verbliebene Luft aus den Proben verdrängt. Ein mehrmaliges Wiederholen des Vorgangs war notwendig, um eine vollständige Durchdringung und Verdrängung der eingeschlossenen Luft zu erlangen. Anschließend wurden die imprägnierten Proben in einem Wärmeschrank bei 70 °C ausgehärtet.

Für die Vorauswahl der zu untersuchenden Bereiche wurden Semidünnschnitte mit einer Dicke von 1 µm an einem Ultramikrotom (Typ Ultracut E der Firma Reicher-Jung) hergestellt. Die Schnitte wurden auf einen Objektträger aufgebracht und mit Hilfe einer Wärmeplatte bei 70 °C gestreckt und auf dem Objektträger angetrocknet. Eine anschließende Färbung mit 1%iger Borax-Toluidinblau-Lösung und 1%iger Pyronin G-Lösung im Verhältnis 4:1, gefolgt von einem Waschvorgang in Aqua bi-dest. und Ethanol, sorgte für eine Kontrastierung der Schnitte zur Vorauswahl der Bereiche im Lichtmikroskop. Die gewünschten Bereiche des Schnittes wurden visuell ausgewählt und Ultradünnschnitte mit einer Dicke von 100 nm angefertigt. Die Schnitte wurden unter dem Diamantmesser des Ultramikrotoms aufgefangen und mit einer Lösung von Chloroform und Xylol im Verhältnis 1:1 gestreckt und auf mit Formvar befilmte und unbefilmte 3 mm große Kupfernetze mit 100 Maschen bzw. 300 Maschen aufgebracht. Im Anschluss daran erfolgte für die Faserproben eine Kontrastierung mit Kaliumpermanganat (KMnO<sub>4</sub>).

Die Betrachtung der Querschnitte der Einzelfasern und Faserbündel sowie der Faserplatten im TEM erfolgte bei unterschiedlichen Vergrößerungen und mit Beschleunigungsspannungen von 60 kV bis 80 kV. Anhand der fotografischen Aufnahmen der Proben wurde eine Charakterisierung des Aufbaus der Fasern und der Faserplatten durchgeführt, sowie die Klebharzverteilung zwischen den Fasern qualitativ ausgewertet.

## 5.2 Mikrotomographie

Die Mikrotomographieuntersuchungen ( $\mu$ CT) von Faserwerkstoffen aus Holzfasern und Nicht-Holz-Naturfasern wurden am Hamburger Synchrotronstrahlungslabor (HASYLAB) des DESY in Hamburg durchgeführt. Hierzu stehen am Speicherring DORIS III 43 Messplätze zur Verfügung, die für bestimmte Anwendungen konstruiert und ausgestattet sind.

Die Synchrotronstrahlung, die für die Messungen zum Einsatz kommt, entsteht, wenn energiereiche Elektronen durch Ablenkmagnete oder größere Magnetstrukturen, wie z. B. so genannte Wiggler, beschleunigt werden. Die Vorteile der Synchrotronstrahlung gegenüber konventioneller Röntgenstrahlung besteht in einer hohen Parallelität der Strahlen und der Möglichkeit, die Intensität der Strahlung dem zu untersuchenden Probenmaterial und der Probengröße anzupassen. Ein Vergleich der beiden Systeme findet sich bei Bernhardt et al. (2004). Des Weiteren lässt sich der Synchrotronstrahl sehr scharf bündeln und polarisieren und die gewünschte Wellenlänge herausfiltern. Die Strahlung selbst kann außerdem über einen längeren Zeitraum sehr konstant gehalten werden. Durch diese Einstellmöglichkeiten lassen sich sowohl schnell ablaufende chemische Reaktionen, als auch verschiedenste Strukturen von Molekülen und Werkstoffen untersuchen.

Für die Datenauswertung nutzt man hierbei das unterschiedliche Absorptionsverhalten der zu untersuchenden Substanzen bei elektromagnetischer Strahlung. Die gewonnenen Messdaten werden schichtweise rekonstruiert und zu einem dreidimensionalen Datensatz zusammengefügt, der sich anschließend beliebig verarbeiten und darstellen lässt. Die erzielbaren Ortsauflösungen am HASYLAB liegen im Bereich von 2  $\mu$ m bis 5  $\mu$ m bei einer Photonenenergie von 8 keV bis 60 keV.

### 5.2.1 Messeinrichtung am BW2 des HASLYAB

Die Mikrotomographieuntersuchungen wurden am Röntgenwiggler-Messplatz BW2 des HASYLAB durchgeführt. Auf die Beschreibung des Aufbaus und der Funktionsweise eines Synchrotrons sowie des Speicherrings DORIS III, dem der Messplatz angehört, soll im Rahmen dieser Arbeit nicht näher eingegangen werden. Ausführliche Informationen zum Aufbau und der Funktionsweise sind auf der Internetseite des HASYLAB (<http://www-hasylab.desy.de>) zu finden.

Den Aufbau und die Funktionsweise des Messplatzes BW2 mit den optischen Einrichtungen und dem installierten Silizium-Doppelkristall-Monochromator beschreiben Drube et al. (1995). Der Synchrotronstrahl wird durch Biegen von zwei Monochromatorkristallen fokussiert und trifft dann auf das zu untersuchende Objekt. Die Photonenenergie am Messplatz BW2 kann von 8 keV bis 25 keV eingestellt werden. Für die Untersuchungen der Proben wurde eine Photonenenergie

von 12 keV gewählt. Die Vorversuche sowie die ergänzenden Untersuchungen wurden jeweils bei 14,5 keV bzw. 10 keV durchgeführt.

Die eingesetzte Mikrotomographieapparatur wurde von der Außenstelle des GKSS-Forschungszentrums in Geesthacht am DESY betrieben und für hochauflösende Mikrotomographieuntersuchungen an Werkstoffen und organischen Materialien entwickelt. Die Mikrotomographieapparatur selbst ist am Messplatz BW2 in einer abgeschlossenen Messkammer aus 30 mm starken Aluminium-Blei-Sandwichplatten zur Strahlungsabschirmung untergebracht, die nur zum Probenwechsel betreten werden kann. Die Steuerung der gesamten Apparatur mit ihren Stellmotoren erfolgt rechnergestützt außerhalb der Messkammer. Die Messungen wurden im Absorptionsmodus durchgeführt. In Abbildung 5.1 ist schematisch die Funktionsweise der Mikrotomographieeinrichtung im Absorptionsmodus dargestellt, dessen ausführliche Beschreibung sich bei Beckmann (1998), Donath et al. (2004) und Donath (2006) findet.

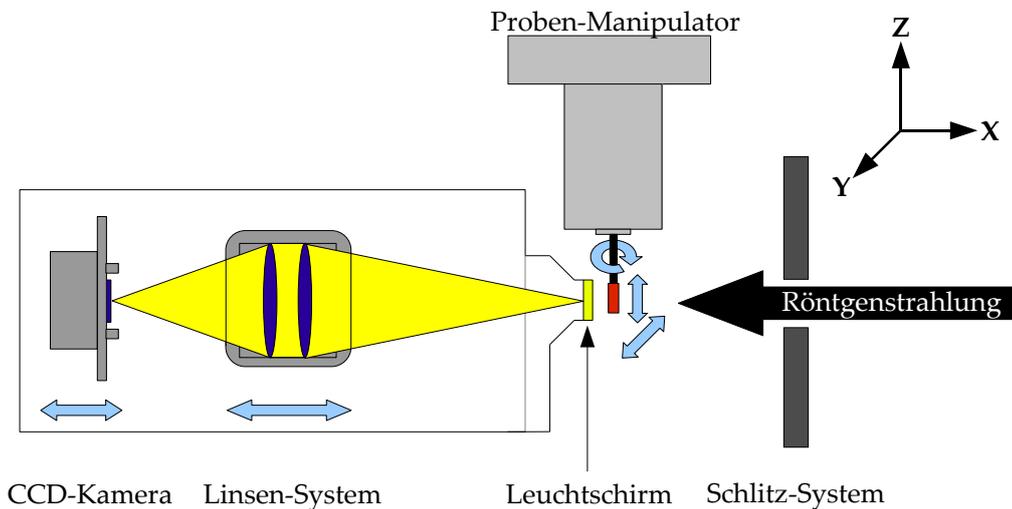


Abb. 5.1: Schema der Mikrotomographieeinrichtung der GKSS am HASYLAB nach Beckmann (1998). Die Probe auf dem Probenhalter wird linear in X- und Y-Richtung justiert und um die Z-Achse gedreht.

Der von rechts kommende parallelisierte, monochromatische Synchrotronstrahl wird durch ein Schlitzsystem gebündelt und trifft auf die zu untersuchende Probe, die an der Spitze eines drehbaren Probenhalters befestigt ist, der über eine Aufnahme mit einem in X- und Y-Richtung beweglichen Probenmanipulator verbunden ist. Ein hinter der Probe installierter 2D-Leuchtschirm absorbiert den einfallenden Synchrotronstrahl und wandelt ihn in sichtbares Licht um, welches über ein optisches Linsensystem auf eine CCD-Kamera abgebildet wird. Die Position des Linsensystems und der Kamera ist in Richtung des einfallenden Strahls zum Leuchtschirm hin verstellbar, um verschiedene Vergrößerungen erzielen zu können.

nen und um Probenkörper mit einem Durchmesser von 1 mm bis 30 mm untersuchen zu können. Nicht dargestellt ist ein zusätzlicher Verschluss zwischen Schlitzsystem und Untersuchungsobjekt, um die Probe während des Auslesens der CCD-Kamera vor dem einfallenden Strahl zu schützen und um die Strahlenbelastung der Probe gering zu halten. Zusätzlich zu den Aufnahmen wurden alle Parameter der Messungen automatisch mitprotokolliert.

Ergänzend zu den Untersuchungen wurden die Temperatur und die relative Luftfeuchte aufgezeichnet. Das Klima in der Messkammer wurde mit Hilfe von mobilen Datenloggern des Typs FeuchteLog 302 der Firma Driesen & Kern GmbH (Bad Bramstedt) über einen längeren Messzeitraum bestimmt. Erfasst wurden die Werte über den Zeitraum einer Messung (6 Stunden) in ein Minuten-Schritten sowie über einen Zeitraum von vier Wochen in ein Stunden Schritten, um mögliche größere Abweichungen im Raumklima zu erkennen, da eine Klimaanlage mit einer Entfeuchtungseinheit in der Messkammer installiert war, deren Parameter noch nicht messtechnisch erfasst wurden. Zwei Datenlogger (Kurzzeit- und Langzeit-Messung) wurden unterhalb der Probe in der Mikrotomographieapparatur positioniert, ein weiterer Datenlogger (Langzeit-Messung) wurde außerhalb der Apparatur aufgestellt. Das Auslesen der Logger und die Datenauswertung erfolgten in Anschluss an die Messungen.

Die Messung der Raumtemperatur und der relativen Luftfeuchte im Zeitraum einer Untersuchung ergab eine mittlere Raumtemperatur von 21,4 °C mit einer relativen Feuchte von 22 %. Durch die Betrachtung der Sorptionsisotherme von *Pinus sylvestris L.* bei Niemz (1993) und die Ermittlung des zu erwartenden Holzfeuchtegleichgewichts von  $u_{gl} \approx 4,5\%$  der Proben anhand der Untersuchungen von Keylwerth (1969) konnte ausgeschlossen werden, dass eine Bewegung der Proben während der Aufnahmen aufgrund von Quellungs- und Schwindungsvorgängen stattfinden würde.

### 5.2.2 Probenvorbereitung

Die Probenauswahl für die Untersuchungen umfasste jeweils eine Probe aus den in Kapitel 4.2 und 4.3 hergestellten Faserplatten:

1. MDF 300, MDF 500, MDF 800 und MDF 1000
2. MDF 300 Iod, MDF 500 Iod, MDF 800 Iod und MDF 1000 Iod
3. MDF 300 Barium, MDF 500 Barium, MDF 800 Barium und MDF 1000 Barium
4. Industrie MDF
5. MDF-S (50 % Sisal)
6. MDF-H (50 % Hanf)
7. VS (100 % Sial)
8. Kenaf 90° (100 % Kenaf)

Mikrotomographieuntersuchungen an sehr kleinen Faserplattenproben wurden bislang nicht in der Literatur beschrieben und die Vorbereitung der Proben musste unter Berücksichtigung der hohen Empfindlichkeit gegenüber mechanischen Einwirkungen und der Gefahr der Beeinflussung des Gefüges erfolgen.

Nach einer Rohdichteprofilmessung an 50 mm × 50 mm großen Plattenproben wurden diese an einer Kreissäge mit einem feinen Sägeblatt der Länge nach eingeschnitten, um 2 mm breite Stege zu erhalten. Die Unterseite der Stege wurde farblich markiert, um später die Ober- und Unterseite der Platte unterscheiden zu können. Die Stege wurden mit einer Rasierklinge herausgetrennt und unter einem Auflichtmikroskop begutachtet. Danach wurden quadratische Blöcke mit einer Kantenlänge von 2 mm mit Hilfe einer Apollo-Klinge hergestellt.

Besonderer Wert wurde auf winklige und gerade Kanten gelegt, eventuelle Abweichungen wurden mit einer Wilkinson-Rasierklinge beseitigt und geeignete Proben im Auflichtmikroskop ausgewählt. Aufgrund des ausgeprägten Rohdichteprofiles und der damit einhergehenden Änderung der Dichteverteilung senkrecht zur Plattenoberfläche war ein vorsichtiges Herangehen notwendig.

Die Probenherstellung aus orientierten Kenaf-Faserplatten war nur mit den in Spurr-Epoxidharz eingebetteten Proben möglich, die auf die passende Größe von 2 mm × 2 mm × 4 mm zugeschnitten wurden.

Sämtliche Proben wurden nach dem Zurechtschneiden in verschließbaren Küvetten aufbewahrt. Eine Klimatisierung fand bei der Lagerung im Probenraum des HASYLAB auf das Umgebungsklima der Messkammer statt, welches mit den Datenloggern erfasst wurde. Zu beachten ist hierbei, dass bei der ermittelten Temperatur von 21,4 °C und der relativen Luftfeuchte von 22 % keine Strukturänderungen der Probe durch Quellung oder Schwindung zu erwarten waren.

Vor dem Beginn der Mikrotomographieuntersuchungen wurden die Proben mit der markierten Unterseite der Faserplatte mit einem Zweikomponenten-Epoxidharzkleber (UHU plus schnellfest) auf die Spitze des Probenhalters geklebt und achsenparallel ausgerichtet (siehe Abbildung 5.2). Die Aufnahme erfolgte von der Oberseite der hängenden Faserplattenprobe beginnend bis über den Bereich der Mittelschicht hinaus von unten nach oben in der Mikrotomographie-Apparatur.

Zum besseren Verständnis ist in Abbildung 5.2 das aus den Tomographieaufnahmen rekonstruierte 3D-Volumen und ein XZ-Querschnitt dargestellt, um die Relation zwischen den folgenden Abbildungen und der Originalprobe zu verdeutlichen. Zu beachten ist im folgenden, dass aufgrund des symmetrischen Rohdichteprofiles nicht die komplette Länge der Proben von 5 mm in Z-Richtung tomografiert wurde, sondern nur ein Bereich von ca. 4 mm.

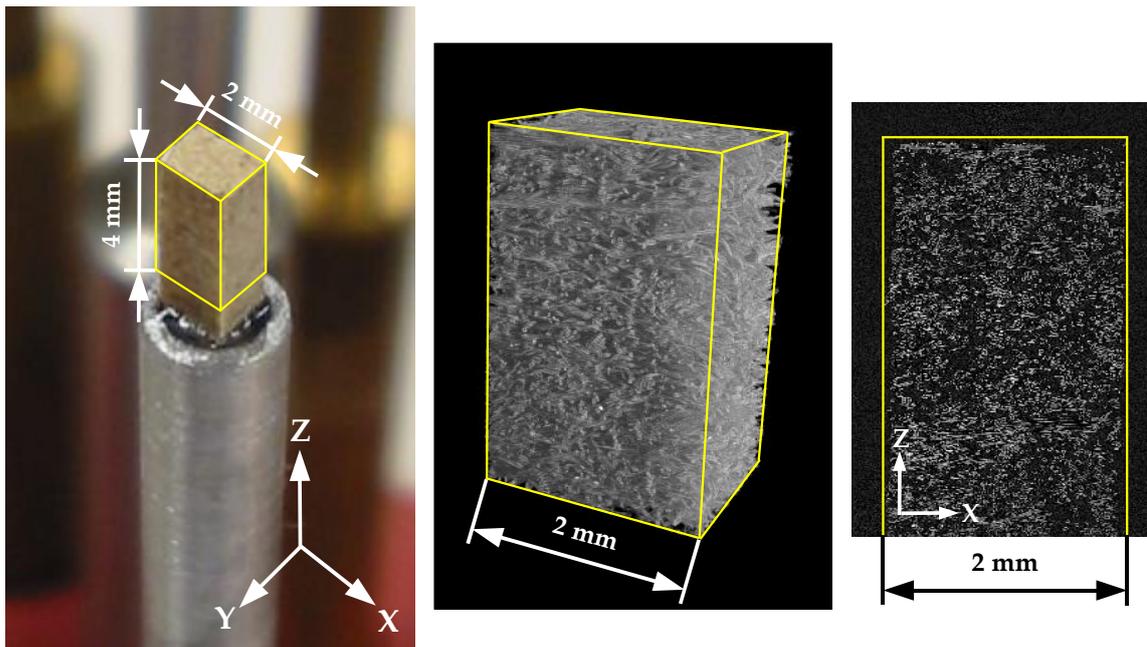


Abb. 5.2: Bildfolge zur Verdeutlichung der im Rahmen dieser Arbeit dargestellten Tomographiedaten. *Links*: Detail der verklebten und ausgerichteten MDF-Probe auf dem Probenhalter aus Abbildung 5.1, zur besseren Darstellung wurde der Probenhalter mit der Probe um 180° gedreht dargestellt und der in der  $\mu$ CT-Apparatur gemessene Bereich gelb markiert, *Mitte*: das rekonstruierte 3D-Volumen der links dargestellten Probe des gelb markierten Bereiches, *Rechts*: XZ-Querschnitt des 3D-Volumens aus dem gelb markierten Bereich.

### 5.2.3 Datenaufnahme

Sämtliche Proben wurden im 180°-Modus tomographiert. Es wurden 720 Projektionen in 0,25° Schritten von 0° bis 179,75° durchgeführt. Vor jeder Belichtung wurde zur Korrektur der Aufnahme ein so genanntes *Dark Image* als Referenzbild ohne den Synchrotronstrahl aufgenommen. Zusätzlich wurde alle acht Projektionen die Probe aus dem Strahl gefahren und eine Aufnahme des Synchrotronstrahls vorgenommen (so genanntes *White Image*), um die CCD-Kamera aufgrund der sich ändernden Strahlintensität nachjustieren. Dadurch konnten Überbelichtungen von Pixeln vermieden werden und Fehler im Leuchtschirm detektiert werden, die zur Korrektur der Aufnahme genutzt werden konnten. Nach jeder Aufnahme wurde die Belichtungszeit automatisch an die exponentiell abfallende Strahlintensität angepasst.

Die Parameter in Tabelle 5.1 charakterisieren die Einstellungen und Bedingungen für die Mikrotomographieaufnahmen, die für die Untersuchungen verwendet wurden. Ergänzende Untersuchungen an der 5 mm Sisalplatte und an der 4 mm Kenaf-Faserplatte wurden mit den Einstellungen in Tabelle 5.2 durchgeführt, da zwischenzeitlich Veränderungen an der Mikrotomographieapparatur vorgenommen wurden. Zusätzlich wurde bei den Ergänzungsuntersuchungen nur eine Höhenstufe aufgenommen, da keine Auswertung über das Rohdichteprofil der Proben vorgesehen war.

Die gewonnenen Absorptionen wurden für die Rekonstruktion der einzelnen Schichten der Proben in Sinogramme umgewandelt, die aufgrund des parallelen Strahlverlaufes bei der Mikrotomographie alle Informationen zur vollständigen Rekonstruktion einer Schicht enthalten.

Tabelle 5.1: Parameter der Mikrotomographie-Scans am Messplatz BW2 (2005)

Parameter	Wert / Typ
Photonenenergie	12 keV
Anzahl Projektionen	720
Winkelpositionen	0° ... 180°
Schrittweite	0,25°
Höhe des Synchrotronstrahls	ca. 4 mm
Scans pro Probe (Höhenstufen)	2
Scandauer pro Höhenstufe	ca. 150 Minuten
Vergrößerung	3,94
Sichtfeld	3,5 mm × 2,3 mm
Effektive Pixelgröße / Auflösung	2,3 μm / 3,9 μm
Rekonstruktionsgitter (X, Y in Pixel)	1.536 × 1.536
Rekonstruktionsalgorithmus	Gefilterte Rückprojektion

Tabelle 5.2: Parameter der Mikrotomographie-Scans am Messplatz BW2 (2006)

Parameter	Wert / Typ
Photonenenergie	12,5 keV
Anzahl Projektionen	720
Winkelpositionen	0° ... 180°
Schrittweite	0,25°
Höhe des Synchrotronstrahls	ca. 4 mm
Scans pro Probe (Höhenstufen)	1
Scandauer pro Höhenstufe	ca. 150 Minuten
Vergrößerung	3,22
Sichtfeld	4,3 mm × 2,9 mm
Effektive Pixelgröße / Auflösung	2,8 µm / 4,4 µm
Rekonstruktionsgitter (X, Y in Pixel)	1.536 × 1.536
Rekonstruktionsalgorithmus	Gefilterte Rückprojektion

Die Ermittlung des Rekonstruktionszentrums und die Rekonstruktion der Daten zu einem vollständigen Datensatz wurden durch bei der GKSS entwickelte Routinen in der Programmiersprache IDL (Research Systems Inc.) unter Verwendung eines Algorithmus für eine gefilterte Rückprojektion umgesetzt, nähere Angaben hierzu finden sich bei Donath et al. (2004) und Donath (2006).

Die rekonstruierten Schichten wurden nach einer Kompression der Daten von den 32bit Fließkomma-Werten auf 8bit Integer-Werte in unkomprimierte TIFF-Grafikdateien (256 Graustufen) mit einer Größe von 1.536 Pixel × 1.536 Pixel umgewandelt, so dass 1024 Schichten einer Höhenstufe entsprechen.

Die Schichten können mit Hilfe geeigneter 3D-Bildbearbeitungssoftware übereinander gelegt werden und ergeben somit ein Gesamtvolumen von 1.536 Voxel × 1.536 Voxel × 1.024 Voxel in X-, Y- und Z-Richtung. Der Begriff Voxel entstammt der englischen Bezeichnung für *Volumetric Pixel*, d. h. es handelt sich um das dreidimensionale Äquivalent eines Pixels mit einem bestimmten Farbwert an einer bestimmten Stelle eines XYZ-Koordinatensystems.

Die Kantenlänge der durch das Zusammenfügen zu einem vollständigen Datensatz entstandenen Voxel betrug 2,3 µm. Mit zwei Höhenstufen mit 20 Schichten Überlappung entstand ein Gesamtvolumen mit einer Gesamthöhe von 2.028 Schichten pro untersuchter Probe. Für die Darstellung der rekonstruierten Volumina wurde das Programm VGStudioMAX 1.2 der Firma Volume Graphics GmbH (Heidelberg) verwendet.

### 5.2.4 Datenaufbereitung

Die Datenaufbereitung der rekonstruierten Volumina wurde in Zusammenarbeit mit der Arbeitsgruppe Kognitive Systeme des Departments Informatik der Universität Hamburg durchgeführt. Hierzu wurden mit Hilfe der als Open Source existierenden VIGRA Bildanalyse Datenbank (<http://kogs-www.informatik.uni-hamburg.de/~koethe/vigra/>) und C++ die als 8bit TIFF-Grafikdateien vorliegenden Schichten jeder Probe unter Bildanalyse-Aspekten untersucht und Algorithmen zur Filterung und Auswertung der Strukturen entwickelt und angewendet. Ein besonderes Augenmerk wurde auf die dreidimensionale Anwendbarkeit der Algorithmen und eine automatische Auswertung gelegt. Eine ausführliche Beschreibung der Datenaufbereitung und -auswertung ist bei Walther et al. (2006) zu finden.

Um eine Auswertung von Bereichen unterschiedlicher Dichte einer Probe durchführen zu können, sowie die Größe der vorhandenen Datensätze für eine schnelle 3D-Analyse zu optimieren, wurden kleine Subvolumina mit einer Größe von  $256^3$  Voxel und  $512 \text{ Voxel} \times 512 \text{ Voxel} \times 256 \text{ Voxel}$  ausgewählt. Diese Maßnahme diente auch dazu, die benötigte Rechnerleistung und den Speicherbedarf für die Bildanalyse zu optimieren. Die Abbildung 5.3 zeigt beispielhaft die Bereiche einer Probe, aus denen die Subvolumina entnommen wurden. Eine exakte Darstellung der ausgewählten Bereiche findet sich im Ergebnisteil in Kapitel 6.2.

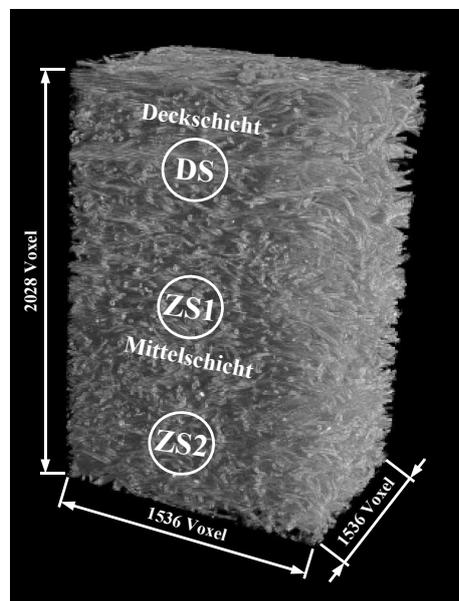


Abb. 5.3: Beispielhaftes 3D-Volumen einer MDF 300 mit markierten Bereichen, aus denen die Subvolumina Bereiche „DS“, „ZS1“ und „ZS2“ ausgewählt wurden. Zur Verdeutlichung sind die Bereiche der Deckschicht und der Mittelschicht beschriftet.

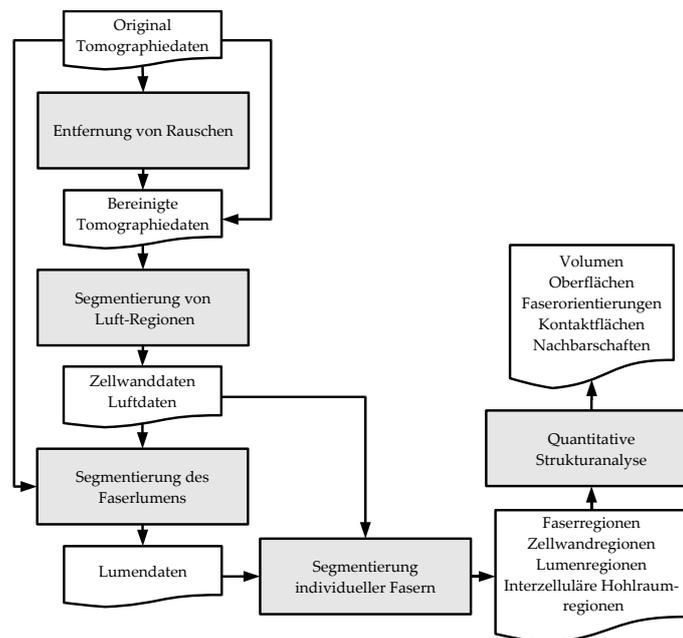


Abb. 5.4: Flussbild zur Datenaufbereitung der Tomographiedaten mit Segmentierung der Bestandteile hin zur Faseranalyse.

Für die Aufbereitung waren die folgenden grundlegenden Aufgaben zu erfüllen, die in Abbildung 5.4 dargestellt sind:

1. Erkennung und Entfernung von Rauschen und Artefakten
2. Trennung von Zellwandmaterial, Faserlumen, interzellulären Hohlräumen und markiertem Klebharz
3. Identifizierung von einzelnen Fasern in der Probe

Das Auftreten von Rauschen und Artefakten setzt sich zusammen aus systematischen Fehlern bei der Datenrekonstruktion und zufälligen Fehlern, die vor allem im Aufbau der Beamline sowie der Mikrotomographieapparatur zu finden sind. Erschwerend wirkte sich das Rauschen dadurch aus, dass bei einer Auflösung von  $2,3\ \mu\text{m}$  eine typische Faserzellwand eine Stärke von zwei Voxeln aufwies und eine aggressive Vorgehensweise die Zellwanddaten beschädigt hätte, da die Intensität des Rauschens eine Stärke bis zu 30 % der maximalen Zellwanddicke aufwies.

Die Entfernung des Rauschens erfolgte in zwei Schritten mit dem Setzen eines niedrigen Schwellwertes und einem anschließenden Entfernen von Bereichen, die nicht eine größere zusammenhängende Region bildeten. Als Ansatz wurde davon ausgegangen, dass das gesamte Faserwandmaterial eine vollständig verbundene Region bildet, da physikalisch kein Wandmaterial frei im Raum schweben kann und diese Bereiche daher eindeutig Ansammlungen von Rauschen darstellen.

Durch die Verwendung eines *Seeded Region Growing*-Algorithmus und dem Setzen eines Startpunktes im Bereich der Luft konnten nach manuell vorgegebenen Homogenitätsbedingungen und Grenzen Regionen mit niedriger Intensität (Grauwerten), die Luft darstellen, identifiziert werden. Verbliebene und nicht zusammenhängenden Regionen wurden durch einen *Connected component labeling*-Algorithmus identifiziert und die Größe der Bereiche in Voxeln berechnet. Die jetzt vorliegenden Regionen unterschiedlicher Größe enthielten zum einen die interzellulären Hohlräume und zum anderen die Zellwände mit den enthaltenen Lumina. Die verbliebenen und nicht markierten Voxel, die optisch eindeutig als Rauschen in den Datensätzen erkannt wurden, wurden entfernt und den interzellulären Hohlräumen zugeschlagen. Es handelte sich hierbei um weniger als 0,1 % der gesamten Voxel in einem Subvolumen.

Die anschließende Trennung von Luftregionen und Zellwandmaterial wurde mit der Unterscheidung der Hohlräume begonnen, die das Faserlumen und die interzellulären Hohlräume enthielten. Durch Dilatation (Ausdehnung) wurden die durch die Rauschentfernung leicht geschwächten Zellwände um ein Voxel auf eine Stärke von 3,5  $\mu\text{m}$  erweitert, um Löcher in den Zellwänden, die sowohl durch Tüpfel als auch durch Artefakte entstanden waren, zu schließen. Nun konnte eine Identifizierung der von Zellwandmaterial umschlossenen Hohlräume und der Hohlräume außerhalb der Fasern beginnen. Als Merkmal für das Faserlumen konnte dessen dünne längliche Form angenommen werden, die sich eindeutig von den größeren Hohlräumen mit einem größeren Innendurchmesser außerhalb der Fasern unterschied. Eine morphologische Operation durch Erosion (Verringerung), Maskierung und anschließender Dilatation der Hohlräume führte zu einer Unterscheidung in interzelluläre Hohlräume und Faserlumen. Hohlräume mit einer Größe unter 100 Voxeln wurden entfernt, da diese keinem der beiden Hohlraumtypen zuzuordnen waren. Diese „Blasen“ stellten weniger als 0,1 % des gesamten Subvolumens dar, so dass auf diese Bereiche verzichtet wurde.

Mit der somit abgeschlossenen Unterscheidung in interzelluläre Hohlräume, Lumen und Zellwand, sowie der Identifizierung der Hohlräume und Lumina (siehe Abbildung 5.5), konnte nun den individuellen Lumina die umgebende Zellwand zugeordnet werden. Das Beispiel in Abbildung 5.5 zeigt die verschiedenen Bestandteile anhand der Schicht 236 eines 512 Voxel  $\times$  512 Voxel  $\times$  256 Voxel großen Subvolumens des Datensatzes MDF 300.

Mit Hilfe eines *Seeded Region Growing*-Algorithmus und einer Euklidischen Distanztransformation, die auf den durchnummerierten Datensatz mit den Lumina angewendet wurde, entstand ein Voroni-Diagramm, welches für jede Zellwandregion den Einfluss des nächsten Lumens abbildet. Hieraus konnte durch eine Maskierung der Originaldaten mit der Zellwandregion jedem Lumen die benachbarten Zellwandvoxel zugewiesen werden und somit individuelle Fasern identifiziert und entsprechend durchnummeriert werden. Ein Beispiel für individuell

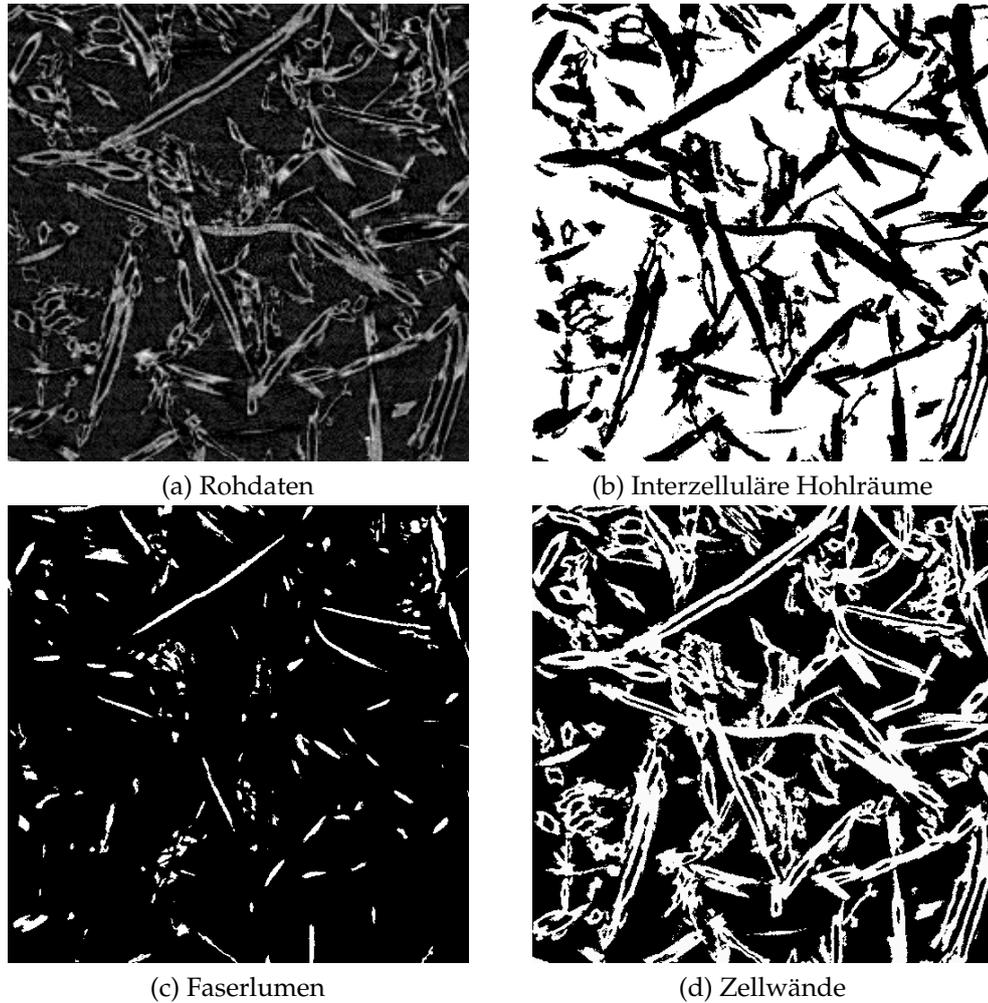


Abb. 5.5: Segmentierung der Subvolumina am Beispiel MDF 300 (Schicht 236) mit (a) Rohdaten im Original mit deutlichem Rauschen, (b) aufbereitete und segmentierte interzelluläre Hohlräume, (c) segmentiertes Faserlumen und (d) segmentiertes Zellwandmaterial. Der neutrale Hintergrund hat die Farbe schwarz.

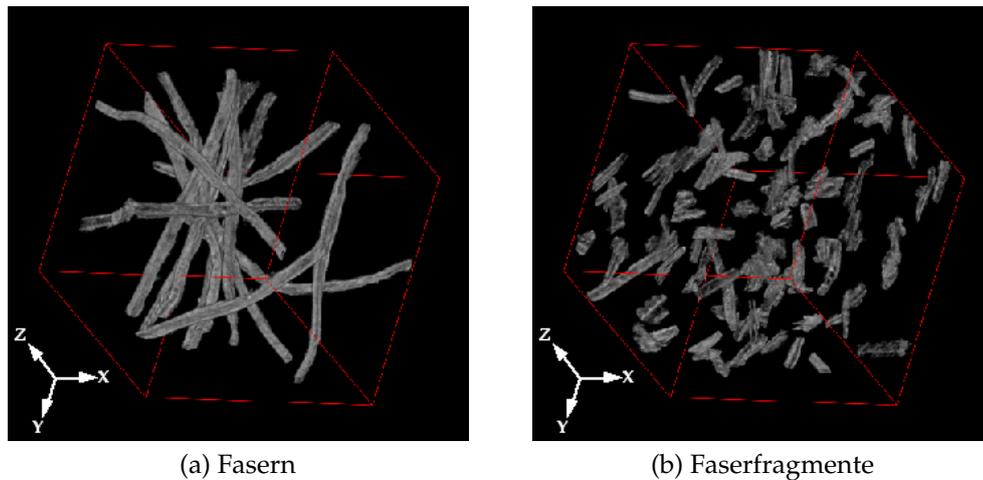


Abb. 5.6: Segmentierung von Fasern und Faserfragmenten am Beispiel MDF 300 mit (a) ausgewählten Fasern und (b) ausgewählten Faserfragmenten mit einem Volumen  $\leq 1.000$  Voxel. Die Kantenlänge des Würfels beträgt  $588 \mu\text{m}$ .

erkannte Fasern in einer MDF 300 Probe zeigt die Abbildung 5.6 (a). In Abbildung 5.6 (b) sind ausgewählte Faserfragmente mit einem Volumen  $\leq 1.000$  Voxel dargestellt, die ebenfalls als individuelle Fasern erkannt wurden, jedoch sehr wahrscheinlich zu einer längeren Faser gehören und ein Problem bei der Analyse darstellen. Ursache für das Auftreten dieser Fragmente ist möglicherweise eine Unterbrechung des Lumens einer Faser durch das Verpressen mit einer benachbarten Faser oder eine Fehlstelle durch eine Öffnung in der Faserwand, die zu einer Zuordnung des Teil-Lumens zu den interzellulären Hohlräumen führte.

Die Detektierung des mit Barium markierten Klebharzes wurde an den originalen 32Bit-Float-Daten durchgeführt, da aus diesen die Intensitäten des Markers am Besten herausgefiltert werden konnten. Es wurde aus den 32Bit-Float-Daten ein Binärdatensatz erstellt, der alle erkannten Bereiche mit „1“ markierte. Aufgrund der Auflösung konnten jedoch nur größere Bereiche eindeutig erkannt werden.

### 5.2.5 Datenauswertung

Die Datensätze mit einer individuellen Nummerierung der einzelnen Fasern und Hohlräume standen nach der Aufbereitung in Form von Subvolumina und Tabellen für ausführliche Auswertungen zur Verfügung.

Die Auswertung der Subvolumina erfolgte anhand der folgenden Aufgaben:

- Bestimmung der Orientierung der Fasern
- Bestimmung der Anteile an Zellwand, Lumen und interzellulären Hohlräumen am Gesamtvolumen
- Bestimmung der äußeren und der inneren Oberfläche der identifizierten Fasern mit Kontakt zu interzellulären Hohlräumen bzw. dem Faserlumen
- Detektierung und Vermessung von Kontaktflächen zwischen den Fasern
- Identifizierung von Faserbündeln
- Visualisierung der Ergebnisse mit Hilfe des 3D-Bildbetrachtungsprogramms VIGRACaster

Aufgrund der Komplexität der im Folgenden kurz umrissenen bildanalytischen Methoden wird auf einschlägige Fachliteratur zur Bildanalyse (Jähne, 2002) verwiesen, da eine genaue Beschreibung der Algorithmen in der Bildverarbeitung im Rahmen dieser Arbeit unverhältnismäßig erscheint.

Die Bestimmung der Faserorientierung wurde durch eine Hauptkomponentenanalyse (*Principal Component Analysis*) durchgeführt. Hierzu wurden die Koordinaten aller Voxel, die zu einem Lumen gehörten, gesammelt und die Hauptkomponente der Kovarianzmatrix bestimmt. Die Orientierung der größten Komponente gibt die Hauptausrichtung des Lumens einer Faser an und wird durch den Winkel zwischen dem Eigenvektor der Kovarianzmatrix und den Ursprungsachsen X, Y und Z des 3D Volumens bestimmt. Diese Winkel zur XY-, YZ- und XZ-Ebene wurden zusammen mit der Stärke der Orientierung (Eigenwert 1/Eigenwert 2) und der Größe des Lumens in einer Tabelle abgelegt.

Die Bestimmung der Anteile der Zellwand, des Lumens und der interzellulären Hohlräume am Gesamtvolumen wurde mit Hilfe eines einfachen Voxelcounts durchgeführt. Hierfür wurden alle Voxel, die zu einem der drei Bestandteile gehörten, zusammengezählt.

Für die Bestimmung der äußeren und inneren Oberfläche der Fasern wurde die Kontaktfläche zwischen den interzellulären Hohlräumen und der Faseroberfläche mit Hilfe eines *Marching Cubes*-Algorithmus bestimmt, der sich einer 3D-Oberfläche durch die Verwendung von dreieckigen Elementen annähert und damit eine höhere Genauigkeit bietet, als ein Zusammenzählen der Voxel mit Hilfe eines Voxelcounts.

Die Kontaktstellen einer Faser mit benachbarten Fasern wurden durch die Erstellung eines Nachbarschaftsgraphen für jede Faser bestimmt. Bei diesem in der

Bildverarbeitung etablierten Verfahren zur Feststellung von räumlichen Beziehungen wurden die Fasern als Knotenpunkte definiert. Die detektierten Kanten zwischen zwei Knoten zeigten, dass zwei Fasern miteinander verbunden waren. Eine Gewichtung dieser Kanten ergab die Anzahl der Voxel, die beide Fasern miteinander verbindet. Die Werte für jede Faser wurden in Tabellenform abgelegt und ausgewertet. Anhand dieser Werte konnte festgestellt werden, dass bei Überschreiten einer Kontaktfläche von mehr als 2.000 Voxeln und einer ähnlichen Orientierung ein Faserbündel vorliegen musste. Dieser Vergleich wurde für alle Fasern vorgenommen, so dass tatsächlich vorhandene Faserbündel erkannt werden konnten.

Um die aufbereiteten Subvolumina darstellen zu können, wurde das in der Arbeitsgruppe Kognitive Systeme entwickelte 3D Bildbetrachtungsprogramm VI-GRACaster genutzt, welches in der Lage ist, segmentierte Datensätze anzuzeigen und individuelle Faserdaten einzeln darzustellen.

## 5.3 Mechanische und physikalische Untersuchungen

Die mechanischen und physikalischen Untersuchungen der Probenplatten wurde durchgeführt, um einen Vergleich mit den gefundenen visuellen Strukturmerkmalen zu bekommen und um die verschiedenen Faser- und Plattentypen miteinander vergleichen zu können. Hierzu wurden die Prüfungen der Faserplatten nach etablierten Holzwerkstoffprüfverfahren durchgeführt. Mit eingeschlossen ist die Prüfung des Quellverhaltens der Faserwerkstoffe.

### 5.3.1 Werkstoffprüfung

Die wichtigsten mechanischen Eigenschaften der Probenplatten wurden mittels genormter Prüfverfahren erfasst, die Aufschluss über die Qualität der jeweiligen Fasermischungen und Zielrohlichten gaben.

Zur Anwendung kamen:

- die ISO 16 978 (2003) für die Biegefestigkeit und den Biege-E-Modul,
- die ISO 16 983 (2003) zur Bestimmung der Dickenquellung nach Wasserlagerung,
- und die ISO 16 984 (2003) für die Bestimmung der Zugfestigkeit senkrecht zur Plattenebene (Querzugfestigkeit).

Von den unbesäumten Probenplatten mit einer Größe von 760 mm × 550 mm wurde auf allen Seiten ein Streifen von 50 mm abgeschnitten und die besäumte Platte anhand des Schnittplanes in Abbildung 5.7 aufgeteilt.

Nach einer siebentägigen Konditionierung der Probenplatten im Normklima bei 20 °C und 65 % relativer Feuchte wurden die Probenkörper zugeschnitten, erneut konditioniert und die vorgesehenen Prüfungen durchgeführt.

#### 5.3.1.1 Rohdichteprofil

Um die Auswirkungen des Standard-Pressprogrammes auf die Platteneigenschaften feststellen zu können, wurden Rohdichteprofilmessungen an allen hergestellten Plattentypen durchgeführt. Zusätzlich wurden vor dem Verkleben der Proben für die Querzugfestigkeitstests zufällig ausgewählte Proben zur Rohdichteprofilmessung ausgesucht, um nach der Prüfung eventuelle charakteristische Versagensmuster finden zu können.

Nach einer 14-tägigen Klimatisierung der Proben im Normklima wurden die Rohdichteprofile der hergestellten Probenplatten und der 7 mm Industrie MDF

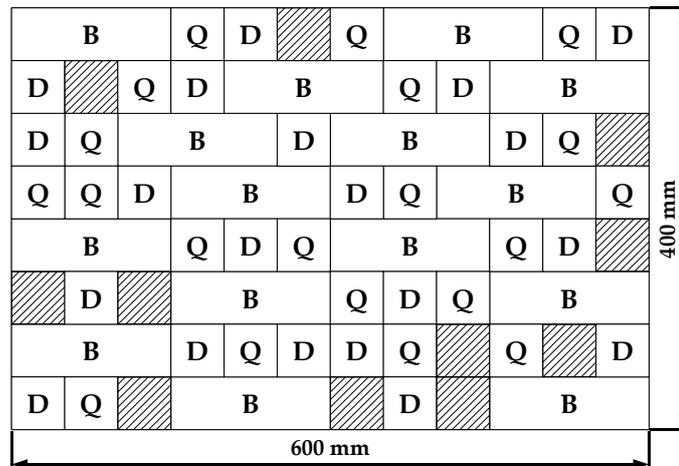


Abb. 5.7: Schnittplan für die Probenplatten mit B = Biegeproben 150 mm × 50 mm, Q = Querkzugproben und D = Quellungsproben mit 50 mm × 50 mm, schraffierte Proben sind Rückstellproben für mikroskopische Untersuchungen.

aufgenommen. Hierzu wurden 50 mm × 50 mm große Proben zugeschnitten, vermessen und das Gewicht bestimmt. Danach erfolgte die Rohdichteprofilmessung mittels eines Gammastrahlenmessgerätes Typ Raytest der Firma Rayscan Isotropenmessgeräte GmbH. Die mittels eines Americium-Strahlers (<sup>241</sup>Am) erzeugte Gammastrahlung mit einer Strahlungsenergie von 60 keV wird durch eine Schlitzblende auf einen Strahl von 10 mm Höhe und 0,2 mm Breite fokussiert und durchdringt die zu untersuchende Probe parallel zur Plattenoberfläche. Über die Dicke der Probe erfolgt eine Messung in 75 µm Schritten. Die nach dem Durchgang durch die Probe nicht absorbierte Strahlung wird durch einen Detektor (NaJ(Tl)-Scintillationszähler) erfasst und an einen Computer übermittelt. Unregelmäßigkeiten beim radioaktiven Zerfall führen zu zeitlich zufälligen Schwankungen in der Messung, die sich durch eine Verlängerung des Messintervalls verringert. Bei einer herstellerseitig angegebenen Messgenauigkeit von 1 % wurden so ca. 10 Sekunden pro Schritt benötigt, d. h. eine 5 mm dicke Probe wurde in ca. 11 Minuten in 66 Messpunkten erfasst. Durch eine automatische Kalibrierung des Systems anhand der gemessenen Dichte und dem Abgleich mit der vor Beginn der Messung eingegebenen gravimetrisch ermittelten Dichte der Probe, wurde ein Rohdichteprofil erzeugt, das mit geeigneten DV-Programmen weiterverarbeitet werden kann.

Von jeder hergestellten Laborplatte inklusive der Industrie MDF wurden routinemäßig zwei Proben aus unterschiedlichen Plattenbereichen entnommen und das Rohdichteprofil ermittelt. Ziel dieser Untersuchung war es, mit dem verwendeten Standard-Pressprogramm möglichst identische Rohdichteprofile in den Laborplatten zu erzeugen. Die gewünschten Profile sollten symmetrisch zur Platten-

mitte hin ausgeprägte Maxima in den Deckschichtbereichen aufweisen und im Mittelschichtbereich ein deutliches Minimum erreichen.

### 5.3.1.2 Querzugfestigkeit

Für die Bestimmung der Zugfestigkeit senkrecht zur Plattenebene (Querzugfestigkeit) wurde entsprechend der Norm ISO 16 984 (2003) vorgegangen und quadratische Probenkörper mit einer Kantenlänge von 50 mm zugeschnitten. Die Probenkörper wurden 14 Tage im Normklima bei 20 °C und 65 % relativer Feuchte konditioniert und danach vermessen, gewogen und die Dichte der Probe bestimmt. Die Proben wurden nach vorheriger Rohdichteprofilmessung auf Aluminiumjoch mit einer Kantenlänge von 50 mm mit Hilfe eines Schmelzklebers verklebt und nach dem Abkühlen für weitere 48 Stunden im Normklima konditioniert. Danach wurden die Proben an einer Universalprüfmaschine der Firma Losenheim GmbH mit einer Traversengeschwindigkeit von 0,5 mm/s geprüft und die Querzugfestigkeit sowie die Bruchebene der Probe (Deckschicht, Zwischenschicht, Mittelschicht) notiert.

### 5.3.1.3 Biegung

Für die Bestimmung der Biegefestigkeit und des Biege-E-Moduls wurden bei einer Plattendicke von 5 mm entsprechend der Norm ISO 16 978 (2003) Probenkörper mit den Maßen 150 mm × 50 mm angefertigt. Die Probenkörper wurden 14 Tage im Normklima bei 20 °C und 65 % relativer Feuchte konditioniert und danach vermessen, gewogen und die Dichte der Probe bestimmt. Die Prüfung der Biegefestigkeit wurde an einer Universalprüfmaschine der Firma Franck GmbH durchgeführt. Die Berechnung des E-Moduls erfolgte anhand des linearen Abschnittes des Kraft-Weg-Diagramms im Bereich von 10 % bis 40 % der maximalen Bruchlast. Der genaue Messbereich wurde nach Vortests an die jeweils zu prüfenden Probenserien angepasst.

### 5.3.1.4 Quellung

Für die Bestimmung der Quellung wurden Probenkörper mit einer Kantenlänge von 50 mm anhand des Schnittplanes ausgewählt und nach der Norm ISO 16 983 (2003) geprüft. Die Proben wurden 14 Tage im Normklima bei 20 °C und 65 % relativer Feuchte konditioniert und danach vermessen, gewogen und die Dichte der Probe bestimmt. Dann wurden die Proben für 24 h in 20 °C kaltem Wasser gelagert und danach die Dicke gemessen und die prozentuale Dickenquellung berechnet.

## 5.4 Strömungssimulationen an Faserstrukturen

In Zusammenarbeit mit der Abteilung Strömungen und komplexe Strukturen des Fraunhofer Instituts für Techno- und Wirtschaftsmathematik (ITWM) in Kaiserslautern wurden Strömungssimulationen an den Tomographiedaten durchgeführt. Das Ziel der Arbeiten war es, die Koeffizienten der Permeabilität und der Wärmeleitfähigkeit an den Tomographiedaten für unterschiedliche Rohdichten der MDF-Proben zu berechnen und mit experimentellen Werten zu vergleichen. Durch diesen Vergleich sollte für weiterführende Arbeiten der Nachweis erbracht werden, dass die hier eingesetzten Verfahren zur Strömungssimulation zu realistischen Ergebnissen führen und sich somit auch für die Berechnung der nicht experimentell nachprüfbaren Permeabilität und Wärmeleitfähigkeit von virtuellen Faserstrukturen eignen.

Die Strömungssimulationen wurden an den segmentierten  $512 \text{ Voxel} \times 512 \text{ Voxel} \times 256 \text{ Voxel}$  Subvolumina durchgeführt, so dass jedes Voxel eindeutig einem der drei Bestandteile „Zellwandmaterial“, „Lumen“ und „Interzelluläre Hohlräume“ zugeordnet war. Für Testläufe der Simulationsberechnungen wurden die  $256^3$  Voxel Subvolumina herangezogen, um die sonst erforderlichen Rechenzeiten von mehreren Stunden zu verkürzen.

Um die gesamte Bandbreite der zur Verfügung stehenden Rohdichten für die Strömungssimulationen einzusetzen, wurden die mit „DS“ und „ZS1“ gekennzeichneten Subvolumina (siehe Abbildung 5.3) der Datensätze MDF 300, MDF 500, MDF 800 und MDF 1000 verwendet. Für die Berechnung der Rohdichte der Subvolumina wurden die Voxel „Zellwandmaterial“ gezählt und angenommen, dass ein Voxel „Zellwandmaterial“ eine Dichte von  $1.530 \text{ kg/m}^3$  besitzt. Die errechneten Rohdichten lagen daher im Bereich von  $500 \text{ kg/m}^3$  bis  $1.360 \text{ kg/m}^3$ , was zu einer insgesamt höheren Dichte führte. Eine genaue Beschreibung dieses Effektes findet sich in Abschnitt 6.2.3. Für die Bewertung der Strömungssimulationen führte diese Abweichung aber zu keiner Einschränkung, da die in der Simulation errechneten Koeffizienten immer den erhöhten Dichtewerten der Subvolumina zugeordnet werden.

Zum Vergleich der simulierten Permeabilitäts- und Wärmeleitfähigkeitskoeffizienten mit den experimentell ermittelten Werten wurden MDF-Platten aus dem gleichen Fasermaterial hergestellt, welches für die Tomographieuntersuchungen verwendet wurde (siehe Abschnitt 4.1.1). Die mit 10 % UF-Harz beleimten Platten hatten eine Zieldicke von 19 mm. Nach der Klimatisierung im Normklima bei  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  und 65 % relativer Feuchte lagen die gemessenen Rohdichten der Platten zwischen  $280 \text{ kg/m}^3$  und  $870 \text{ kg/m}^3$ . Um einen Dichtegradienten senkrecht zur Plattenebene auszuschließen, wurden die beleimten Fasermatten bei Raumtemperatur auf die Zieldicke verdichtet, bevor die Heißpresse mit einer Temperatur-

rampe von 2 °C pro Minute auf 180 °C erwärmt wurde. Auf diese Weise konnten Platten mit einem annähernd homogenen Rohdichteprofil hergestellt werden.

### 5.4.1 Permeabilität

Als Gaspermeabilität eines kapillarporösen Materials (im Rahmen dieser Arbeit als Permeabilität bezeichnet) wird die Durchlässigkeit dieses Materials gegenüber einem Gas in Richtung eines anliegenden Gasdruckgradienten bezeichnet. Die Permeabilität stellt eine Materialkonstante dar, welche indirekt die Form und die Größenverteilung der Poren widerspiegelt und unabhängig von den Eigenschaften des durchströmenden Gases ist. Der Permeabilitätskoeffizient wird experimentell durch das Anlegen einer Druckdifferenz und der Messung des Gasstromes entlang des Druckgradienten bestimmt.

Der Permeabilitätskoeffizient  $K_h$  in  $\text{m}^2$  stellt bei Anwendung des Darcy'schen Gesetzes die Proportionalitätskonstante zwischen der Strömungsgeschwindigkeit  $u$  in  $\text{m/s}$  und dem Druckgradienten  $dp/dl$  in  $\text{Pa/m}$  dar:

$$u = -\frac{K_h dp}{\mu dl} \quad (5.1)$$

Dabei ist  $\mu$  in  $\text{Pa}\cdot\text{s}$  die dynamische Viskosität des Gases. Das Darcy'sche Gesetz gilt nur für den Fall der laminaren Strömung.

Die Simulation der Permeabilität erfolgte in X-, Y- und Z-Richtung der Subvolumina unter Annahme periodischer Randbedingungen. Die mathematische Beschreibung des Verfahrens zur Simulation der Permeabilität findet sich bei Schulz et al. (2005). Die interzellulären Hohlräume sowie die Lumina, sofern diese nicht vollständig abgeschlossen sind, stehen für den Gasstrom zur Verfügung.

Zunächst wird anhand der vorliegenden Geometrie geprüft, ob es einen durchgehenden Pfad durch das betrachtete Subvolumen gibt. Falls ein durchgängiger Pfad von einer Seite zur gegenüberliegenden Seite besteht, können die weiteren Berechnungen durchgeführt werden. Es wird nun zunächst ein fiktiver fester Differenzdruck  $\Delta p$  zwischen den gegenüberliegenden Seiten angenommen und unter Anwendung der Navier-Stokes-Gleichungen (Grundgleichungen der Strömungsmechanik) die Geschwindigkeit  $u$  sowie der Druck  $p$  an jedem Punkt im interzellulären Hohlraum simuliert. Aus dem so ermittelten Strömungsfeld wird schließlich unter Verwendung des Darcy'schen Gesetzes der Strömungswiderstand bzw. der Permeabilitätskoeffizient als Quotient aus Gasviskosität und Strömungswiderstand berechnet.

Für die experimentelle Bestimmung der Permeabilität als Referenz wurden im Rahmen der vorliegenden Arbeit nur Permeabilitätswerte für die Strömung in Plattenebene (XY-Ebene) durchgeführt, da die horizontale Permeabilität für den

Heißpressvorgang von erheblich größerer Bedeutung ist als die vertikale Permeabilität in Z-Richtung. Aus den mit homogenem Dichteprofil hergestellten MDF-Platten wurden 30 mm lange Proben mit einem Durchmesser von 15 mm in horizontaler Richtung entnommen, an den runden Seiten abgedichtet und mit Luft bei Raumtemperatur durchströmt.

Die Druckdifferenz zwischen den beiden Probenseiten wurde dabei so gering gewählt, dass in guter Näherung von einer laminaren Strömung ausgegangen werden konnte. Das Verfahren der Probenvorbereitung und der Messungen ist bei von Haas (1998) und bei Heinemann (1999) ausführlich beschrieben.

Aus der gewählten Druckdifferenz und dem gemessenen Gasstrom wurde unter Anwendung des Gesetzes von Darcy der Permeabilitätskoeffizient berechnet. Aus den so ermittelten Permeabilitätswerten wurde schließlich eine Regressionsgleichung hergeleitet, welche den Permeabilitätskoeffizienten  $K_h$  in  $\text{m}^2$  als Funktion der Rohdichte  $\rho$  in  $\text{kg}/\text{m}^3$  darstellt:

$$K_h = e^{\frac{1}{a+b*\rho+\frac{c}{m(\rho)}}} \quad (5.2)$$

mit

$$a = -2,23 * 10^{-2}$$

$$b = 4,11 * 10^{-6}$$

$$c = -1,03 * 10^{-1}$$

### 5.4.2 Wärmeleitfähigkeit

Als konduktive Wärmeleitung wird jener Wärmetransportmechanismus bezeichnet, der auf dem Energieaustausch zwischen benachbarten Molekülen in Feststoffen, Flüssigkeiten oder Gasen entlang eines Temperaturgradienten beruht. Der Zusammenhang zwischen Wärmestrom  $q$  in  $\text{J}/(\text{m}^2\text{s})$  und Temperaturgradient  $dT/dl$  in  $\text{K}/\text{m}$  kann durch das Fourier'sche Gesetz beschrieben werden:

$$q = -\lambda \frac{dT}{dl} \quad (5.3)$$

Dabei stellt die Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  die Proportionalitätskonstante zwischen Wärmestrom und Temperaturgradient in  $\text{W}/(\text{mK})$  dar.

Die Simulation der Wärmeleitfähigkeit erfolgte in X-, Y- und Z-Richtung der Subvolumina mit periodischen Randbedingungen. Dabei wurde nur die konduktive Wärmeleitung in der Simulation betrachtet, Wärmestrahlung und Wärmeleitung aufgrund von Konvektion fanden keine Berücksichtigung.

Für das Zellwandmaterial wird nach Maku (1954) in Kollmann und Malmquist (1956) eine Wärmeleitfähigkeit in Faserrichtung von  $\lambda_{\parallel} = 0,6536 \text{ W}/(\text{mK})$  und quer zur Faserrichtung von  $\lambda_{\perp} = 0,4210 \text{ W}/(\text{mK})$  angenommen. Die Anisotropie des Zellwandmaterials wurde allerdings nur insofern berücksichtigt, als dass für die Simulation der Wärmeleitfähigkeit senkrecht zur Plattenebene mit  $\lambda_{\perp}$  und in Plattenebene mit  $\lambda_{\parallel}$  gerechnet wurde. Eine Berücksichtigung der Tatsache, dass in beiden betrachteten Fällen eine Wärmeleitung sowohl in Faserrichtung, als auch quer zur Faserrichtung stattfindet, war mit den eingesetzten Berechnungsroutinen nicht möglich, was aber für weiterführende Arbeiten wünschenswert wäre.

Für die Luft in den Lumina und in den interzellulären Hohlräumen wurde eine Wärmeleitfähigkeit von  $\lambda = 0,026 \text{ W}/(\text{mK})$  angenommen. Zum Vergleich wurden auch Berechnungen durchgeführt, bei denen die Wärmeleitung in der Luft vernachlässigt wurde. Diese Berechnungen zeigten allerdings deutlich von den Referenzwerten abweichende Wärmeleitfähigkeitswerte und wurden deshalb im Folgenden nicht weiter betrachtet. Um die Berechnungen zu vereinfachen, wurde die Feuchteabhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit vernachlässigt.

Das mathematische Verfahren zur Simulation der Wärmeleitfähigkeit ist bei Schulz et al. (2005) beschrieben und es entspricht in seinen Grundzügen dem für die Permeabilität beschriebenen Verfahren.

Der Vergleich der simulierten Wärmeleitfähigkeit mit den experimentell ermittelten Werten wurde, im Gegensatz zu den Referenzmessungen für die Permeabilität, für die Wärmeleitfähigkeit senkrecht zur Plattenebene und nicht in Plattenebene durchgeführt. Die experimentelle Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit in Plattenebene wurde nicht bestimmt, da diese aufwändiger zu ermitteln gewesen wäre und eine geringe anwendungstechnische Relevanz aufweist.

Die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit senkrecht zur Plattenebene wurde an Proben mit einer Kantenlänge von 50 mm × 50 mm, die aus den MDF-Platten mit homogenem Dichteprofil hergestellt waren, durchgeführt. Die Messung geschah mit einem Wärmeleitfähigkeitsmessgerät der Firma Captec Enterprise®. Die Messungen wurden an den beiden Probendicken 5 mm und 10 mm unter ansonsten identischen Bedingungen durchgeführt.

Hierdurch war es möglich, dass die Wärmeübergänge an den Probenoberflächen für die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit herausgerechnet werden konnten. Die Verfahren zur Messung und rechnerischen Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit sind ausführlich bei Phillip (2005) beschrieben.

Wie bereits für die Permeabilität dargestellt, wurde aus den so ermittelten Werten eine Regressionsgleichung hergeleitet, welche die Wärmeleitfähigkeit  $\lambda_v$  senkrecht zur Probenoberfläche in W/(mK) als Funktion der Rohdichte  $\rho$  in kg/m<sup>3</sup> darstellt:

$$\lambda_v = a\rho^2 + b\rho + c \quad (5.4)$$

mit

$$a = 1,15 * 10^{-7}$$

$$b = 1,04 * 10^{-6}$$

$$c = 7,06 * 10^{-2}$$

# 6 Ergebnisse und Diskussion

Die in diesem Kapitel vorgestellten Ergebnisse und die Diskussion werden bewusst zusammengefasst, da eine Aufteilung der beiden Abschnitte aufgrund des Umfangs dieses Kapitels und der Zusammenhänge zwischen den Unterkapiteln nicht als sinnvoll erachtet wurde.

## 6.1 Strukturbeschreibung 2D

Die Strukturbeschreibung anhand von zweidimensionalen Einzelschnitten beinhaltet die elektronenmikroskopischen Arbeiten am REM, ESEM und am TEM, sowie die Interpretation der  $\mu$ CT-Aufnahmen, die als virtuelle Schnitte in X-, Y- und Z-Richtung durch die Plattenproben dargestellt werden. Ein Schwerpunkt wird dabei auf die Charakterisierung der Faseroberflächen, die Unterscheidung zwischen Einzelfasern und Faserbündeln, den Aufbau der Faserbündel und die Identifizierung von Faserschäden und Artefakten gelegt. Ein Vergleich der  $\mu$ CT-Bilder mit den elektronenmikroskopischen Aufnahmen zeigt schließlich die Vor- und Nachteile der gewählten Methoden in Bezug auf die qualitative zweidimensionale Strukturbeschreibung auf.

### 6.1.1 Fasermaterial

Das Fasermaterial wurde vor und nach der Beleimung untersucht, wobei sowohl die Oberfläche als auch der Querschnitt der Faserbündel charakterisiert wurden. Ansichten des Gesamtverbundes im REM sowie Aufnahmen der Struktur der Zellwände im TEM gaben Aufschluss über die Eignung und Schwächen der Fasern zur Herstellung von Faserwerkstoffen. Für die Beschreibung der Strukturen wurde auf die Begrifflichkeit und Systematik von Latzke und Hesse (1988) zurückgegriffen. Der Begriff „Mittellamelle“ bei der Betrachtung von REM, ESEM und TEM-Aufnahmen wird nach Singh et al. (2003) im Folgenden als Bezeichnung für die echte Mittellamelle zusammen mit der auf beiden Seiten angelagerten Primärwand zu den benachbarten Zellen verwendet, da eine Unterscheidung im TEM auch bei hohen Vergrößerungen nicht möglich ist. Dieses trifft sowohl auf die untersuchten Holzfasern als auch auf die Nicht-Holz-Naturfasern zu.

### 6.1.1.1 Holzfasern

Eine Vielzahl von Arbeiten zur Oberflächenstruktur von Holzfasern nach dem Refiner-Aufschluss (u. a. Koran (1970); Short (1981); Myers (1987)) zeigen die Variabilität der Faseroberflächen. Die hier vorgestellten Untersuchungen beschränken sich auf *Pinus sylvestris L.*-Fasern und eine Refinereinstellung, da aufgrund der unterschiedlichen Anatomie der eingesetzten Holzarten und des Refinertyps deutliche Unterschiede entstehen.

Die Oberfläche der MDF Fasern weist je nach Aufschlussverfahren und Aufschlussbedingungen eine unterschiedliche Struktur auf. In Abbildung 6.1 (a) sind flächige Reste der gemeinsamen Mittellamelle zu erkennen. Des Weiteren zeichnet sich eine Fibrillenstruktur ab, die anhand des Winkels von ca.  $10^\circ$  bis  $30^\circ$  der Sekundärwand 2 zugeordnet werden kann. Fibrillenstrukturen mit einem Fibrillenwinkel von ca.  $50^\circ$  bis  $70^\circ$  zur Faserlängsachse, die der Sekundärwand 1 zuzuordnen wären, sind nicht zu erkennen. Nicht vollständig ausgeschlossen werden kann auch eine Schrumpfung der Fasern im Vakuum der REM-Probenkammer, die zu dieser Struktur geführt hat (Short, 1981).

Eine häufig anzutreffende Auffälligkeit bei den *Pinus sylvestris L.*-Fasern sind die in Abbildung 6.1 (b) gezeigten großen Fenstertüpfel, die regelmäßig auf den Faseroberflächen zu finden sind und die ehemalige Verbindungen der Längstracheiden mit dem Holzstrahlparenchym darstellen. Die Abbildung der noch unverpressten Faser zeigt die Bedeutung der Faseröffnungen für die Beileimung, da davon ausgegangen werden kann, dass ein nicht unerheblicher Teil des Klebharzes durch die Öffnungen in das Faserlumen eindringt und somit nicht mehr für die Ausbildung einer Klebverbindung mit benachbarten Fasern zur Verfügung steht. Der Steg zwischen den Tüpfeln hat eine Stärke von ca.  $9 \mu\text{m}$ . Die großen Zellwandöffnungen stellen einen Schwachpunkt in Wandstruktur dar und wirken sich festigkeitsmindernd auf die Faser aus. Zusätzlich ist zu beobachten, dass die Fenstertüpfel nicht vereinzelt auf den Fasern vorkommen, sondern in Gruppen zu finden sind, was besonders bei Faserbündeln auffällig ist.

In Abbildung 6.1 (c) ist der Querschnitt durch ein Frühholzfaserbündel zu erkennen, dessen Einzelfasern einen tendenziell rechteckigen Querschnitt von ca.  $20 \mu\text{m} \times 40 \mu\text{m}$  aufweisen. Die Dicke der Zellwand liegt zwischen  $1,7 \mu\text{m}$  und  $2,8 \mu\text{m}$ . Gut zu erkennen ist ebenfalls die gemeinsame Mittellamelle und die Oberfläche der S2 auf der Lumenseite.

Abbildung 6.2 (a) verdeutlicht die Vielfalt der Formen und Strukturen der eingesetzten Holzfasern und Faserbündel. Viele Fasern weisen erhebliche Knickungen und Verdrehungen auf, die Schwachpunkte in der Faserstruktur bilden. Die in Abbildung 6.2 (b) gezeigte Faser weist eine häufig beobachtete Verdrehung um die Längsachse auf, die auf die Trocknung zurückzuführen ist und durch die spiralierte Fibrillenstruktur in den Zellwandschichten (insbesondere in der S2) hervorge-

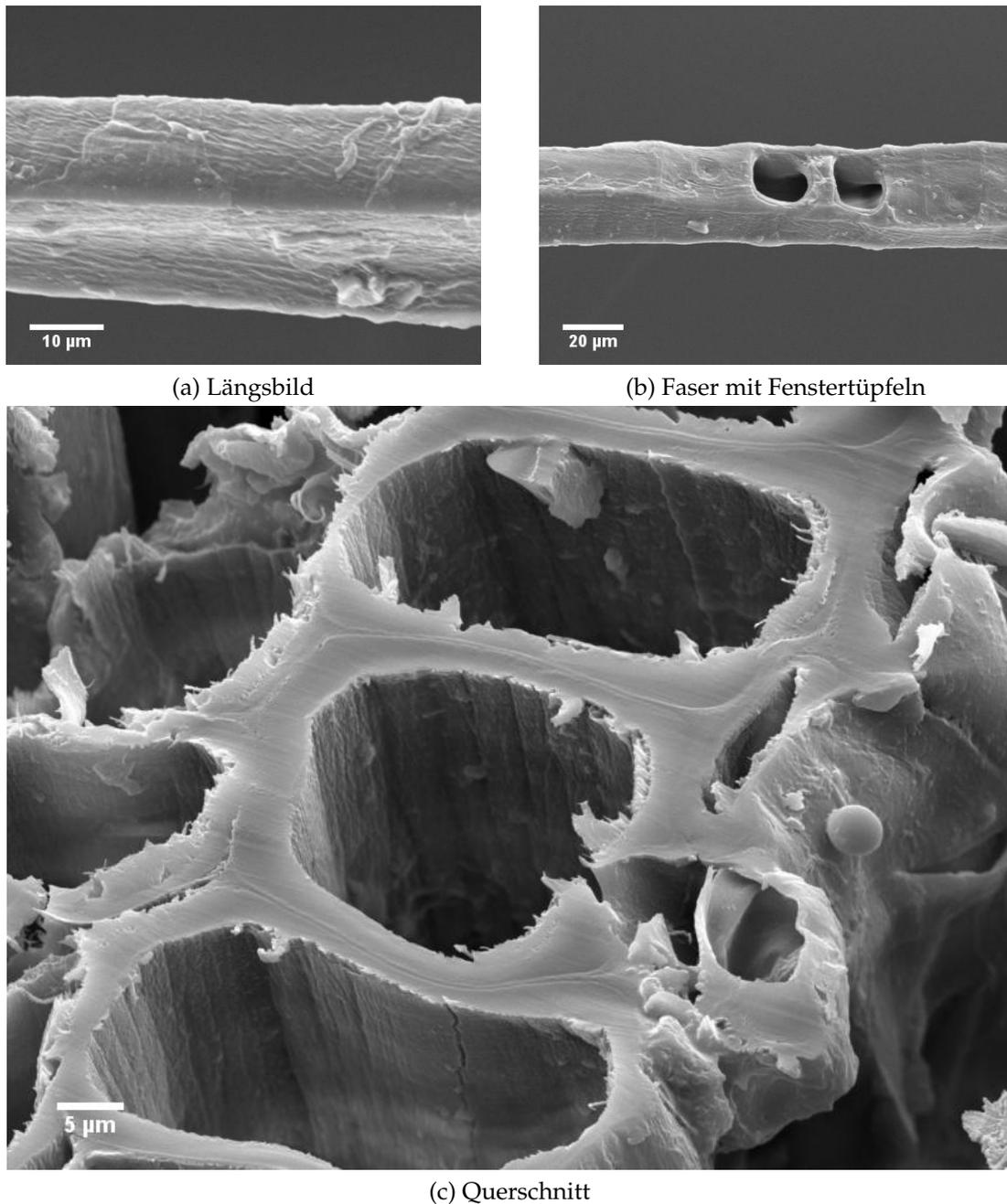


Abb. 6.1: MDF Holzfaser REM-Aufnahmen: (a) Längsbild ( $1.700\times$ ) einer Faser mit einem Durchmesser von ca.  $28\ \mu\text{m}$  und fibrillärer Oberflächenstruktur, (b) Holzfaser mit typischen Fenestertüpfeln ( $700\times$ ), deutlich erkennbar sind die beiden ca.  $18\ \mu\text{m} \times 16\ \mu\text{m}$  großen Tüpfel auf der Radialwand und (c) Querschnitt ( $1.490\times$ ) durch ein Frühholz-Faserbündel, Zellwanddicke ca.  $1,7\ \mu\text{m}$  bis  $2,8\ \mu\text{m}$ , Faserquerschnitt ca.  $20\ \mu\text{m} \times 40\ \mu\text{m}$ .

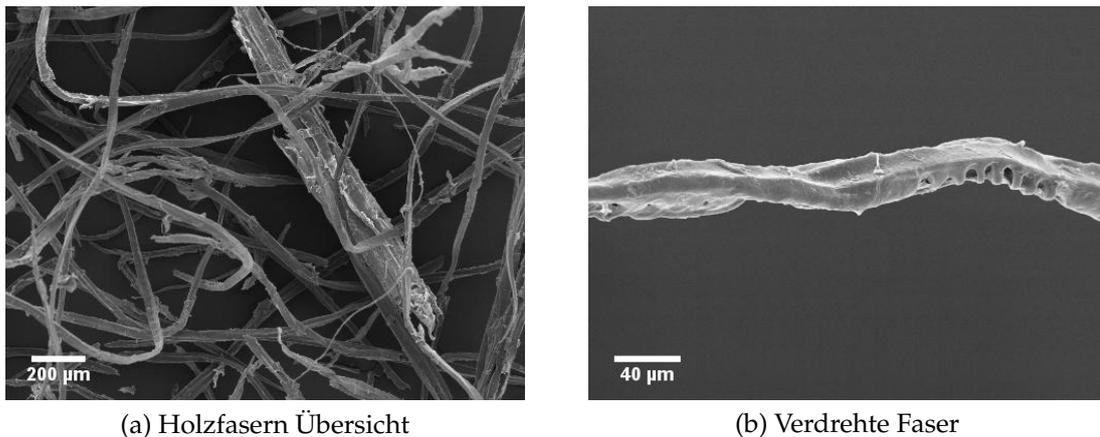


Abb. 6.2: REM-Aufnahmen charakteristischer Holzfasern mit (a) Übersicht über das Fasermaterial (57x) mit vielen gekrümmten und verdrehten Fasern sowie einem Faserbündel, (b) Einzelfaser (350x) mit einer typischen Verdrehung um die Längsachse.

rufen wird. Eine aktuelle und ausführliche Betrachtung dieses Phänomens findet sich bei Burgert et al. (2005).

In Abbildung 6.3 (a) und (b) ist ein Querschnitt eines Faserverbundes sowie eine Einzelfaser der verwendeten *Pinus sylvestris L.*-Fasern zu sehen. Der in Abbildung 6.3 (a) gezeigte Bereich weist eine Besonderheit auf, da sich bereits die beiden Spätholzfasern an der gemeinsamen Mittellamelle voneinander lösen, im oberen Bereich jedoch noch miteinander verbunden sind. Die oben erkennbare Zelle ist möglicherweise eine Epithelzelle, die einem Harzkanal zugeordnet war. Die für *Pinus sylvestris L.* typische Warzenstruktur auf der Innenseite der Faserwand (S2) ist andeutungsweise zu sehen und erleichtert die Identifizierung.

In der TEM-Aufnahme in Abbildung 6.3 (b) ist in Übereinstimmung mit den Beobachtungen von Singh et al. (2003) auch für die *Pinus sylvestris L.*-Fasern zu erkennen, dass die Oberfläche zu einem großen Teil von der Mittellamelle bedeckt war und auf den übrigen Bereichen die Sekundärwand die Oberfläche der Faser bildete. Die Dicke der auf der Faser verbliebenen Mittellamellenschicht scheint sehr variabel zu sein. Zusätzlich werden teilweise Ablösungen der Sekundärwand im Übergang zwischen S1 und S2 beobachtet.

Beobachtungen von Johnsen et al. (1995) für *Picea abies (L.) Karst.* nach einem Refineraufschluss lassen vermuten, dass im Refiner die Trennung der Fasern voneinander nicht direkt an der Mittellamelle erfolgt ist und somit sowohl Fasern mit größeren Resten der Mittellamelle vorkommen als auch Fasern, deren Oberfläche bis auf die S2 abgelöst wurde und die kaum noch Reste der gemeinsamen Mittellamelle enthalten.

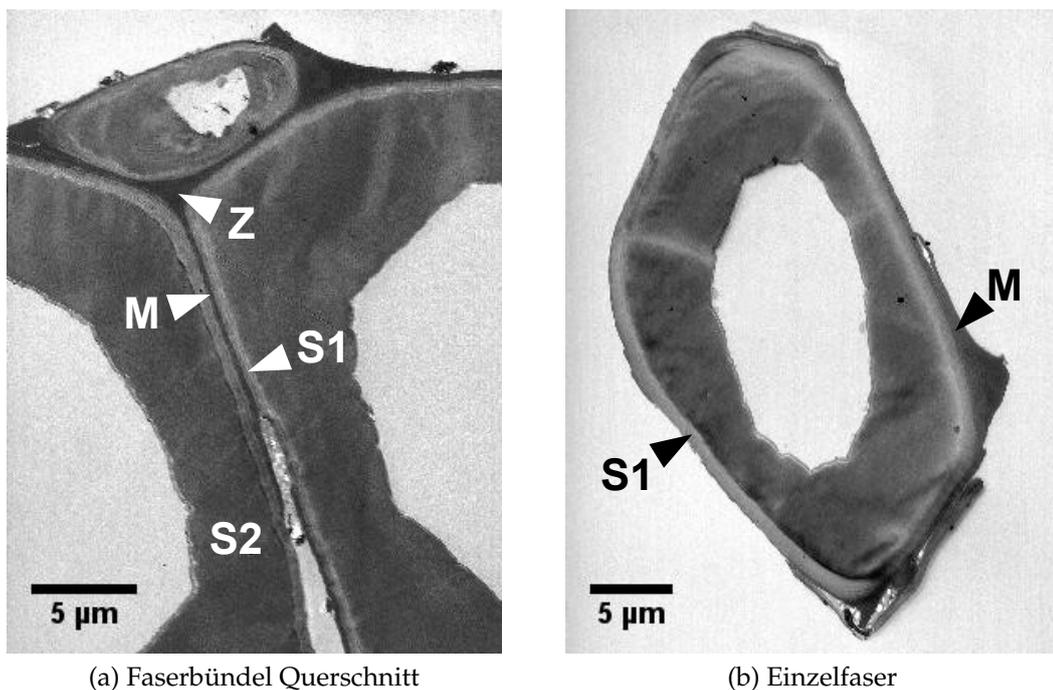


Abb. 6.3: Holzfaser TEM-Aufnahmen (*Pinus sylvestris* L.): (a) Querschnitt ( $2.310\times$ ) eines Faserbündels mit gemeinsamer Mittellamelle (M), S1 und S2 sowie einem Zwickel (Z). Im unteren Bereich ist eine Ablösung der Fasern voneinander im Bereich der Mittellamelle zu sehen. (b) Querschnitt einer Spätholzfaser ( $1.800\times$ ) mit Resten der Mittellamelle (M) und der freiliegenden S1. Auf der rechten unteren Seite ist der Rest eines Zwickels zu erkennen.

Für die spätere Verklebung der Fasern kommt der Faseroberfläche eine große Bedeutung zu, da das vorhandene Lignin auf der Oberfläche die Qualität der Verklebung beeinflusst. Eine Tendenz der Ligninverteilung lässt sich anhand der durchgeführten  $\text{KMnO}_4$ -Kontrastierung feststellen, welche Bereiche hoher Ligninkonzentration in den TEM-Aufnahmen aufgrund höherer Absorption dunkler erscheinen lässt.

### 6.1.1.2 Hanf

Bei den untersuchten gerösteten Hanffasern handelte es sich um bereits gut aufgeschlossene Fasernbündel. Eine Feldröste, d. h. der Verbleib der geernteten Stängel auf dem Feld für mehrere Tage in Verbindung mit einem beginnenden Abbau durch Pilze und Bakterien, dient der leichteren mechanischen Trennung zwischen dem faserbündelreichen Bast vom verholzten Stängel. Die REM-Aufnahmen der Hanffasern zeigen typische Merkmale, anhand derer man die Faserbündel eindeutig identifizieren kann. In Abbildung 6.4 sind die Längsbilder und der Querschnitt repräsentativer Bereiche der Faserbündel dargestellt.

Die Oberfläche der Hanffaserbündel in Abbildung 6.4 (a) erscheint sehr furchig und aufgeraut. Erkennbar sind unregelmäßige Querverdickungen (Pfeile) in den Faserwänden, die auf mechanische Belastungen während des Pflanzenwachstums zurückzuführen sind (Ruys et al., 2002; Thygesen und Hoffmeyer, 2005; Wang und Wang, 2005). Die Einzelfasern sind gut zu erkennen und erscheinen im Faserverbund fest verankert. Flächige Anhaftungen auf der Oberfläche scheinen Reste von umgebenden Parenchymzellwänden zu sein. Vielfach ist eine fibrilläre Struktur mit einzelnen Fibrillen zu erkennen. Die Feldröste hat dazu geführt, dass anhaftende Parenchymzellen weitgehend abgebaut wurden, was besonders in der Übersicht im Abbildung 6.4 (c) zu erkennen ist. Des Weiteren sind Schädigungen durch den Aufschluss in Form von Quetschungen und Knickung der Fasern zu erkennen, die die mechanischen Festigkeiten negativ beeinflussen.

Interessant sind in diesem Zusammenhang die Beobachtungen von Wang und Wang (2005), die das Auftreten von Querverdickungen an Hanffasern nicht nur auf Schädigungen während des Wachstums, sondern auch auf das Aufschlussverfahren zurückführen. Weiterhin wird die schnellere Feuchteaufnahme der Fasern gegenüber Holzfasern mit dem Auftreten von dünnen Querrissen in Verbindung gebracht, die die Sorptionsvorgänge beschleunigen sollen. Unterstützt wird diese Aussage dadurch, dass es sich üblicherweise nicht um ringförmige Fehlstellen um ein Faserbündel herum handelt, sondern dass nur lokal begrenzte Fehlstellen auftreten, die einen Zugang zur inneren Faserwand und dem Lumen ermöglichen.

Das Vorkommen von Querverdickungen in den Faserbündeln aufgrund von mechanischen Belastungen sowohl während der Wachstumsphase als auch während des Aufschlusses deutet nach Thygesen und Hoffmeyer (2005) auf Schädigungen

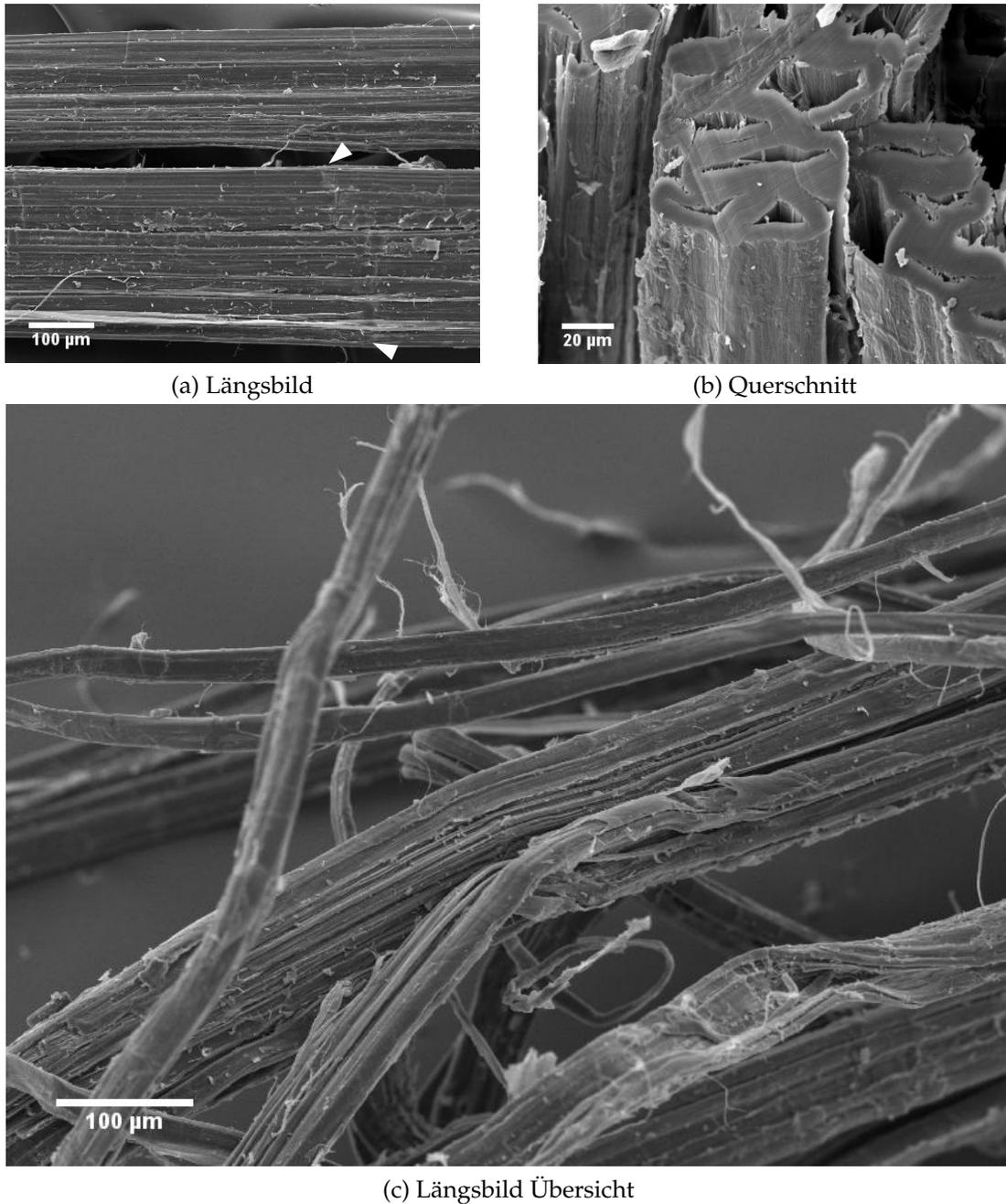


Abb. 6.4: Hanf REM-Aufnahmen: (a) Längsbild ( $150\times$ ) zweier Faserbündel (Durchmesser oben  $178\ \mu\text{m}$ , unten  $270\ \mu\text{m}$ ), Pfeile kennzeichnen eine Stauchline, (b) Querschnitt ( $600\times$ ) mehrerer Faserbündel (Durchmesser  $76\ \mu\text{m}$  bis  $87\ \mu\text{m}$ ) mit ca.  $7\ \mu\text{m}$  dicken Zellwänden und variablem Lumen, (c) Übersicht ( $150\times$ ) mehrerer Faserbündel (Durchmesser  $26\ \mu\text{m}$  bis  $120\ \mu\text{m}$ ) mit deutlichen Aufspaltungen in Längsrichtung und Knickungen durch die Aufbereitung.

der für die Festigkeit der Zellwand verantwortlichen Mikrofibrillen in den Faserzellwänden hin. Thygesen und Hoffmeyer (2005) untersuchten diese Fehlstellen mit Hilfe von polarisiertem Licht und zeigten die Wichtigkeit der Untersuchung dieser möglichen Schwachstellen in den Faserbündeln für die Herstellung von Faserwerkstoffen. Berücksichtigt werden muss hierbei auch die Induzierung von Schäden durch die Probenpräparation und die Faserbehandlung bei der Plattenherstellung, die bislang noch nicht untersucht wurde.

Im Querschnitt in Abbildung 6.4 (b) sind die Übergänge der Einzelfasern innerhalb des Faserbündels teilweise nicht vollständig zu unterscheiden. Die polygonalen Zellen sind in der Regel hohl und enthalten ein Lumen, welches jedoch unterschiedliche Größen und Formen aufweist. Die Wanddicke ist mit ca. 7  $\mu\text{m}$  sehr groß und erschwert aufgrund des kleinen Lumens teilweise die Identifizierung einzelner Fasern. Nur ansatzweise ist die gemeinsame Mittellamelle zu erkennen. Die Größe der Fasern selbst ist ebenfalls stark schwankend. Auffällige Deformationen oder Schäden der Faserwände sind nicht zu erkennen, obwohl die Faserstruktur sehr unregelmäßig erscheint.

Die in Abbildung 6.5 gezeigten TEM-Schnitte verdeutlichen die schwer zu charakterisierende Struktur der Hanffasern. Die Herstellung der Dünnschnitte stellte sich im Gegensatz zu den anderen Nicht-Holz-Naturfasern als äußerst problematisch heraus, so dass auf eine Kontrastierung verzichtet werden musste. Die Lagerung in der Kontrastierungslösung ( $\text{KMnO}_4$ ) führte zu einer Ablösung der Probe vom Einbettungsmedium. Erkennbare schwarze Striche unterschiedlicher Breite und Länge stellen Auffaltungen dar, die trotz Glättung nicht zu entfernen waren und in dieser Häufigkeit nur bei Hanf beobachtet wurden. Dennoch sind in Abbildung 6.5 (a) verschiedene Einzelfasern eines Faserbündels erkennbar. In Abbildung 6.5 (b) ist eine große Einzelfaser im Verbund mit einer kleinen Einzelfaser zu sehen. Die Abgrenzung der Einzelfasern durch die gemeinsame Mittellamelle (M) zeigt die eckige Geometrie der ungleichmäßig großen Fasern. Im Gegensatz zu den REM-Aufnahmen des Faserbündelquerschnittes in Abbildung 6.4 (b) sind hier Fasern mit einem sehr kleinen Lumen dargestellt. Aufgrund der fehlenden Kontrastierung ist bei den TEM-Aufnahmen keine Unterscheidung zwischen S1 und S2 möglich, so dass in Abbildung 6.5 (b) nur die Bezeichnung S2 verwendet wurde.

Aufgrund der vorangegangenen Feldröste wurde der Faserverbund durch Bakterien und Pilze angegriffen. Der damit einhergehende Angriff auf die Zellwandsubstanz wird durch das Vorkommen von Pilzhyphen (Hy) in Abbildung 6.5 deutlich. Reste von Bakterien wurden zusätzlich in allen Aufnahmen auf der Außenseite der Faserbündel beobachtet. Ziel der Feldröste ist es hierbei, die Zellwände der Fasern nicht zu schädigen und nur die leicht abbaubaren Bestandteile (Stärke, Parenchymzellen) aufzulösen. Die hier gezeigten Abbildungen verdeutlichen, dass dieses Ziel erreicht wurde.

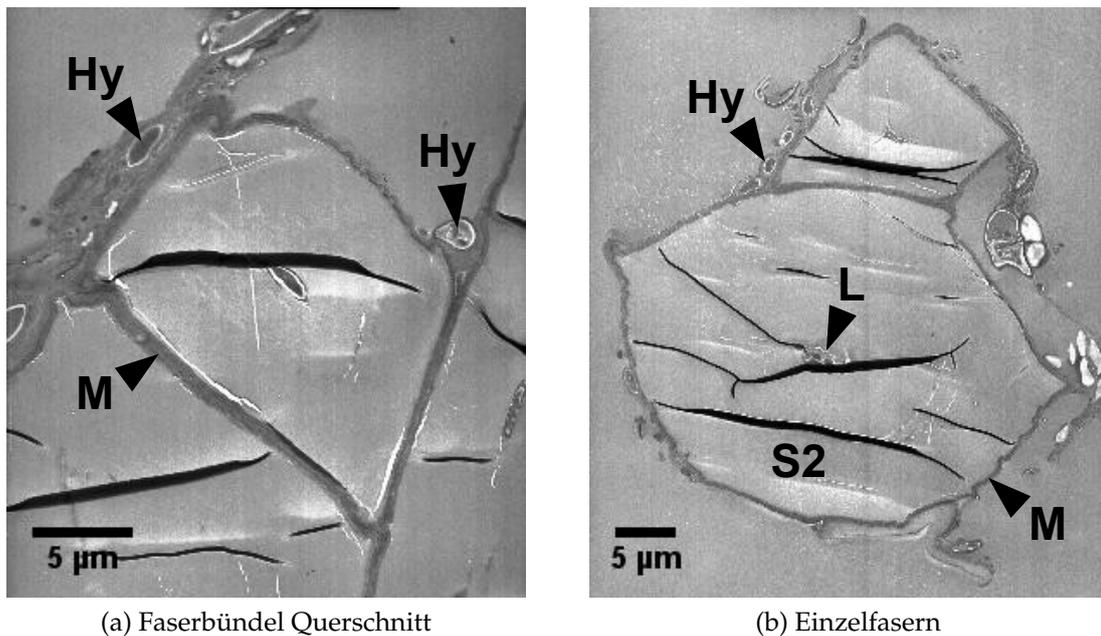


Abb. 6.5: Unkontrastierte Hanf TEM-Aufnahmen: (a) Querschnitt ( $2.310\times$ ) eines Faserbündels mit deutlich erkennbarer Mittellamelle (M) und Pilzhypen (Hy), das Faserlumen ist kaum zu erkennen, (b) Zwei Einzelfasern ( $1.400\times$ ) mit kaum erkennbarem Lumen (L), außenliegender Mittellamelle (M) und Pilzhypen. Die S2 lässt sich nicht von der S1 unterscheiden. Zu beachten sind weiterhin die Falten im Dünnschnitt, die als unterschiedlich breite und lange schwarze Striche erscheinen.

### 6.1.1.3 Kenaf

Die REM-Aufnahmen der Kenaffasern zeigen typische Charakteristika, anhand derer man die Fasern identifizieren kann. In Abbildung 6.6 sind die Längsbilder und der Querschnitt repräsentativer Bereiche der Faser dargestellt.

Die Oberfläche der Kenaffaserbündel in Abbildung 6.6 (a) erscheint sehr glatt, die Einzelfasern sind jedoch deutlich zu erkennen. Auffällig sind wiederkehrende Verdickungen in Querrichtung sowie kleine Löcher in der Zellwand, die entweder natürlichen Ursprungs sind oder durch mikrobiologische Aktivitäten (Pilze oder Bakterien) entstanden sind (Ruys et al., 2002). Die fibrilläre Struktur der Faserwand ist kaum zu sehen. Anhaftungen und kleine Partikel auf der Oberfläche sind der Präparation und der Aufbereitung der Fasern zuzuordnen. Die Verdickungen in der Zellwand in Abbildung 6.6 (a) und (c) stellen möglicherweise deutliche Schwachstellen dar, die durch mechanische Beanspruchung, wie z. B. Knickung oder Stauchung des Halmes während der Wachstums entstanden sind (Ruys et al., 2002; Wang und Wang, 2005). Die beginnende Ablösung einzelner Fasern im Außenbereich des Faserbündels hingegen deutet auf eine Schwächung des Faserverbundes hin. Mögliche Auflagerungen von Wachsen oder Fetten können in den REM-Aufnahmen nicht festgestellt werden.

Im Querschnitt in Abbildung 6.6 (b) sind die Einzelfasern des Faserbündels gut zu erkennen, die Lumengröße ist jedoch stark schwankend und liegt in einer Bandbreite von 1  $\mu\text{m}$  bis 4  $\mu\text{m}$  und einer Form von oval bis rund. Die 16 erkennbaren Einzelfasern haben einen polygonalen bis rechteckigen Querschnitt und einen mittleren Durchmesser von 16  $\mu\text{m}$ . Das gesamte Faserbündel erscheint weitgehend intakt. Schemenhaft erkennbar ist die gemeinsame Mittellamelle der Einzelfasern im Verbund.

Bei der Betrachtung der TEM-Querschnitte des in Abbildung 6.7 (a) dargestellten Kenaffaserbündels fällt auf, dass sowohl die Dicke der Zellwände der Einzelfasern als auch die Größe der Einzelfasern deutlich unterschiedlich ausgeprägt sind. Die links oben angeschnittene Faser weist eine ungleichmäßig dicke S1 auf, die bei den anderen Fasern nicht zu erkennen ist. In Abbildung 6.7 (b) ist die Verbindung der Fasern untereinander im Bereich des Zwickels (Z) abgebildet. Auffällig ist in der Detailaufnahme die Struktur der S1, die sowohl bei jeder Faser eine leicht unterschiedliche Dicke aufweist, als auch eine abweichende Kontrastierung zeigt (Faser oben rechts). Zu beachten ist in beiden Aufnahmen die leicht gewellte Struktur, die auf Falten im Ultradünnschnitt zurückzuführen ist.

Die Kontrastierung der Ultradünnschnitte mit  $\text{KMnO}_4$  verdeutlicht die unregelmäßige Verteilung des Lignins. Der nach Ohnishi et al. (2003) und Kawai et al. (2002) für die verwendeten Fasern festgestellte geringe Ligningehalt von 3 % ist als mögliche Ursache für dieses Phänomen heranzuziehen. Eine Konzentration des Lignins in der Mittellamelle und nur eine teilweise Einlagerung in der Sekun-

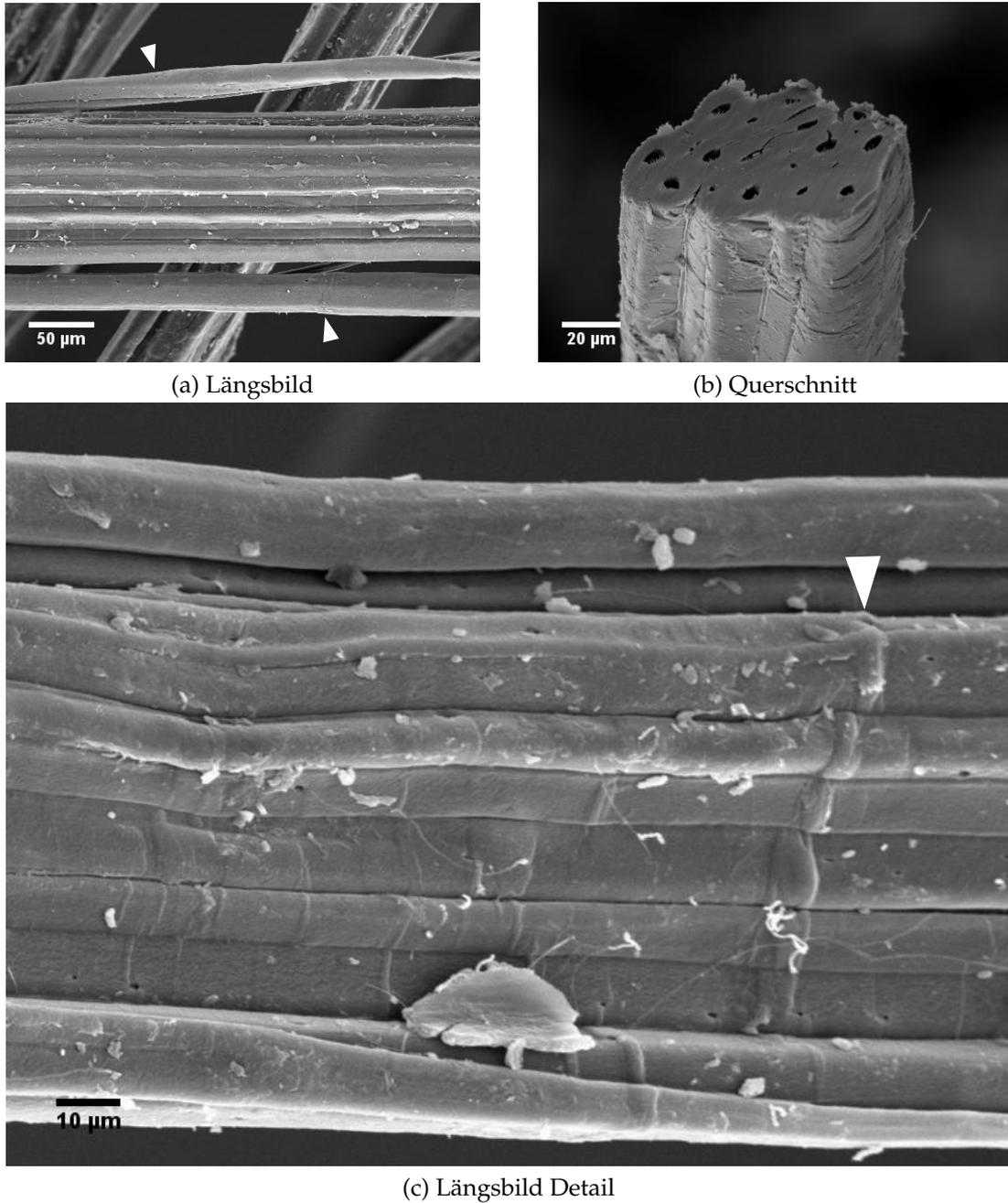


Abb. 6.6: Kenaf REM-Aufnahmen: (a) Längsbild ( $300\times$ ) eines  $180\ \mu\text{m}$  dicken Faserbündels aus  $24\ \mu\text{m}$  bis  $28\ \mu\text{m}$  starken Einzelfasern, kleine Löcher auf der Faseroberfläche (Pfeil oben) und Querverdickung (Pfeil unten), (b) Querschnitt ( $700\times$ ) eines Faserbündels (Durchmesser ca.  $73\ \mu\text{m}$ ) und (c) Detail ( $700\times$ ) eines  $100\ \mu\text{m}$  dicken Faserbündels mit einer  $5\ \mu\text{m}$  breiten Querverdickung (Pfeil), gut erkennbar sind weiterhin die  $1\ \mu\text{m}$  großen Löcher in der Zellwand.

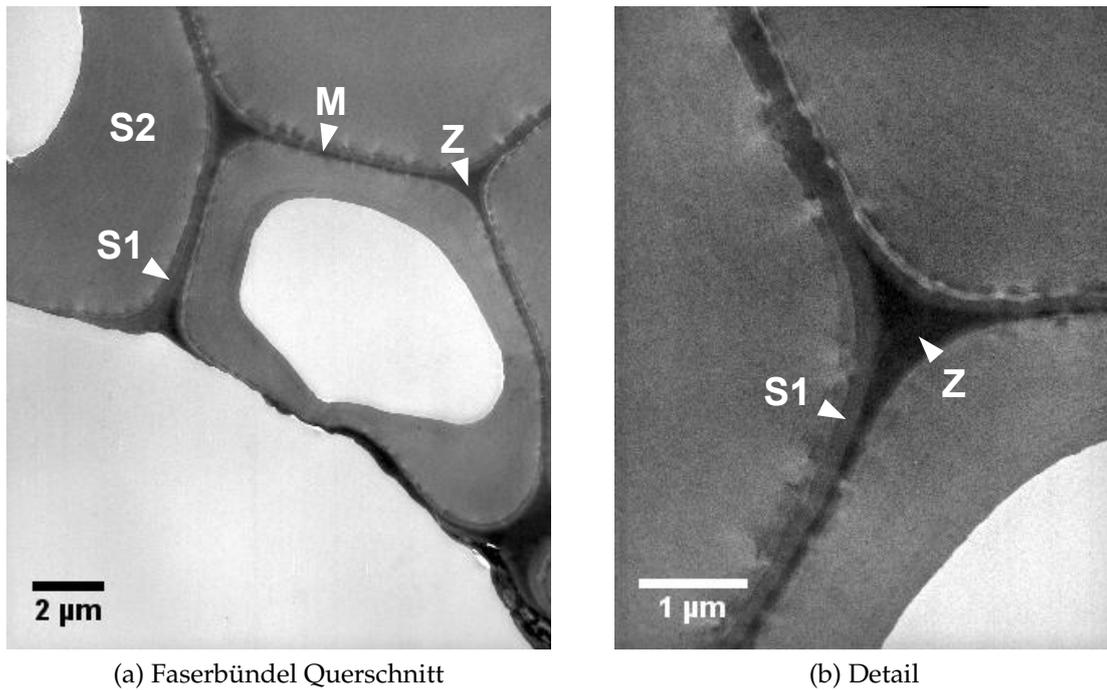


Abb. 6.7: Kenaf TEM-Aufnahmen: (a) Querschnitt ( $3.810\times$ ) eines Faserbündels mit einer deutlichen Unterscheidung zwischen S1 und S2 sowie der gemeinsamen Mittellamelle (M) und auffälligen Verdickungen/Zwickeln (Z) in den Ecken, (b) Detail der Zellwand ( $13.000\times$ ) mit Zwickel und ungleichmäßig kontrastierter S1. Zu beachten sind die leichten Falten im Dünnschnitt.

därwand wäre eine Erklärung für die unterschiedliche Färbung der Bereiche der S1 der drei zusammenhängenden Fasern. Des Weiteren fällt auf, dass die Fortsetzung der im Zwickel gut erkennbaren Mittellamelle nur noch schwer weiterzuverfolgen ist, da kein Unterschied zwischen Sekundärwand und Mittellamelle festgestellt werden kann.

### 6.1.1.4 Sisal

Die REM-Aufnahmen der Sisalfasern zeigen deutliche Merkmale, die zur Identifizierung der Fasern notwendig sind. In Abbildung 6.8 sind die Längsbilder und der Querschnitt repräsentativer Bereiche der Faserbündel dargestellt.

Die Oberfläche der Sisalfaserbündel erscheint deutlich gerieft mit einzelnen erkennbaren Abschnitten und Querstegen, die nach Martins et al. (2004) auf die ehemalige Verbindung zu dem umgebenden Parenchymgewebe zurückzuführen sind. Die fibrilläre Struktur der Faserwand ist gut zu erkennen. Einzelne, auf der Oberfläche haftende Partikel, sind der Präparation zuzuordnen. Die Rauigkeit der Faseroberfläche und im REM nicht erkennbare Auflagerungen von Wachsen oder Fetten lassen die Faserbündel grundsätzlich geeignet für die Verklebung zu Faserwerkstoffen erscheinen.

Im Querschnitt sind die Einzelfasern des Faserbündels zu unterscheiden. Es handelt sich ausschließlich um dickwandige, leicht ovale bis polygonale Zellen mit einem deutlichen Lumen. Mehrfach auftretende Risse und Ablösungen im Übergang zwischen S1 und S2, seltener im Bereich zwischen Mittellamelle und S1, sind möglicherweise nachträglich durch die Probenpräparation entstandene Artefakte. Da das Auftreten dieser Schäden jedoch auch bei nicht angeschnittenen Fasern zu erkennen ist, kann durchaus auch der Aufschlussprozess mit dem Zerquetschen der Sisalblätter die Ursache für die Schädigungen sein. In Hinblick auf die Festigkeit der Faserbündel sind diese Vorschädigungen von großer Bedeutung, da sie die Belastbarkeit des Faserbündels herabsetzen und mögliche Sollbruchstellen bilden.

Eine genaue Betrachtung des Aufbaus der Einzelfasern eines Faserbündels sowie der Oberfläche des Faserbündels mit Hilfe von TEM-Aufnahmen des Querschnittes in Abbildung 6.9 kann Aufschluss über das zu erwartende Deformationsverhalten und die Verklebungsgüte der Faserplatte geben. Hierbei ist zum einen der Aufbau der Zellwand von Bedeutung, zum anderen kommt der Oberfläche des Faserbündels bei der Verklebung eine hohe Bedeutung zu.

Der in Abbildung 6.9 (a) gezeigte Querschnitt durch das Faserbündel zeigt den klar abgegrenzten Aufbau der Faser in Mittellamelle, S1 und S2. Der Faserverbund erscheint im Gegensatz zu den REM-Aufnahmen intakt und ohne erkennbare Schädigungen zu sein.

Vergleicht man die REM-Aufnahmen des Faserbündelquerschnittes mit dem TEM-Querschnitt, so fällt auf, dass bei ersteren Aufnahmen Präparationsartefakte durch den Anschnitt im Bereich des Überganges von der S1 zur S2 aufgetreten sind, sowie Risse in der Sekundärwand verursacht wurden. Nimmt man diese Beobachtungen sowie die relativ hohe Steifigkeit und Sprödigkeit der Faserbündel zusammen, dann lässt sich auch bei Sisal ein signifikanter Einfluss der Sekundärwand auf die mechanischen Festigkeiten längs und quer zur Längsachse der Ein-

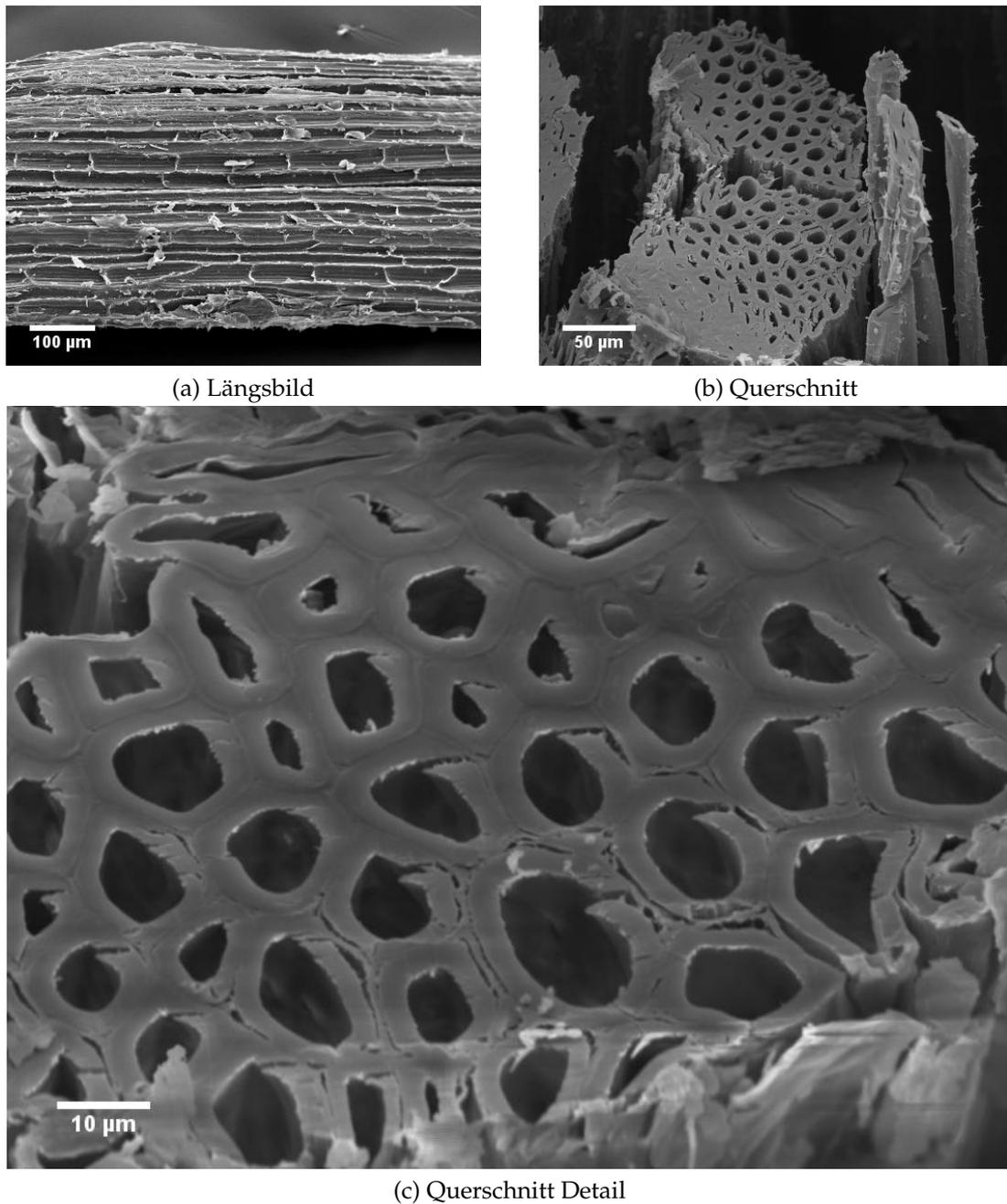


Abb. 6.8: Sisal REM-Aufnahmen: (a) Längsbild ( $150\times$ ) eines  $428\ \mu\text{m}$  dicken Faserbündels mit deutlichen Segmenten ( $25\ \mu\text{m} \times 150\ \mu\text{m}$ ) und  $2\ \mu\text{m}$  breiten Stegen, (b) Querschnitt ( $350\times$ ) eines Band-Faserbündels (Durchmesser  $230\ \mu\text{m} \times 150\ \mu\text{m}$ ) und (c) Querschnitt Detail ( $1.010\times$ ) eines Faserbündels mit einzelnen Fasern mit einem mittleren Durchmesser von  $13\ \mu\text{m}$  bis  $17\ \mu\text{m}$  und Ablösungen zwischen S1 und S2.

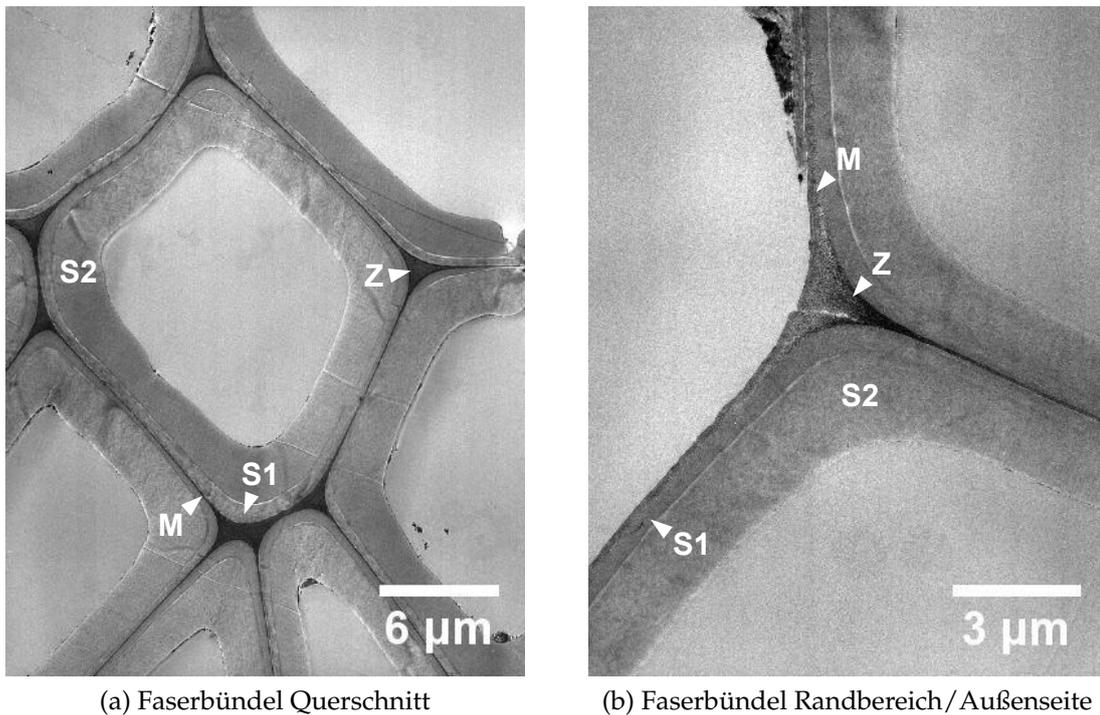


Abb. 6.9: Sisal TEM-Aufnahmen: (a) Querschnitt ( $2.300\times$ ) eines Faserbündels mit Zellwanddicken von  $2\ \mu\text{m}$  bis  $2,4\ \mu\text{m}$  und einer deutlichen Unterscheidung zwischen S1 (Dicke  $0,3\ \mu\text{m}$  bis  $0,6\ \mu\text{m}$ ) und S2 (Dicke  $1,75\ \mu\text{m}$  bis  $2\ \mu\text{m}$ ) sowie der gemeinsamen Mittellamelle (M) (Dicke  $0,06\ \mu\text{m}$  bis  $0,1\ \mu\text{m}$ ) und auffälligen Verdickungen/Zwickeln (Z) in den Ecken, (b) Querschnitt ( $5.000\times$ ) des Randbereiches des Faserbündels mit außenliegender erkennbarer durchgehender Mittellamelle, oben mit möglichen anhaftenden Resten ehemaliger Parenchymzellen.

zelfasern und des Faserbündels vermuten, wie es bereits von Donaldson (1995) und Singh et al. (2003) für verschiedene Holzfasern bekannt ist. Auffallend ist in diesem Zusammenhang bei den Sisalfasern die hohe Dicke der S1, die aufgrund der scharfen Übergänge in den TEM-Aufnahmen eine erkennbar abweichende Fibrillenstruktur zur S2 aufweist und anhand der unterschiedlichen Kontrastierung durch das Kaliumpermanganat stärker lignifiziert erscheint.

Die Unterscheidung der drei von Martins et al. (2004) in Abschnitt 2.3.3 erklärten Faserbündeltypen lässt sich in den REM-Aufnahmen andeutungsweise erkennen. Die in Abbildung 6.8 gezeigten Faserbündel sind mit hoher Wahrscheinlichkeit Band-Faserbündel, da eine Aufspaltung der Einzelfasern in longitudinaler Richtung aufgrund der Präparation des Schnittes mit der Rasierklinge zu beobachten war.

## 6.1.2 2D-Darstellung von Faserplatten-Querschnitten

### 6.1.2.1 MDF

Die 2D-Darstellung von Querschnitten der MDF-Proben konnte auch für die  $\mu$ CT-Aufnahmen durchgeführt werden. Um die Auflösung und die Tiefenschärfe der REM-Aufnahmen gegenüber den  $\mu$ CT-Aufnahmen zu verdeutlichen, wurde ein vollständiger YZ-Schnitt ( $1.536 \text{ Pixel} \times 1.900 \text{ Pixel}$ ) durch den Datensatz jeder Probe erstellt.

Aus diesen Aufnahmen wurden Bereiche von  $200 \mu\text{m} \times 200 \mu\text{m}$  ausgewählt und zusammen mit gleichgroßen Ausschnitten aus den REM-Aufnahmen auf die gleiche Größe skaliert. Die ungefähren Bereiche, aus denen die im Folgenden gezeigten Teilbereiche gewonnen wurden, sind in einer beispielhaften Übersicht eines 3D-Volumens einer MDF 300 in Abbildung 6.10 gezeigt. Die Markierungen stellen im richtigen Größenverhältnis die gezeigten Deckschicht- (DS) und Mittelschichtbereiche (MS) dar, die für die Gegenüberstellung verwendet wurden. Zu beachten ist hierbei, dass es sich bei den angegebenen Rohdichten von  $300 \text{ kg/m}^3$  bis  $1.000 \text{ kg/m}^3$  der Proben nur um die durchschnittlichen Zielrohdsichten der Proben handelt, welche tatsächlich deutliche lokale Unterschiede aufweisen. Die gezeigten Aufnahmen sollen daher lediglich die Auflösung der beiden Darstellungsmethoden verdeutlichen und keine Aussage über die Dichteverteilung in den Proben repräsentieren, da sowohl horizontale als auch vertikale Abweichungen zu erwarten sind.

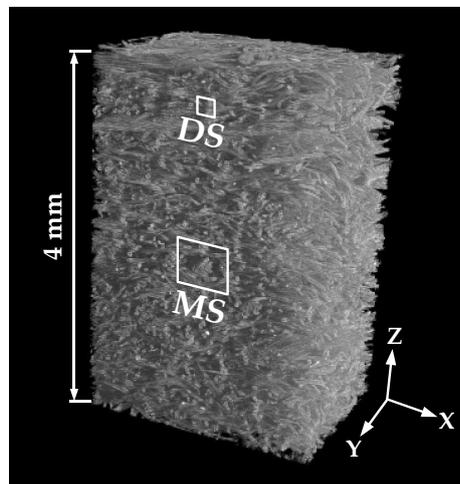


Abb. 6.10: 3D-Volumen einer MDF 300 mit Ausschnitten der REM- und Tomographieaufnahmen in Abbildung 6.11 und 6.12. Größe des Ausschnitts in der Deckschicht (DS)  $200 \mu\text{m} \times 200 \mu\text{m}$ , in der Mittelschicht (MS)  $600 \mu\text{m} \times 600 \mu\text{m}$ .

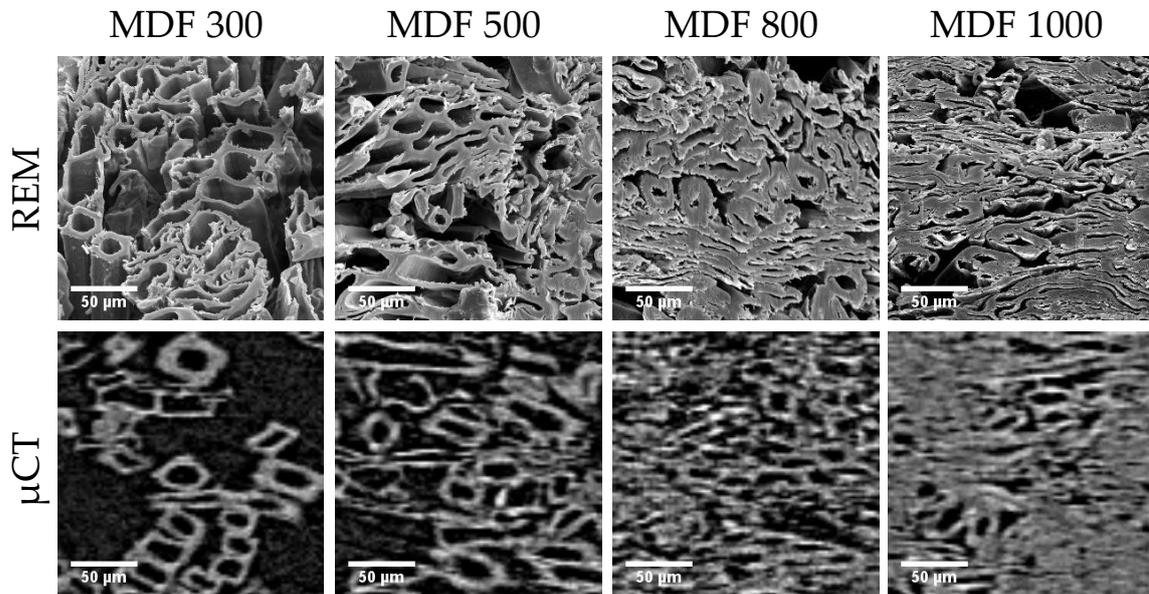


Abb. 6.11: Vergleich von REM-Aufnahmen mit  $\mu$ CT-Aufnahmen, dargestellt an unterschiedlichen MDF-Proben. Die Zahlen der Probenkennung geben die jeweilige Zielroh-dichte (in  $\text{kg}/\text{m}^3$ ) der Gesamtprobe an. Die dargestellten Ausschnitte ( $200 \mu\text{m} \times 200 \mu\text{m}$ ) entstammen den Deckschichtbereichen.

Die DS-Bereiche der MDF-Proben sind in Abbildung 6.11 dargestellt. Gut zu erkennen ist der mit zunehmender Rohdichte einhergehende Kollaps der dicken Spätholzfaserwände, der zu einer Verkleinerung des Lumens führt. Die Lumina sind in den Tomographieaufnahmen in kollabierter Form aufgrund des Unterschreitens der Auflösungsgrenze von  $2,3 \mu\text{m}$  nicht mehr zu erkennen. Beide Darstellungsformen erlauben jedoch die klare Unterscheidung von kollabierten Frühholz- und nicht kollabierten Spätholzfäsern sowie bei niedrigen Zielroh-dichten ebenfalls die Unterscheidung von Einzelfasern und Faserbündeln. Auf eine Darstellung der Industrie MDF wurde aufgrund der vergleichbaren Struktur zu den MDF 300 bis MDF 1000 verzichtet.

Aus Abbildung 6.11 wird deutlich, dass die dargestellten REM-Aufnahmen der MDF-Proben einen erheblich größeren Kontrast und eine höhere Schärfentiefe liefern als die  $\mu$ CT-Aufnahmen. Die REM-Aufnahmen sind jedoch stark abhängig von der Blickposition und vermitteln einen räumlichen Eindruck im Gegensatz zu den dargestellten flächigen YZ-Schnitten der  $\mu$ CT-Aufnahmen, die in der gezeigten Darstellungsform mit lichtmikroskopischen Schnitten vergleichbar sind.

In den  $\mu$ CT-Aufnahmen der Proben MDF 300 und MDF 500 lassen sich Frühholz- und Spätholzfäsern unterscheiden, was bei den Proben MDF 800 und MDF 1000 aufgrund der höheren Dichte und der Auflösung nur noch teilweise mög-

lich ist. Die vergleichbaren REM-Aufnahmen liefern den Beweis für die starke Deformation und den damit einhergehenden Zellwandkollaps, der das Lumen der Fasern auf ein Minimum reduziert. Bedingt durch die effektive Pixelgröße von  $2,3 \mu\text{m}$  der  $\mu\text{CT}$ -Aufnahmen lassen sich diese Details nicht mehr vollständig auflösen. Der Durchmesser des verbliebenen Faserlumens wird durch diesen Effekt in der Regel auf weniger als ein Voxel reduziert, was für die Unterscheidung zwischen Faserwand und Faserlumen nicht mehr ausreicht.

Vereinzelt wurden in den Tomographieaufnahmen zwischen den Fasern kleine punktförmige Bereiche hoher Absorption festgestellt, die besonders deutlich als schwarze Punkte in Abbildung 6.32 zu erkennen sind und mit zunehmender Rohdichte häufiger auftraten. Eine mögliche Erklärung für diese punktförmigen Absorptionen ist eine leichte Verunreinigung des verwendeten Holzfasermaterials mit Siliziumdioxid (Sand), welches eine hohe Absorption bei Röntgenstrahlung aufweist. Vergleichbare Beobachtungen in Form von vereinzelt Bereichen hoher Absorption wurden bei der Industrie MDF Probe nicht festgestellt und deuten auf eine vorher unbemerkte Verunreinigung der Laborfasern hin.

### 6.1.2.2 MDF mit Nicht-Holz-Naturfaserbeimischung

In Abbildung 6.12 ist ein Überblick über alle Faserplattentypen aus Mischungen von Holzfasern mit anderen Nicht-Holz-Naturfasern und den reinen Nicht-Holz-Naturfaserplatten dargestellt. Für die in Abbildung 6.12 gezeigten Bilder wurde der sichtbare Ausschnitt auf  $600 \mu\text{m} \times 600 \mu\text{m}$  erweitert und der Mittelschichtbereich der Proben ausgewählt, um die großen Faserbündel besser darstellen zu können und um die Unterschiede zwischen den Fasertypen zu verdeutlichen. Anhand der gezeigten REM-Aufnahmen im Vergleich zu den Tomographieaufnahmen ist die Stärke der Tomographieaufnahmen erkennbar.

In den REM-Aufnahmen in Abbildung 6.12 sind die einzelnen Faserbündel sowie das Lumen der Einzelfasern nicht zu erkennen und die Struktur lässt sich nur ansatzweise erahnen. Der Ursache hierfür ist die Probenpräparation mit der Rasierklinge, die aufgrund der Zähigkeit der Fasern nicht die geforderte glatte Oberfläche erzeugt.

Die Tomographieaufnahmen zeigen sehr klar die Zusammensetzung der MDF-H Probe (50 % Hanf) und der MDF-S Probe (50 % Sisal). Optisch lassen sich die Holzfasern und dickwandige Hanffaserbündel (ohne erkennbare Lumina) bzw. Sisalfaserbündel (mit deutlichen Lumina) unterscheiden. Sehr gut sind ebenfalls die einzelnen Sisalfaserbündel der VS (100 % Sisal) Probe zu erkennen.

Zusätzlich wird die Unterscheidung bei der Betrachtung der Querschnitte der  $\mu\text{CT}$ -Aufnahmen der hergestellten Faserplatten MDF-S und VS (100 % Sisal) in Abbildung 6.12 erleichtert, da deutlich besser zwischen mechanischen Faserbündeln und Band-Faserbündeln unterschieden werden kann.

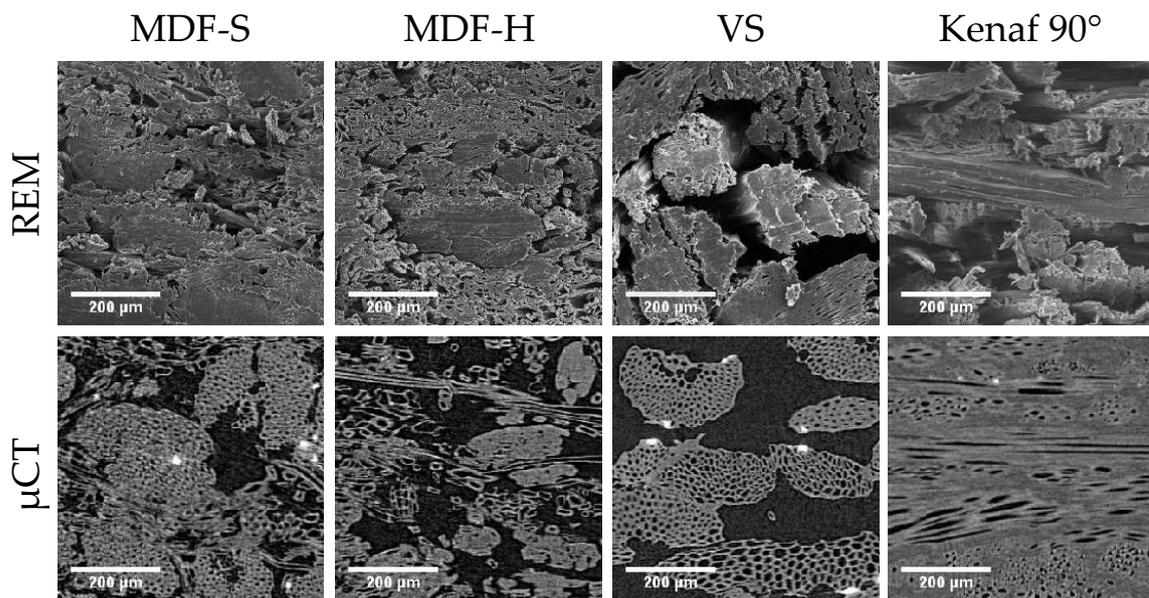


Abb. 6.12: Vergleich der Proben MDF-S (50 % Sisal), MDF-H (50 % Hanf), VS (100 % Sisal) und Kenaf 90° der REM-Aufnahmen mit den  $\mu$ CT-Aufnahmen. Die Bilder zeigen einen Ausschnitt von  $600 \mu\text{m} \times 600 \mu\text{m}$  eines Mittelschichtbereiches aus den REM-Aufnahmen und einen vergleichbaren YZ-Querschnitt der  $\mu$ CT-Aufnahmen der Abbildungen 6.34 bis 6.37.

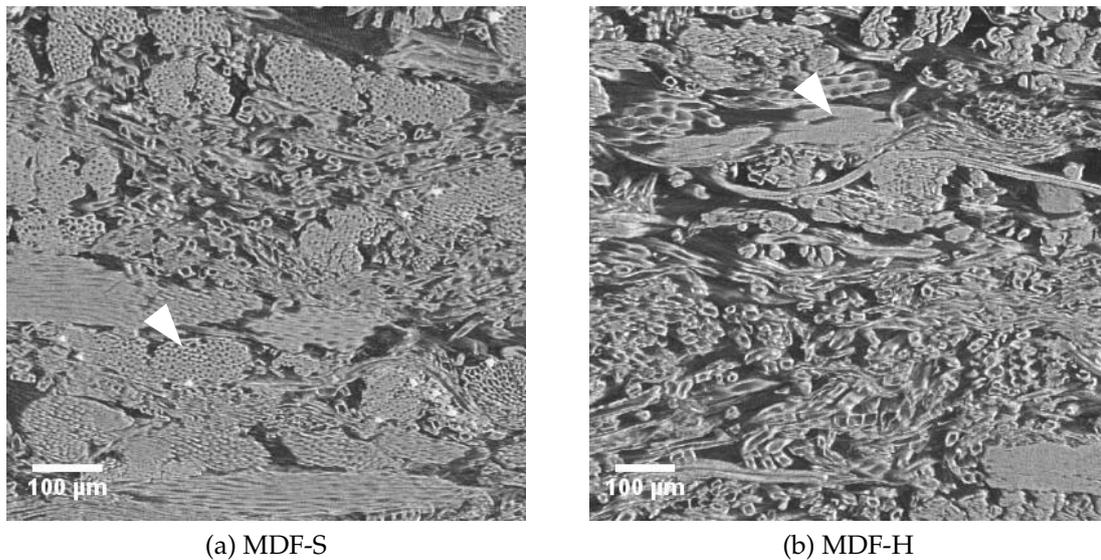


Abb. 6.13: Virtueller Schnitt durch die  $\mu$ CT-Aufnahme von (a) MDF-S (50 % Sisal) mit deutlich erkennbaren Sisalfaserbündeln (Pfeil) und (b) MDF-H (50 % Hanf) mit erkennbaren dicken Hanffaserbündeln (Pfeil).

Die Kenaf 90° Probe nimmt eine Sonderstellung ein, da die Tomographieprobe in Epoxidharz eingebettet wurde. Im Gegensatz zur REM-Aufnahme lassen sich jedoch angeschnittene Faserbündel im Längs- und im Querschnitt anhand des Lumens identifizieren. Die REM-Aufnahme liefert hierbei nur eine ungefähre Orientierung, ohne die genaue Anzahl der Einzelfasern pro Faserbündel zu erkennen.

Die in Abbildung 6.12 dargestellten Ausschnitte der MDF-S und der MDF-H Proben zeigen sehr deutlich den Vorteil der Tomographieaufnahmen zur Strukturdarstellung von Naturfaserwerkstoffen gegenüber REM-Aufnahmen. Im Gegensatz zu den reinen 2D-Aufnahmen in Abbildung 6.12 lassen sich aus den  $\mu$ CT-Daten auch plastische (gerenderte) Darstellungen generieren. Eine solche Darstellung für einen virtuellen Schnitt durch die beiden Probentypen findet sich in Abbildung 6.13.

Die Präparation der Oberfläche einer MDF-Probe mit Beimischungen von Sisal bzw. Hanf gestaltete sich als äußerst schwierig, da die Nicht-Holz-Naturfasern und -faserbündel sich aufgrund ihrer hohen Zähigkeit (insbesondere bei Hanf) schlecht schneiden ließen. Dies führte zur Entstehung von Schnittartefakten, die zum einen eine glatte Oberfläche der Faserbündel-Querschnittsflächen erzeugten und das Lumen verschlossen und zum anderen die Oberflächenstruktur der Plattenprobe verzerrten.

Besonders deutlich wird dieses im Randbereich der MDF-H Probe in Abbildung 6.14 als YZ-Querschnitt, der verdeutlicht, dass trotz der Präparation der Oberflä-

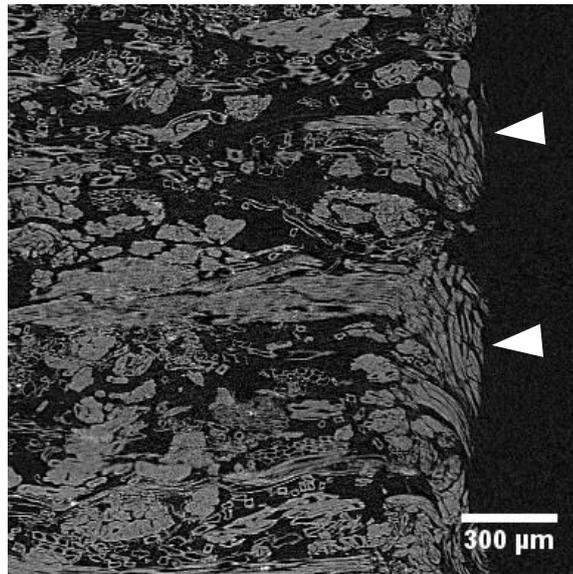


Abb. 6.14: In der  $\mu$ CT-Aufnahme erkannte Schnittartefakte (Pfeile) der MDF-H Probe im YZ-Querschnitt.

che mit einer Wilkinson-Rasierklinge die Hanffaserbündel nicht an der Oberfläche abgeschnitten wurden, sondern an der Außenseite angedrückt wurden und somit eine falsche Darstellung der Oberfläche z. B. für REM-Aufnahmen entstehen kann. Die  $\mu$ CT-Aufnahme gibt hier Aufschluss über die tatsächliche Anordnung der Faserbündel in der Probe mit gleichzeitiger Vermeidung von Schnittartefakten.

Die  $\mu$ CT-Aufnahmen ermöglichen durch die Auswahl virtueller Schnittebenen in beliebiger Richtung durch die Probe eine genaue Unterscheidung der Fasertypen, wobei das Lumen der Hanffaserbündel aufgrund der Auflösung von  $2,3 \mu\text{m}$  nicht mehr erkennbar ist, jedoch durch die Anordnung der Fasern und die Struktur der Faserbündel eine Verwechslung mit den Holzfasern ausgeschlossen werden kann.

Im Gegensatz zu den REM-Aufnahmen wird die lockere Struktur der Probenplatten deutlich, die bei einer Zielrohichte von  $800 \text{ kg/m}^3$  im Vergleich zu den reinen MDF-Platten nicht zu erwarten gewesen wäre. Die manuelle Verfolgung einzelner Faserbündel durch die Schichten der Probe hindurch ließ erkennen, dass nur ungenügend große Kontaktstellen der Fasern untereinander vorhanden waren, was sich in den abgebildeten Aufnahmen an der Vielzahl und der Größe der Hohlräume um die Faserbündel herum erkennen lässt.

### 6.1.2.3 Unorientierte Sisal-Faserplatte

Der Vorteil des in Abbildung 6.12 dargestellten YZ-Schnittes der  $\mu$ CT-Aufnahme der VS (100 % Sisal) Probe mit einer Rohdichte von  $800 \text{ kg/m}^3$  zeigt, dass der für das REM nur schwer zu präparierende Querschnitt anhand der Tomographieaufnahme erheblich besser dargestellt werden kann. Hierbei wird deutlich, dass die zerstörungsfreie Untersuchung einer Materialstruktur erheblich mehr Aufschlüsse über die interne Struktur einer Probe liefert, als dies mit mikroskopischen Präparationsmethoden möglich ist.

Die großen Hohlräume, die um die nur wenig deformierten Faserbündel festzustellen sind, zeigen bereits, dass die mechanische Festigkeit der Platte trotz der Verklebung nicht sehr hoch sein kann, da nur wenige große Kontaktflächen zwischen den Fasern existieren, die unter Umständen nur mit wenig Klebharz benetzt sind, welches zudem in den Vertiefungen der Oberfläche lokalisiert ist. Im Mittelschichtbereich sind deutlich mehr undeformierte Faserbündel zu erkennen, was die Ausgestaltung von Faser-Faser-Kontakten aufgrund des weitgehend runden Faserbündelquerschnittes erschwert. Ergänzend hierzu kann die Abbildung 6.15 herangezogen werden, in der ein perspektivischer virtueller Schnitt durch die tomographierte Probe dargestellt ist.

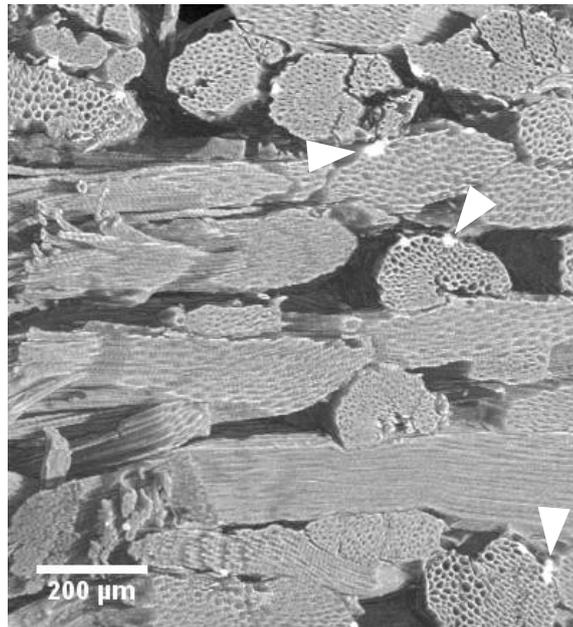


Abb. 6.15: Perspektivische  $\mu$ CT-Aufnahme der VS (100 % Sisal) Probe. Dargestellt ist ein virtueller Schnitt durch die Probe, der die weitgehend intakten Faserbündel im Längs- und Querschnitt zeigt. Erkennbar sind vereinzelt zusätzliche Bereiche hoher Absorption auf den Faserbündelaußenseiten (Pfeile).

Die lockere Struktur ist gut zu erkennen und die geringe Deformation der Faserbündel führt offensichtlich dazu, dass die für eine bessere Verklebung benötigte größere Oberfläche nicht erreicht wird. Anhand der Abbildung 6.15 lassen sich die in Kapitel 6.1.1.4 bereits identifizierten mechanischen Faserbündel mit runden Querschnitten sowie Band-Faserbündel in der Faserplatte unterscheiden.

### 6.1.2.4 Orientierte Kenaf-Faserplatte

Die in Abbildung 6.12 dargestellten  $\mu$ CT-Aufnahme der Kenaf 90°-Probe zeigt den Bereich einer längsorientierten Schicht und zwei angrenzender querorientierter Schichten. Die Differenzierung der Fasern vom Einbettungsmedium (Spurr-Epoxidharz) erscheint aufgrund der sehr ähnlichen Absorptionswerte nur schwer möglich. Die Struktur der Faserplatte (Rohdichte  $800 \text{ kg/m}^3$ ) wird sowohl im REM als auch in der  $\mu$ CT-Aufnahme deutlich. Das Lumen der Fasern in den Faserbündeln ist gut zu erkennen, auch wenn dieses nur sehr wenige Voxel groß ist. Für die erfolgreiche Identifizierung einzelner Fasern anhand der entsprechenden Hohlräume reicht die Größe des Lumens im Gegensatz zu den Holzfasern bei der Auflösung von  $2,3 \mu\text{m}$  nicht aus.

### 6.1.3 2D-Darstellung von Faserplatten-Oberflächen

Ein repräsentativer Ausschnitt der Oberflächen der verschiedenen Faserplatten bei gleicher Vergrößerung ist in den Abbildungen 6.16, 6.17 und 6.18 zu sehen. Die Beschreibung der Oberflächenstruktur der Faserplatten könnte als zukünftiges Qualitätsmerkmal für die Eignung als Träger für Beschichtungen oder als lackierfähige Oberfläche für die Weiterverarbeitung dienen. Für die hergestellten Laborplatten lässt sich ein Einfluss der heißen Pressbleche auf die Struktur der Fasern erahnen, die während des gesamten Heißpressvorganges in der äußersten Deckschicht eine hohe thermische Belastung erfahren.

In diesem Zusammenhang war das Phänomen der Ausbildung einer Presshaut ein Grund für die Untersuchung der Oberfläche. Diese so genannte Presshaut entsteht bei der Herstellung sowohl in kontinuierlichen Pressen als auch in Taktpressen. Sie ist ein Resultat des Kontaktes der Fasern mit dem heißen umlaufenden Stahlband in der kontinuierlichen Presse bzw. den heißen Pressblechen in der Taktpresse, was zu einer glatten, glänzenden Oberfläche führt. Die Ursachen für die Entstehung der Presshaut werden bei Rothkamm et al. (2003) erläutert.

#### 6.1.3.1 MDF

Bei der Betrachtung der Plattenoberflächen im REM in Abbildung 6.16 wird mit steigender Rohdichte die zunehmende Verdichtung und die möglicherweise an-

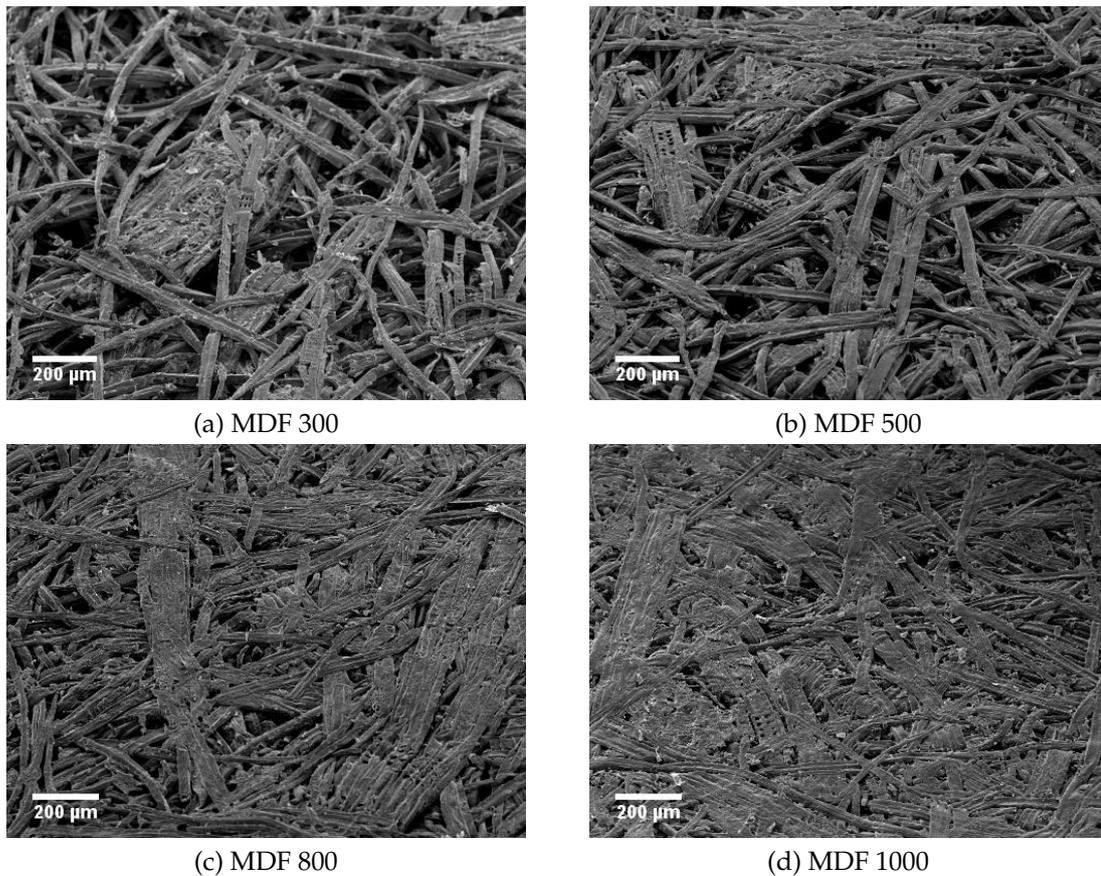


Abb. 6.16: REM-Aufnahmen repräsentativer Oberflächenbereiche ( $70\times$ ) der MDF-Proben (a) MDF 300, (b) MDF 500, (c) MDF 800 und (d) MDF 1000.

steigende Plastifizierung der Fasern deutlich. Aufgrund der hohen Temperatur von  $180\text{ °C}$  der Pressbleche und der andauernden Belastung über die gesamte Pressdauer erfolgte möglicherweise ein Aufschmelzen des Lignins, das mit einer Verbindung der Fasern untereinander in der obersten Schicht der Platte einhergehen könnte. Die Erweichungstemperatur von Lignin liegt nach Fengel und Wegener (1989) in einem Bereich von  $130\text{ °C}$  bis  $180\text{ °C}$ .

Die noch sehr lockere Struktur des Deckschichtbereiches der MDF 300 und der MDF 500 könnte nur geringe Plastifizierungstendenzen aufgrund des geringen Druckniveaus aufweisen, wobei hingegen die Deckschichten der MDF 800 und MDF 1000 deutlich verändert erscheinen. Auffällig sind außerdem größere Faserbündel, die glatte und flächige Strukturen bilden. Eine Unterscheidung zwischen originären Faserbündeln und wieder verklebten Einzelfasern erscheint jedoch nicht möglich.

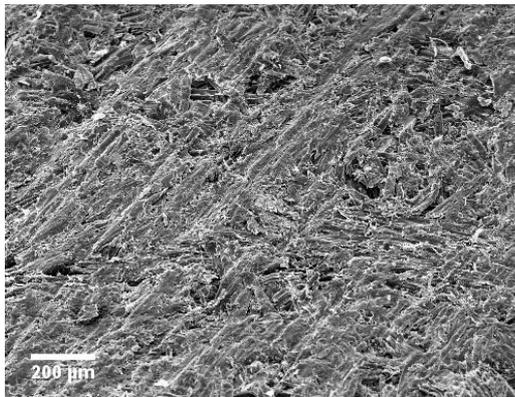


Abb. 6.17: REM-Aufnahme eines repräsentativen Oberflächenbereiches (70 $\times$ ) der Industrie MDF. Im Gegensatz zu den anderen Probenplatten ist die Oberfläche geschliffen und zeigt deutliche Riefen, die durch den Schleifvorgang entstanden sind und auf der Aufnahme diagonal von rechts oben nach links unten verlaufen. Einzelne Fasern sind nicht mehr ohne weiteres zu unterscheiden.

Die Betrachtung der Oberfläche der Industrie MDF in Abbildung 6.17 wird erschwert durch die geschliffene Oberfläche, die eine Charakterisierung weitgehend unmöglich macht. Deutlich erkennbare diagonal von rechts oben nach links unten verlaufende Riefen, die während des Schleifvorganges entstanden sind, lassen eine Unterscheidung der einzelnen Fasern auf der Oberfläche nicht mehr zu. Es kann davon ausgegangen werden, dass nach der Herstellung der Platte der oberste Deckschichtbereich mit der Presshaut abgeschliffen wurde.

Bei allen untersuchten Proben lässt sich anhand der elektronenmikroskopischen Betrachtung keine eindeutige Aussage über die auftretenden Phänomene, die zur Entstehung der Presshaut führen, treffen. Eine Unterscheidung zwischen dem vorausgehärteten Klebharz sowie dem aufgeschmolzenen Lignin wäre beispielsweise mit Hilfe von Markersubstanzen im Klebharz möglich, dieses wurde jedoch im Rahmen dieser Arbeit für die Beschaffenheit der Presshaut nicht weiter verfolgt.

### 6.1.3.2 MDF mit Nicht-Holz-Naturfasern und Nicht-Holz-Naturfaserplatten

Die Oberflächenbetrachtung der MDF-S und MDF-H Faserplatten in Abbildung 6.18 (a) und (b) zeigt analog zu den MDF-Laborplatten eine deutliche Plastifizierung der Oberfläche. Die Sisal- und Hanffaserbündel, die in Kapitel 6.1.1 charakterisiert wurden, weisen eine erhebliche Verformung auf, wie sie in der Platte nicht beobachtet wurde. Andeutungsweise sind kleine Abdrücke von Riefen der Pressbleche auf der Faserbündeloberfläche zu erkennen.

Die Betrachtung der Oberfläche der unorientierten Sisal-Faserplatte in Abbildung 6.18 (c) zeigt deutlich plastifizierte Faserbündel mit Abdrücken von Riefen

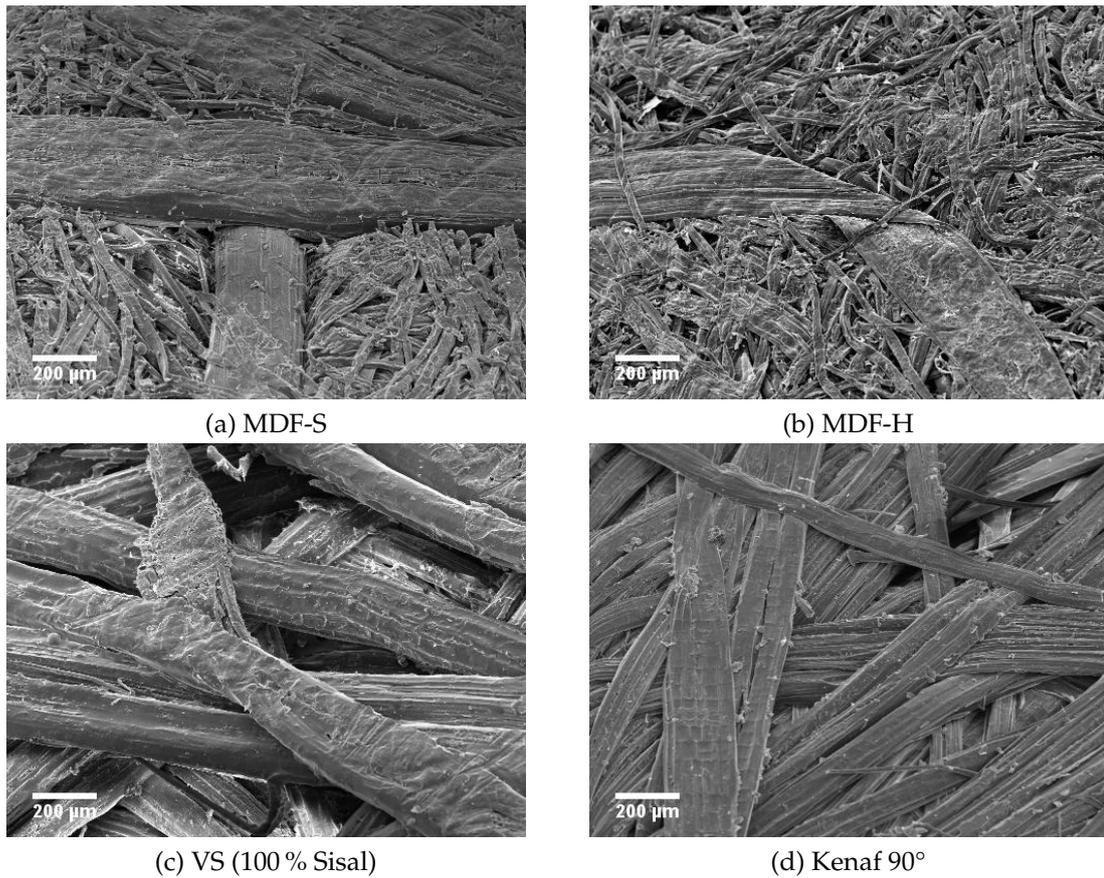


Abb. 6.18: REM-Aufnahmen repräsentativer Oberflächenbereiche (70×) der Proben (a) MDF-S mit drei erkennbaren Sisalfaserbündeln, (b) MDF-H mit einem erkennbaren Hanffaserbündel, (c) VS (100% Sisal) und (d) Kenaf 90°.

der Pressbleche. Die Faserbündel erscheinen nur wenig stärker verformt, als es bei Faserbündeln in tieferen Schichten der Platte beobachtet wurde. Insgesamt fällt die lockere Struktur der Oberfläche auf, die aufgrund der im Vergleich zu Holzfasern großen Faserbündel weite Lücken aufweist.

Die in Abbildung 6.18 (d) dargestellte Oberfläche der orientierten Kenaf-Faserplatte zeigt flachgepresste und plastifizierte Faserbündel. Die Plastifizierung der Fasern liegt möglicherweise höher als bei den anderen Holz- und Nicht-Holz-Naturfaserplatten, da eine höhere Mattenfeuchte und ein höherer Beleimgrad verwendet wurde. Aufgrund des Tauchvorganges zur Beleimung und Imprägnierung wurde eine Gesamtfestharzmenge von ca. 25 % eingebracht. Die Lufttrocknung der beleimten Faserbündel fand in Klima von Kyoto bei 38 °C und 80 % relativer Feuchte statt.

### 6.1.4 Besonderheiten bei der unorientierten Sisal-Faserplatte

Auffällig waren Bereiche hoher Absorption auf der Faserbündeloberfläche, die in Abbildung 6.12, 6.15 und 6.19 sowohl in der MDF-S Probe als auch in der VS (100 % Sisal) Probe zu erkennen sind. Diese ca. 200 µm langen Bereiche waren unregelmäßig auf den Sisalfaserbündeln verteilt und wurden zur Identifizierung weiter untersucht, um Rückstände aus dem Aufschlussprozess oder Verunreinigungen auszuschließen. Im REM sowie im TEM wurden vorher keine eindeutigen Hinweise auf die Auflagerung von Substanzen auf die Faseroberfläche beobachtet.

Eine Untersuchung im ESEM mit Rückstreuelektronendetektion zeigte die Verteilung und die Struktur der Einlagerungen. Repräsentative Bereiche eines Faserbündels sowie die amorphe Struktur der Einlagerungen sind in Abbildung 6.20 dargestellt. In Abbildung 6.20 (a) ist ein Sisalfaserbündel dargestellt, auf dem vier längliche Bereiche hoher Absorption zu erkennen sind. Die Kerbe in der Faser markiert den Bereich, der für die EDX-Untersuchung ausgewählt wurde. Abbildung 6.20 (b) und (c) zeigen Details der Einlagerungen, die als amorph bezeichnet werden können und sich im Bereich ehemaliger umgebender Parenchymzellen befinden. Die erkennbaren gleichmäßigen Mikrobrüche im Gefüge deuten auf eine mineralische Substanz hin, welche mit Hilfe des REM-EDX als Kalzium (Ca) identifiziert wurde (Abbildung 6.20 (d)). Aufgrund des Spektrums liegt die Vermutung nahe, dass es sich um amorphes Kalziumkarbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) handelt.

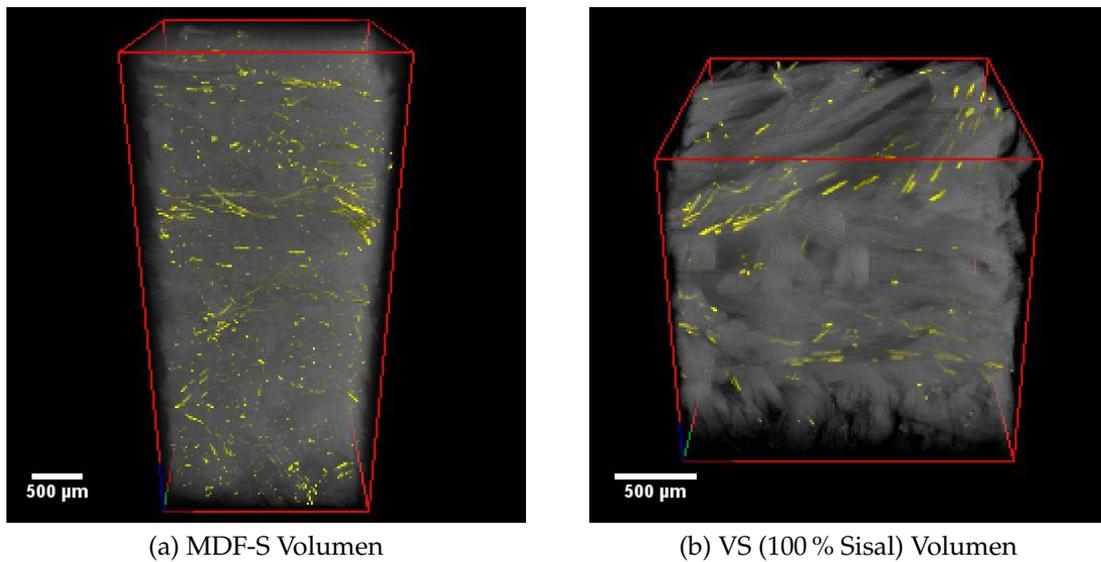
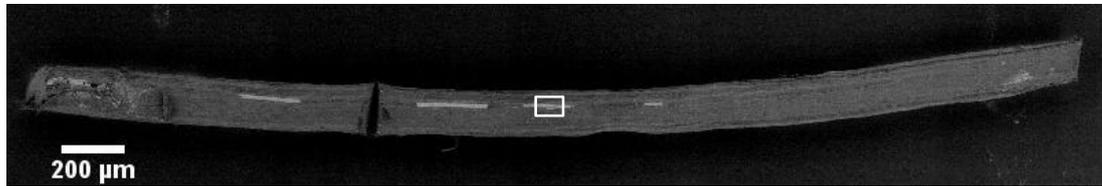
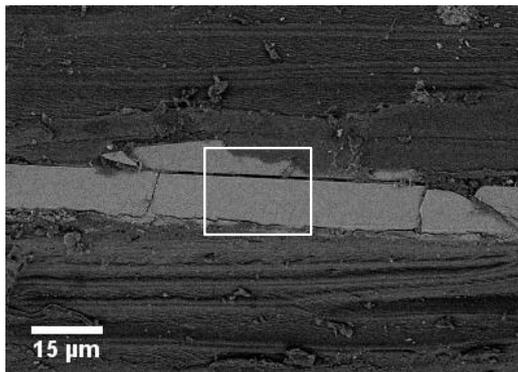


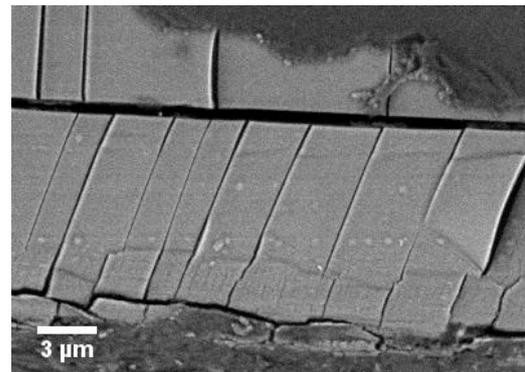
Abb. 6.19: MDF-S und VS (100 % Sisal) Probenvolumen (eingegrenzt) mit hochabsorbierenden Bereichen auf den Sisal-Faserbündeln, die zur Verdeutlichung hell eingefärbt wurden. Der Verlauf der Sisalfasern lässt sich anhand der Markierung andeutungsweise nachvollziehen. Zur besseren Darstellung wurde das umgebende Fasermaterial halbtransparent eingestellt. Die hell markierten Bereiche stellen Grauwerte ab dem Wert 200 bis 255 dar und deuten auf das Vorkommen von amorphen mineralischen Substanzen hin.



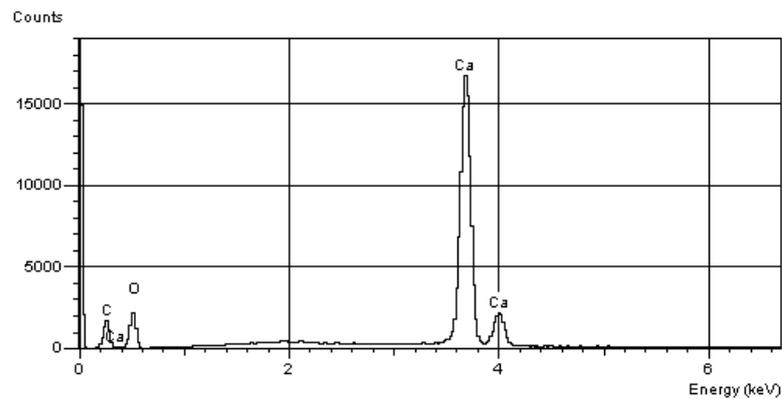
(a) Teil eines Sisalfaserbündels



(b) Detailaufnahme



(c) Mikrostruktur



(d) EDX Spot-Scan Spektrum

Abb. 6.20: ESEM-Aufnahme mit Rückstreuelektronendetektion eines Sisalfaserbündels mit Einlagerungen (a) Übersicht ( $250\times$ ) einer aus fünf Einzelbildern zusammengesetzten Aufnahme mit hellen Linien auf der Oberfläche, (b) Detailaufnahme ( $2.400\times$ ) der Einlagerung, (c) Mikrostruktur der Einlagerung ( $10.000\times$ ) mit Mikrobrüchen des Gefüges und (d) EDX Spot-Scan mit eindeutigem Nachweis von Kalzium (Ca), das Spektrum deutet auf amorphes Kalziumkarbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) hin.

## 6.2 Strukturparameter 3D mit Schwerpunkt auf MDF

Die Auswertung der 3D-Strukturparameter erfolgte an den Tomographiedaten der MDF-Proben. Für die Segmentierung und Bildanalyse waren umfangreiche Vorbereitungen notwendig, da nicht ohne weiteres eine Unterscheidung zwischen Luft und Zellwandmaterial vorgenommen werden konnte. Die Abbildung 6.21 zeigt ein Histogramm der MDF 800 Probe, in dem die Verteilung der Grauwerte dargestellt ist. Eine Einteilung der Bereiche, die das Zellwandmaterial, Luft mit Rauschen sowie die Markersubstanzen der Klebharzmarkierung zeigen, wird demonstriert. Aufgrund von Überlappungen der Bereiche Rauschen und Zellwandmaterial, die im Histogramm nicht klar abgegrenzt werden können, wurde die Bildanalyse zuerst darauf gerichtet, diese Bereiche möglichst sauber voneinander zu trennen.

Die Ergebnisse der Bildanalyse werden im Folgenden genauer dargestellt.

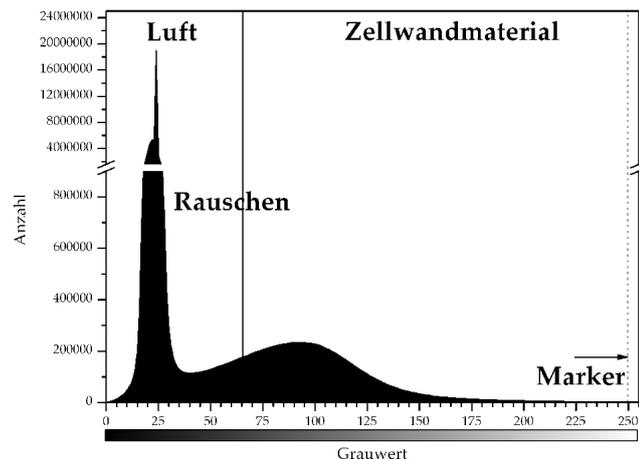


Abb. 6.21: Beispiel-Histogramm einer MDF 800 Probe. Dargestellt ist die Verteilung der Grauwerte und deren ungefähre Zuordnung zu den drei Klassen Luft, Zellwandmaterial und Marker. Die Klasse Luft enthält zusätzlich noch das Rauschen, welches in den Zellwandmaterialbereich hineinreicht. Die Grenzen stellen nur ungefähre Bereiche dar.

### 6.2.1 Perspektivische Darstellung

Für eine Übersicht über die dreidimensionalen Strukturen sind in den Abbildungen 6.22 bis 6.26 perspektivische Darstellungen eines 1 mm breiten und 2,3 mm hohen Ausschnittes aus dem Mittelschichtbereich der MDF 300 bis MDF 1000 sowie der Industrie MDF abgebildet. Zum Vergleich sind in den Abbildungen 6.27 und 6.28 perspektivische Aufnahmen der MDF-S und der MDF-H dargestellt, auf denen man in einem größeren Ausschnitt die Einbettung der Nicht-Holz-Naturfasern erkennen kann.

In den perspektivischen Darstellungen ist sehr gut die zunehmende Verdichtung des Fasermaterials zu verfolgen. In Abbildung 6.22 der MDF 300 und in Abbildung 6.23 der MDF 500 lassen sich sehr gut Einzelfasern und Faserbündel in der recht locker erscheinenden Faserstruktur unterscheiden. Erst ab Rohdichten über  $800 \text{ kg/m}^3$  wird das Erkennen einzelner Fasern und Faserbündel schwieriger. Die MDF 1000 in Abbildung 6.25 zeigt eine deutlich verdichtete Struktur mit einem nur noch relativ geringen Hohlraumanteil. Die Übergänge zwischen den Fasern sowie die Faserlumina sind nur noch vereinzelt zu beobachten. Die Auflösung von  $2,3 \mu\text{m}$  reicht nicht mehr aus, um diese Details voneinander zu trennen.

Eine grobe Schätzung der Anzahl der Fasern in den gezeigten Ausschnitten aus den Proben ergibt beispielsweise für die in Abbildung 6.22 dargestellte MDF 300 bereits eine Anzahl von mindestens 1.000 Fasern. Diese Zahl erhöht sich linear mit steigender Rohdichte und macht deutlich, dass eine manuelle Auswertung der Daten kaum noch möglich ist und nur automatisierte Routinen zum Einsatz kommen können, um die Werte zu filtern und zu sortieren.

Die in den Abbildungen 6.27 und 6.28 gezeigten Strukturen zeigen die beiden Proben MDF-S und MDF-H mit jeweils 50 % Nicht-Holz-Naturfaserbeimischung. Die Struktur dieser Proben ist trotz der Rohdichte von ca.  $800 \text{ kg/m}^3$  deutlich aufgelockerter als die vergleichbare MDF 800 in Abbildung 6.24. Anhand der perspektivischen Darstellung eines großen Probenbereiches wird erkennbar, dass die im Vergleich zu den Holzfasern sehr großen Nicht-Holz-Naturfaserbündel Ursache für Fehlstellen sein können. Bereiche auf der beleimten Faserbündeloberfläche stehen nicht in Kontakt mit den umgebenden Holzfasern und können somit die Festigkeit des Gesamtfaserverbundes nicht erhöhen.

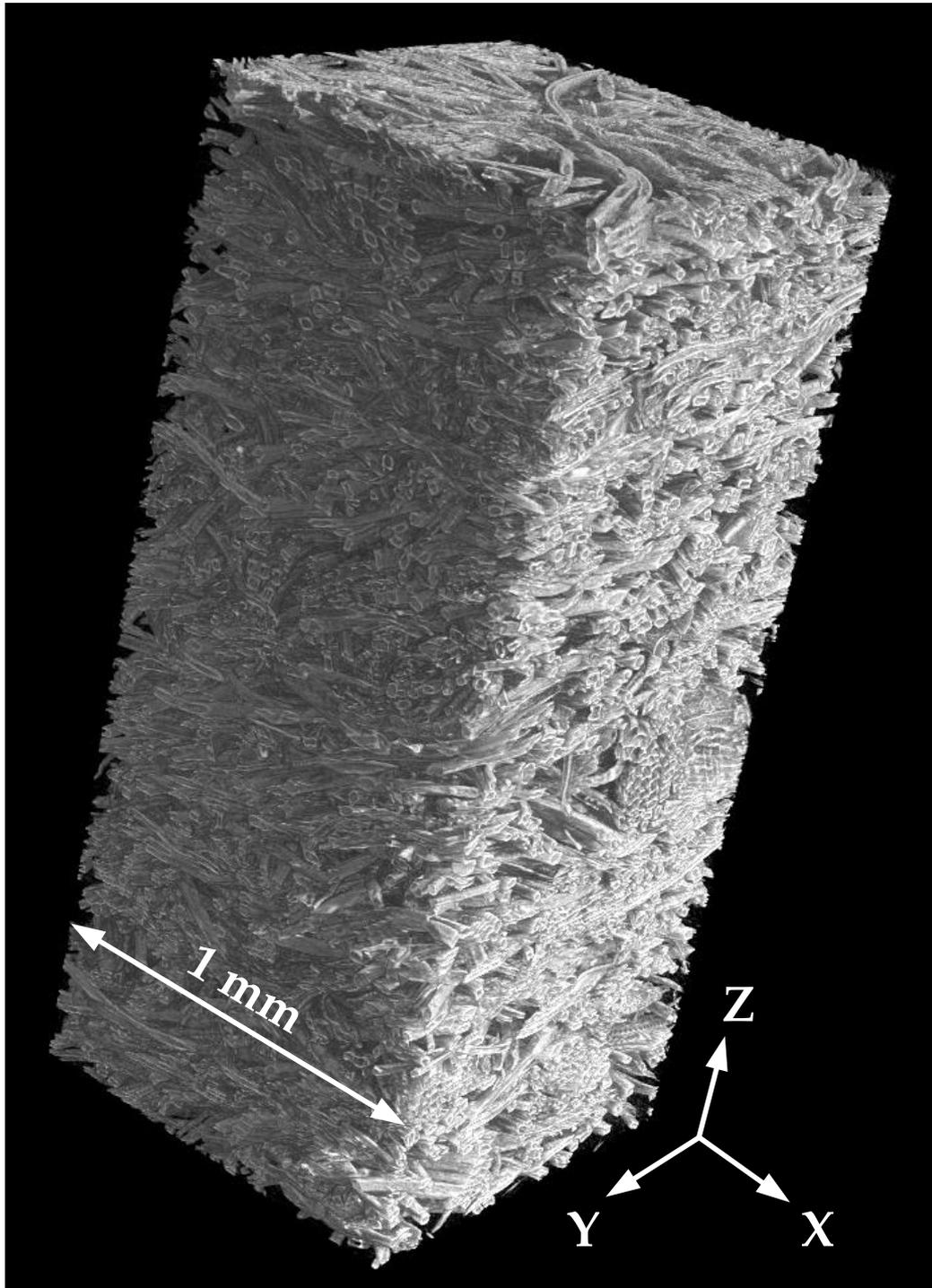


Abb. 6.22: 3D-Darstellung MDF 300. Gezeigt ist ein 1 mm breiter und 2,3 mm hoher Ausschnitt aus dem Mittelschichtbereich der Probe. Gut zu erkennen sind Einzelfasern und Faserbündel.

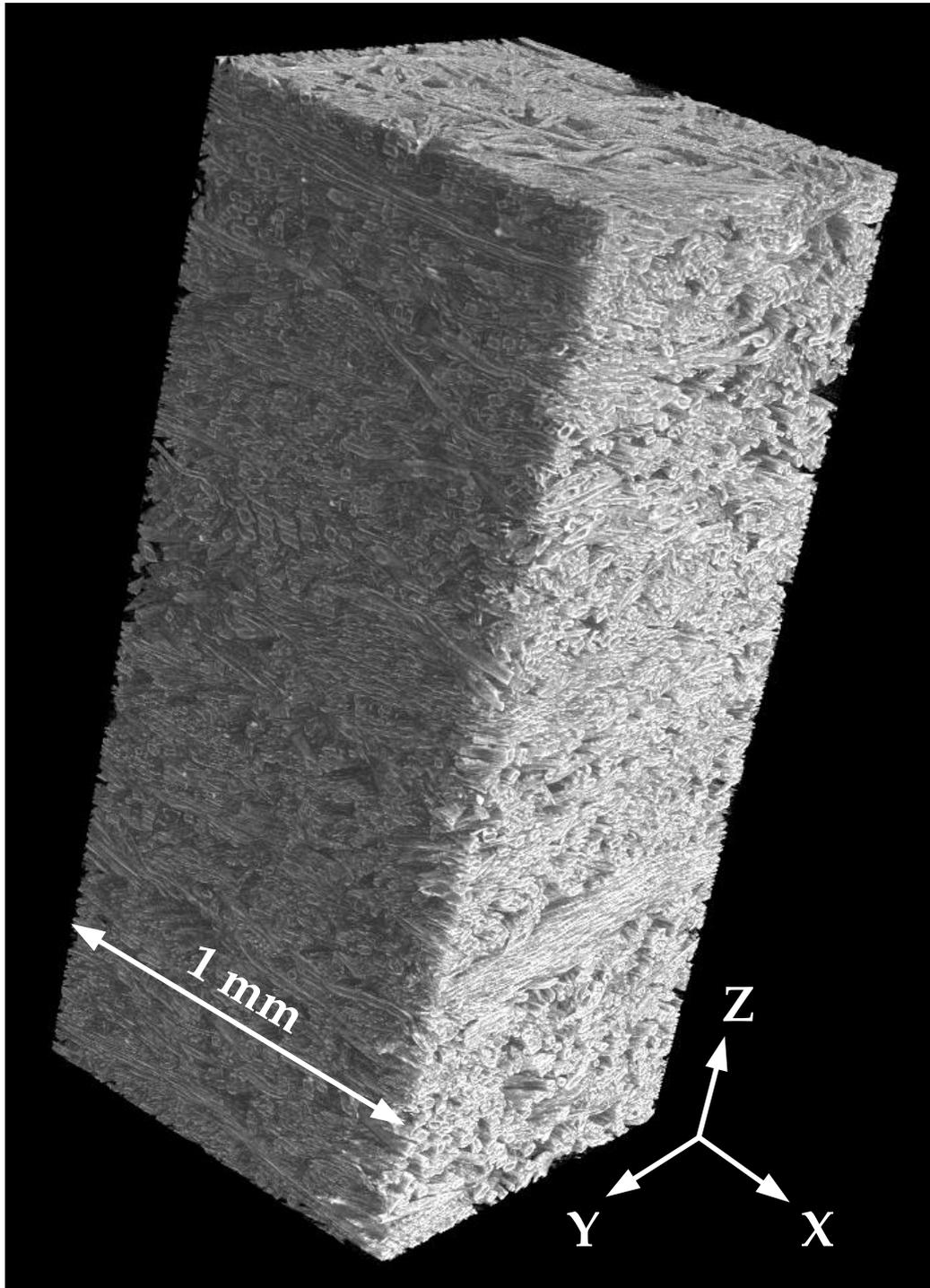


Abb. 6.23: 3D-Darstellung MDF 500. Gezeigt ist ein 1 mm breiter und 2,3 mm hoher Ausschnitt aus dem Mittelschichtbereich der Probe. Gut zu erkennen sind Einzelfasern und Faserbündel.

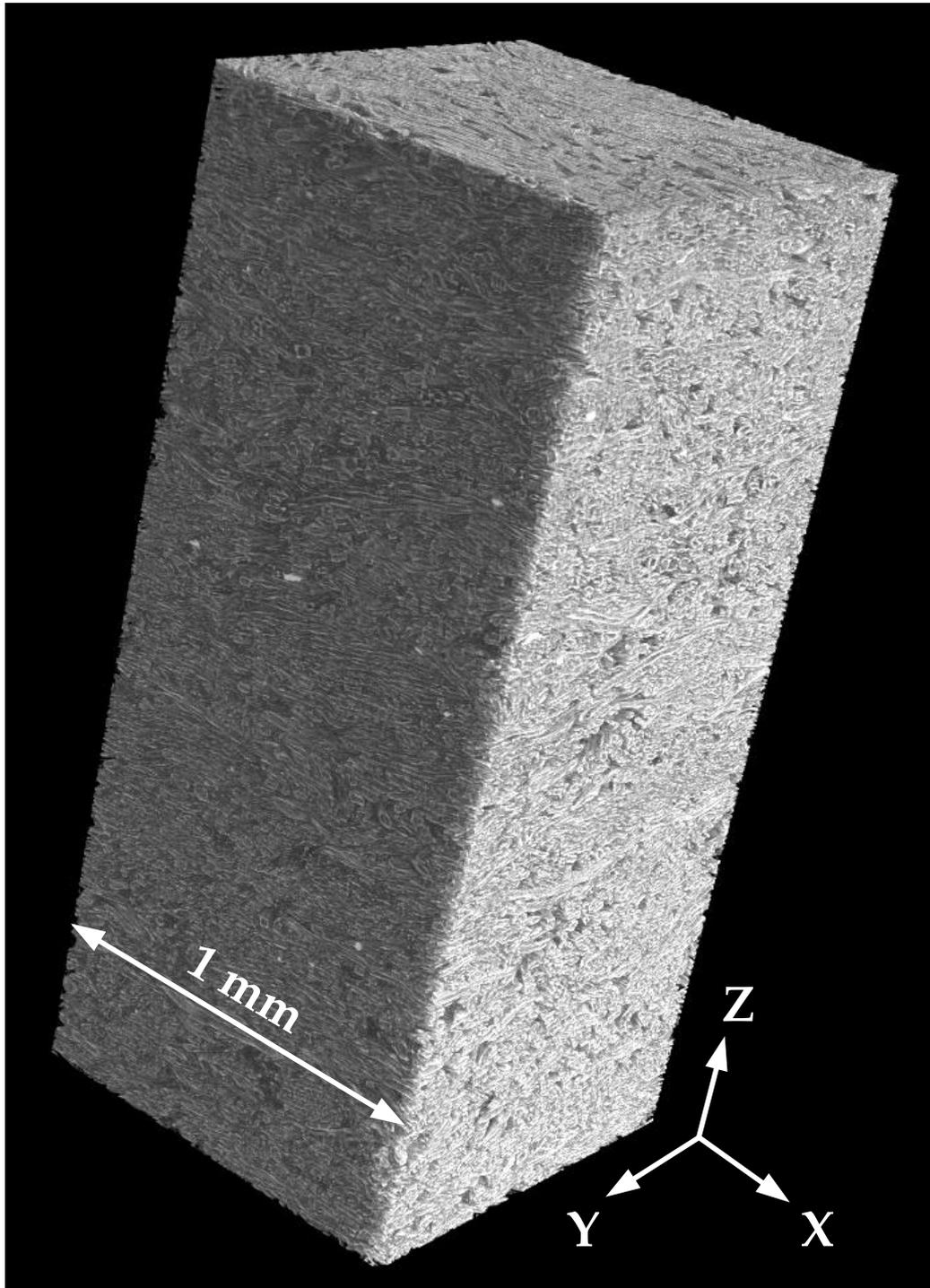


Abb. 6.24: 3D-Darstellung MDF 800. Gezeigt ist ein 1 mm breiter und 2,3 mm hoher Ausschnitt aus dem Mittelschichtbereich der Probe. Die Unterscheidung zwischen Einzelfasern und Faserbündeln wird zunehmend schwieriger.

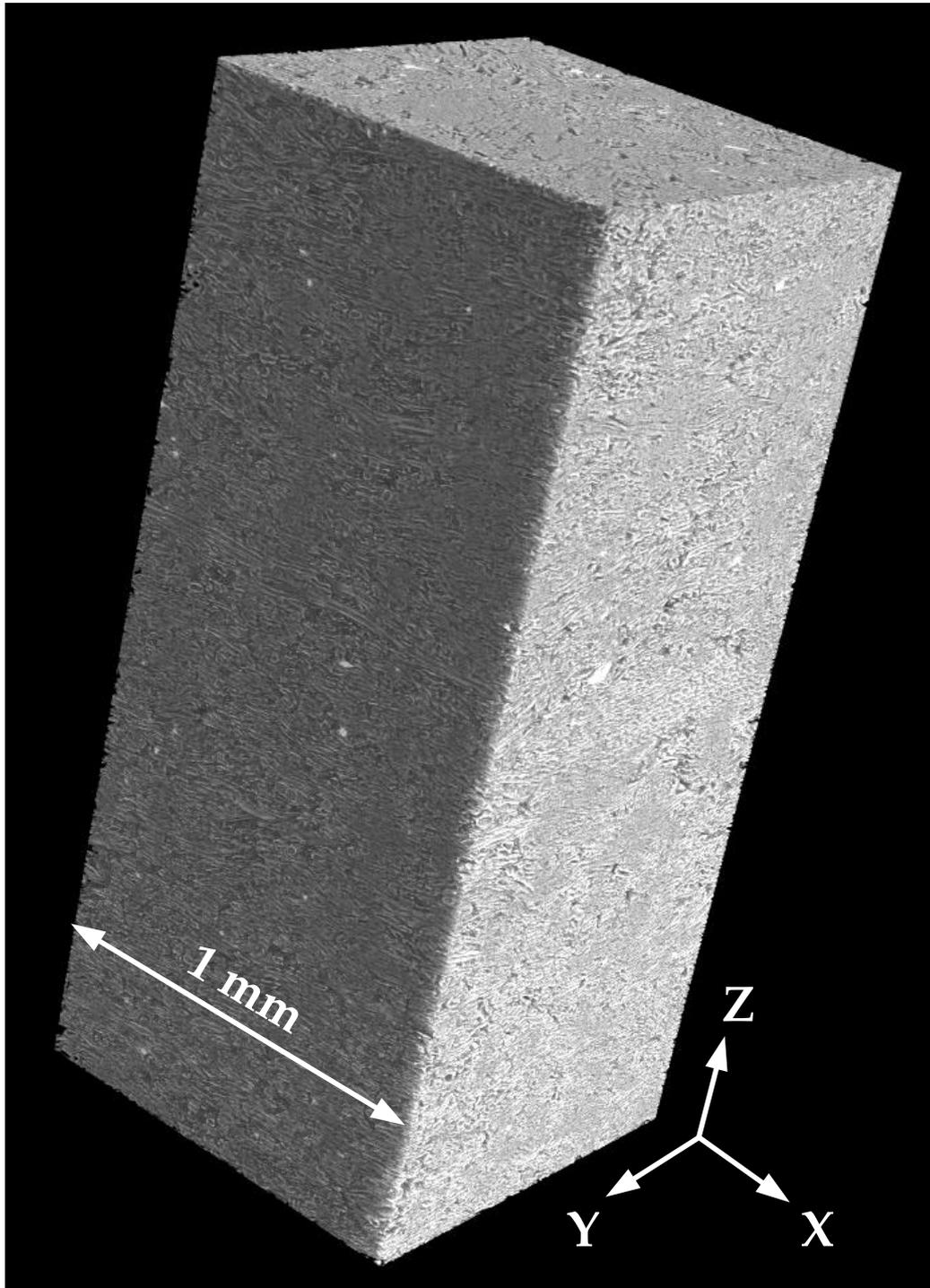


Abb. 6.25: 3D-Darstellung MDF 1000. Gezeigt ist ein 1 mm breiter und 2,3 mm hoher Ausschnitt aus dem Mittelschichtbereich der Probe. Die Unterscheidung zwischen Einzel-fasern und Faserbündeln ist nur noch schwer möglich.

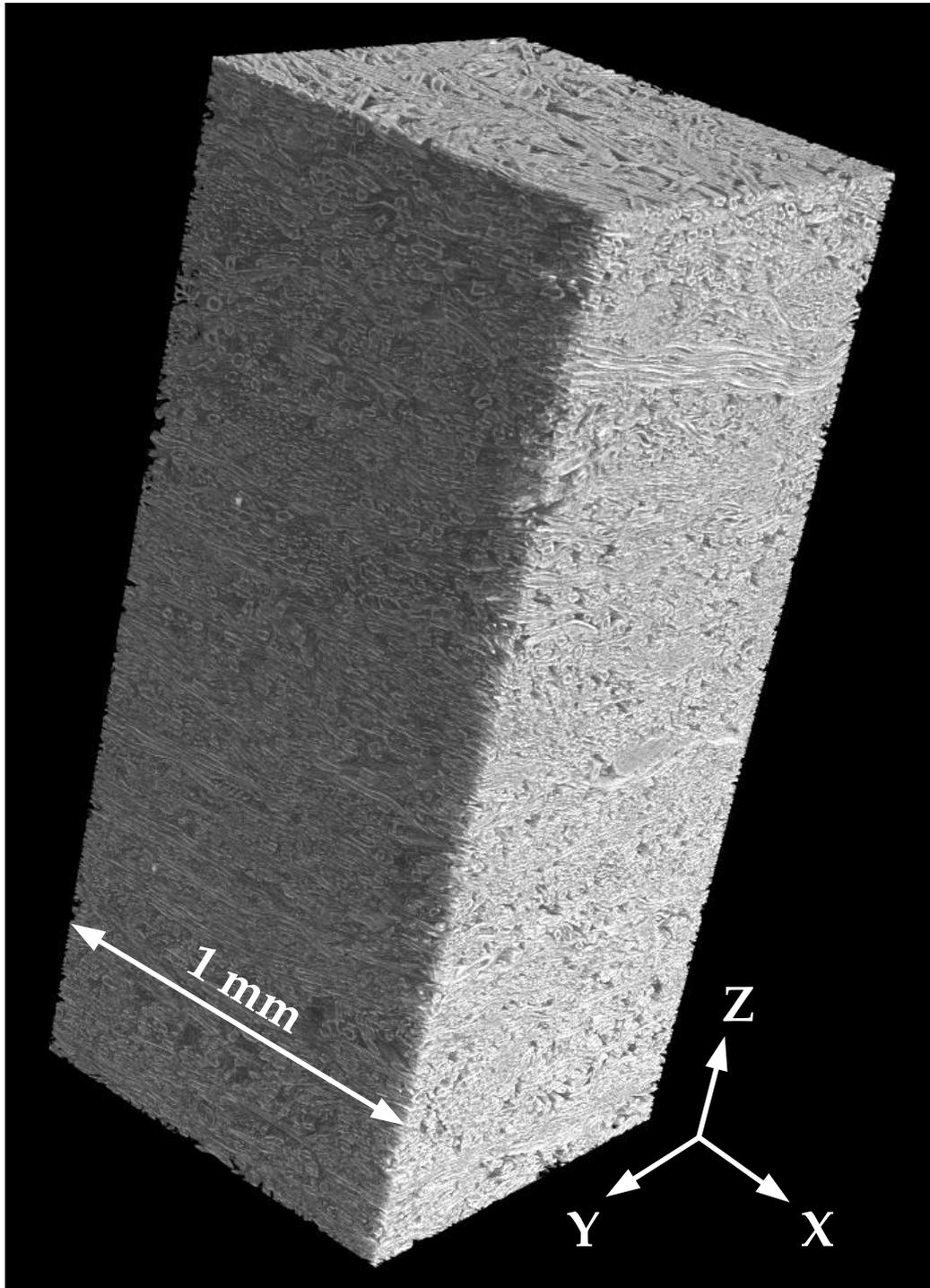


Abb. 6.26: 3D-Darstellung Industrie MDF. Gezeigt ist ein 1 mm breiter und 2,3 mm hoher Ausschnitt aus dem Mittelschichtbereich der Probe. Die Probe ist von der Rohdichte vergleichbar mit der MDF 800.

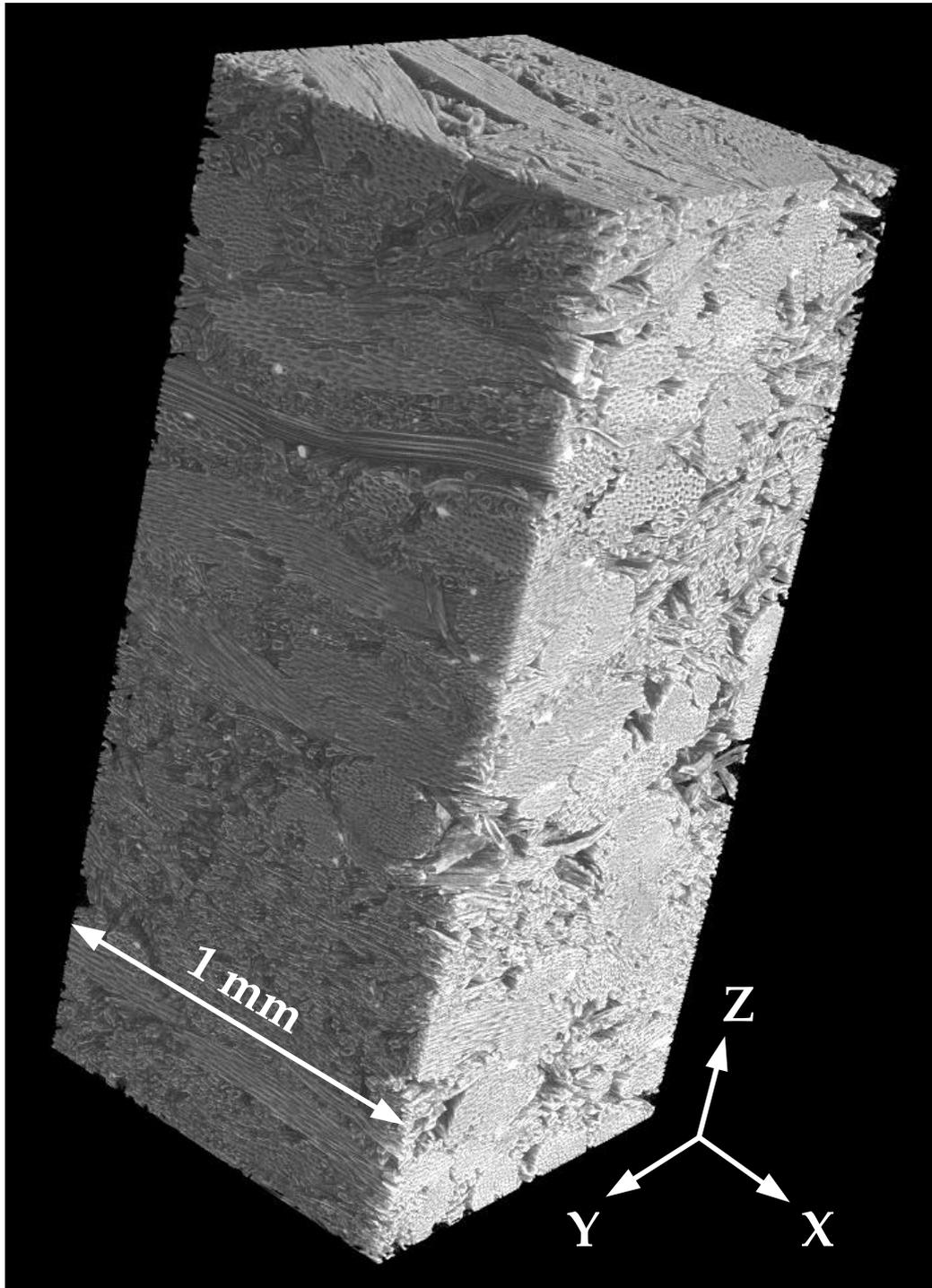


Abb. 6.27: 3D-Darstellung MDF-S. Gezeigt ist ein 1 mm breiter und 2,3 mm hoher Ausschnitt aus dem Mittelschichtbereich der Probe. Die Sisalfaserbündel sind gut zu erkennen.

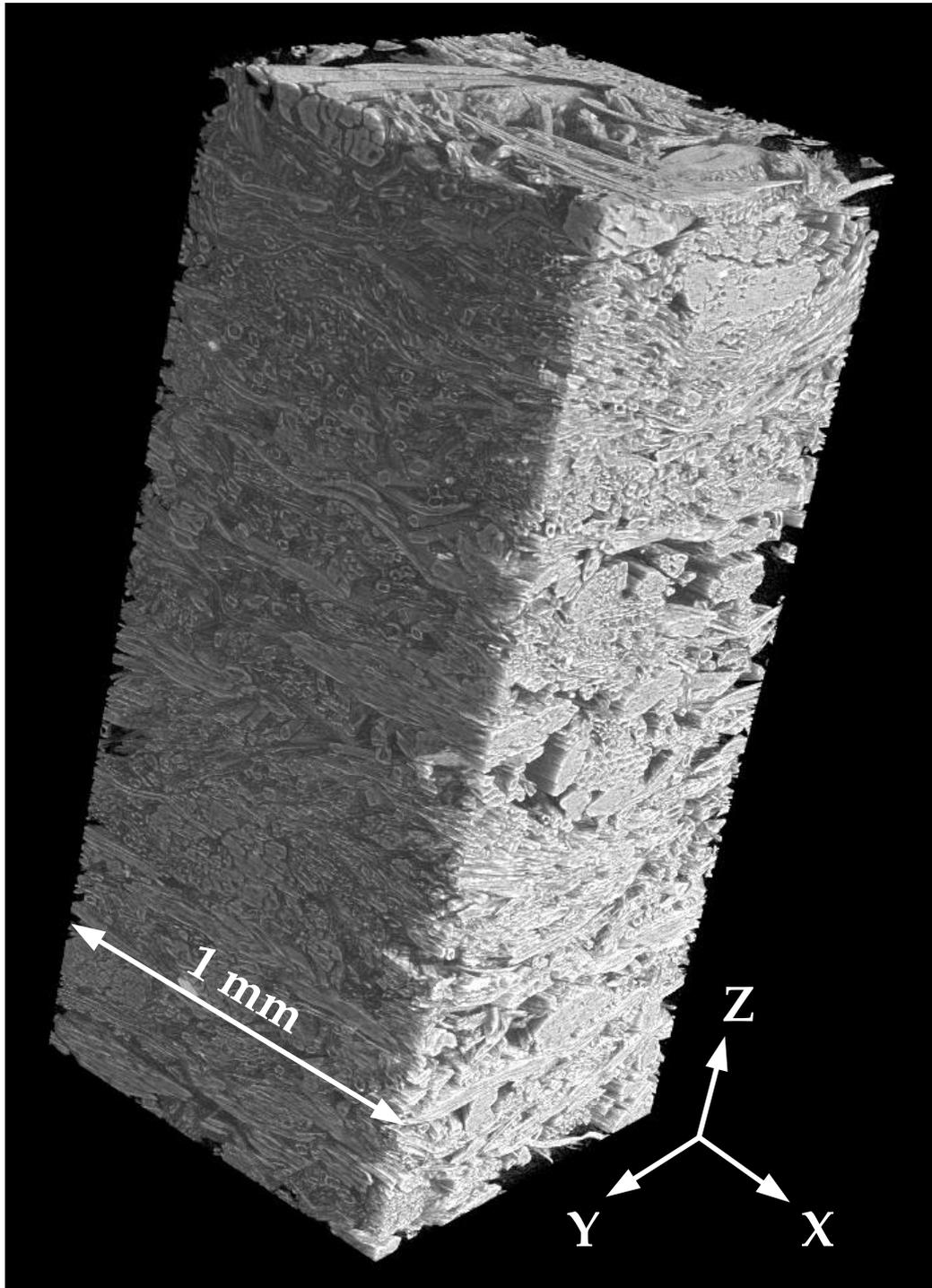


Abb. 6.28: 3D-Darstellung MDF-H. Gezeigt ist ein 1 mm breiter und 2,3 mm hoher Ausschnitt aus dem Mittelschichtbereich der Probe. Die sehr kompakten und großen Hanffaserbündel lassen sich von den Holzfasern gut unterscheiden.

### 6.2.2 Auswahl der Subvolumina-Bereiche

Die Auswertung der unterschiedlichen Volumenanteile, Faseroberflächen, Faserorientierungen und Kontaktstellen wurde an den tomographierten MDF-Proben der Serie MDF 300 bis MDF 1000 sowie an den mit Barium und Iod markierten Proben durchgeführt. In den Abbildungen 6.29 bis 6.33 sind YZ-Schnitte durch die Probenvolumina dargestellt, die repräsentativ für alle im Labor hergestellten MDF sind. Die Struktur der mit Barium und Iod markierten Proben unterschied sich nicht von den unmarkierten Proben, so dass auf eine separate Darstellung der YZ-Schnitte in diesem Abschnitt verzichtet wird.

In den Abbildungen 6.29 bis 6.35 auf den folgenden Seiten sind die ausgewählten Subvolumina am Beispiel der MDF 300 bis MDF 1000 sowie der Industrie MDF und den Proben MDF-S und MDF-H mit „DS“, „ZS1“ und „ZS2“ markiert. Die Bereiche mit den durchgezogenen Linien stellen die Subvolumina mit der Größe  $512 \text{ Voxel} \times 512 \text{ Voxel} \times 256 \text{ Voxel}$  dar, die Bereiche mit den gestrichelten Linien die Bereiche der  $256^3$  Voxel großen Subvolumina dar, die jeweils den Bereichen „ZS1“ und „ZS2“ zuzuordnen sind.

Das Subvolumen „DS“ repräsentiert den Bereich der Deckschicht der Probe, das Subvolumen „ZS1“ den Bereich der Zwischenschicht nahe der Mittelschicht der Probe und das Subvolumen „ZS2“ den Bereich der Zwischenschicht unterhalb der Mittelschicht der Faserplatte. Aufgrund dieser Einteilung, verbunden mit der insgesamt ansteigenden mittleren Rohdichte der MDF-Proben, war es möglich, einen tatsächlichen Rohdichtebereich von ca.  $400 \text{ kg/m}^3$  bis  $1.450 \text{ kg/m}^3$  abzubilden. Des Weiteren wurde erwartet, dass die Subvolumina „ZS1“ und „ZS2“ ähnliche Strukturmerkmale aufwiesen. Die Erstellung eines Subvolumens aus der Mittelschicht wurde zugunsten dieser beiden Subvolumina verworfen, da der Anteil der Zwischenschichten an der Gesamtprobe größer ist und ein fließender Übergang zur Mittelschicht bestand.

Für die Proben VS (100 % Sisal) und Kenaf 90° wurde auf eine Strukturauswertung verzichtet, da der Aufbau der Proben durch das Vorhandensein eines Einbettungsmediums bzw. dem ausschließlichen Vorkommen von Faserbündeln eine andere Vorgehensweise bei der Auswertung erforderlich gemacht hätte.

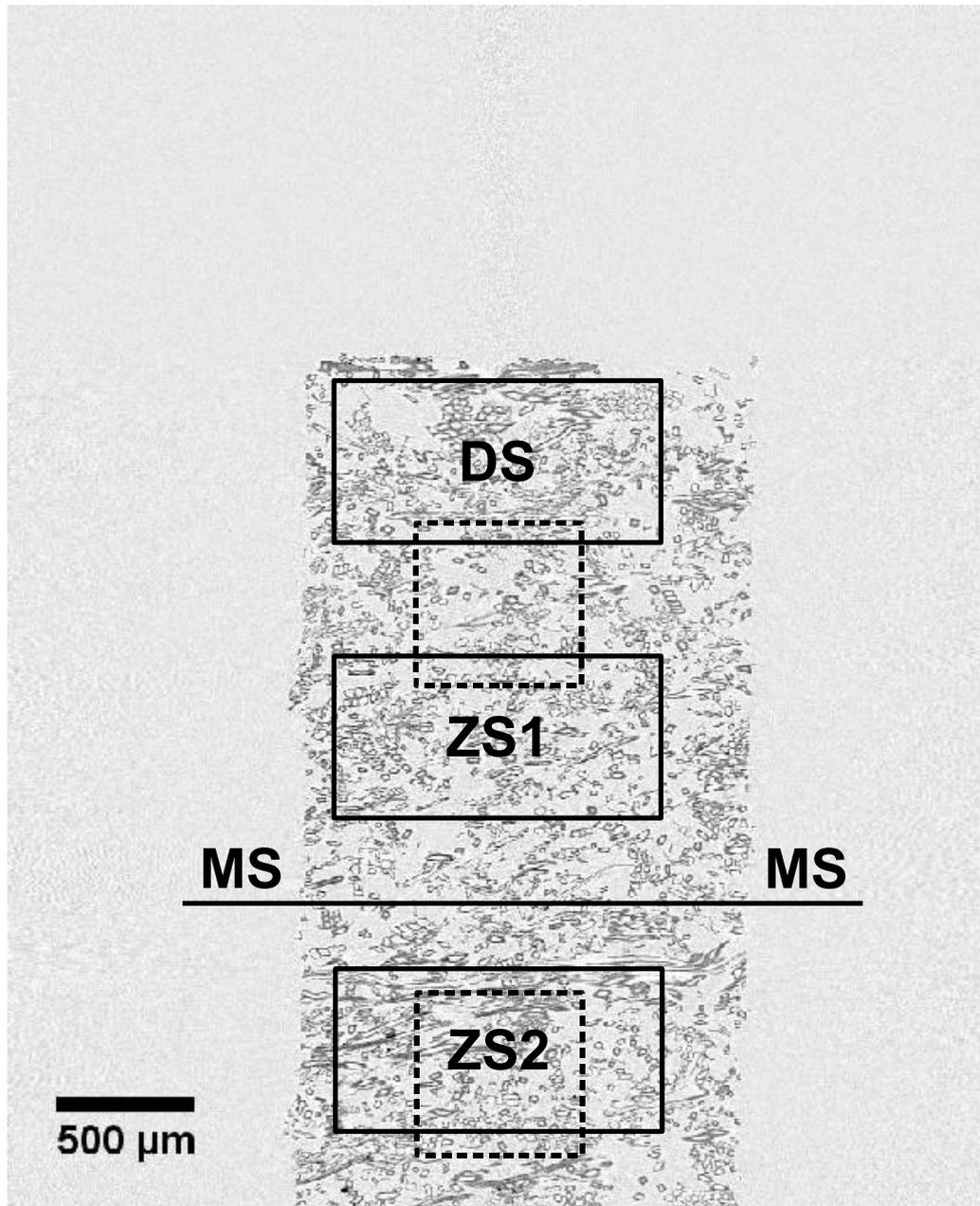


Abb. 6.29: YZ-Querschnitt der Probe MDF 300 mit den ausgewählten großen Subvolumina „DS“ (Deckschicht), „ZS1“ und „ZS2“ (Zwischenschichten) zur Strukturauswertung. Die gestrichelten Bereiche zeigen die kleinen Subvolumina „ZS1“ und „ZS2“. Die Markierung „MS“ (Mittelschicht) zeigt die tatsächliche Mitte der Probe an.

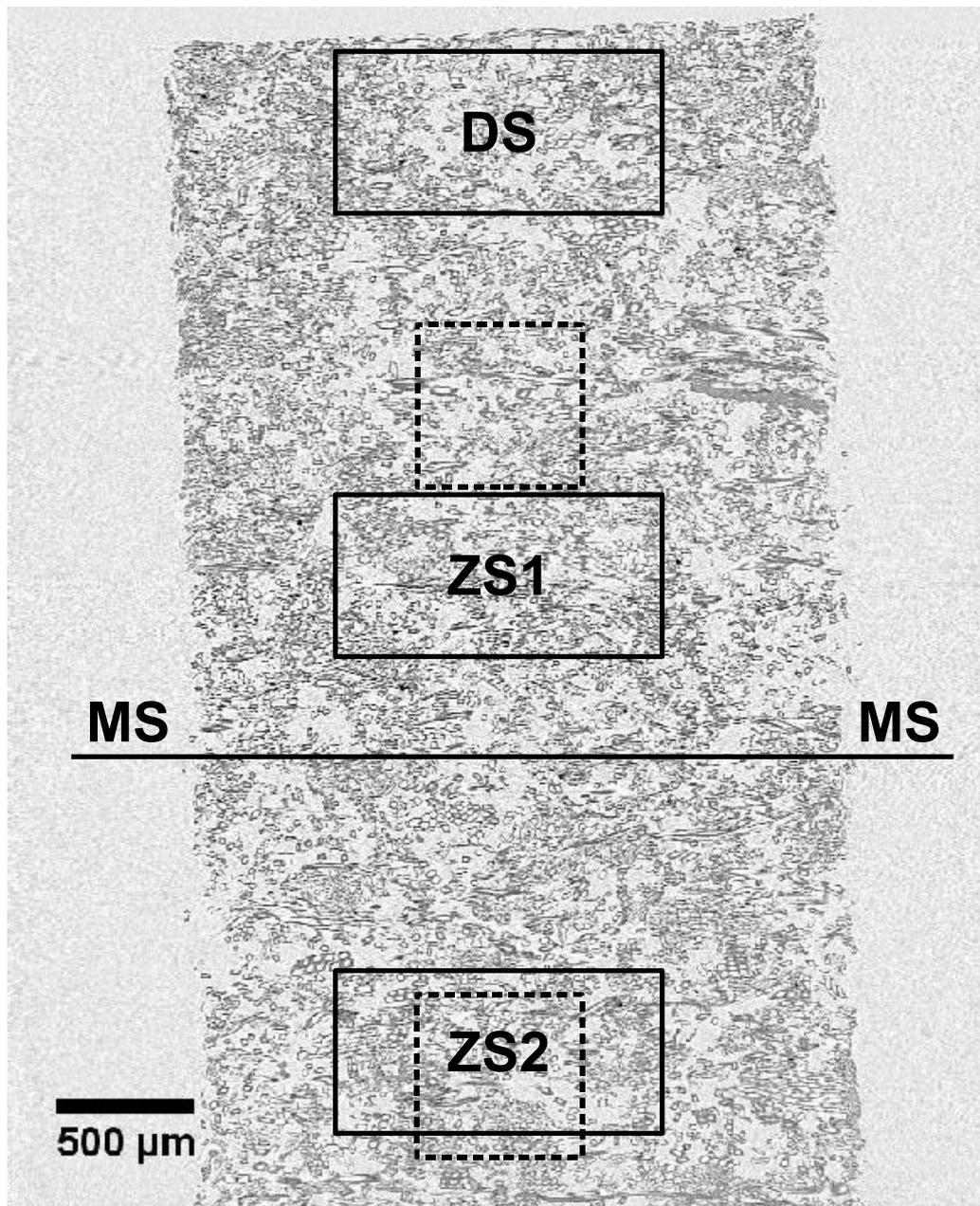


Abb. 6.30: YZ-Querschnitt der Probe MDF 500 mit den ausgewählten großen Subvolumina „DS“ (Deckschicht), „ZS1“ und „ZS2“ (Zwischenschichten) zur Strukturauswertung. Die gestrichelten Bereiche zeigen die kleinen Subvolumina „ZS1“ und „ZS2“. Die Markierung „MS“ (Mittelschicht) zeigt die tatsächliche Mitte der Probe an.

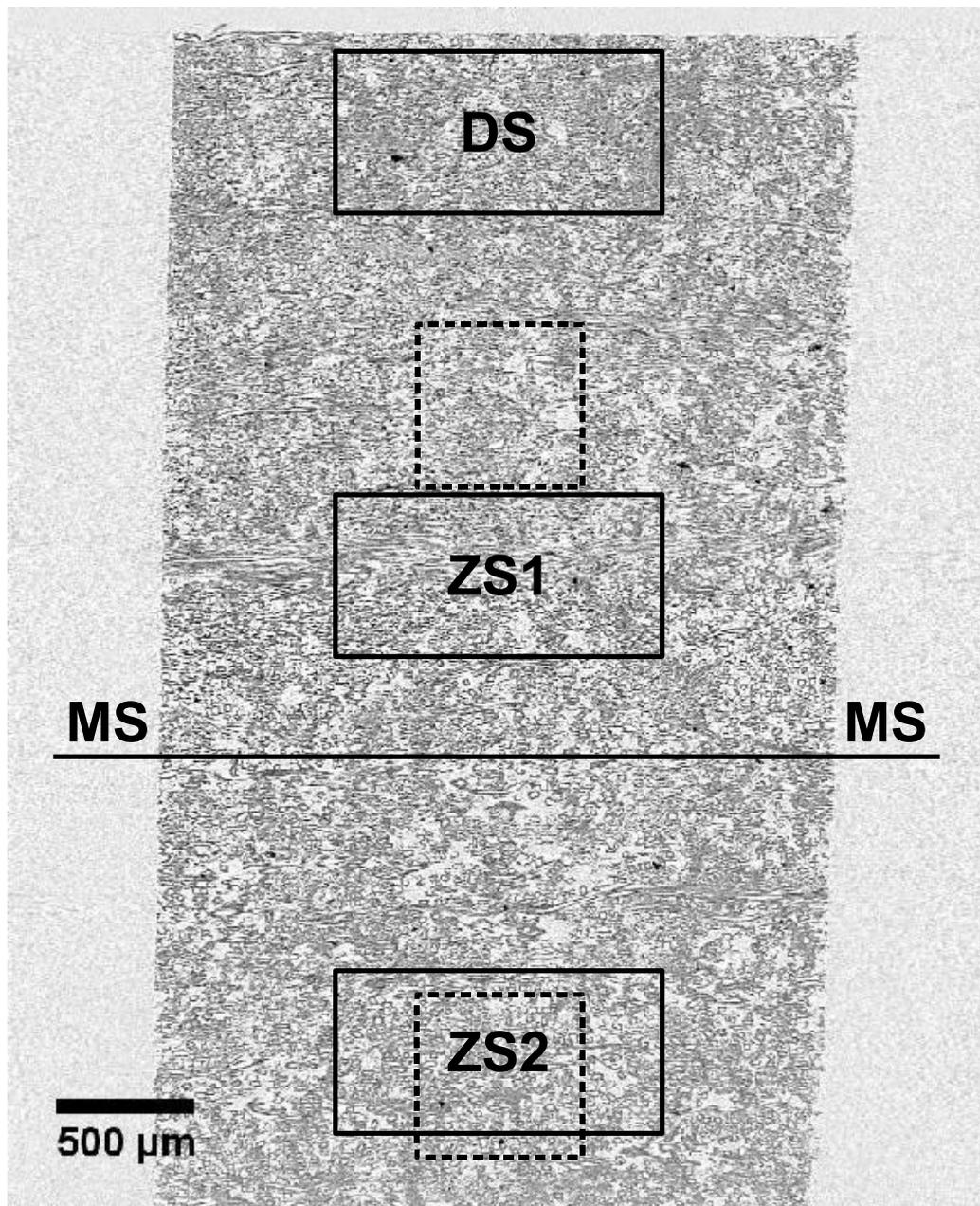


Abb. 6.31: YZ-Querschnitt der Probe MDF 800 mit den ausgewählten großen Subvolumina „DS“ (Deckschicht), „ZS1“ und „ZS2“ (Zwischenschichten) zur Strukturauswertung. Die gestrichelten Bereiche zeigen die kleinen Subvolumina „ZS1“ und „ZS2“. Die Markierung „MS“ (Mittelschicht) zeigt die tatsächliche Mitte der Probe an.

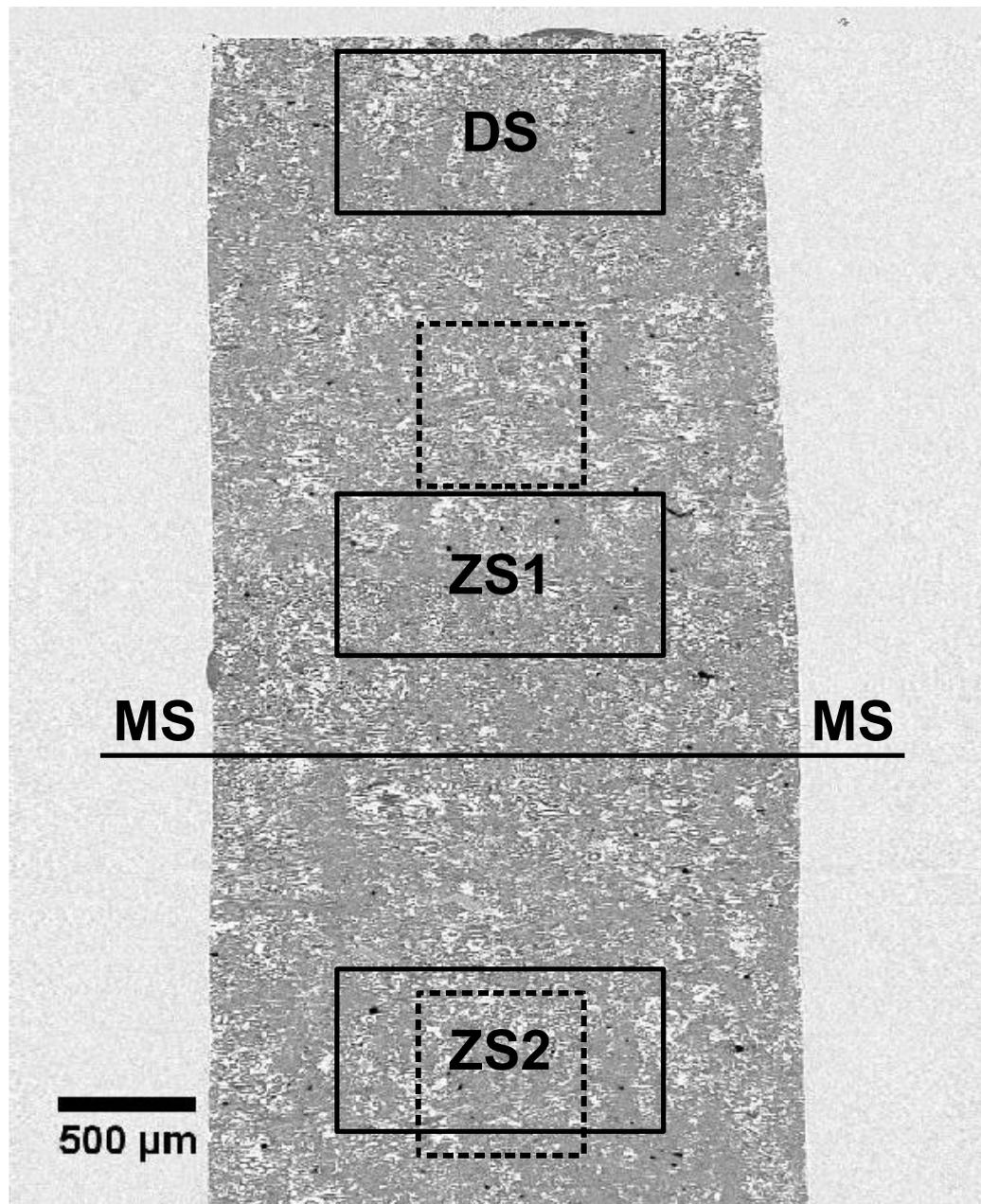


Abb. 6.32: YZ-Querschnitt der Probe MDF 1000 mit den ausgewählten großen Subvolumina „DS“ (Deckschicht), „ZS1“ und „ZS2“ (Zwischenschichten) zur Strukturauswertung. Die gestrichelten Bereiche zeigen die kleinen Subvolumina „ZS1“ und „ZS2“. Die Markierung „MS“ (Mittelschicht) zeigt die tatsächliche Mitte der Probe an.

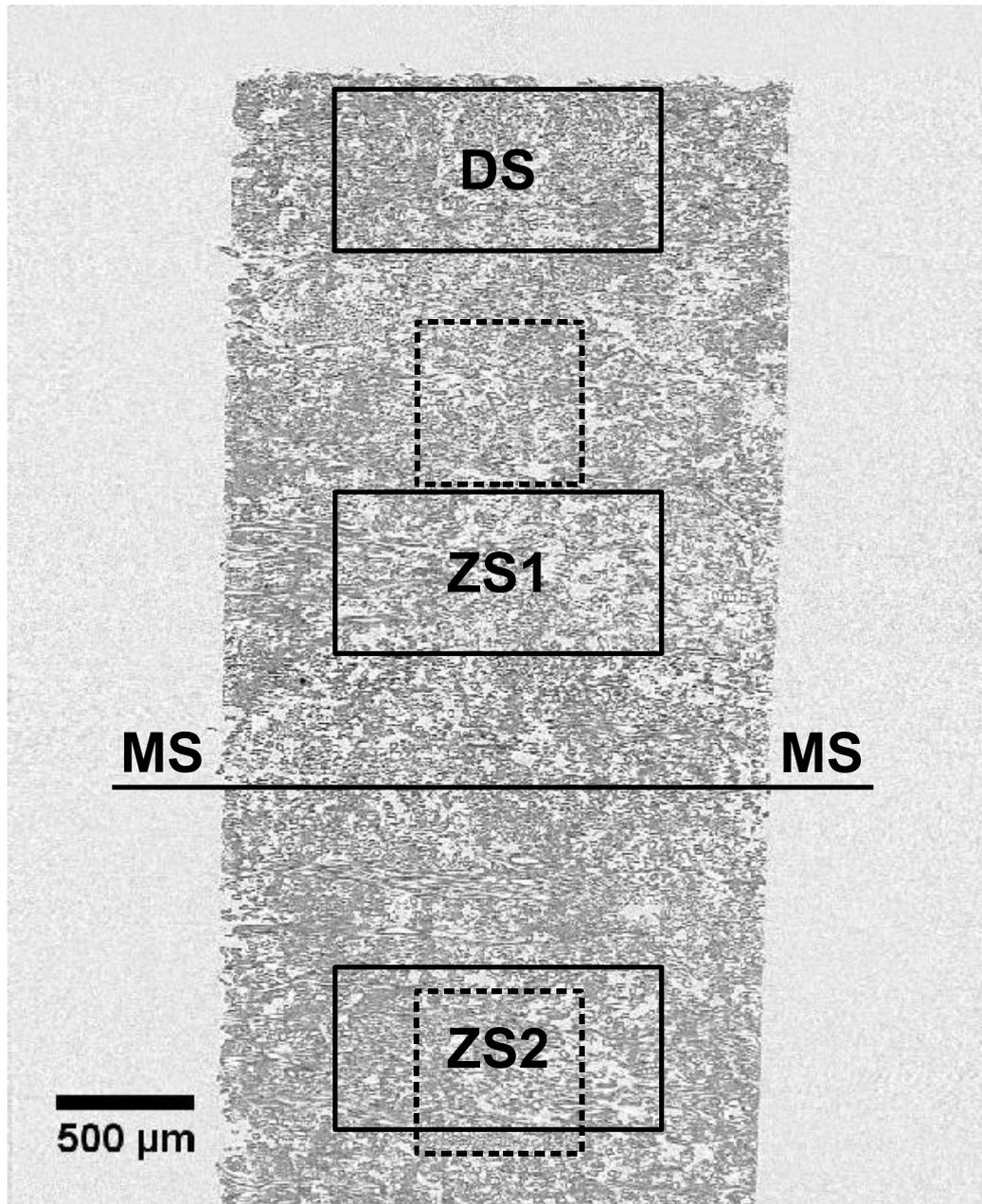


Abb. 6.33: YZ-Querschnitt der Industrie MDF mit den ausgewählten großen Subvolumina „DS“ (Deckschicht), „ZS1“ und „ZS2“ (Zwischenschichten) zur Strukturauswertung. Die gestrichelten Bereiche zeigen die kleinen Subvolumina „ZS1“ und „ZS2“. Die Markierung „MS“ (Mittelschicht) zeigt die tatsächliche Mitte der Probe an.

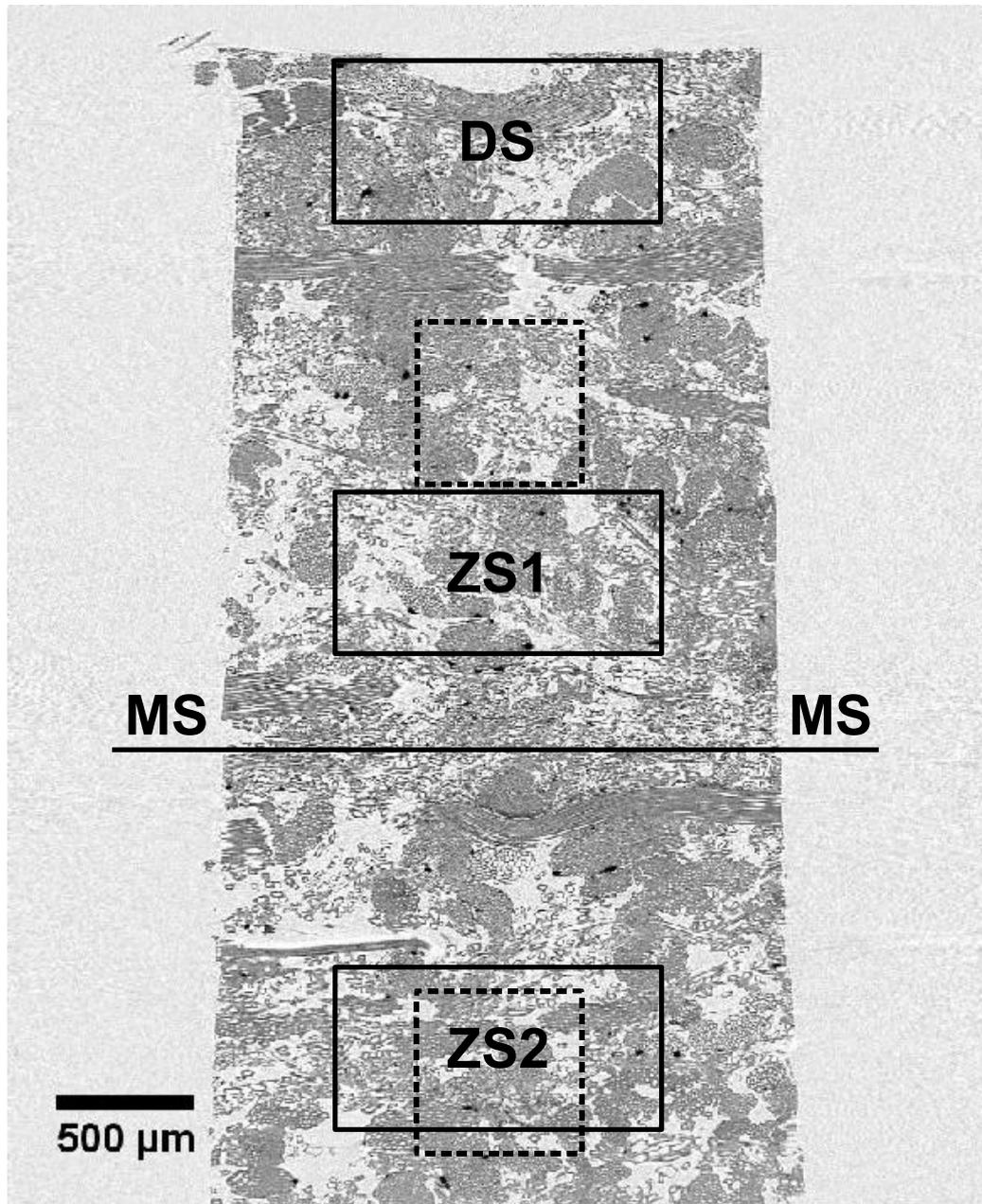


Abb. 6.34: YZ-Querschnitt der MDF-S (50 % Sisal) Probe mit den ausgewählten großen Subvolumina „DS“ (Deckschicht), „ZS1“ und „ZS2“ (Zwischenschichten) zur Strukturauswertung. Die gestrichelten Bereiche zeigen die kleinen Subvolumina „ZS1“ und „ZS2“. Die Markierung „MS“ (Mittelschicht) zeigt die tatsächliche Mitte der Probe an.

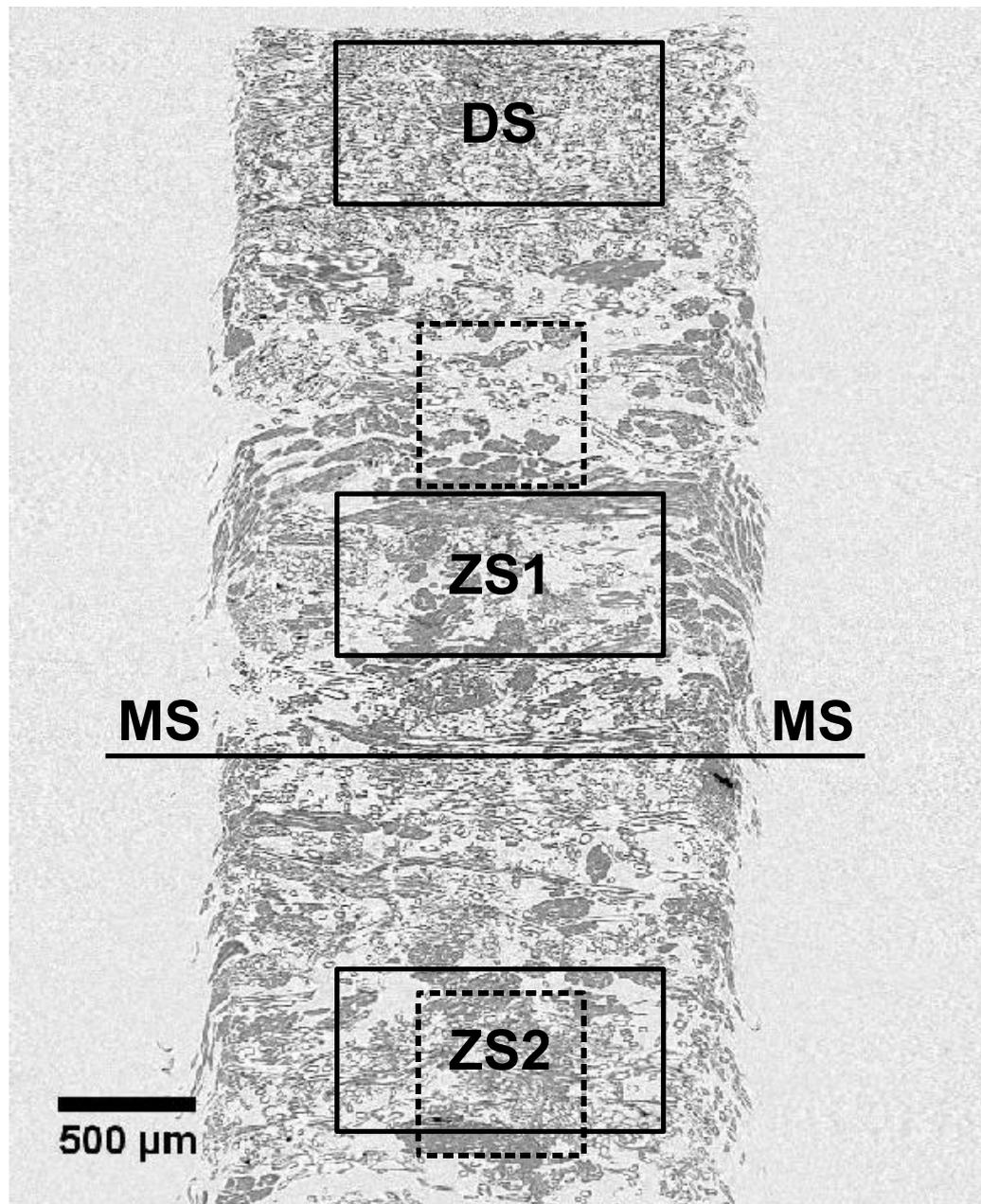


Abb. 6.35: YZ-Querschnitt der MDF-H (50 % Hanf) Probe mit den ausgewählten großen Subvolumina „DS“ (Deckschicht), „ZS1“ und „ZS2“ (Zwischenschichten) zur Strukturauswertung. Die gestrichelten Bereiche zeigen die kleinen Subvolumina „ZS1“ und „ZS2“. Die Markierung „MS“ (Mittelschicht) zeigt die tatsächliche Mitte der Probe an.

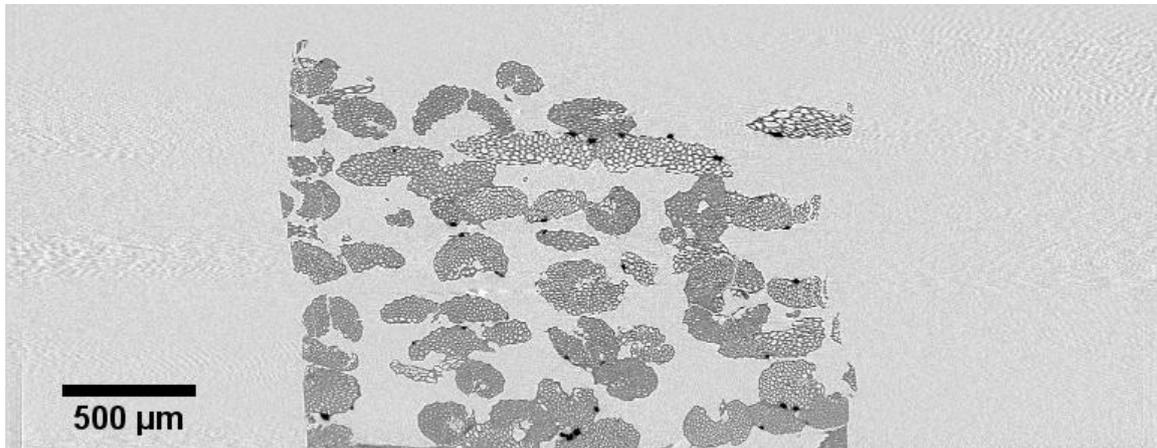


Abb. 6.36: YZ-Querschnitt der VS (100% Sisal) Probe. Dargestellt ist nur eine gescannte Höhenstufe, die die lockere Struktur der Probe verdeutlicht. Auf eine Strukturauswertung wurde verzichtet.

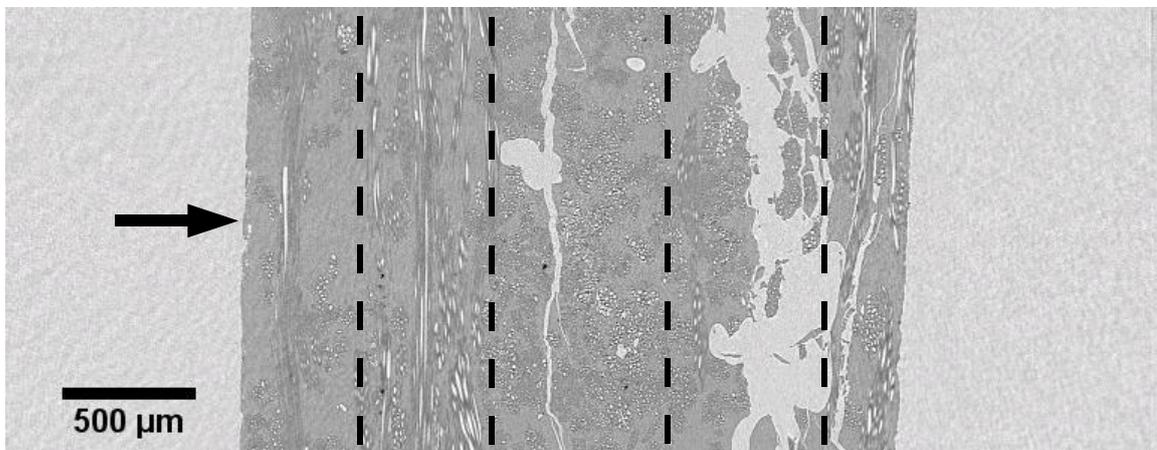


Abb. 6.37: YZ-Querschnitt der Kenaf 90° Probe. Dargestellt ist nur eine gescannte Höhenstufe. Deutlich erkennbar ist die bereits teilweise zerstörte Struktur der Probe, die trotz Vakuumeinbettung in Epoxidharz große Hohlräume und Risse aufweist. Kaum erkennbar ist die Orientierung der Faserbündel in Längsrichtung sowie in Querrichtung, die Schichten sind mit gestrichelten Linien angedeutet. Der Pfeil kennzeichnet die Plattenoberfläche. Auf eine Strukturauswertung wurde verzichtet.

### 6.2.3 Volumenanteile bei unterschiedlichen Rohdichten

Betrachtet man das in Abbildung 6.38 dargestellte Diagramm, so wird der Zusammenhang zwischen den Bestandteilen Zellwandmaterial und der Luft innerhalb und außerhalb der Fasern deutlich. Die jeweiligen Anteile für beide Subvolumina mit 256 Voxeln und 512 Voxeln in XY-Richtung der Datensätze MDF 300 bis MDF 1000 wurden in ein Diagramm gelegt, sowie die Auswertung der Datensätze der Industrie MDF, MDF 300 Barium bis MDF 1000 Barium und MDF 300 Iod bis MDF 1000 Iod einbezogen. Bevor eine Beurteilung der dargestellten Abbildung erfolgt, müssen noch Informationen zum Zustandekommen der Daten gegeben werden.

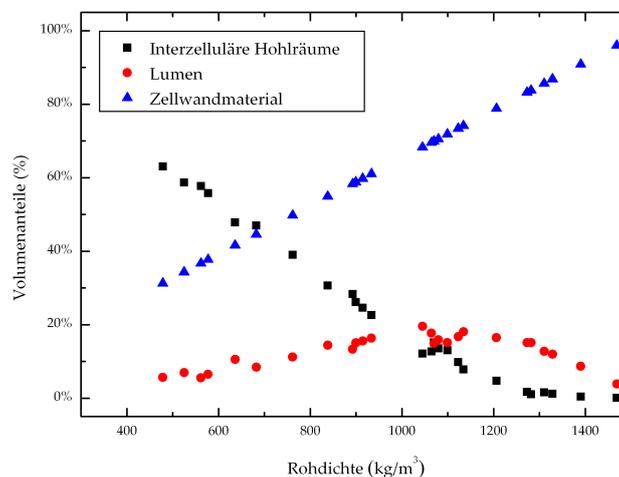


Abb. 6.38: Volumenanteile der  $256^3$  Voxel und  $512 \text{ Voxel} \times 512 \text{ Voxel} \times 256 \text{ Voxel}$  Subvolumina MDF 300 bis MDF 1000, MDF 300 Iod bis MDF 1000 Iod und MDF 300 Barium bis MDF 1000 Barium.

Die Werte für das Zellwandmaterial wurden anhand der aufbereiteten Subvolumina ermittelt. Hierbei ist zu beachten, dass aufgrund der Auflösung der Tomographiedaten und der morphologischen Operationen zum Schließen der Öffnungen in der Faserwand eine Verdickung der Zellwände stattfand. Zusätzlich wurde angenommen, dass das Zellwandmaterial eine rechnerische Dichte von annähernd  $1.530 \text{ kg/m}^3$  aufweist, was zu einer Zunahme der rechnerischen Dichte führte. Diese Annahme wurde als Näherung verwendet, da keine Kalibrierung der Grauwerte der Tomographiedaten auf eine tatsächliche Dichte möglich war. Der mögliche Fehler bei der Berechnung des Zellwandmaterials kann mit ca. 5% angegeben werden, da teilweise verbliebene Rauschartefakte auf der Faseroberfläche als Zellwandmaterial gewertet wurden und die Segmentierung zu Abweichungen führte.

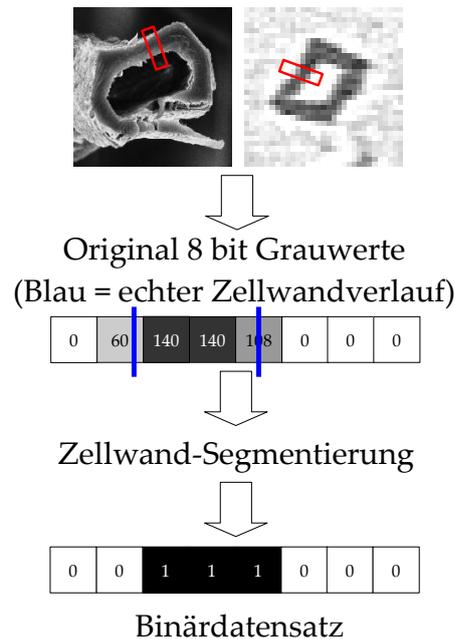


Abb. 6.39: Einfluss der Auflösung bei der Segmentierung am Beispiel der Zellwandsegmentierung. Die Kantenlänge eines der dargestellten Voxel beträgt  $2,3 \mu\text{m}$ . Dargestellt ist eine Originalfaser, eine vergleichbare Faser aus den Tomographiedaten und die Umwandlung aus den 8bit-Tomographiedaten in einen binären Datensatz mit den entstehenden Abweichungen.

In Abbildung 6.39 ist beispielhaft dargestellt, wie sich vor allem die Auflösung von  $2,3 \mu\text{m}$  bei der Segmentierung auswirkt. Zu erkennen ist, dass die tatsächliche angenommene Zellwand in diesem Beispiel genau durch zwei Voxel verläuft, welche als Information aus der Tomographieaufnahme einen bestimmten Grauwert gespeichert haben.

Bei der anschließenden Segmentierung wird durch das Setzen eines Schwellwertes von beispielsweise 61 das Voxel mit einem Grauwert über oder unter diesem Schwellwert entweder der Luft oder dem Zellwandmaterial zugeordnet. In diesem Fall wird das linke Voxel der Luft zugeordnet, wobei das rechte Voxel der Zellwand zugeschlagen wird. Der durch anschließendes Auszählen der Voxel bestimmte Zellwandanteil weicht daher von dem tatsächlichen Zellwandanteil ab, da in diesem Fall mehr Zellwandanteil erzeugt wurde als tatsächlich vorhanden war. Eine Erhöhung der Auflösung würde die Genauigkeit der Zuordnung verbessern, da es weniger Voxel mit Übergangswerten zwischen Wandmaterial und Luft geben würde.

Die Ursache für die deutliche Zunahme des Zellwandanteils durch die durchgeführten morphologischen Operationen zur Segmentierung wird detailliert bei Walther et al. (2006) beschrieben. Ein weiterer Effekt, der die Rohdichteberech-

nung beeinflusste, war die getroffene Annahme, dass ein Voxel Zellwandmaterial eine theoretische Dichte von  $1.530 \text{ kg/m}^3$  aufweist. Diese Annahme wurde getroffen, da keine Zuordnung der Grauwerte zu einer bestimmten Dichte möglich war. Schwankungen in der Zellwanddichte sind anhand der festgestellten Verteilung der Grauwerte denkbar, jedoch derzeit nicht auswertbar.

Tabelle 6.1 und Tabelle 6.2 zeigen die prozentuale Abweichung für die einzelnen Subvolumina zu den mit dem Raytest-Gerät gemessenen Werten sowohl für die Laborplattenproben als auch für die Industrie MDF Probe. Die Dichtewerte der Raytest-Messung wurden für den jeweiligen Ausschnitt aus den Originaldaten gewonnen und für den jeweiligen Bereich gemittelt. Insgesamt ergibt sich eine Abweichung für beide Subvoluminagrößen von 36 %, die durch die Segmentierung entstanden ist und aus der Zunahme der Zellwand durch die morphologischen Operationen und der Berechnung der Rohdichte herrührt.

Die Abbildung 6.40 verdeutlicht die systematische Abweichung zwischen der messtechnisch ermittelten Rohdichte (Raytest) und der berechneten Rohdichte (Voxelcount) vom theoretischen Verhältnis (diagonale Linie) für beide Subvolumengrößen. Unterschiede zwischen den verschiedenen MDF-Proben mit und ohne Marker sind nicht festzustellen.

Betrachtet man unter diesem Hintergrund die Linearität des in Abbildung 6.38 erkennbaren Anstieges für das Zellwandmaterial, so ergibt sich ein direkter Zusammenhang zwischen der errechneten Rohdichte aus dem Voxelcount und dem Volumenanteil für das Zellwandmaterial.

Die interzellulären Hohlräume um die Fasern nehmen hingegen bis zu einer Probendichte von  $1.100 \text{ kg/m}^3$  linear ab, um dann annähernd gegen Null zu tendieren. Eine zusätzliche Schwierigkeit bei sehr hohen Dichten stellt dabei die Unterscheidung von Lumen und interzellulären Hohlräumen dar, da dann beide Regionen ähnliche Strukturen aufweisen und eine exakte Unterscheidung erschweren. Hierbei kann für alle Subvolumina ein Fehler für die korrekte Zuordnung des Lumens von bis zu 20 % angenommen werden, der mögliche Fehler bei der Zuordnung zu den interzellulären Hohlräumen liegt mit bis zu 10 % darunter.

Die Entwicklung des Lumenanteils am Gesamtvolumen verhält sich entgegengesetzt zur Entwicklung der interzellulären Hohlräumen. Bis zu einer Dichte von  $1.100 \text{ kg/m}^3$  zeigt sich eine Zunahme, die dann jedoch deutlich abfällt. Vergleicht man die REM-Aufnahmen von verschiedenen Bereichen einer MDF, so fällt auf, dass die bislang noch weitgehend unkollabierten Spätholzfäsern ab einem Dichtebereich von  $900 \text{ kg/m}^3$  unter der mechanischen Belastung versagen und damit das Lumenvolumen sinkt. Beobachtungen an den MDF-Proben unterschiedlicher Dichte ergaben, dass zuerst die dünnwandigen Frühholzfäsern und -faserbündel versagten. Erst bei höheren Dichten waren kollabierende Spätholzfäsern zu beobachten und die Dichtebereiche entsprachen dem Bereich in Abbildung 6.38.

Tabelle 6.1: Vergleich der Rohdichteberechnung der  $256^3$  Voxel Subvolumina der MDF-Proben (Stabw. = Standardabweichung).

Typ	Volumen	Rohdichte (kg/m <sup>3</sup> )		Abweichung
		Raytest	Voxelcount	
MDF 300	ZS1	336	479	42%
	ZS2	389	525	35%
MDF 300 Iod	ZS1	329	577	75%
	ZS2	393	562	43%
MDF 300 Barium	ZS1	361	636	76%
	ZS2	422	682	62%
MDF 500	ZS1	587	761	30%
	ZS2	633	838	32%
MDF 500 Iod	ZS1	539	899	67%
	ZS2	638	893	40%
MDF 500 Barium	ZS1	551	915	66%
	ZS2	628	934	49%
MDF 800	ZS1	852	1.045	23%
	ZS2	901	1.064	18%
MDF 800 Iod	ZS1	838	1.206	44%
	ZS2	925	1.099	19%
MDF 800 Barium	ZS1	853	1.123	32%
	ZS2	923	1.134	23%
MDF 1000	ZS1	1.148	1.310	14%
	ZS2	1.158	1.329	15%
MDF 1000 Iod	ZS1	1.110	1.469	32%
	ZS2	1.102	1.390	26%
MDF 1000 Barium	ZS1	1.128	1.273	13%
	ZS2	1.137	1.282	13%
Industrie MDF	ZS1	853	1.070	25%
	ZS2	834	1.079	29%
			Mittelwert	36%
			Stabw.	19%

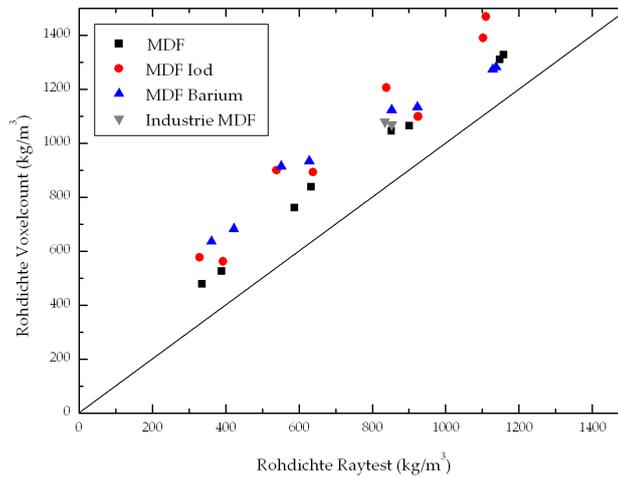
## 6 Ergebnisse und Diskussion

---

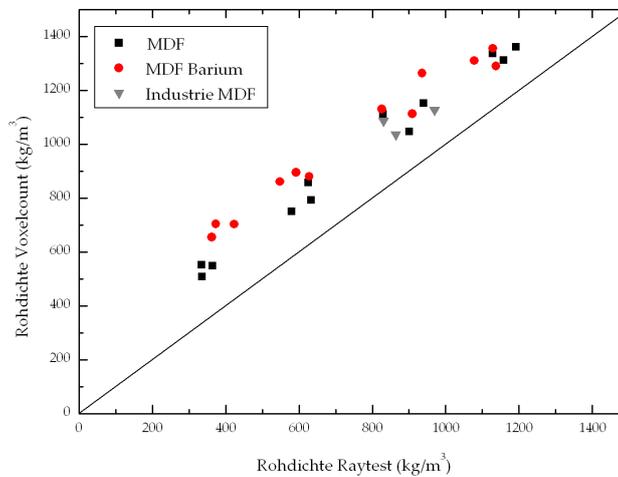
Tabelle 6.2: Vergleich der Rohdichteberechnung der 512 Voxel  $\times$  512 Voxel  $\times$  256 Voxel Subvolumina der MDF-Proben (Stabw. = Standardabweichung).

Typ	Volumen	Rohdichte (kg/m <sup>3</sup> )		Abweichung
		Raytest	Voxelcount	
MDF 300	DS	334	552	65%
	ZS1	364	549	51%
	ZS2	336	508	51%
MDF 300 Barium	DS	423	703	66%
	ZS1	362	655	81%
	ZS2	373	704	89%
MDF 500	DS	633	793	25%
	ZS1	580	751	30%
	ZS2	625	857	37%
MDF 500 Barium	DS	628	880	40%
	ZS1	548	861	57%
	ZS2	592	895	51%
MDF 800	DS	901	1.047	16%
	ZS1	829	1.111	34%
	ZS2	940	1.152	23%
MDF 800 Barium	DS	909	1.113	22%
	ZS1	826	1.131	37%
	ZS2	936	1.264	35%
MDF 1000	DS	1.158	1.312	13%
	ZS1	1.128	1.337	18%
	ZS2	1.192	1.360	14%
MDF 1000 Barium	DS	1.137	1.290	13%
	ZS1	1.078	1.311	22%
	ZS2	1.129	1.356	20%
Industrie MDF	DS	831	1.086	31%
	ZS1	864	1.036	20%
	ZS2	970	1.127	16%
Mittelwert				36%
Stabw.				21%

## 6 Ergebnisse und Diskussion



(a)  $256^3$  Voxel Subvolumina



(b) 512 Voxel  $\times$  512 Voxel  $\times$  256 Voxel Subvolumina

Abb. 6.40: Vergleich Rohdichtebestimmung Raytest/Voxelcount für die  $256^3$  Voxel und 512 Voxel  $\times$  512 Voxel  $\times$  256 Voxel Subvolumina.

Eine ähnliche Betrachtung eines 3D-Volumens für die qualitative und quantitative Unterscheidung zwischen Lumen und den interzellulären Hohlräumen einer MDF ist in der Literatur bislang nicht zu finden.

#### 6.2.4 Äußere und innere Faseroberfläche

Für die Berechnung der äußeren und der inneren Faseroberfläche wurden die Subvolumina „DS“, „ZS1“ und „ZS2“ der MDF 300 bis MDF 1000, MDF 300 Iod bis MDF 1000 Iod, MDF 300 Barium bis MDF 1000 Barium sowie die Industrie MDF ausgewählt. Berücksichtigt wurden hierbei alle Voxel, die dem Zellwandmaterial zugeordnet wurden und die mit einem Voxel der interzellulären Hohlräume bzw. einem Lumenvoxel in Kontakt stehen.

Die Berechnung der Grenzfläche erfolgte mit Hilfe des *Marching-Cubes*-Algorithmus, der eine genauere Umrechnung der Oberflächen in  $\mu\text{m}^2$  erlaubt, als eine Berechnung der Voxeloberflächen. In Abbildung 6.41 ist die Funktionsweise des *Marching-Cubes*-Algorithmus vereinfacht in einer zweidimensionalen Darstellung gezeigt. Es wird die Grenzfläche zwischen dem Zellwandmaterial und der umgebenden Luft extrahiert und ein dreidimensionales Dreiecksgitter erzeugt, welches eine größere Näherung an die tatsächliche Oberfläche der Fasern bietet als die Berechnung der Voxeloberflächen.

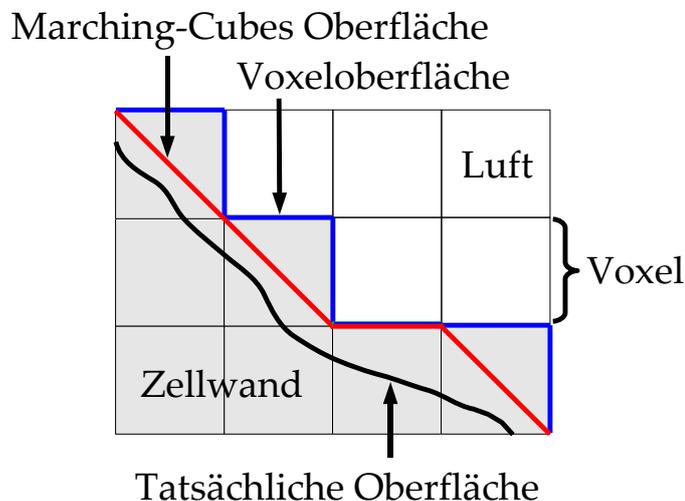


Abb. 6.41: Vereinfachte zweidimensionale Betrachtung der Funktionsweise des *Marching-Cubes*-Algorithmus zur Ermittlung der Oberfläche.

Die ermittelten Werte sind in Abbildung 6.42 dargestellt. Der mögliche Fehler bei der Berechnung der Oberfläche im Vergleich zur tatsächlichen Oberfläche für jedes Subvolumen kann auf bis zu 20% geschätzt werden, da die komplizierte

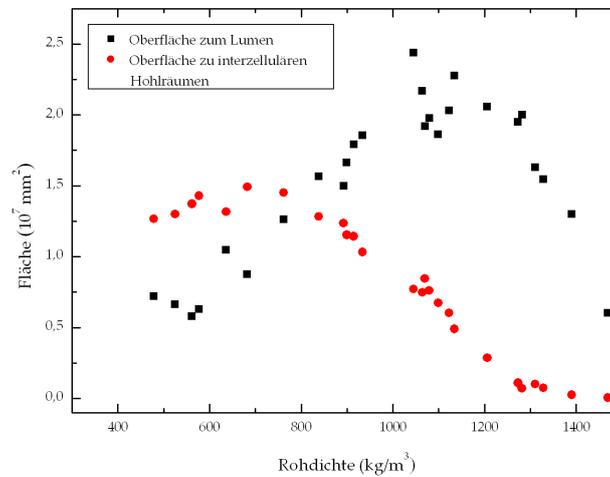


Abb. 6.42: Oberflächen der  $256^3$  Voxel MDF Subvolumina.

Oberflächenstruktur mit verbliebenen Rauschartefakten in Verbindung mit der Auflösung von  $2,3 \mu\text{m}$  Abweichungen verursacht. Um die Vergleichbarkeit der Werte untereinander zu ermöglichen, wurde auf die Betrachtung der Proben mit Nicht-Holz-Naturfaseranteil verzichtet.

Zu erkennen sind zwei lokale Maxima bei den dargestellten Werten bei einer Dichte von  $700 \text{ kg/m}^3$  für die Kontaktfläche zu den interzellulären Hohlräumen und bei  $1.100 \text{ kg/m}^3$  für die Kontaktfläche zum Lumen. Diese Maxima stehen mit den Werten für den Volumenanteil des Faserlumens und der interzellulären Hohlräume in Abbildung 6.38 in Verbindung. Die Kontaktfläche des Zellwandmaterials zu den interzellulären Hohlräumen nimmt bis zu einem Verhältnis von 50 % zu, um dann mit weiter steigender Rohdichte abzunehmen, da die freie Oberfläche auf den Fasern geringer wird.

Bei der Betrachtung des Maximums für die Oberfläche des Zellwandmaterials zum Lumen kommt das Kollabieren der Fasern ab einer Dichte von  $1.100 \text{ kg/m}^3$  zum Tragen. Die Oberfläche verringert sich durch die Verkleinerung der Lumina, die mit weiter zunehmender Dichte kaum noch als solche zu identifizieren sind. Die Punkte dürfen jedoch nur als Näherung an die tatsächliche Kontaktfläche betrachtet werden, da aufgrund der Erhöhung der Dichte der Subvolumina auch eine Vergrößerung der Faseroberflächen erfolgte, sowie Reste von nicht entferntem Rauschen auf der Faseroberfläche zu einer Vergrößerung der Faseroberfläche beitragen.

Für die Voxel, die als interzelluläre Hohlräume identifiziert wurden, muss einschränkend festgestellt werden, dass diese bei der Betrachtung einer größeren

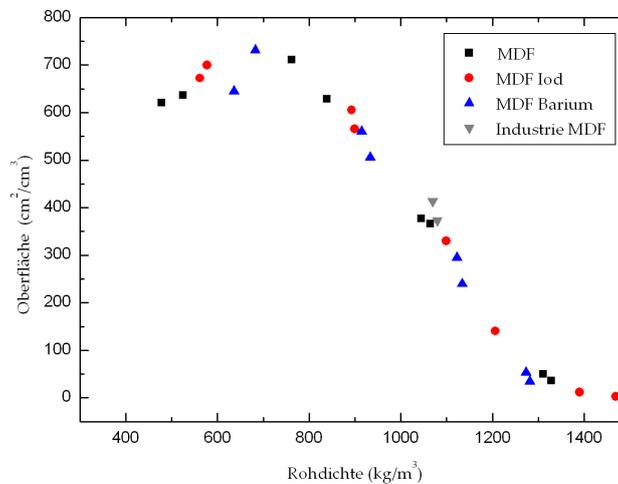


Abb. 6.43: Freie Faser Oberfläche in  $\text{cm}^2/\text{cm}^3$  für verschiedene MDF-Rohdichten.

MDF-Probe nicht zwangsläufig mit der Umgebungsluft um die Probe herum bzw. anderen interzellulären Hohlräumen in Kontakt stehen müssen. Es ist ebenso möglich, dass als interzelluläre Hohlräume identifizierte Regionen als abgeschlossene Hohlräume in einer MDF vorkommen und daher ähnlich wie das Lumen der Fasern betrachtet werden müssten. Eine Überprüfung dieses Phänomens ist nur durch Tomographieaufnahmen größerer zusammenhängender Bereiche in einer MDF mit hoher Auflösung möglich.

Um die Relevanz der gefundenen Werte aus holztechnologischer Sicht zu unterstreichen, wurden die Oberflächenwerte aus Abbildung 6.42 in  $\text{cm}^2$  pro  $\text{cm}^3$  MDF bei verschiedenen Rohdichten umgerechnet und in Abbildung 6.43 dargestellt. Diese Werte sind insbesondere deswegen interessant, weil für die Ausbildung von Klebeverbindungen zwischen den Fasern bei Rohdichten bis ca.  $700 \text{ kg/m}^3$  nur ein geringer Bereich der beleimten Faser Oberfläche benötigt wird. Ein Großteil des aufgetragenen Klebharzes trägt nicht zur mechanischen Festigkeit der Platte bei. Es kann jedoch angenommen werden, dass diese Flächen eine gewisse Sorptionsvergütung der Fasern darstellen. Die freien beleimten Oberflächen stellen möglicherweise eine Barriere für die Feuchtaufnahme und -abgabe dar und es ergeben sich reelle Chancen, um die Empfindlichkeit der Proben gegenüber Feuchte zu verringern. Ein weiterer wichtiger Aspekt ist die Reduzierung der Klebharzkosten durch eine optimierte Beleimung oder die Verwendung von geeigneten Additiven.

### 6.2.5 Anzahl Fasern und Faserbündel

Nach der erfolgreichen Segmentierung der Daten konnte eine Zuordnung des Zellwandmaterials zu den Lumina erfolgen. Jedem erkannten Lumen wurde dabei das umgebende Zellwandmaterial zugeordnet. Die Anzahl der auf diese Art identifizierten Fasern ist für beide Subvoluminagrößen getrennt in den Tabellen 6.3 und 6.4 abgelegt.

Zu beachten ist bei der Betrachtung der Anzahl der Fasern, dass durch die Auswahl der Größe des Subvolumens (Kantenlänge 588  $\mu\text{m}$  bzw. 1.176  $\mu\text{m}$ ) angenommen wurde, dass eine vollständige Faser mit einer Länge von 3 mm bis 8 mm mit einer hohen Wahrscheinlichkeit ihren Anfangs- und Endpunkt außerhalb des Subvolumens besitzt. Die visuelle Betrachtung der Faserverläufe in den Subvolumina zeigte, dass diese Annahme zutrifft.

Um zu gewährleisten, dass bei der Auswertung nur dieser Fasertyp berücksichtigt wurde, wurden Kriterien festgelegt, nach denen die Fasern aus der Gesamtmenge ausgewählt wurden. Zu diesem Zweck wurden nur die Fasern aus den Subvolumina ausgewählt, die vollständig erkannt wurden, durch das Subvolumen hindurchliefen und augenscheinlich keine fehlerhaften Zuordnungen des Faserrlumens aufwiesen.

Die in den Tabellen gezählten Gesamt-Fasern beinhalten allerdings auch Faserfragmente. Für die weitere Auswertung war es daher zunächst notwendig, diese Fragmente auszuschließen. Die Kriterien, die für die Auswahl der Fasern verwendet wurden, waren eine Größe des Lumens von mindestens 2.000 Voxel bis maximal 20.000 Voxel, um eventuell falsch erkannte Faserbündel auszuschließen, sowie ein Strength-Wert von 100 bis 5.000. Der Strength-Wert gibt Aufschluss über die Stärke der Faserorientierung. Werte über 100 deuten auf eine wenig gekrümmte Faser hin, die weitgehend in einer Ebene liegt. Trotz des Vorkommens von Faserfragmenten, welches bereits in Kapitel 5.2.4 beschrieben wurde, ist somit weitgehend ausgeschlossen, dass kurze Faserstücke oder Fragmente in die Auswertung einfließen. Der in den Tabellen 6.3 und 6.4 aufgeführte Wert „Quote“ zeigt an, wieviele Fasern diese Kriterien erfüllten. Ein hoher Wert für „Quote“ bedeutet also, dass das betrachtete Subvolumen eine große Zahl an durchgehend und damit für die weitere Auswertung brauchbare Fasern enthält. Die Quote lag bei den Proben mit niedriger Rohdichte erwartungsgemäß höher, als bei Proben mit höherer Rohdichte.

Die letzte Spalte „Faserbündel“ gibt an, wieviele Faserbündel in dem jeweiligen Subvolumen erkannt wurden. Als Kriterien wurden hier eine Kontaktfläche zwischen zwei Fasern größer 2.000 Voxel und eine ähnliche Orientierung der Fasern ausgewählt. Hierbei handelte es sich um mindestens zwei Fasern, die als Faserbündel klassifiziert wurden. Die visuelle Überprüfung der Bündel deutete darauf hin, dass zum einem auch durch Klebharz verbundene Fasern mit annähernd glei-

Tabelle 6.3: Auflistung der Anzahl erkannter Fasern, Fragmente und Faserbündel für die MDF 256<sup>3</sup> Voxel Subvolumina. Die Quote gibt die Anzahl der ganzen Fasern an, die nach den im Text genannten Kriterien ausgesucht wurden.

Typ	Volumen	Fasern / Fragmente			Faserbündel
		Gesamt	Ausgewählt	Quote	
MDF 300	ZS1	599	46	8%	20
	ZS2	720	59	8%	29
MDF 300 Iod	ZS1	815	39	5%	5
	ZS2	813	51	6%	10
MDF 300 Barium	ZS1	824	52	6%	28
	ZS2	977	63	6%	34
MDF 500	ZS1	1.014	58	6%	21
	ZS2	1.263	54	4%	24
MDF 500 Iod	ZS1	1.199	0	0%	19
	ZS2	1.355	14	1%	43
MDF 500 Barium	ZS1	1.199	50	4%	18
	ZS2	1.175	48	4%	10
MDF 800	ZS1	639	7	1%	1
	ZS2	1.343	36	3%	3
MDF 800 Iod	ZS1	1.707	58	3%	26
	ZS2	1.725	66	4%	27
MDF 800 Barium	ZS1	1.562	40	3%	5
	ZS2	1.357	33	2%	10
MDF 1000	ZS1	1.982	4	0%	10
	ZS2	2.318	6	0%	15
MDF 1000 Iod	ZS1	1.407	61	4%	21
	ZS2	1.866	55	3%	23
MDF 1000 Barium	ZS1	1.889	25	1%	13
	ZS2	1.787	21	1%	7
Industrie MDF	ZS1	1.454	29	2%	6
	ZS2	1.762	49	3%	13

Tabelle 6.4: Auflistung der Anzahl erkannter Fasern, Fragmente und Faserbündel für die MDF 512 Voxel  $\times$  512 Voxel  $\times$  256 Voxel Subvolumina. Die Quote gibt die Anzahl der ganzen Fasern an, die nach den im Text genannten Kriterien ausgesucht wurden.

Typ	Volumen	Fasern / Fragmente			Faserbündel
		Gesamt	Ausgewählt	Quote	
MDF 300	DS	2.299	148	6%	70
	ZS1	2.649	141	5%	50
	ZS2	2.874	188	7%	99
MDF 300 Barium	DS	3.216	134	4%	34
	ZS1	3.076	163	5%	89
	ZS2	3.432	134	4%	67
MDF 500	DS	3.005	0	0%	93
	ZS1	3.834	178	5%	57
	ZS2	4.261	194	5%	0
MDF 500 Barium	DS	3.588	0	0%	0
	ZS1	4.430	171	4%	75
	ZS2	4.574	200	4%	28
MDF 800	DS	1.991	0	0%	0
	ZS1	3.258	0	0%	0
	ZS2	5.230	0	0%	0
MDF 800 Barium	DS	6.380	0	0%	0
	ZS1	6.679	0	0%	0
	ZS2	4.523	0	0%	0
MDF 1000	DS	6.385	6	0%	57
	ZS1	8.002	45	1%	53
	ZS2	8.141	0	0%	0
MDF 1000 Barium	DS	6.723	22	0%	44
	ZS1	7.605	82	1%	58
	ZS2	7.208	0	0%	0
Industrie MDF	DS	3.098	0	0%	0
	ZS1	6.552	162	2%	85
	ZS2	6.572	0	0%	0

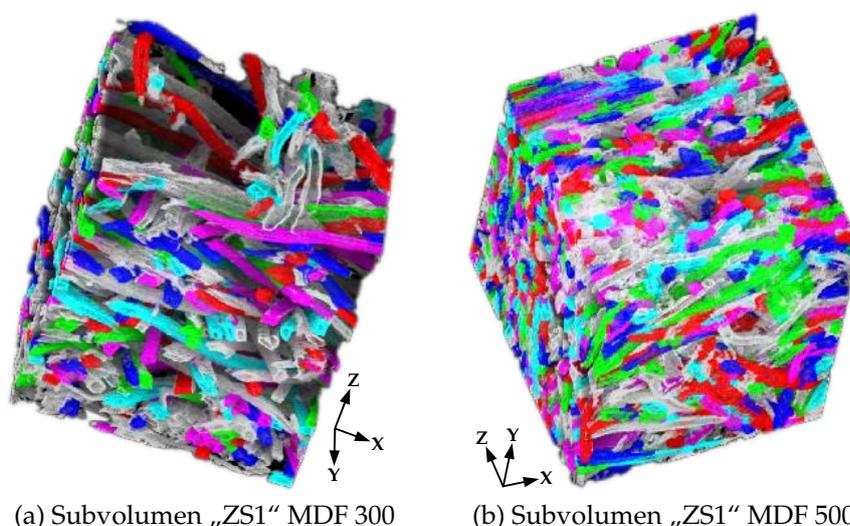


Abb. 6.44: Beispielhafte Darstellung individuell markierter Fasern mit (a)  $256^3$  Voxel Subvolumen „ZS1“ der MDF 300 und (b)  $256^3$  Voxel Subvolumen „ZS1“ der MDF 500. Jede individuell erkannte Faser erhielt eine von sechs Farben, so dass benachbarte Fasern nicht die gleiche Farbe aufwiesen. Die Kantenlänge der dargestellten  $256^3$  Voxel Subvolumina beträgt  $588 \mu\text{m}$ .

cher Ausrichtung als Faserbündel identifiziert wurden und zum anderen längere Faserfragmente vorkamen. Die vorgestellten Werte können daher nur als Hinweis auf mögliche Faserbündel gewertet werden. Die Auflösung erwies sich erneut als limitierender Faktor für die Genauigkeit der Auswerterroutinen.

Eine weitere Möglichkeit der Darstellung der individuell erkannten Fasern ist die Verwendung unterschiedlicher Farben, so dass jeder Faser beispielsweise eine von sechs Farben zugeordnet wird und die benachbarten Fasern möglichst eine andere Farbe zugeordnet bekommen. Ein Beispiel für diese Art der Darstellung ist in Abbildung 6.44 gezeigt. Bei dieser Art der Visualisierung lässt sich sehr gut nachprüfen, ob die Erkennung der einzelnen Fasern korrekt durchgeführt wurde, da zusammenliegende Faserfragmente unterschiedliche Farben erhalten.

Es zeigt sich schon bei der Identifizierung der einzelnen Fasern, dass nur annähernd 75 % aller Fasern eindeutig identifiziert werden können. Die verbleibenden Fragmente bilden möglicherweise ebenfalls zusammenhängende Fasern, die jedoch im Rahmen der Segmentierung nicht zusammengeführt werden konnten. Eine Erweiterung der Routinen um eine Zusammenführung der Fragmente zu vollständigen Fasern erscheint angeraten. Deutlich wird bereits an dieser Stelle die derzeitige Grenze der quantitativen Auswertung der Tomographiedaten, deren Auflösung nur knapp ausreicht, um von der qualitativen Bewertung zu einer quantitativen Analyse zu gelangen. Eine quantitative Analyse wäre aber mit den vorhandenen Auswerterroutinen bereits möglich.

### 6.2.6 Faser-Faser-Kontakte

Die mit Hilfe der Analyse der Nachbarschaftsgraphen ermittelten Zusammenhänge zweier Fasern zueinander lieferten die Kontaktflächen in Voxeln zwischen zwei Fasern. Diese Werte stellen durch die Umrechnung in  $\mu\text{m}^2$  eine grobe Näherung dar, die jedoch als Tendenz interpretiert werden können.

Aufgrund der Vielzahl der erkannten Fasern und Faserfragmenten ist eine umfassende Darstellung für alle Fasern nicht möglich. Beispielhaft soll jedoch verdeutlicht werden, wie die Informationen über Faserkontakte und Kontaktflächen ausgewertet werden können, um die Funktionalität der Methode zu belegen.

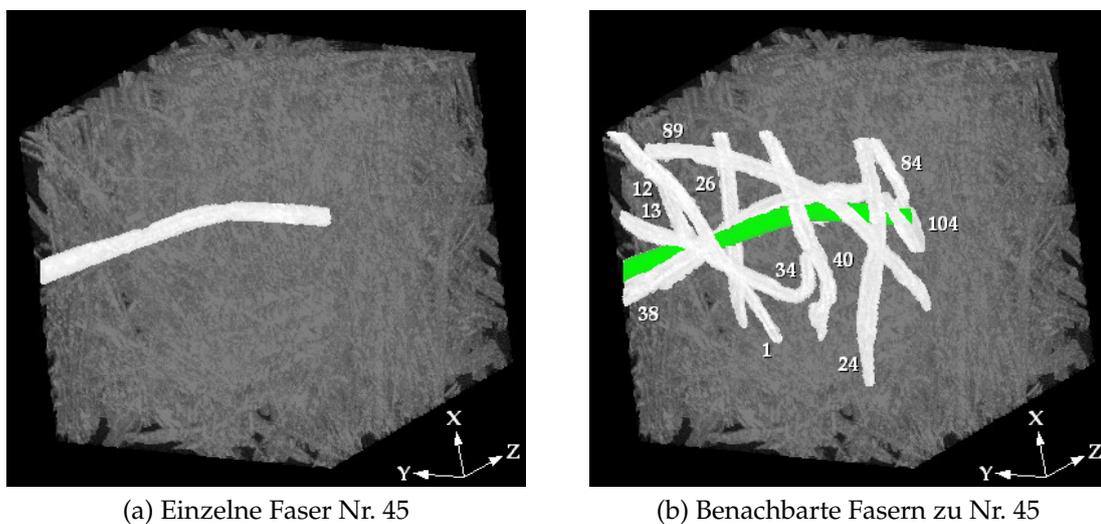


Abb. 6.45: Beispielhafte Darstellung benachbarter Fasern mit (a) markierter Einzelfaser Nr. 45 im  $256^3$  Voxel Subvolumen MDF 300 „ZS1“ und (b) hervorgehobene Einzelfaser aus (a) mit elf benachbarten Fasern (nummeriert), die durch Auswertung des Nachbarschaftsgraphen als Kontakte mit der dazugehörigen Kontaktfläche gefunden wurden. Die Kantenlänge des Subvolumens beträgt  $588 \mu\text{m}$ .

Abbildung 6.45 (a) zeigt eine individuell erkannte Einzelfaser Nr. 45 des  $256^3$  Voxel Subvolumens „ZS1“ der MDF 300 Probe, für die in einer Tabelle sämtliche Kontakte zu anderen erkannten Fasern abgelegt wurden. In Abbildung 6.45 (b) sind die benachbarten Fasern, die durch die Analyse des Nachbarschaftsgraphen gefunden wurden, zusätzlich zu der hervorgehobenen Einzelfaser dargestellt. Ergänzend hierzu dient die Tabelle 6.5, die die in Kontakt stehenden Fasern mit ihrer Größe auflistet und die Kontaktfläche in Voxeloberflächen angibt. Eine Umrechnung der Voxeloberflächen in  $\mu\text{m}^2$  ist näherungsweise möglich.

Mit Hilfe des Visualisierungsprogrammes VIGRACaster lassen sich für alle eindeutig identifizierten Fasern die jeweiligen Nachbarn darstellen. Ein Vergleich mehrerer Fasern aus verschiedenen Subvolumina zeigte, dass die Nachbarschafts-

Tabelle 6.5: Auflistung der Faserkontakte und Kontaktflächen für Faser Nr. 45 des  $256^3$  Voxel Subvolumens „ZS1“ der MDF 300. Ganz unten ist die Größe der Faser Nr. 45 angegeben.

Faser Nr.	Größe (Voxel)	Typ	Kontaktfläche	
			Anzahl Voxel	in $\mu\text{m}^2$
1	12.435	Faser	181	941
12	1.925	Fragment	104	541
13	214	Fragment	98	509
20	7.001	Faser	26	135
24	16.972	Faser	159	827
34	17.753	Faser	419	2178
38	24.911	Faser	345	1793
40	16.688	Faser	42	218
84	3.390	Faser	13	68
89	27.827	Faser	169	879
104	4.311	Fragment	265	1378
45	5.971	Faser		

verhältnisse und Kontakte richtig zugeordnet wurden. Die Ergebnisse der Auswertung sind in Tabelle 6.6 und Tabelle 6.7 dargestellt. Hierbei ist zu beachten, dass die Werte für MDF-Proben mit einer Rohdichte über  $500 \text{ kg/m}^3$  nicht angegeben werden, da die Aussagekraft eingeschränkt ist.

Bei Proben höherer Rohdichte werden für die ausgewählten Fasern Kontakte zu benachbarten Fasern identifiziert, die aufgrund der Segmentierung auch aus Fragmenten bzw. größeren zusammenhängenden Regionen bestehen können. Die Kontakte und die Größe der Kontaktflächen, die durch den Auswertungsalgorithmus gefunden wurden, werden in sehr dichtem Material ungenau. Die Segmentierung von Lumen und interzellulären Hohlräumen konnte bereits nicht mehr vollständig erfolgen und führte teilweise zu einer ungenauen Zuordnung des Zellwandmaterials zu den erkannten Lumina.

Eine weitere Besonderheit bei der Auswertung stellte der teilweise Abbruch der Segmentierung bei der Verarbeitung der  $512 \text{ Voxel} \times 512 \text{ Voxel} \times 256 \text{ Voxel}$  Subvolumina dar. Diese Subvoluminagröße war als maximal mögliche Größe für die Segmentierung gewählt worden, was bei den leichteren Proben noch weitgehend problemlos war, jedoch bei den dichteren Proben mit mehr Zellwandanteil zu einem Abbruch der Segmentierung führte, da die maximalen 16 GB Arbeitsspeicher nicht mehr ausreichten. Ein Auslagern der Zwischenablage auf den Festplattenspeicher hätte die Rechenzeit exponentiell verlängert und die eingesetzten Zentralrechner

Tabelle 6.6: Auflistung der Faserkontakte und Kontaktflächen für ganze Fasern nach den im Text angegebenen Kriterien für die  $256^3$  Voxel Subvolumina (Vol. = Volumen, Mittelw. = Mittelwert, Stabw. = Standardabweichung, k.A. = keine Angabe).

Typ	Vol.	Fasern	Kontakte pro Faser		Kontaktfläche ( $\mu\text{m}^2$ )	
			Mittelw.	Stabw.	Mittelw.	Stabw.
MDF 300	ZS1	46	12,00	5,09	279,08	526,42
	ZS2	59	12,53	4,99	362,99	640,02
MDF 300 Iod	ZS1	39	16,67	6,42	487,78	1.222,88
	ZS2	51	22,02	7,97	367,90	786,42
MDF 300 Barium	ZS1	52	13,40	5,63	406,12	711,04
	ZS2	63	14,78	5,19	286,70	448,47
MDF 500	ZS1	58	17,19	6,85	353,89	585,65
	ZS2	54	18,76	9,66	384,23	721,11
MDF 500 Iod	ZS1	0	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.
	ZS2	14	18,36	6,89	560,15	857,30
MDF 500 Barium	ZS1	50	15,64	7,33	382,74	650,92
	ZS2	48	18,88	7,12	419,58	988,74
Mittelwert			16,38		390,10	
Stabw.			3,07		80,76	

Tabelle 6.7: Auflistung der Faserkontakte und Kontaktflächen für ganze Fasern nach den im Text angegebenen Kriterien für die 512 Voxel × 512 Voxel × 256 Voxel Subvolumina (Vol. = Volumen, Mittelw. = Mittelwert, Stabw. = Standardabweichung, k.A. = keine Angabe).

Typ	Vol.	Fasern	Kontakte pro Faser		Kontaktfläche ( $\mu\text{m}^2$ )	
			Mittelw.	Stabw.	Mittelw.	Stabw.
MDF 300	DS	148	14,24	7,14	310,85	620,86
	ZS1	141	15,57	7,67	288,72	546,55
	ZS2	188	15,60	7,43	314,19	538,80
MDF 300 Barium	DS	134	16,01	7,77	401,52	902,51
	ZS1	163	16,24	8,41	327,43	604,18
	ZS2	134	9,05	8,74	419,67	256,15
MDF 500	DS	0	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.
	ZS1	178	21,38	9,76	304,36	556,87
	ZS2	194	21,31	10,14	317,84	672,89
MDF 500 Barium	DS	0	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.
	ZS1	171	23,06	11,99	310,60	636,98
	ZS2	200	23,28	11,45	372,34	834,61
Mittelwert			17,57		336,75	
Stabw.			4,56		44,72	

mehrere Tage blockiert, was nicht durchführbar war. Aus diesem Grund sind in Tabelle 6.7 nur wenige Werte vorhanden, da die Segmentierung unterbrochen wurde (in Tabelle 6.7 mit k.A. angezeigt). Die bei den  $256^3$  Voxel Subvolumina festgestellten Ergebnisse zeigen, dass bei den vergleichbaren Subvolumina einer Rohdichte keine großen Unterschiede in der Auswertung bestanden.

Bei der Berechnung der Kontaktfläche ist zu beachten, dass diese nur eine grobe Näherung darstellt, da hier lediglich die Voxeloberfläche als Kontaktfläche angenommen wurde. Limitiert wird die Aussage zusätzlich durch die Auflösung von  $2,3 \mu\text{m}$ . Auf die Darstellung der Ergebnisse in Form von Diagrammen wurde verzichtet, da keine eindeutige Zunahme der Kontakte und Kontaktflächen mit zunehmender Rohdichte zu erkennen ist.

Die verwendete Methodik zum Finden und Auswerten der Kontaktstellen funktioniert bereits zuverlässig, auch wenn es noch Einschränkungen bei hohen Rohdichten gibt, die jedoch anderen Ursprungs sind. Für die Berechnung und Modellierung eines Fasernetzwerkes liefern diese Daten jedoch eine Vielzahl an Informationen, um beispielsweise die freien Faserlängen zwischen zwei Kontakten bestimmen zu können. Eine Berechnung der mechanischen Festigkeiten dieser Fasernetzwerke, wie im Ansatz bereits von Kallmes und Eckert (1964) für Papier und von Neagu et al. (2006) für Holzfaserplatten vorgestellt, ist erst mit Hilfe dieser Daten möglich. Des Weiteren ergeben sich Möglichkeiten, die Arbeiten von Faessel et al. (2005) zur Modellierung von Fasernetzwerken für dichtere Proben fortzuführen.

### 6.2.7 Faserorientierung

Die Auswertung der Faserorientierung basierte auf den in Abschnitt 6.2.5 ausgewählten Faserstrukturen, die nach den Kriterien Lumengröße 2.000 Voxel bis 20.000 Voxel und Strength-Wert von 100 bis 5.000 ausgewählt wurden. Für die Bestimmung der Orientierung konnten die nach der Hauptkomponentenanalyse berechneten Winkel der Fasern zur XY-, YZ- und XZ-Ebene verwendet werden.

Die Auswertung der Daten erfolgte hinsichtlich der Orientierung der Fasern zur XY-Ebene, da für die Verteilung in YZ- und XZ-Ebene eine mehr oder weniger zufällige Anordnung angenommen wurde. Von Interesse war die Orientierung zur XY-Ebene, da bei unterschiedlicher Verdichtung eine Änderung des Winkels zu dieser Ebene zu erwarten war. Die visuelle Überprüfung der Subvolumina zeigte bereits, dass die Fasern eine gewisse Orientierung in XY-Ebene aufwiesen.

Vor der Auswertung waren mehrere Annahmen zu treffen, um aussagekräftige Ergebnisse zu erzielen. Da nicht bekannt war, an welchem Ende der Faser die Hauptkomponentenanalyse beginnt, kann der Winkel der Faser zur XY-Ebene sowohl positiv als auch negativ werden, da dieser vom Richtungsvektor in Z-Richtung abhängig ist. Dieses Dualitätsproblem wird bereits von Bache-Wiig und

Henden (2005) für die Auswertung von Papierstrukturen und von Tan et al. (2006) für die Auswertung von Stahlfasernetzwerken erwähnt.

Beide Gruppen kommen zu dem Schluss, dass der Richtungsvektor einer Faser in Z-Richtung ausschließlich als positiv angenommen werden kann, da sich dadurch der absolute Winkel zur XY-Ebene nicht verändert. Aufgrund dieser Annahme wurden daher absolute Winkelangaben für den Winkel zur XY-Ebene verwendet. Eine weitere Vereinfachung konnte durch die Achsensymmetrie zur Z-Achse durchgeführt werden, da Winkel über  $90^\circ$  aufgrund der zu ignorierenden Richtung der Faser in Winkel  $\leq 90^\circ$  umgewandelt werden konnten. Die so ermittelten Werte sind in den Tabellen 6.8 und 6.9 für beide Subvoluminagrößen abgelegt.

In Ergänzung zu den beiden Tabellen zeigt die Verteilung der Werte in Abhängigkeit von der Rohdichte in Abbildung 6.46 eine leichte Abnahme des Winkels zur XY-Ebene mit zunehmender Rohdichte. Mit Hilfe eines t-Tests wurde die Signifikanz eines möglichen linearen Trends untersucht. Der Trend war auf einem 95 % Niveau nicht signifikant. Die Werte deuten dennoch darauf hin, dass die Fasern trotz steigender Verdichtung nicht vollständig orientiert in der XY-Ebene liegen.

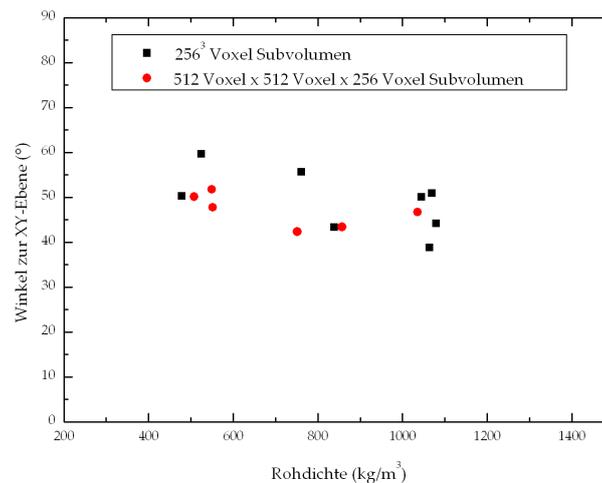


Abb. 6.46: Faserorientierung für die MDF  $256^3$  Voxel und  $512 \text{ Voxel} \times 512 \text{ Voxel} \times 256$  Voxel Subvolumina.

Bei der Beurteilung der Faserorientierung ist zu berücksichtigen, dass in allen Subvolumina die gleichen Faserstrukturen nach den Kriterien Lumengröße 2.000 Voxel bis 20.000 Voxel und Strength-Wert von 100 bis 5.000 ausgewählt wurden. Durch diese Auswahl wurde bereits ein Fasertyp ausgewählt, der sich bei verschiedenen Rohdichten nur wenig verändert. Hier kommt auch die anfangs durchgeführte Einschränkung auf die Subvolumengröße zum Tragen, da nur voll-

Tabelle 6.8: Faserorientierung  $256^3$  Voxel Subvolumina (Vol. = Subvolumen, Stabw. = Standardabweichung).

Typ	Vol.	Fasern	Winkel zur XY-Ebene (°)	Stabw.
MDF 300	ZS1	46	50,32	26,90
	ZS2	59	59,70	27,57
MDF 500	ZS1	54	55,71	25,88
	ZS2	58	43,31	24,23
MDF 800	ZS1	7	50,10	23,42
	ZS2	36	38,85	22,65
Industrie MDF	ZS1	29	50,95	23,53
	ZS2	49	44,20	25,35

Tabelle 6.9: Faserorientierung  $512 \text{ Voxel} \times 512 \text{ Voxel} \times 256 \text{ Voxel}$  Subvolumina (Vol. = Subvolumen, Stabw. = Standardabweichung).

Typ	Vol.	Fasern	Winkel zur XY-Ebene (°)	Stabw.
MDF 300	DS	148	47,79	25,84
	ZS1	141	51,77	25,66
	ZS2	188	50,14	28,55
MDF 500	DS	0	k.A.	k.A.
	ZS1	178	42,36	26,82
	ZS2	194	43,37	23,29
MDF 800	DS	0	k.A.	k.A.
	ZS1	0	k.A.	k.A.
	ZS2	0	k.A.	k.A.
Industrie MDF	DS	0	k.A.	k.A.
	ZS1	162	46,71	25,32
	ZS2	0	k.A.	k.A.

ständig durch das Subvolumen verlaufende Fasern ausgewählt wurden. Der tatsächliche Anfang und das tatsächliche Ende dieser Fasern liegt außerhalb des Subvolumens, so dass letztendlich nur eine lokale Orientierung berechnet wird.

Ein Teil der ausgewählten Fasern wurde zusätzlich visuell mit dem VIGRACaster auf ihren Verlauf hin überprüft. Es konnte festgestellt werden, dass der Faserlauf im Subvolumen zumeist nur eine leichte Krümmung aufwies.

Die Berechnung der Faserorientierung erwies sich als korrekt, auch wenn die erzielten Ergebnisse nur geringe Unterschiede zeigen. Zum einem ist dieser geringe Unterschied auf die ausgewählten Faserstrukturen zurückzuführen, zum anderen liegt dennoch eine zufällige Orientierung in den Proben vor.

Hierbei ist zusätzlich anzumerken, dass die MDF 300 (siehe Abbildung 6.44) optisch bereits eine scheinbar weitgehende Orientierung der Fasern in XY-Ebene aufweist. Die bisherige Vorstellung, dass alle Fasern mit zunehmender Verdichtung in der XY-Ebene orientiert sind, erscheint anhand der visuellen Überprüfung tendenziell richtig. Die dreidimensionalen Faserverläufe zeigen aber, dass längst nicht alle Fasern in der XY-Ebene ausgerichtet sind.

Für die Entwicklung von Modellen des Fasernetzwerkes sind diese Beobachtungen von großer Bedeutung, da beispielsweise der simulierte Fasermattenaufbau von Wang (2000) auf einer exakten Orientierung in XY-Ebene basiert und keine dreidimensionale Ausrichtung der Einzelfasern berücksichtigt.

Eine Auswertung von Proben mit (teilweise) ausgerichteten Fasern oder von Proben mit sehr niedriger Dichte wird darauf hindeuten, dass eine Faserorientierung für alle drei Orientierungsrichtungen sinnvoll durchführbar ist. Die Arbeit von Tan et al. (2006) an Stahlfasernetzwerken zeigt bereits, dass Unterschiede bei zwei sehr unterschiedlichen Verdichtungsstufen feststellbar sind. In diesem Zusammenhang erscheint die Fortführung der Arbeiten von Faessel et al. (2005) sinnvoll, die nur an Holzfasern mit sehr niedriger Dichte durchgeführt wurden und die um einen Vergleich mit Proben höherer Dichte ergänzt werden könnten.

## 6.3 Klebharzidentifizierung

Die Identifizierung des Klebharzes auf der Faseroberfläche sowie die Verbindungen zwischen den Fasern in der Platte waren ebenfalls Gegenstand der hier beschriebenen Strukturuntersuchung. Dabei ging es neben der Darstellung der Klebharzverteilung durch elektronenmikroskopische Verfahren auch darum, zu überprüfen, ob sich die Mikrotomographie zur Identifizierung des Klebharzes eignet.

### 6.3.1 Klebharzverteilung auf der Faseroberfläche

Von entscheidender Bedeutung für die Festigkeit einer Faserplatte ist die gleichmäßige Beleimung der Fasern, um damit eine größtmögliche beleimte Kontaktfläche für die Bindung der Fasern untereinander zu gewährleisten.

Die Verteilung des Klebharzes auf der Faseroberfläche wird beeinflusst durch:

- die Art der Beleimung,
- die Polarität der Oberfläche,
- das Vorhandensein von Fetten, Wachsen und/oder weiteren Additiven,
- die Viskosität des Klebharzes
- das verwendete Klebharz selbst.

Im REM konnten sehr gut erste Beobachtungen der Klebharzverteilung gemacht werden, die jedoch erst durch die ESEM-Untersuchungen und die Anfertigung von TEM-Schnitten exakt interpretiert werden konnten.

#### 6.3.1.1 MDF Fasern

Bei der Herstellung der Laborplatten führte die Beleimung der MDF-Fasern in der Beleimtrommel zu einer gleichmäßigen Verteilung des Klebharzes auf der Faseroberfläche. Durch abstreifende Bewegungen von Faser zu Faser und von Faser zur Wand bzw. Werkzeug während des Mischvorganges wurde das unter Druck eingesprühte Klebharz auf der Faseroberfläche verteilt. Trotz einer teilweise erkennbaren Agglomeration der Fasern zu kleinen Faserballen während der Beleimung wurde keine nachteilige Auswirkung auf die Festigkeit der Platte festgestellt, da die Faserballen vor dem Streuen durch die Verwendung eines Fluffers wieder einzeln wurden. Die Untersuchung der Fasern eines agglomerierten Faserballens im REM ergab keine erkennbaren Unterschiede in der Menge der Beleimung auf den außenliegenden und den innenliegenden Fasern. Als Ursache für die Ausbildung dieser Agglomerationen kann der Transport der Fasern durch die Bewegung der Schaufeln in der Beleimtrommel angesehen werden, die eine Verklumpung begünstigen. Zusätzlich war zu beobachten, dass der Feinanteil, bestehend aus mehr

oder weniger stark zerkleinerten Faserbruchstücken nach der Beleimung weitgehend mit dem beleimten Fasermaterial verbunden war.

In Abbildung 6.47 sind elektronenmikroskopische Aufnahmen repräsentativer Bereiche von Fasern und Faserbündeln dargestellt, die für die Beurteilung der Beleimung herangezogen wurden. Abbildung 6.47 (a) zeigt eine Vergleichsprobe einer unbeleimten Faseroberfläche, um die Unterschiede zu den beleimten Oberflächen zu verdeutlichen. Abbildung 6.47 (b) zeigt bei gleicher Vergrößerung die Oberfläche einer beleimten Faser, die im Gegensatz zu Abbildung 6.47 (a) eine deutlich glattere Oberfläche aufgrund des Klebharzauftrages aufweist. Die Dicke der Klebharzschicht sowie das Eindringen in die Faserwand kann anhand der REM-Aufnahmen nicht beurteilt werden, jedoch erscheint die Methode für eine schnelle Einschätzung der Qualität der Beleimung bei entsprechender Erfahrung des Beobachters geeignet.

In Abbildung 6.47 (c) ist ein Bereich einer Faser mit drei Fenstertüpfeln dargestellt, durch die Klebharz in das Faserlumen eindringen kann, das damit nicht mehr für die Verklebung der Fasern untereinander zur Verfügung steht. Ebenso scheint es in Abbildung 6.47 (d), dass Klebharz durch die offenen Enden der Faser in das Lumen gelangt ist, worauf die Abrundung der Bruchkante durch die Benetzung mit dem Klebharz hindeutet. Ähnliche Beobachtungen konnten auch für die häufig vorkommenden Faserbündel in Abbildung 6.47 (e) und (f) gemacht werden, die aufgrund ihrer Größe sowohl Feinanteile aus Zellwandresten als auch kleine Faserfragmente binden.

Um die Beleimung im Verbund mit anderen Fasern beurteilen zu können, wurden TEM-Schnitte angefertigt und ausgewertet, die in Abschnitt 6.3.2.1 vorgestellt werden.

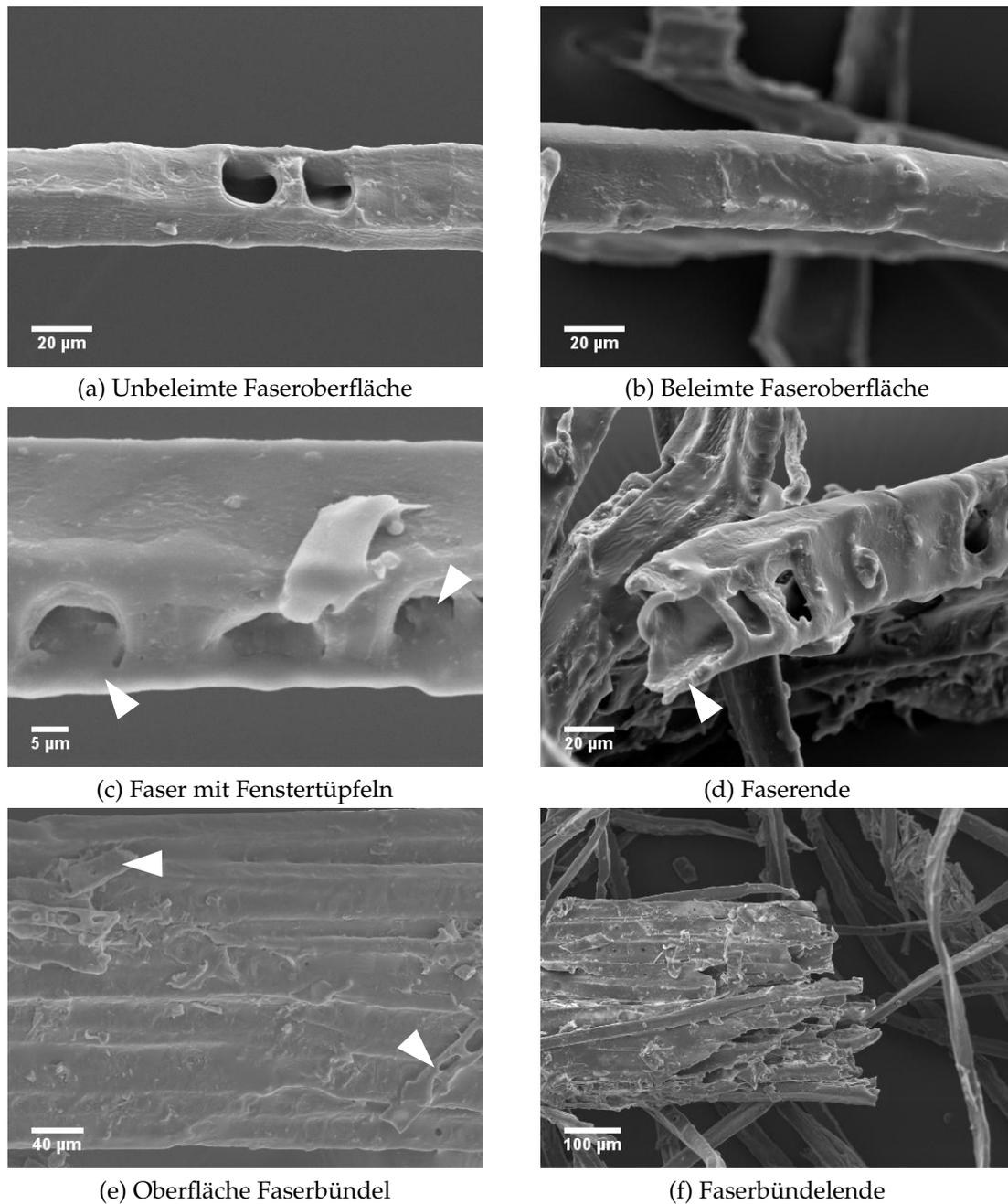


Abb. 6.47: REM-Aufnahmen repräsentativer Bereiche beleiteter MDF Fasern mit (a) Vergleichsprobe unbeleitete Faseroberfläche mit Fenstertüpfeln ( $700\times$ ) mit erkennbarer Fibrillenstruktur, (b) beleitete Faseroberfläche ( $700\times$ ) mit einer deutlich glatteren Oberfläche durch den Überzug mit dem Klebharz, (c) beleitete Faseroberfläche ( $1.700\times$ ) mit beleiteten Fenstertüpfeln (Pfeil), (d) abgebrochenes Faserende ( $600\times$ ) einer beleiteten Faser (Pfeil), (e) Oberfläche eines beleiteten Faserbündels ( $300\times$ ) mit anhaftenden Faserfragmenten (Pfeile) und (f) Faserbündelende ( $130\times$ ) mit anhaftenden Faserfragmenten.

### 6.3.1.2 Nicht-Holz-Naturfasern

In Abbildung 6.48 sind repräsentative Ausschnitte von Faserbündeloberflächen ausgewählt, die den Beileimzustand mit dem Klebharz verdeutlichen. Zu berücksichtigen sind dabei die unterschiedlichen Klebharze, die für die Herstellung der Probenplatten verwendet wurden. Die in Abbildung 6.48 (a) und (c) gezeigten beileimten Hanf- und Sisalfaserbündel wurden mit einem PMDI-Klebharz beileimt, das sich sehr gleichmäßig auf der Oberfläche der Faserbündel verteilt hat.

Im Gegensatz zur rauhen Struktur der unbeileimten Faserbündel in Abbildung 6.6 (a) und Abbildung 6.8 (a) sind die tieferen Bereiche der Faseroberflächen, die als Reste ehemals anhaftender Parenchymzellen durch die erkennbaren Stege als längliche rechteckige Bereiche auf der Oberfläche erkennbar sind, gefüllt. Dieses erschwert die Verklebung mit anderen Fasern, da das Klebharz erst bei einer starken Deformation der Faser in Kontakt mit anderen Faseroberflächen gelangen kann. In der Rauigkeit der Oberflächenstruktur, sei sie nun durch Parenchymzellenreste oder durch die Anordnung der Einzelfasern hervorgerufen, ist jedoch möglicherweise eine der Schwächen der Verklebungsgüte der Sisal- und Hanffaserbündel bei der Herstellung von Faserplatten zu finden. Die durchgeführte Prüfung der Quersugfestigkeit der Platten ergab deutlich schlechtere Festigkeiten als vergleichbare MDF-Proben.

Die Kenaffaserbündel in Abbildung 6.48 (b) wurden mit einer Lösung aus einem hoch- und einem niedermolekularen Phenolharz beileimt, was sich in einem schwach erkennbaren Film auf der Faserbündeloberfläche zeigt. Die Verklebungsgüte ist bei dieser Art der Beileimung sehr stark davon abhängig, wie gut die Fasern und Faserbündel miteinander verpresst werden, um eine gute Klebeverbindung zu ermöglichen. Deutlich reduziert war das Anhaften von Feinanteilen, da die Faserbündel beim Durchgang durch die Imprägnierlösung vollständig benetzt wurden und Fein- und Staubanteile in die Lösung übergangen und dort verblieben. Eine erneute Anhaftung von Staubpartikeln nach dem Verlassen der Imprägnierlösung konnte dennoch nicht ausgeschlossen werden, was in Abbildung 6.48 (b) zu erkennen ist.

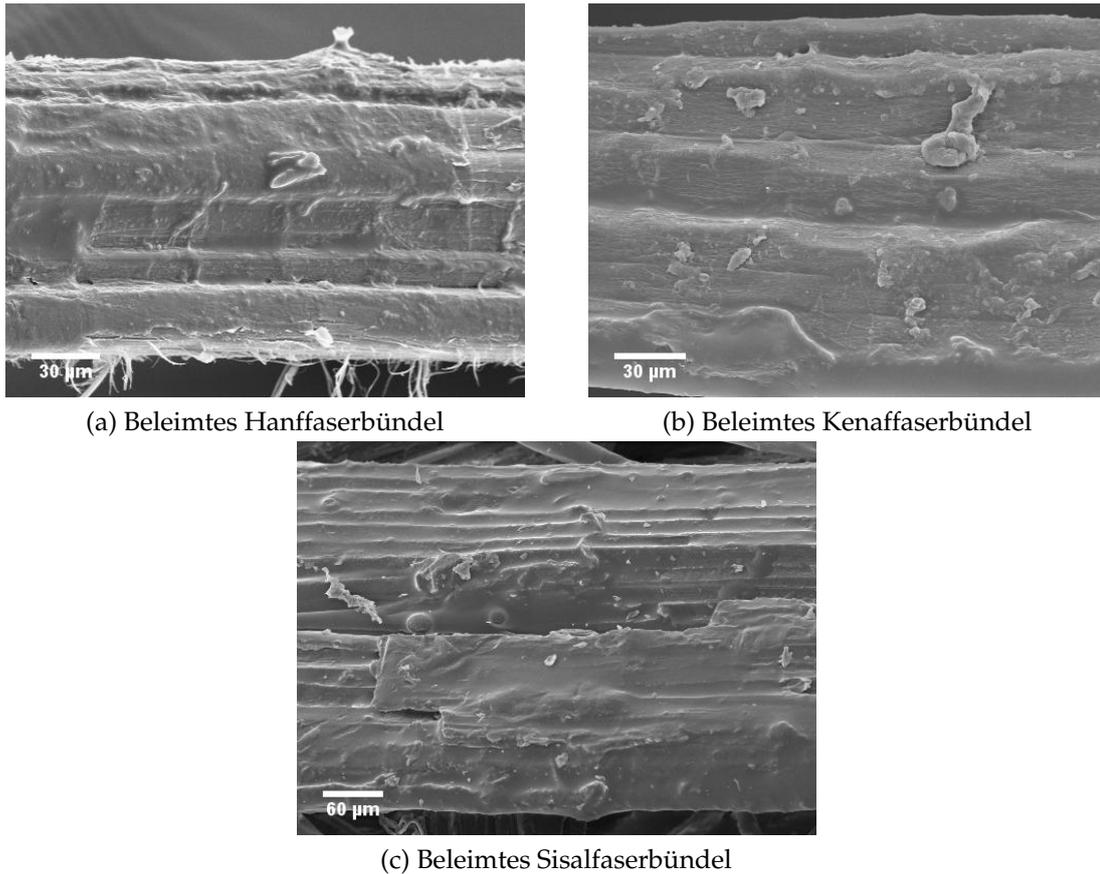


Abb. 6.48: REM-Aufnahmen repräsentativer Bereiche beleimter Nicht-Holz-Naturfasern mit (a) Hanffaserbündel (500×) 128 µm breit, (b) Kenaffaserbündel (500×) 160 µm breit und (c) Sisalfaserbündel (220×) 346 µm breit.

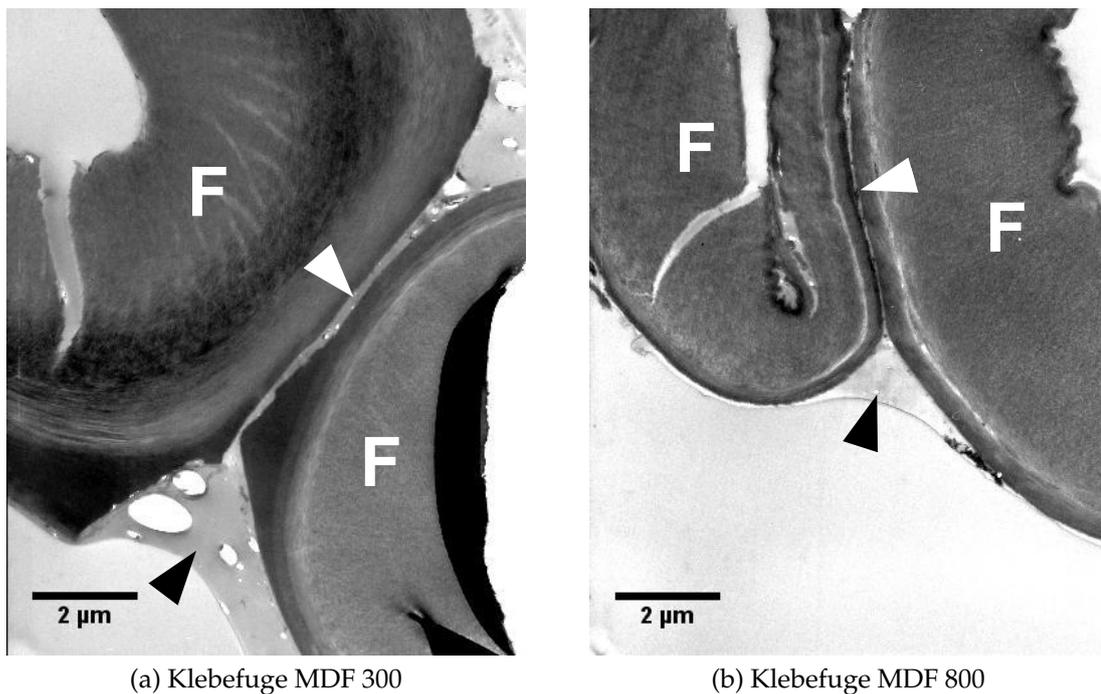
### 6.3.2 Klebharzverbindungen zwischen den Fasern

Die Vermessung und Beurteilung der Klebeverbindungen zwischen den Fasern wurde ergänzend zur Untersuchung der im vorherigen Abschnitt dargestellten REM- und ESEM-Aufnahmen durchgeführt, da diese keine Beurteilung der Dicke des Klebharzfilms zuließen. Auch die Auflösung der  $\mu$ CT-Aufnahmen ließ eine Betrachtung der Klebeverbindungen nicht zu, so dass zur Beurteilung der Dicke des Klebharzfilms ausschließlich auf TEM-Aufnahmen basierte Aussagen getroffen werden mussten.

#### 6.3.2.1 MDF

Abbildung 6.49 zeigt zwei typische Klebefugen aus dem Mittelschichtbereich zwischen zwei Holzfasern in einer MDF 300 und einer MDF 800 Probe. Die Dicke der Fuge variiert je nach Verdichtungsgrad und Typ der beteiligten Fasern zwischen 50 nm und 186 nm. In Abbildung 6.49 (a) sind im linken Bereich eine Druckholz-faser und rechts eine Spätholzfaser zu erkennen, wo hingegen bei (b) zwei Spätholzfaseren beteiligt sind und die linke Faser bereits eine deutliche Deformation aufweist. Deutlich ist die Ausbildung eines „Klebharz-Meniskus“ zu erkennen, der sich infolge des Zusammenpressens der Fasern gebildet hat und die Kontaktfläche zwischen den Fasern vergrößert. Schwach erkennbar ist die dünne Benetzung der Faseroberflächen mit dem Klebharz, welches in den nicht mit Nachbarfasern in Kontakt stehenden Bereichen eine durchgehende Schicht von ca. 80 nm Dicke bildet. Des Weiteren sind kleine Blasen im Klebharz im Bereich des Meniskus erkennbar, die auf das Verdampfen von Wasser aus der Leimflotte während des Heißpressens zurückzuführen sind.

Donaldson und Lomax (1989) beschreiben in ihrer Arbeit die Verteilung von PF-Harz und UF-Harz in MDF-Proben und zeigen mit Hilfe der Interferenz-Mikroskopie die charakteristischen Unterschiede zwischen den beiden Klebharzen. Für das im TEM erkannte UF-Harz zeigt sich, dass dieselben Charakteristika zur Klebharzverteilung und zum Vorkommen von Bereichen höherer Konzentration vorliegen wie von Donaldson und Lomax (1989) beschrieben.



(a) Klebefuge MDF 300

(b) Klebefuge MDF 800

Abb. 6.49: TEM-Aufnahmen typischer Klebeverbindungen von zwei MDF-Fasern (F) ( $6.300\times$ ) mit (a) Klebefuge in einer MDF 300 Probe mit einer Dicke von ca. 186 nm (weißer Pfeil), (b) Klebefuge in einer MDF 800 Probe mit einer Dicke von ca. 50 nm (weißer Pfeil). Deutlich erkennbar ist bei beiden Abbildungen ein ausgebildeter „Klebharz-Meniskus“ zwischen den Fasern (schwarzer Pfeil).

### 6.3.2.2 Faserplatten aus Nicht-Holz-Naturfasern

In Abbildung 6.50 sind zwei Klebeverbindungen in der Kenaf 90° Platte dargestellt. Im Unterschied zu den mit UF-Harz und den mit PMDI beleimten Hanf- und Sisalfaserbündeln ist die PF-Beleimung auf der Faseroberfläche deutlich zu erkennen. Der Durchgang der Kenaffaserbündel durch die Imprägnierlösung aus dem hoch- und niedermolekularen PF-Harz führte zu einer gleichmäßigen Beleimung der Faseroberfläche.

Eine typische Verbindung mit einer Dicke von ca. 230 nm ist in 6.50 (a) gezeigt und es fällt auf, dass sich kein ausgeprägter Meniskus an der Außenseite der Klebefuge ausgebildet hat. Die Kenaffasern selbst erscheinen deutlich höher absorbierend im Gegensatz zu den nicht imprägnierten Fasern, was sehr wahrscheinlich auf die Einlagerung des niedermolekularen Phenolharzes in die Zellwand zurückzuführen ist. In 6.50 (b) ist eine gerissene Klebeverbindung zu erkennen, die sehr wahrscheinlich bei der Probenpräparation entstanden ist. Die Kenaf-Faserplatte reagierte bei der Präparation von kleinen Bereichen äußerst empfindlich, da eine Versprödung der Fasern durch die Imprägnierung und die thermische Belastung während des Heißpressens festzustellen war. Gut erkennbar sind jedoch die Dicke und die Verteilung der Klebharzschicht auf der unteren Faser, von der sich die obere Faser abgelöst hat, ohne dass größere Zellwandreste oder Klebharzreste auf Letzterer zurückgeblieben sind. Dies ist insofern erstaunlich, als dass diese Beobachtungen nicht für die Verklebung mit dem UF-Harz und dem PMDI-Harz gemacht wurden.

Vieles spricht dafür, dass die Beobachtungen zur gleichmäßigen Klebharzverteilung auf der Faseroberfläche von Donaldson und Lomax (1989) für mit PF-Harz gebundene MDF auch für die Kenaf-Faserplatten zutrifft. Der gleichmäßige Klebharzfilm auf der Faseroberfläche zeigt, dass das PF-Harz sehr gut benetzend wirkt.

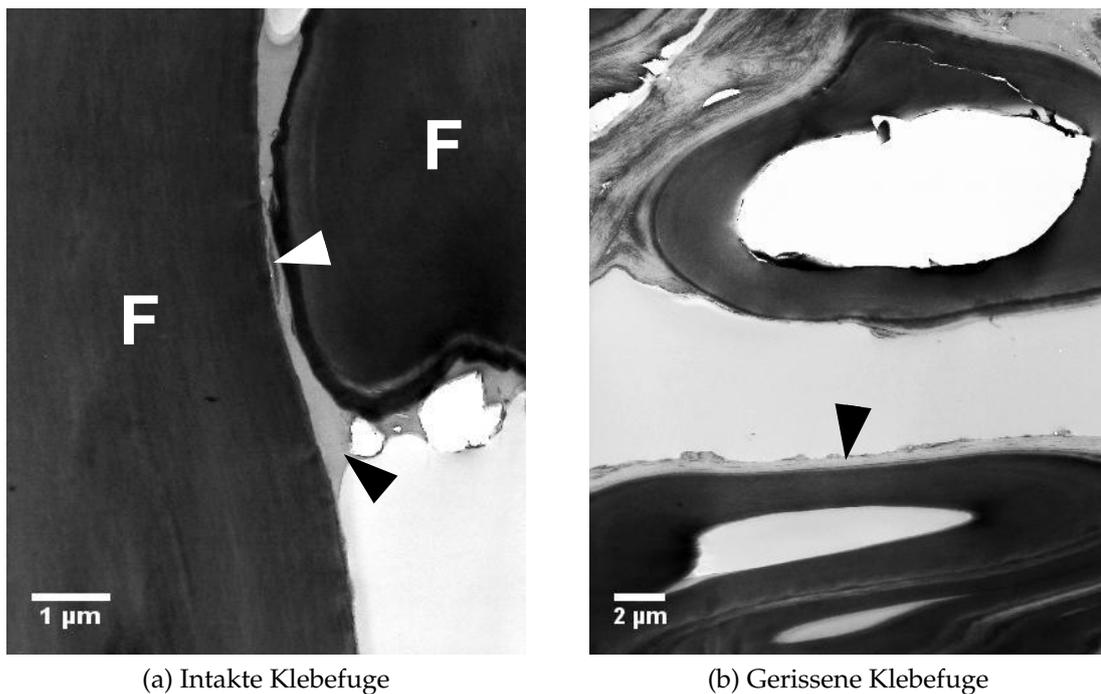


Abb. 6.50: TEM-Aufnahmen zweier Klebeverbindungen in der Kenaf 90° Platte mit (a) intakter Klebefuge (8.000 $\times$ ) zwischen einem längs- und einem querorientierten Faserbündel (F) mit einer Dicke von ca. 230 nm (weißer Pfeil), der „Klebhartz-Meniskus“ ist bei dem Phenolharz nur schwach ausgebildet (schwarzer Pfeil), (b) Gerissene Klebefuge (3.000 $\times$ ) mit einer geschätzten ursprünglichen Dicke von ca. 440 nm zwischen zwei Faserbündeln (schwarzer Pfeil).

### 6.3.3 Klebharzverteilung in den markierten MDF-Proben

Das Vorhandensein der Markersubstanzen Bariumsulfat ( $\text{BaSO}_4$ ) und Iod im Klebharz wurde anhand von REM, ESEM und TEM-Aufnahmen verifiziert, so dass eine qualitative Aussage über die Klebharzverteilung getroffen werden konnte. Zusätzlich wurde versucht, die dreidimensionale Klebharzverteilung in den Probenplatten mit Hilfe der  $\mu\text{CT}$ -Untersuchungen quantitativ auszuwerten.

#### 6.3.3.1 Bariumverteilung

Die Verteilung des Bariumsulfates auf der Faseroberfläche sowie in der fertigen MDF-Probe wurde mit Hilfe von REM, ESEM und TEM-Aufnahmen festgestellt und mit den Ergebnissen der Mikrotomografieaufnahmen verglichen.

In Abbildung 6.51 sind ohne Bariumsulfat beleimte Holzfasern, das pulverförmige Bariumsulfat und die mit dem markierten Klebharz beleimten Holzfasern gegenübergestellt.

Deutlich erkennbar ist in Abbildung 6.51 (a) die Oberflächenstruktur der ohne Bariumsulfat beleimten Holzfaser. Im oberen und unteren Bereich der Faser sind sehr glatte beleimte Flächen zu erkennen. Im mittleren Bereich der Faser ist die freigelegte S1 zu sehen, die im Gegensatz zu den glatten beleimten Flächen noch die rauhe Struktur einer unbeleimten Oberfläche aufweist. In Abbildung 6.51 (b) sind die Partikel des agglomerierten  $\text{BaSO}_4$  dargestellt, deren Größe zwischen  $1\ \mu\text{m}$  und  $2\ \mu\text{m}$  liegt. Die beleimten und mit Barium markierten Holzfasern in Abbildung 6.51 (c) und (d) unterscheiden sich deutlich von den ohne Bariumsulfat beleimten Holzfasern. Es sind eine Vielzahl eingeschlossener Partikel mit einem Durchmesser bis zu  $2\ \mu\text{m}$  als Bariumpartikel zu identifizieren.

Die beleimten Fasern der markierten und unmarkierten Proben wurden direkt nach der Beleimung in luftdichten Plastiktaschen verpackt und bei Raumtemperatur gelagert. Eine Aushärtung des Klebharzes fand somit langsam statt und es kann davon ausgegangen werden, dass es sich bei den Einschlüssen im Klebharz auf der Oberfläche ausschließlich um Bariumsulfat handelt.

Die Kontrolle der  $\text{BaSO}_4$  Partikel im ESEM mit Hilfe der Rückstreuелеktronendetektion lieferte eine eindeutige Aussage über die Verteilung des Markers auf den Fasern. In Abbildung 6.52 sind eine beleimte Faser mit Detailaufnahme, sowie ein Ausschnitt einer Querschnittsfläche einer MDF 300 Barium dargestellt. Eine Kontrolle der Partikelgrößen, die im ESEM eindeutig als Barium erkannt wurden, zeigte, dass Partikel in Abbildung 6.52 (b) bis zu einer Größe von  $1\ \mu\text{m}$  identifiziert werden konnten. Lokale Ansammlungen konnten bis zu einer Größe von  $10\ \mu\text{m}$  identifiziert werden. Die Verteilung des  $\text{BaSO}_4$  auf der Faseroberfläche ist sehr ungleichmäßig und spärlich, was die Identifizierung von Klebharzflächen unmöglich macht. Die durchschnittliche Größe der zu erkennenden Bariumpartikel liegt

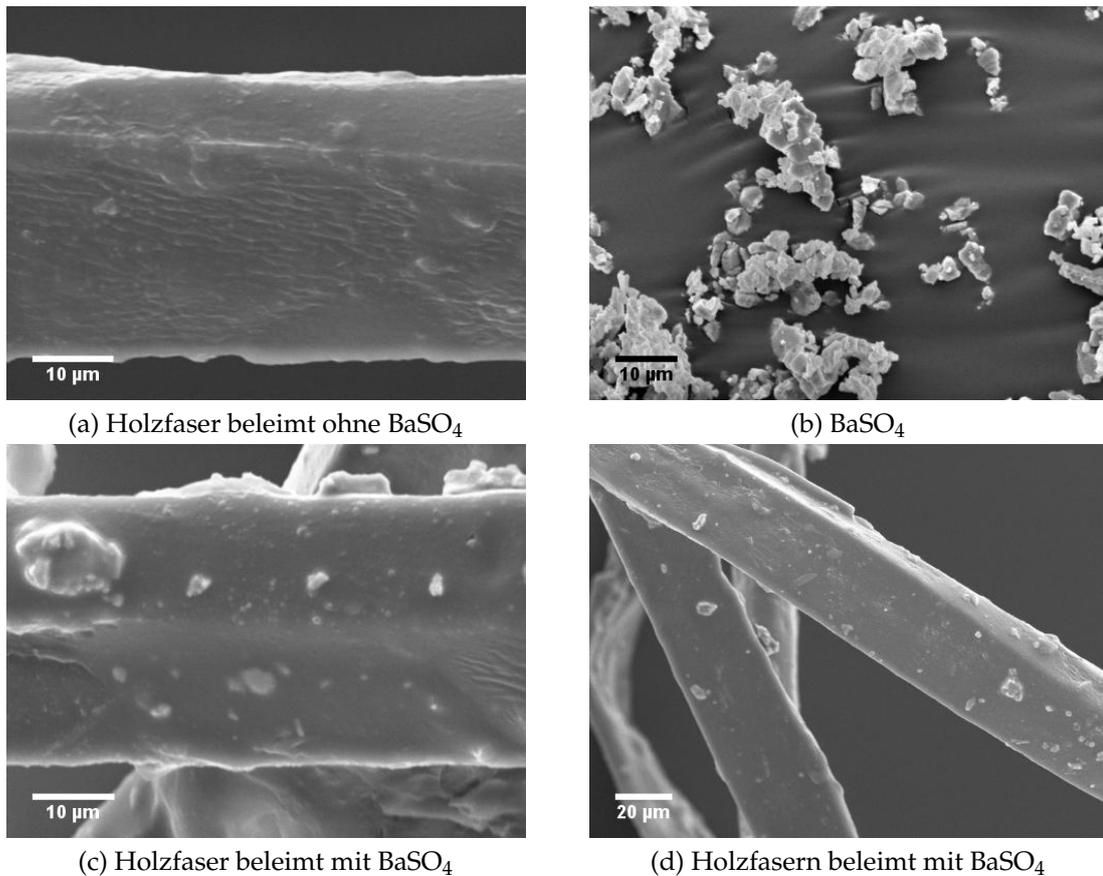
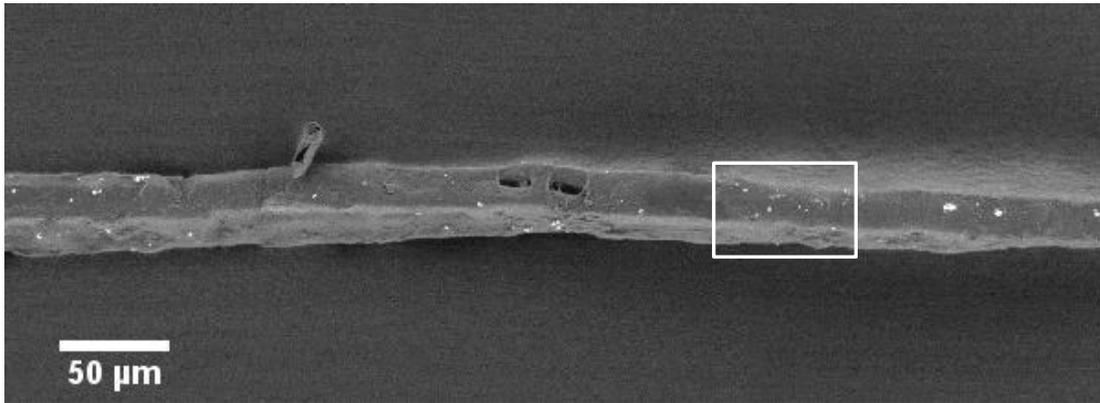


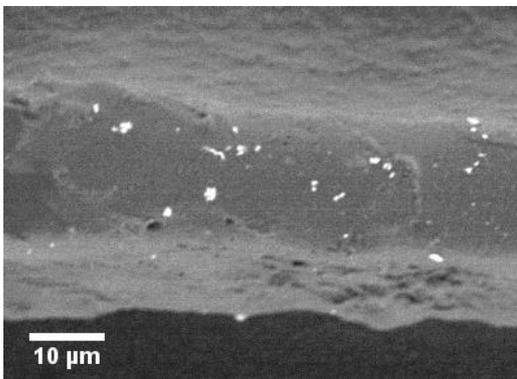
Abb. 6.51: REM Barium Klebharzmarkierung mit (a) beleimter Holzfaser (1.700×) als Referenz mit ca. 35 µm Durchmesser, (b) BaSO<sub>4</sub>-Pulver (1.300×) mit einer Partikelgröße von 1 µm bis 2 µm, (c) beleimte Holzfaser (1.720×) mit 30 µm Durchmesser und (d) beleimte Holzfaser mit BaSO<sub>4</sub> (600×) und einem Durchmesser von ca. 30 µm.

zwischen 1 µm bis 2 µm, was den Herstellerangaben über die mittlere Korngröße entspricht.

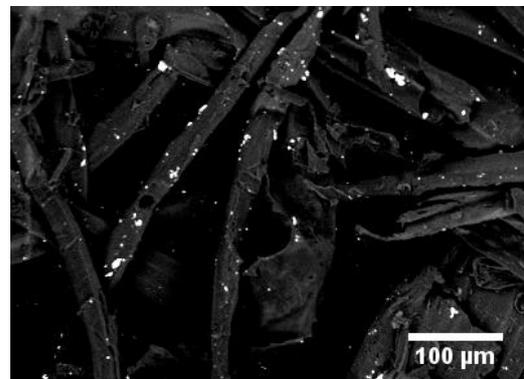
Aufnahmen von mit Bariummarker beleimten und unverpressten Holzfaserbündeln wurden aufgrund dieser Beobachtungen nicht mehr durchgeführt, da die mit dem Iodmarker versehenen Proben eindeutigere Ergebnisse lieferten (siehe Abschnitt 6.3.3.2), die zu einer qualitativen Beschreibung der Klebharzverteilung führten. Für eine bessere Darstellung der mit dem Barium beleimten Fasern in Abbildung 6.52 (c) wurde die Erregerspannung auf 8 kV erhöht, damit eine deutlichere Absorption zu verzeichnen war. Ein typisches EDX-Mapping-Spektrum eines ausgewählten Bereiches auf der beleimten Faser ist in Abbildung 6.52 (d) zu sehen.



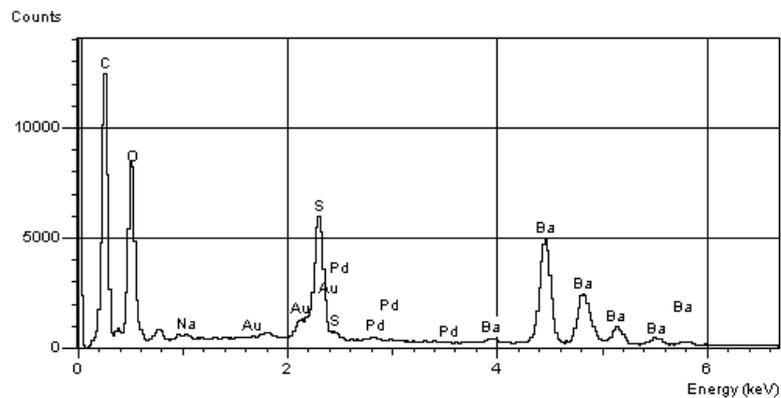
(a) Beleimte Holzfaser mit Barium-Marker



(b) Detail Holzfaser



(c) MDF 300 Barium



(d) EDX-Mapping-Spektrum

Abb. 6.52: ESEM-Aufnahmen mit Detektierung der Rückstreuelektronen der Barium Klebharzmarkierung mit (a) aus drei Einzelbildern zusammengesetzte Aufnahme einer beleimten Holzfaser ( $1.000\times$ ), die hellen punktförmigen Bereiche zeigen das detektierte Barium, (b) Detail der beleimten Faser aus (a) ( $4.000\times$ ), (c) Querschnittfläche von MDF 300 Barium ( $1.000\times$ ) bei 8 kV mit hochabsorbierendem Barium und (d) EDX-Mapping-Spektrum eines ausgewählten Bereiches auf der Faser mit eindeutigem Nachweis von  $\text{BaSO}_4$ .

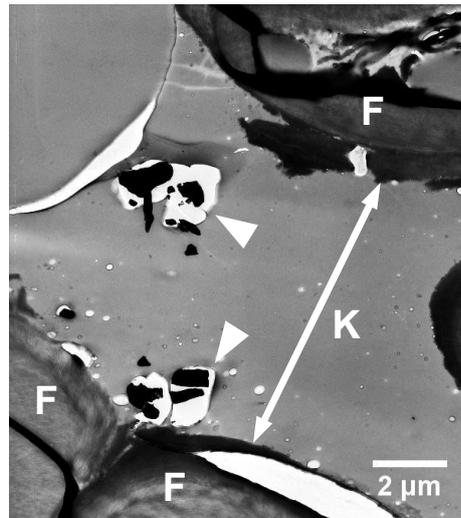


Abb. 6.53: TEM Aufnahme einer 8 µm breiten Klebharz-Verbindungsstelle (K) zwischen drei Fasern (F) (5.000×). Deutlich erkennbar sind die beiden hochabsorbierenden BaSO<sub>4</sub>-Fragmente (Pfeile), die durch den Ultramikrotomschnitt in Untersegmente zerfallen sind und sich auf dem Schnitt verteilt haben.

Die Peaks für Barium (Ba) und Schwefel (S) sowie der erhöhte Peak bei Sauerstoff (O) beweisen, dass die hochabsorbierenden Bereiche das Bariumsulfat zeigen. Im Gegensatz zu dem mit Iod markierten Klebharz erscheinen die Bariumpartikel nicht durch den Heißpressvorgang beeinträchtigt worden zu sein. Die Untersuchung mehrerer Proben der MDF 300 Barium bis MDF 1000 Barium (beispielhaft dargestellt in Abbildung 6.52 (c)), die im ESEM durchgeführt wurden, ergaben keine erkennbar höhere Agglomeration bzw. Veränderung in der Häufigkeit des Vorkommens der Bariumpartikel. Es kann daher davon ausgegangen werden, dass die Position der Partikel auf der Faseroberfläche durch den Pressvorgang weitgehend unverändert geblieben ist. Die in Abbildung 6.51 (c) und (d) erkennbare Einbettung der Partikel im Klebharz trägt offensichtlich zu diesem immobilen Verhalten bei. Der Nachweis, ob an den Stellen, an denen Barium erkannt wird, auch Klebharz vorhanden ist, ist für die verpressten Proben nicht möglich, da das Barium zu ungleichmäßig mit dem Klebharz verteilt wurde.

Der Vergleich der Oberflächen im REM und im ESEM mit den TEM-Aufnahmen lieferte eine genauere Aussage über die Verteilung der Bariumpartikel im Klebharz auf der Faseroberfläche. Die Bariumpartikel konnten in den Dünnschnitten nur ungleichmäßig festgestellt werden. In Abbildung 6.53 sind zwei 1 µm bis 2 µm große Reste des BaSO<sub>4</sub> zu erkennen, die durch den Ultramikrotomschnitt in Bruchstücke zerfallen sind und zum Teil auf dem Schnitt liegen. Sie erscheinen durch die hohe Absorption tiefschwarz. Die Klebefuge zwischen den beiden Fasern ist

mit 8  $\mu\text{m}$  verhältnismäßig stark ausgeprägt und zeigt durch das Vorhandensein kleiner Blasen die Aushärtung des Klebharzes unter Heißpressbedingungen an.

Vergleicht man die REM-, ESEM- und TEM-Aufnahmen mit den Ausschnitten aus Mikrotomographieaufnahmen in Abbildung 6.54 so wird deutlich, dass bei letzterem Verfahren sowohl die Auflösung, als auch die punktuelle Absorption des Bariums nur sehr begrenzt Aufschluss über die Klebharzverteilung geben kann. In den Ausschnitten (a) bis (d) sind Bereiche der Deckschicht der Proben dargestellt, an denen man die zunehmende Verdichtung erkennen kann. Die problemlose Identifizierung von Faserbündeln (Pfeile) in den Ausschnitten (a) und (b) ist in den Ausschnitten (c) und (d) nicht mehr möglich. Hier ist lediglich die Identifizierung von einzelnen Fasern (Pfeile) möglich. Die Überstrahlung benachbarter Voxel, besonders bei den höher verdichteten Proben in Abbildung 6.54 (c) und (d) durch Agglomerationen von Bariumpartikeln verzerrt zudem die Darstellung und lässt lokale Konzentrationen größer erscheinen, als sie tatsächlich sind. Die Anwesenheit kleiner Fragmente ist aufgrund der begrenzten Auflösung nicht eindeutig nachzuweisen und nur im ESEM mit Hilfe der Rückstreuielektronendetektion zu erkennen.

Die Untersuchung der originalen Graustufen-Daten (32bit Float-Werte) der Proben MDF 300 Barium bis MDF 1000 Barium ergab eine genauere Unterscheidung der Absorption des Bariumsulfatmarkers von den Absorptionswerten des Fasermaterials, als dass es mit den bisher diskutierten segmentierten Daten möglich war.

Die Identifizierung des Markers, der nur auf der Außenseite der Fasern erkannt wurde, führte zu erheblich geringeren Werten als erwartet worden war. Diese geringe Detektion ist eindeutig auf die in der Mehrzahl 1  $\mu\text{m}$  bis 2  $\mu\text{m}$  großen Partikel zurückzuführen, die unter der Auflösung von 2,3  $\mu\text{m}$  liegen. In Abbildung 6.55 ist beispielhaft ein  $256^3$  Voxel großes Subvolumen der MDF 300 mit Bariummarker dargestellt, in dem die hochabsorbierenden Bereiche des Bariums als dreidimensionale weiße Bereiche zu erkennen sind. Eine Erhöhung der Markerbeimischung um mehr als 1,5 % bezogen auf atro Fasern erschien nicht sinnvoll, da eine Zunahme der Viskosität und eine Verschlechterung der Beleimung durch Verstopfen der Beleimdüse zu erwarten war.

Die Tabelle 6.10 zeigt eine Übersicht über die tatsächliche Bariumdetektion in den Subvolumina der Proben der MDF 300 bis MDF 1000, die mit dem markierten Klebharz tomographiert wurden. Die nach der Segmentierung durch Zusammenzählen ermittelten Voxel, die eindeutig dem Zellwandmaterial und dem Barium zuzuordnen waren, wurden miteinander verglichen, um herauszufinden, wieviel Barium tatsächlich erkannt werden konnte. Vergleicht man die in der rechten Spalte dargestellten Werte der Tabelle 6.10 mit dem theoretisch zu erwartenden Wert von 1,5 %, so zeigt sich eine Diskrepanz zwischen dem erwarteten Wert und den tatsächlich erkannten Werten. Es wurde nur ca. 1/10 des vorhandenen Bariums

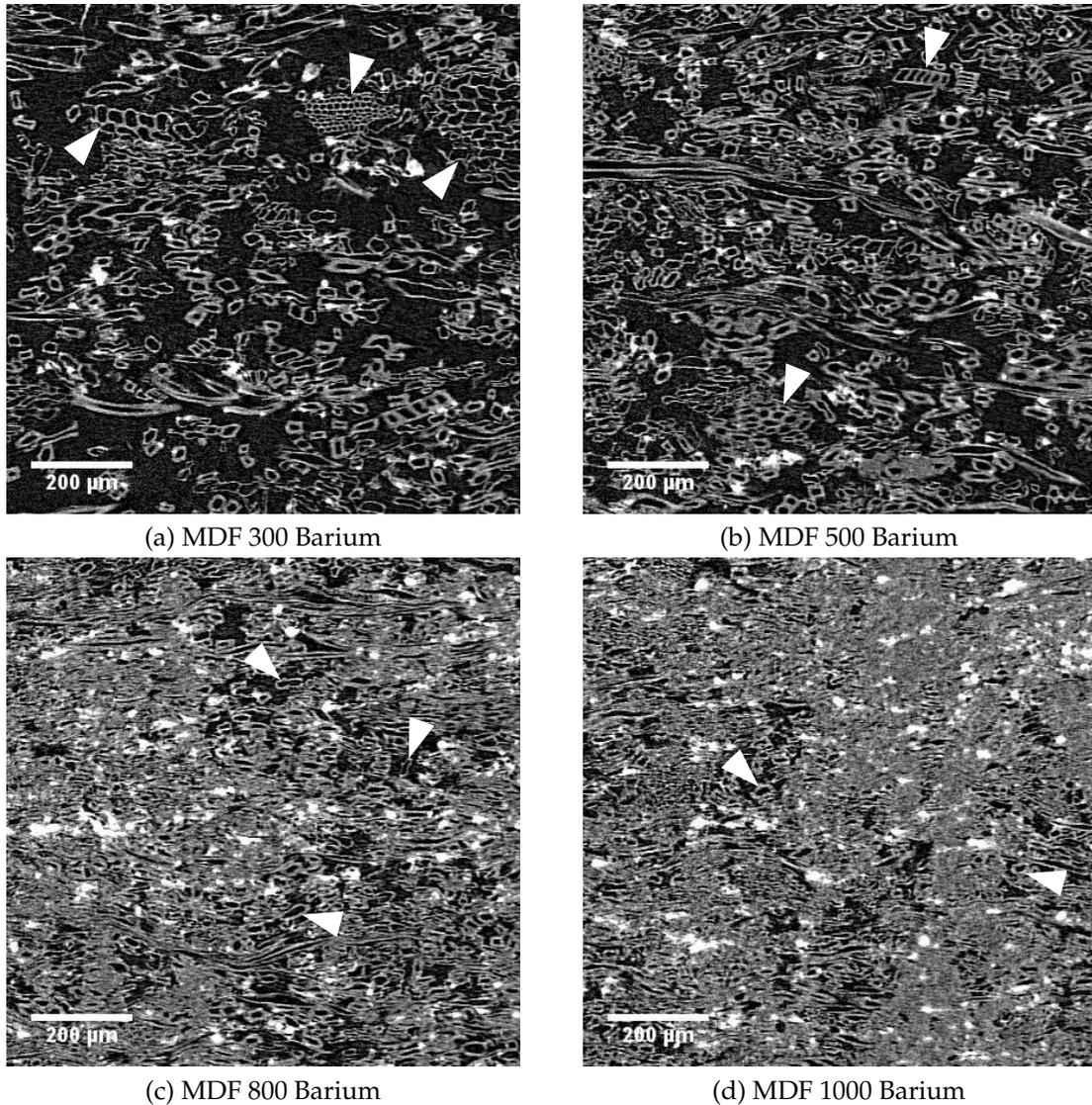


Abb. 6.54: 1.000  $\mu\text{m}$  x 1.000  $\mu\text{m}$  große  $\mu\text{CT}$ -Schnitte in YZ-Richtung aus den Deckschichtbereichen von (a) MDF 300 Barium, (b) MDF 500 Barium, (c) MDF 800 Barium und (d) MDF 1000 Barium. Die hochabsorbierenden Bariumpartikel sind als weiße, punktförmige Absorptionen in den Schnitten zu erkennen. Die Punkte erscheinen gleichmäßig in der Probe verteilt und überstrahlen benachbarte Regionen von Faserwandmaterial. Zusätzlich sind deutlich erkennbare Faserbündel in den Schnitten (a) und (b) mit Pfeilen markiert. In den Schnitten (c) und (d) sind keine Faserbündel mehr zu unterscheiden, jedoch noch Einzelfasern erkennbar (Pfeile).

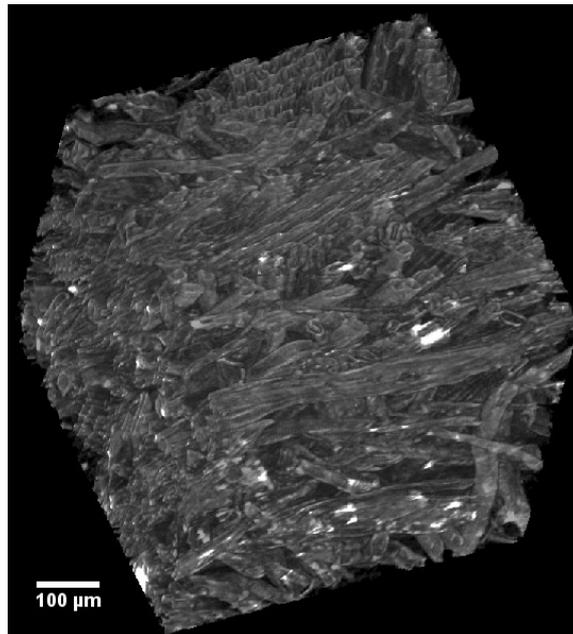


Abb. 6.55: Aus den 32bit Float-Daten erstelltes dreidimensionales MDF 300 Subvolumen mit Bereichen des hochabsorbierenden Bariummarkers (weiße Bereiche).

in den  $\mu$ CT-Aufnahmen detektiert. Anhand der Beobachtungen der Bariumverteilung auf den Holzfasern im ESEM kann festgestellt werden, dass nur größere Ansammlungen aufgrund der Auflösung von  $2,3\ \mu\text{m}$  der  $\mu$ CT-Aufnahmen überhaupt erkannt werden konnten. Eine Abschätzung des Verhältnisses der großen Ansammlungen zu den vereinzelt Partikeln in den ESEM-Aufnahmen spiegelt das Verhältnis von ungefähr 1:10 wider.

Im Zusammenhang mit der Detektierung von eingebrachten Markersubstanzen in Holz ist auch die Arbeit von Vetter et al. (2006) interessant, die das Eindringen von markierten Silanverbindungen in Vollholz mit REM-EDX und  $\mu$ CT untersuchten. Bemerkenswert ist, dass trotz der relativ groben Auflösung von  $10\ \mu\text{m}$  der  $\mu$ CT-Aufnahmen eine qualitative Aussage über die Verteilung der Silane in den Proben versucht wurde.

Die in dieser Arbeit vorgestellte Bariummarkierung lässt keine Aussage über die Klebharzverteilung zu. Nach den Vorversuchen erschien die Verwendung von Bariumsulfat aussichtsreich, um sowohl eine qualitative als auch eine quantitative Beurteilung der Klebharzverteilung zu erhalten. Wie die Ergebnisse der hier vorgestellten Untersuchungen jedoch zeigen, ist aufgrund der Agglomeration und der ungleichmäßigen Verteilung des Markers mit dem Klebharz eine Beurteilung nicht möglich.

Tabelle 6.10: Bariumanteil auf der Faseroberfläche in den Subvolumina DS, ZS1 und ZS2 der Proben MDF 300 bis MDF 1000. In der rechten Spalte ist der Prozentwert des erkannten BaSO<sub>4</sub> im Verhältnis zum Zellwandmaterial angegeben, der bei der eingesetzten Menge von 10 % UF-Harz auf atro Fasern theoretisch 1,5 % betragen sollte.

Plattentyp	Subvolumen	Anzahl Voxel		Erkanntes BaSO <sub>4</sub>
		Zellwand	BaSO <sub>4</sub>	
MDF 300 Barium	DS	30.828.534	59.083	0,19 %
	ZS1	28.710.497	29.867	0,10 %
	ZS2	30.874.012	39.185	0,13 %
MDF 500 Barium	DS	39.266.498	81.407	0,21 %
	ZS1	37.782.827	46.404	0,12 %
	ZS2	38.599.507	53.315	0,14 %
MDF 800 Barium	DS	55.435.823	152.843	0,28 %
	ZS1	49.599.415	84.463	0,17 %
	ZS2	48.800.767	66.528	0,14 %
MDF 1000 Barium	DS	59.477.123	141.974	0,24 %
	ZS1	57.485.340	82.602	0,14 %
	ZS2	56.602.083	94.365	0,17 %

Die in Abbildung 6.54 gezeigten Ausschnitte zeigen deutliche Agglomerationen von Bariumsulfat, die angrenzende Bereiche überstrahlen. Eine Erkennung von möglichen markierten Leimklumpen innerhalb einer MDF-Probe erscheint möglich, um Beileimvorgänge zu optimieren und um Fehlstellen zu lokalisieren. Die Mischung des Bariumsulfates mit dem Klebharz war aufgrund der niedrigviskosen Eigenschaften des Klebharzes (Wasseranteil UF-Harz ca. 33,5 %) nicht zuverlässig.

Es kann daher eher über die Verwendung des Barium-Markers bei der Herstellung von matrixbasierten Naturfaserwerkstoffen (Einbettungsmedium mit Faserverstärkung) nachgedacht werden, um beispielsweise die Fließeigenschaften einer hochviskosen Matrixsubstanz (Kunststoff bzw. Biokunststoff) während der Herstellung zu kontrastieren. Das Einbringen eines Markers mit einem Additiv wäre ebenfalls denkbar.

Bereits bekannte Einsatzmöglichkeiten im medizinischen Bereich zur Gefäßdarstellung wie von Fischer (2003) gezeigt, lassen sich relativ problemlos auf Faserwerkstoffsysteme übertragen, solange die Auflösung der verwendeten Tomographiesysteme ausreicht, um die Strukturen des Werkstoffes vollständig darstellen zu können.

### 6.3.3.2 Iodverteilung

Die Verteilung des mit Iod markierten Klebharzes wurde analog zur Analyse des Bariummarkers untersucht. Im Gegensatz zur körnigen und mit 1  $\mu\text{m}$  relativ großen Struktur des Bariumsulfates war das Iod im REM optisch nicht nachweisbar. In Abbildung 6.56 sind eine beleimte Holzfaser ohne Zugabe eines Markers sowie eine beleimte und mit Iod markierte Probe zu sehen.

Erst die ESEM-Untersuchung mit einem Rückstreuelektronendetektor ermöglichte die Detektierung des markierten Klebharzes auf der Faseroberfläche (siehe Abbildung 6.57). Die Fasern wurden bei einer Erregerspannung von 5 kV im Niedrigvakuum bei 110,65 Pa (entsprechend 0,83 Torr) und einem Arbeitsabstand von 6,5 mm untersucht, um eine hohe Detektion der Rückstreuelektronen zu gewährleisten.

Der in Abbildung 6.57 (a) dargestellte Ausschnitt einer beleimten Faser zeigt die Verteilung des hell markierten Klebharzes (Pfeil) auf der Faseroberfläche. Es sind ca. 50 % der Faseroberfläche mit Klebharz benetzt, dessen Verteilung jedoch nicht gleichmäßig ist. In der rechten Hälfte der Faser sind mehr tröpfchenförmige Auflagerungen zu sehen, die noch nicht wie in der linken Hälfte der Faser zusammengefließen sind. Eine Verteilung des Klebharzes durch abstreifende Bewegungen in der Beileimtrommel kann anhand dieser Aufnahme nicht bestätigt werden. Es erscheint eher so, als dass die Faser bei der Beileimung von mehreren Leimtröpfchen getroffen wurde, die dann teilweise ineinandergefließen sind. Die Untersu-

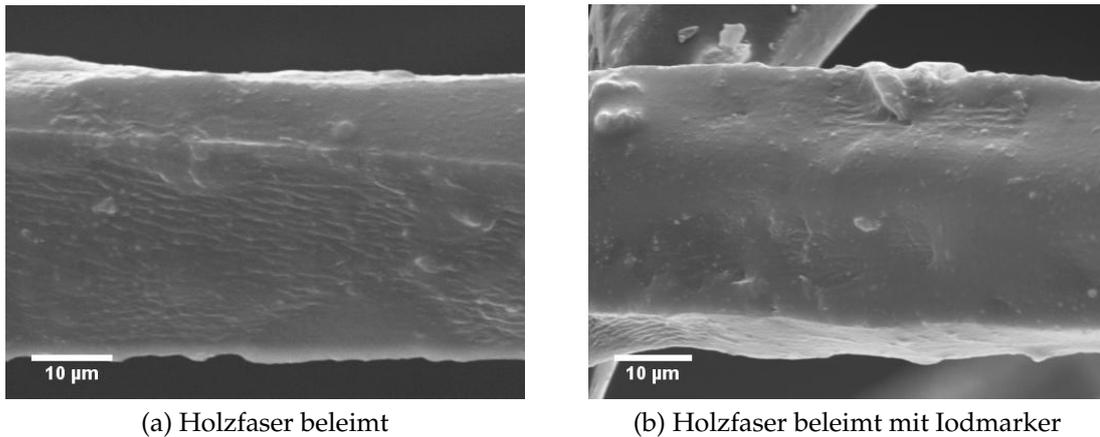
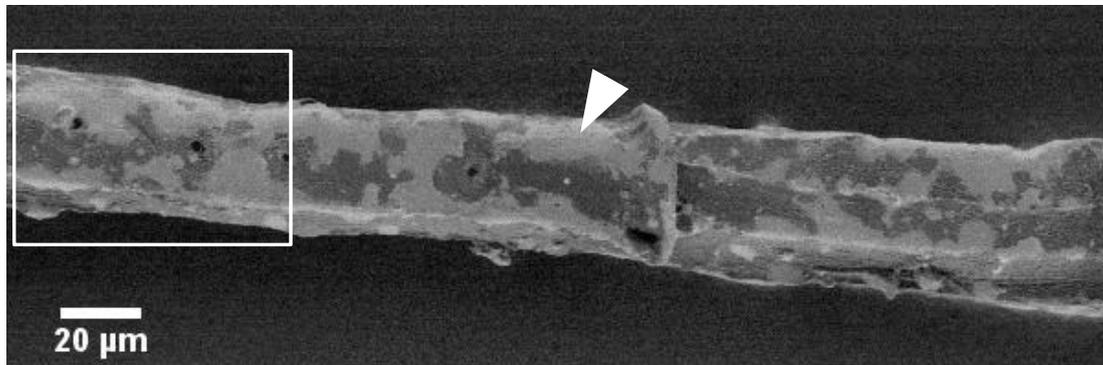


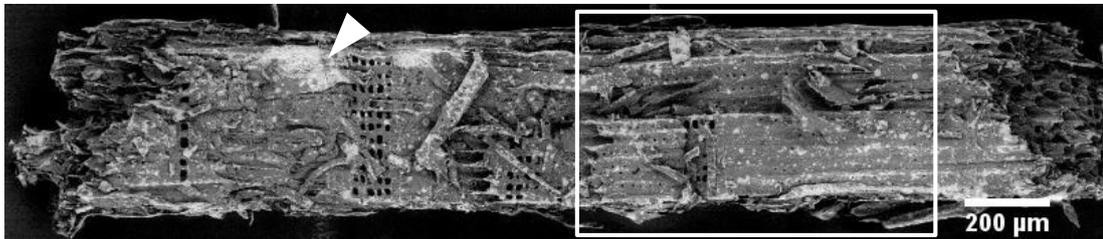
Abb. 6.56: REM Iod-Klebharzmarkierung mit (a) beleimter Holzfaser ( $1.700\times$ ) als Referenz und (b) beleimter Holzfaser mit Iod-Marker ( $1.700\times$ ). Eine visuelle Unterscheidung zwischen dem Marker und dem Klebharz ist nicht möglich.

chung mehrerer Einzelfasern erbrachte das gleiche Ergebnis. Die Tröpfchenverteilung und -ausbreitung auf der Faseroberfläche gibt zusätzlich einen Hinweis auf die gute Benetzbarkeit der Fasern und das Molekulargewicht des Klebharzes. Bei relativ kleinen Tröpfchen, die nicht ineinandergeflossen sind, ist eine schlechte Benetzbarkeit der Oberfläche oder auch ein hohes Molekulargewicht des Klebharzes zu vermuten.

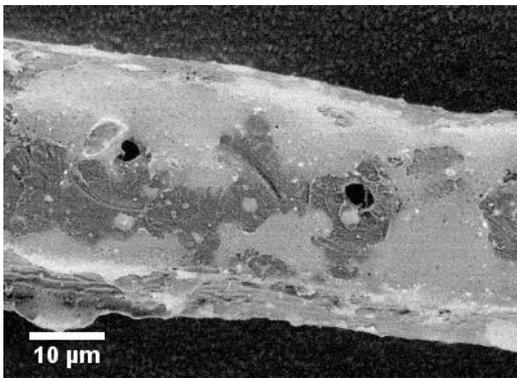
Bei der Untersuchung im ESEM wurde auch deutlich, dass die Fasern und die Faserbündel eine unterschiedliche Benetzung mit dem Klebharz aufwiesen. In Abbildung 6.57 sind repräsentative Bereiche dargestellt, die den Unterschied zeigen. Die Faserbündel wiesen eine ungleichmäßigere Benetzung mit dem Klebharz auf und die erkennbare punktförmige Verteilung auf der Oberfläche zeigt, dass keine Wischeffekte während des Mischvorganges in der Beleimtrommel, wie es bei Spanmaterial zu beobachten wäre, aufgetreten sind. Die im Verhältnis zur Oberfläche sehr geringe Beleimung wird sich bei der Verklebung der Fasern negativ auf die Festigkeit der Platte auswirken, da die Wahrscheinlichkeit der Ausbildung einer guten Klebharzverbindung erheblich reduziert wird. Die im Gegensatz dazu sehr flächig beleimten Einzelfasern, die im Vergleich zu den Faserbündeln eine größere relative Oberfläche aufweisen, bieten sehr gute Kontaktflächen für die Verklebung untereinander. Es kann also die Annahme von Mataka in Jayne (1972) bestätigt werden, dass die Faserbündel nicht nur aufgrund ihrer Größe (Bildung von Hohlräumen um das Faserbündel), sondern auch wegen der geringeren beleimten Oberfläche eine Störstelle bzw. einen Schwachpunkt in der Faserplatte darstellen. Bei der Herstellung des Faserstoffs im Refiner sollte, zumindest in Hinblick auf eine gute Verleimung, bei den Aufschlussbedingungen darauf geachtet werden, dass nur wenige und wenn dann vor allem nur kleine Faserbündel entstehen.



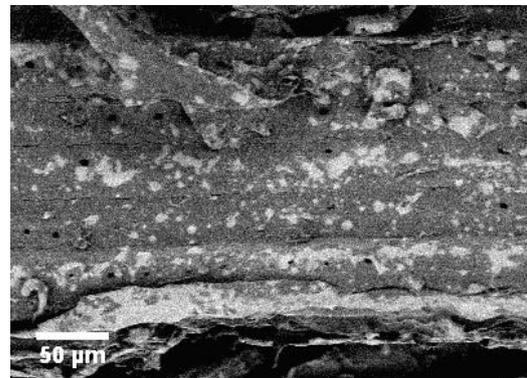
(a) Beleimte Holzfaser mit Iod-Marker, das Klebharz erscheint als heller Bereich (Pfeil)



(b) Beleimtes Faserbündel mit Iod-Marker, das Klebharz erscheint als heller Bereich (Pfeil)



(c) Detail beleimte Holzfaser



(d) Detail beleimtes Faserbündel

Abb. 6.57: ESEM-Aufnahmen mit Detektierung der Rückstreuelektronen des mit Iod markierten Klebharzes mit (a) einer beleimter Holzfaser ( $1.000\times$ ), die hellen Bereiche auf der Faser (Pfeil) zeigen die Klebharzverteilung, (b) aus fünf Einzelbildern zusammengesetzte Aufnahme eines Faserbündels ( $300\times$ ) mit kontrastiertem Klebharz (helle Bereiche, Pfeil), (c) Detail ( $4.000\times$ ) der beleimten Faser aus (a) und (d) Detail ( $1.200\times$ ) des beleimten Faserbündels aus (b). Deutlich erkennbar sind die Unterschiede in der mit dem markierten Klebharz bedeckten Fläche (helle Bereiche) der Einzelfaser und des Faserbündels.

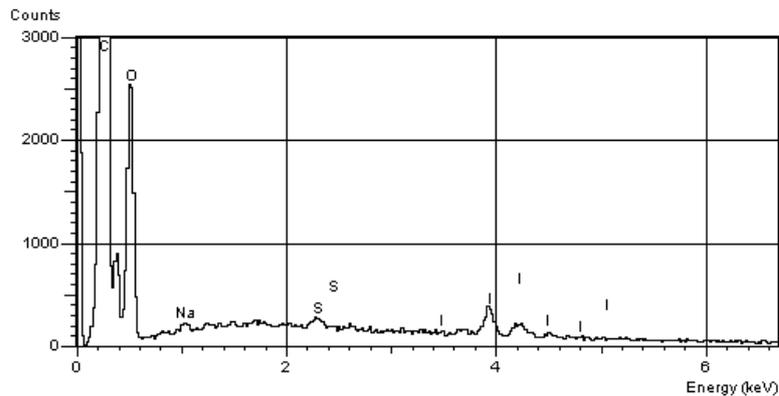


Abb. 6.58: EDX-Mapping-Spektrum eines Ausschnittes auf einer mit Iod-Marker beleimten Faser. Die Peaks für Iod sind erkennbar, jedoch sehr schwach ausgeprägt.

Eine eventuelle Nachbehandlung des Faserstoffes durch eine dahintergeschaltete Nachvereinzelnung oder eine chemische Vorbehandlung wäre denkbar.

In Abbildung 6.58 ist das EDX-Mapping-Spektrum zum Nachweis des Vorhandenseins von Iod auf einem Ausschnitt einer beleimten Faser dargestellt. Im Gegensatz zu den Untersuchungen bei Sisal und den mit Barium-Marker beleimten Fasern konnten hier nur sehr schwache Peaks gemessen werden.

Die Untersuchungen der Dünnschnitte der MDF 800 Probe im TEM ergab keine eindeutigen Hinweise auf die Iodverteilung im Klebharz. Aufgrund der Wasserlöslichkeit des Iopromids, welches als Markersubstanz in der Ultravist® 300 Lösung der Firma Schering zum Einsatz kommt, konnte eine sehr feine Verteilung im Klebharz erwartet werden, was die ESEM-Untersuchungen bereits zeigen konnten, jedoch im TEM nicht sichtbar war. Im TEM zeigte sich dennoch eine Besonderheit bei der Verteilung des Kontrastmittels im Klebharz, dargestellt in Abbildung 6.59.

In den Aufnahmen sind mehrfach kugelförmige Gebilde in der 1  $\mu\text{m}$  starken Klebharzschicht auf der Faseroberfläche zu erkennen. Diese Gebilde weisen eine höhere Absorption als das Klebharz auf und wurden in unmarkierten Proben nicht beobachtet. Nach Rücksprache mit der Forschungsabteilung Röntgenkontrastmittel der Schering AG kann davon ausgegangen werden, dass es sich bei den kugelförmigen Gebilden um Agglomerationen des Iopromids handelt. Die in der Klebharzschicht beobachtete Agglomeration aufgrund schlechter Vermischung, sowie die Einflüsse der hohen Presstemperatur von 180  $^{\circ}\text{C}$  in Verbindung mit möglichen Reaktionen mit dem Klebharz bzw. mit Klebharzkomponenten oder dem Formaldehyd, lassen eine teilweise Verklumpung des Kontrastmittels als sehr wahrscheinlich erscheinen. Die Menge der beobachteten Gebilde entspricht nicht der Dosierung von 15 % Iod bezogen auf den Festharzgehalt von 10 %

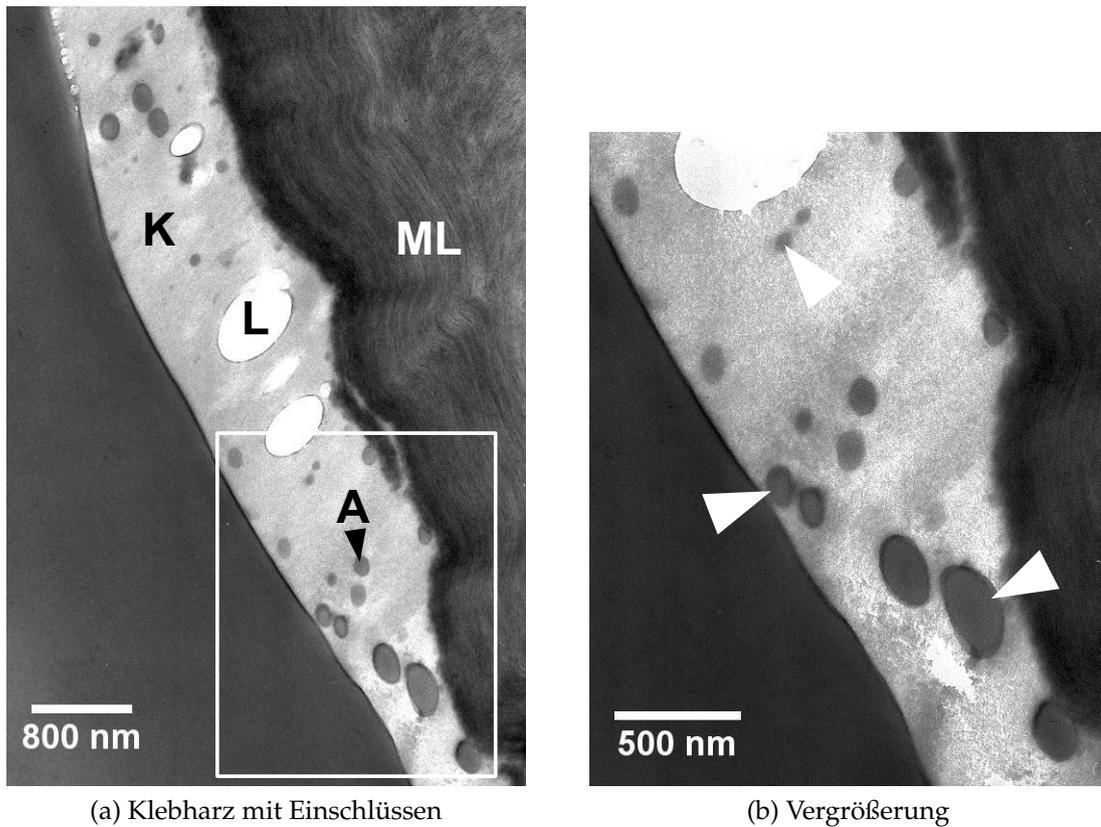


Abb. 6.59: TEM-Aufnahmen mit (a) einer Klebharzschicht (K) auf der Mittellamelle (ML) einer Faser ( $22.000\times$ ) mit Luftblasen (L), kugelförmigen Agglomerationen (A) und mit markierter Vergrößerung in (b) als Detailaufnahme ( $45.000\times$ ). Deutlich erkennbar sind höherabsorbierende kugelförmige Gebilde (Pfeile) im Klebharz mit einer Größe von 50 nm bis 200 nm, die mit sehr hoher Wahrscheinlichkeit agglomeriertes Iopromid darstellen.

bei der Beileimung der Fasern, sondern es sind deutlich weniger agglomerierte Bereiche zu erkennen. Die Untersuchung dieses Effektes wurde im Rahmen der Arbeit nicht weiter verfolgt, da hierzu umfangreiche chemische Analysen notwendig sind, die im Rahmen von weiterführenden Arbeiten zur Klebharzkontrastierung Berücksichtigung finden sollten.

Ein weiteres Indiz für während des Pressvorgangs stattfindende Veränderungen lieferten die Untersuchungen von Querschnittsflächen der markierten MDF 300 bis MDF 1000. Ein repräsentativer Ausschnitt einer MDF 300 ist hierzu in Abbildung 6.60 dargestellt. Die vor dem Heißpressen scharf erkennbaren Abgrenzungen zwischen dem markierten Klebharz und der unbeleimten Faser Oberfläche in Abbildung 6.57 (a) und (c) sind einem eher verschwommenen Bereich höherer Absorption gewichen. Der Gesamtkontrast der Fasern bei der Rückstreuendetektierung ist gegenüber unbeleimten Fasern insgesamt erhöht, was auf ei-

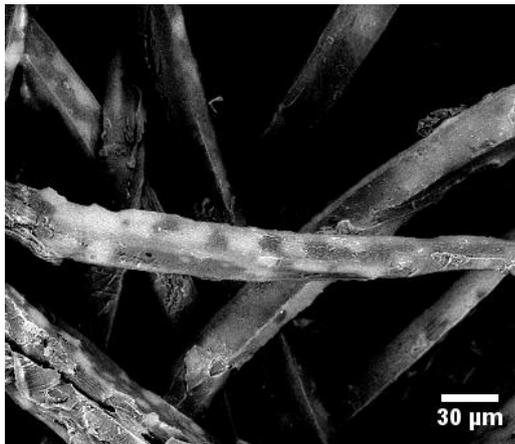


Abb. 6.60: ESEM-Aufnahme einer Querschnittsfläche von MDF 300 Iod (1.000 $\times$ ). Trotz der Erhöhung der Erregerspannung auf 8 kV sind nur noch schwach hellere Bereiche mit Iod-Marker zu erkennen.

ne gleichmäßige Verteilung des Iods auf der Faseroberfläche durch Fließvorgänge während des Heißpressens hindeuten kann. Zusätzlich musste die Erregerspannung auf 8 kV erhöht werden, um eine bessere Unterscheidung zwischen dem markierten Klebharz und dem Fasermaterial zu ermöglichen.

Als mögliche Ursachen für die Kontrastveränderungen kann vermutet werden:

- die Verteilung des Klebharzes während des Heißpressens aufgrund der niedrigeren Viskosität bei höheren Temperaturen
- das Eindringen niedermolekularer Bestandteile des Klebharzes sowie des Iod-Markers in die Zellwand und das Lumen der Faser
- das Verdampfen des Wassers in Verbindung mit einem teilweisen Entweichen des Iod-Markers mit dem Dampf
- chemische Veränderungen des Iopromids durch die hohen Temperaturen und Reaktionen mit anderen Klebharzbestandteilen

Bei den Tomographieaufnahmen hat die Iod-Markierung im Gegensatz zu den punktförmig absorbierenden Barium-Partikeln eine Kontrasterhöhung des gesamten beleimten Fasermaterials bewirkt.

Die in Abbildung 6.61 dargestellten YZ-Querschnitte durch die Proben MDF 300 bis MDF 1000 Iod zeigen kaum Auffälligkeiten. Der Ausschnitt der MDF 1000 Iod Probe zeigt hochabsorbierende Bereiche, die im Gegensatz zum Barium-Marker eher flächig und nicht so intensiv erscheinen. Die Proben niedrigerer Dichte zeigen Bereiche, die eine höhere Absorption aufweisen. Das Detektieren und Auszählen besonders hoch absorbierender Voxel wurde im Gegensatz zu den mit Barium markierten Proben nicht durchgeführt, da der zu erwartende Fehler keine Aussage zulässt.

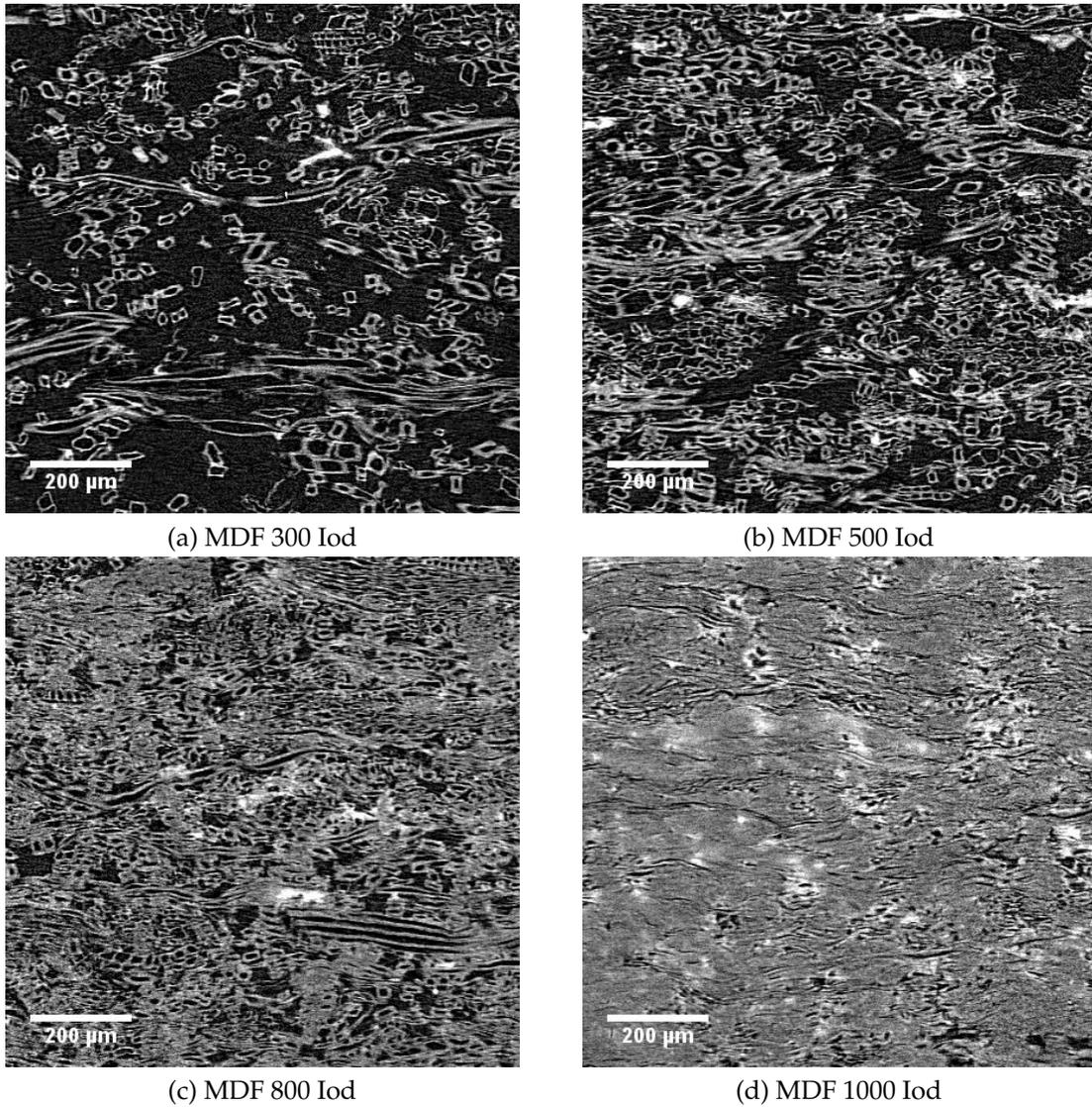


Abb. 6.61: 1.000 μm × 1.000 μm große μCT Schnitte in YZ-Richtung aus den Deckschichtbereichen von MDF 300 Iod bis MDF 1000 Iod. Der Gesamtkontrast der Fasern ist leicht erhöht, hochabsorbierende Bereiche sind sehr wahrscheinlich Leimkonzentrationen.

Aufgrund der sehr feinen Verteilung des Iod-Kontrastmittels sowie der zu geringen Auflösung der  $\mu$ CT-Aufnahmen ergibt sich beim heutigen Stand der Technik keine Möglichkeit, mit Hilfe der Mikrotomographie die Klebharzverteilung erkennbar nachzuweisen. Ein Vergleich einer Probe vor und nach einer Kontrastierung ist im Gegensatz zu Vollholzproben, wie bei Vetter et al. (2006) dargestellt, für Faserplatten aufgrund ihrer feinen Struktur und der Art der Herstellung nicht möglich.

Die Iodmarkierung ist eher dazu geeignet, den Kontrast schwach absorbierender Materialien anzuheben bzw. relativ gleich absorbierende Substanzen durch Kontrastierung voneinander zu unterscheiden. Diese Maßnahme erscheint für eingebettete Materialien bzw. matrixbasierte Naturfaserwerkstoffe sinnvoll. Die Veränderungen in der Kontrastierung, die im ESEM bei den Plattenproben nach dem Verpressen festgestellt wurden, lassen auf chemische Reaktionen schließen, die sehr wahrscheinlich das Iopromid verändern und Iod durch Substitutionsreaktionen freisetzen, welches dann teilweise mit dem Wasserdampf entweichen kann. Die Eignung für die Kontrastierung von Materialien in einem komplexen Herstellungsprozess muss daher solange eingeschränkt werden, bis genaue Kenntnisse über die chemischen Abläufe vorliegen. Eine quantitative Auswertung der ESEM-Aufnahmen ist aufgrund der ausgeprägten Topographie der Fasern (z. B. durch Krümmungen und Verdrehungen) und der zweidimensionalen Aufnahme durch Verzerrungen fehlerbehaftet und erscheint nicht sinnvoll. Die quantitative Auswertung der Tomographiedaten ist aufgrund der zu geringen Auflösung derzeit ebenfalls nicht möglich.

## 6.4 Mechanische und physikalische Untersuchungen

Die mechanischen und physikalischen Untersuchungen zeigten neben den ermittelten Kennwerten typische Versagensmerkmale, die in den folgenden Abschnitten ausführlich beschrieben und diskutiert werden. Von besonderer Bedeutung war hierbei die elektronenmikroskopische Untersuchung der Versagensbereiche der Faserplatten.

### 6.4.1 Rohdichteprofilmessung

Für die Ermittlung des Rohdichteprofiles der Plattenproben wurde auf die Messung mit einem Gammastrahlen-Messgerät zurückgegriffen, sowie ein Vergleich mit den Absorptionswerten der Tomographieuntersuchungen durchgeführt.

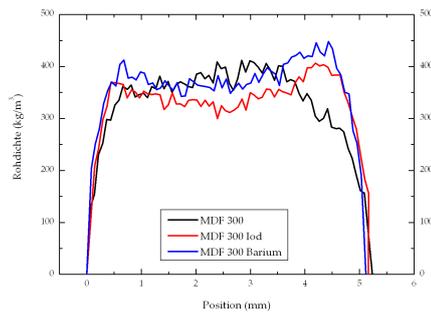
#### 6.4.1.1 Gammastrahlen-Messungen

Die Messung der 50 mm × 50 mm großen Proben mit Hilfe des Raytest-Gerätes ergab deutliche Aufschlüsse über die mit dem Standardpressprogramm erzeugten Rohdichteprofile. Abbildung 6.62 zeigt die Profile der untersuchten MDF Laborplatten mit unmarkiertem und markiertem Klebharz, zusätzlich sind in Tabelle 6.11 die charakteristischen Werte der Rohdichtebestimmung der MDF-Proben aufgeführt.

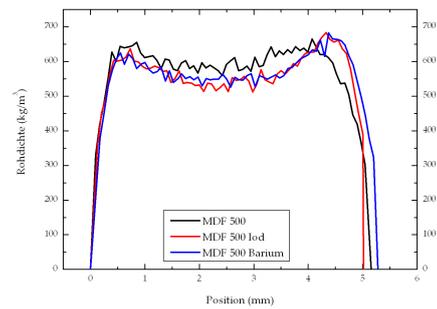
Die Rohdichteprofile der Proben MDF 300 Iod und MDF 300 Barium weisen ein vergleichbares Profil auf. Der leicht asymmetrische Verlauf des Profils durch einen Abfall der Rohdichte zur Unterseite der Probe hin ist auf eine Voraushärtung durch den Kontakt mit dem heißen unteren Pressblech zurückzuführen. Im Gegensatz hierzu steht das Rohdichteprofil der MDF 300 Probe, welches zur Unterseite hin deutlich abfällt und einen leichten Anstieg der Rohdichte zur Plattenmitte hin aufweist. Dieses Profil ist sehr wahrscheinlich auch auf die Voraushärtung der Faserplatte auf dem heißen unteren Pressblech zurückzuführen.

Das Rohdichteprofil der orientierten Kenaf-Faserplatte mit der 90° Orientierung in Abbildung 6.63 (d) zeigt ein weitgehend homogenes Profil mit geringen Spitzen in den Deckschichtbereichen. Das hier dargestellte Profil ist repräsentativ für alle hergestellten Kenaf-Faserplatten. Aufgrund des verwendeten Pressprogrammes und einem für Span- und Faserwerkstoffe ungewöhnlich hohen Presszeitfaktor von 150 s/mm wurde die Platte vollständig durchwärmt und das Phenolharz ohne Nachkonditionierung ausgehärtet. Das schnelle Schließen der Presse auf die Zieldicke bewirkte im Gegensatz zu den hergestellten MDF-Platten keine deutliche Ausbildung eines typischen Profils, da das im Vergleich zu Span- und Fa-

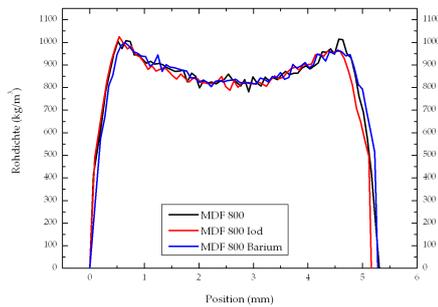
## 6 Ergebnisse und Diskussion



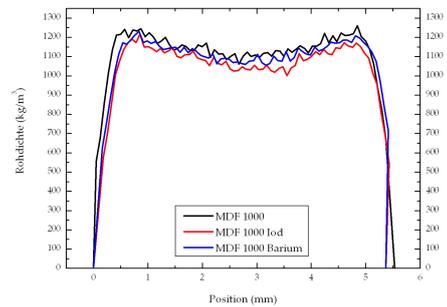
(a) MDF 300er Serie



(b) MDF 500er Serie



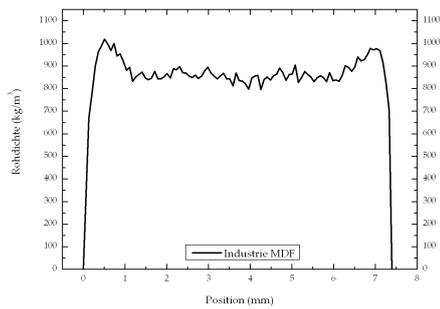
(c) MDF 800er Serie



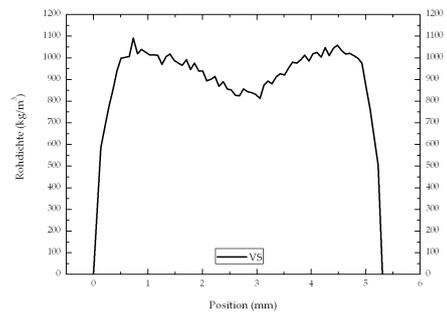
(d) MDF 1000er Serie

Abb. 6.62: Rohdichteprofile der Laborplatten mit (a) MDF 300, MDF 300 Iod, MDF 300 Barium, (b) MDF 500, MDF 500 Iod, MDF 500 Barium, (c) MDF 800, MDF 800 Iod, MDF 800 Barium und (d) MDF 1000, MDF 1000 Iod, MDF 1000 Barium, gemessen mit dem Raytest-Gerät (Gammastrahler  $^{241}\text{Am}$ ).

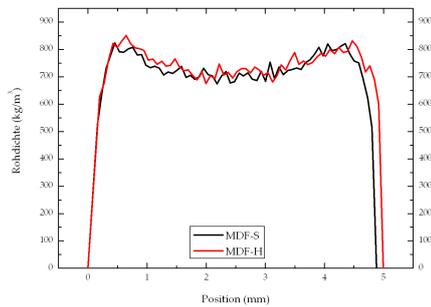
## 6 Ergebnisse und Diskussion



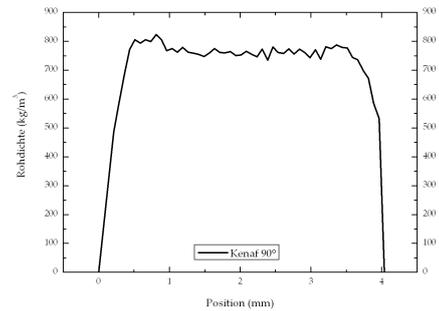
(a) Industrie MDF



(b) VS (100 % Sisal)



(c) MDF-S, MDF-H



(d) Kenaf 90° Orientierung

Abb. 6.63: Rohdichteprofile der Probenplatten mit (a) MDF 800 Industrie, (b) VS (100 % Sisal), (c) MDF-S (50 % Sisal), MDF-H (50 % Hanf) und (d) Orientierte Kenaf-Faserplatte mit 90° Orientierung, gemessen mit dem Raytest-Gerät (Gammastrahler  $^{241}\text{Am}$ ).

Tabelle 6.11: Charakteristische Werte der Rohdichteprofile der MDF-Laborplatten

Plattentyp	Rohdichte (kg/m <sup>3</sup> )		
	Mittelwert	Minimum	Maximum
MDF 300	336,2	354,2	408,7
MDF 300 Iod	332,6	300,1	369,8
MDF 300 Barium	366,3	342,7	412,2
MDF 500	575,3	560,0	655,6
MDF 500 Iod	552,1	512,2	637,0
MDF 500 Barium	557,4	526,1	624,7
MDF 800	847,6	781,9	1.007,2
MDF 800 Iod	842,3	787,8	1.024,4
MDF 800 Barium	841,7	804,6	999,2
MDF 1000	1.116,4	1.061,1	1.244,9
MDF 1000 Iod	1.030,8	1.000,2	1.215,7
MDF 1000 Barium	1.068,6	1.055,4	1.229,4

serplatten sehr langfaserige und dickwandige Material ein abweichendes Verdichtungsverhalten aufwies.

#### 6.4.1.2 Vergleich mit Synchrotronstrahl-Messungen

Ein Vergleich der mit dem Raytest-Gammastrahlenmessgerät ermittelten Rohdichteprofile und der Dichteprofile, die aus den Tomographiedaten erstellt wurden, zeigt die Abbildung 6.64. Beispielhaft sind hier die Profile der Proben MDF 300 Barium, MDF 500 Barium, MDF 800 Barium und MDF 1000 Barium der Tomographieaufnahmen dargestellt, für die die originalen 32bit Float-Werte (Grauwerte) ausgewertet wurden. Die Zuordnung der Grauwerte zu einer definierten Dichte war nicht möglich, da keine Dichtereferenz verwendet wurde.

Zunächst wurde für jede rekonstruierte Schicht (XY-Ebene) der beiden gemessenen Höhenstufen von Schicht 0 bis Schicht 1.023 die Summe der Grauwerte in X-Richtung berechnet. Jede Schicht beinhaltete zusätzlich zum vorhandenen Fasermaterial sowohl die Randbereiche mit den interzellulären Hohlräumen und der umgebenden Luft, als auch das noch nicht gefilterte Rauschen, von denen jedoch nicht erwartet wurde, dass diese die gewonnenen Werte stark verfälschen. Anschließend wurde mit Hilfe der bekannten Kantenlänge eines Voxels von 2,3  $\mu\text{m}$  die Z-Position in mm für jede Schicht in der Probe berechnet.

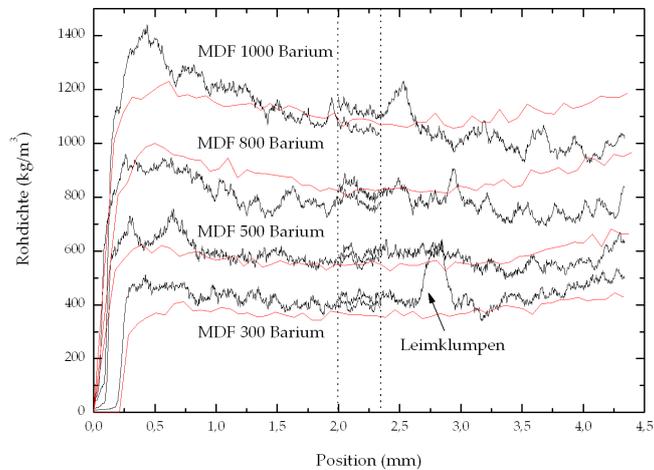


Abb. 6.64: Vergleich der Dichteprofile aus den  $\mu$ CT-Daten und der Rohdichteprofilmessung für die Proben MDF 300 Barium bis MDF 1000 Barium. Die geglätteten Dichteprofile zeigen die Ergebnisse der Messung mit dem Raytest-Gammastrahlungsmessgerät an den  $50 \text{ mm} \times 50 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$  großen Proben. Die nicht geglätteten Werte zeigen die aufsummierten und skalierten 32bit-Floatwerte (Grauwerte) der tomographierten  $2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$  Proben. Zu beachten ist der Versatz im Übergangsbereich zwischen den beiden Höhenstufen und ein Leimklumpen bei der MDF 300 Barium Probe.

Durch die Bildung der Mittelwerte der Grauwerte und der Raytest-Messwerte über eine gesamte Probe in Z-Richtung und dem anschließenden Teilen des Mittelwertes der Raytest-Messwerte durch den Mittelwert der Grauwerte wurde ein Skalierungsfaktor ermittelt, der für die Proben MDF 300 Barium bis MDF 1000 Barium zur Anwendung kommen konnte. Als Skalierungsfaktor wurde ein Wert von 2,24 berechnet, durch den alle aufsummierten Grauwerte geteilt wurden, um ein Dichteäquivalent zu erhalten. Diese Methode stellt lediglich eine Näherung an die tatsächliche Dichte der Probe dar und soll zeigen, dass ein (nicht kalibriertes) Dichteprofil erstellt werden kann. Der Fehler kann bei dieser Methode mit ca. 10 % angegeben werden.

Die Graphen der beiden Dichteverläufe aus den Tomographiedaten und den konventionell ermittelten Messungen wurden dann in Abbildung 6.64 gegeneinander aufgetragen. Gut zu erkennen sind die sehr ähnlich verlaufenden Dichteprofile für MDF 300 und MDF 500 von der Deckschicht (Position 0 mm) bis über die Mittelschicht (Position 2,5 mm) hinaus. Größere Abweichungen sind dort erst bei den Proben MDF 800 und MDF 1000 zu erkennen. Hierbei ist jedoch zu berücksichtigen, dass bei der Dichteprofilmessung mit dem Raytest-Gerät die Durchstrahlungstrecke 50 mm beträgt, während die Tomographie-Proben eine Kanten-

länge von 2 mm hatten und beide Proben durch leichte Ungenauigkeiten bei der Mattenstreuung lokal unterschiedlich sein können.

Lokale Konzentrationen des Bariums in Form eines Leimklumpens, wie in Abbildung 6.64 bei der Probe MDF 300 im Bereich von 2,8 mm zu erkennen, führen zu starken Abweichungen der Dichtewerte. Beim Scannen größerer Proben fallen diese Abweichungen aufgrund der Mittelung der Messwerte weniger ins Gewicht, sie wirken sich jedoch bei sehr kleinen Proben überproportional aus.

Zusätzlich ist bei der Position 2,1 mm bis 2,9 mm eine Verschiebung der Kurve zu beobachten. Bei diesem Bereich handelt es sich um den Überlappungsbereich der beiden gemessenen Höhenstufen einer Probe. Die Ursache dieser Verschiebung findet sich in einer leicht variierenden Energie der Synchrotronstrahlung aufgrund der Bauweise des Strahlenganges am Messplatz BW2. Die Abweichung erscheint mit 7 % relativ klein und wurde daher nicht korrigiert, da so der Übergangsbereich der beiden Datensätze besser erkennbar ist.

Anhand der Abbildung 6.64 wird deutlich, dass die Messung eines Dichteprofiles auch für sehr kleine Proben möglich ist und lokale Dichteunterschiede sehr schnell erkannt werden können. Die Korrelation der Werte mit einer Referenzmessung zur Kalibrierung der Grauwerte wäre wünschenswert gewesen, konnte jedoch im Rahmen der Mikrotomographieuntersuchungen nicht durchgeführt werden. Eine zusätzliche Messung der Proben mit dem Raytest-Gerät war aufgrund der sehr kleinen Probengröße nicht möglich.

## 6.4.2 Querkzugfestigkeit

Die Zugfestigkeit senkrecht zur Plattenebene, üblicherweise als Querkzugfestigkeit bezeichnet, soll Aufschluss über die Verklebungsgüte der Platte geben. Auch wenn die Aussagekraft aufgrund verschiedener Einflüsse während der Prüfung nur eine eingeschränkte Bedeutung erhält, kann jedoch eine Verbindung zur Mikrostruktur der Faserplatte hergestellt werden.

### 6.4.2.1 Ergebnisse

Die Ergebnisse der Querkzugtests für die Proben MDF 300 bis MDF 1000 sind in Abbildung 6.65 dargestellt. Die Messwerte zeigten einen deutlichen Zusammenhang zwischen der Rohdichte der Proben und der Querkzugfestigkeit. Auf die Darstellung einer Regression durch die Messwerte wurde verzichtet.

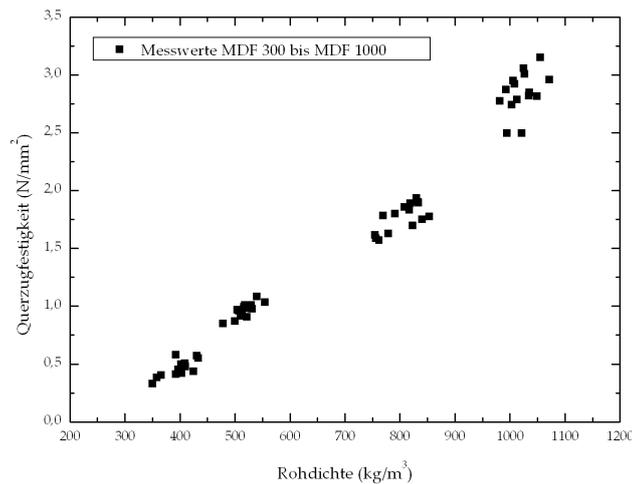


Abb. 6.65: Querkzugfestigkeit der MDF 300 bis MDF 1000 Proben.

### 6.4.2.2 Versagensmuster

Betrachtet man nun die mechanischen Festigkeiten der MDF 300 bis MDF 1000 Platten, die unter den gleichen Herstellungsbedingungen produziert wurden und ein weitgehend identisches Rohdichteprofil aufweisen, so wird die Versagensebene während der Querkzugprüfung tendenziell in der Region liegen, in der die Zahl der Faser-Faser-Bindungen am niedrigsten ist. Diese Region muss nicht zwangsläufig auch der Bereich mit der niedrigsten Rohdichte sein, jedoch wird hier sehr

wahrscheinlich die geringste Zahl an Faser-Faser-Bindungen unter Beteiligung eines Klebharzes zu finden sein, um die angelegte Kraft aufzunehmen. Eine Verfilzung, wie es bei Papier oder Faserplatten nach dem Nassverfahren zu beobachten ist, die eine zusätzliche mechanische Verschlingung der Fasern verursacht, war bei den untersuchten Proben nicht festzustellen.

Bei der Betrachtung der Versagensbereiche der MDF 300 bis MDF 1000 wurde in fast allen Fällen ein Versagen in der Region mit der niedrigsten Rohdichte beobachtet, was aufgrund der sehr homogenen Verteilung der Holzfasern in jeder Ebene in der Platte nachvollziehbar erscheint. Anders verhält es sich bei den VS und Kenaf 90° Proben sowie den MDF-S und MDF-H Proben, die ein Versagen in unterschiedlichen Ebenen aufwiesen. Ein Vergleich mit dem Rohdichteprofil der Proben lieferte keinen eindeutigen Aufschluss darüber, dass ein Versagen in der Ebene mit der geringsten Rohdichte zu verzeichnen war. Außer Zweifel steht jedoch, dass in der Versagensebene die Anzahl der Faser-Faser-Bindungen relativ niedrig war und daher das erste Versagen der Probe in dieser Ebene auftrat.

Die Abbildung 6.66 zeigt typische beobachtete Versagsmuster, die bei den MDF-Proben aller Dichtestufen beobachtet wurden. Für die Industrie MDF wurden identische Versagsmerkmale erkannt, so dass auf eine separate Betrachtung an dieser Stelle verzichtet wird. Anhand der Beobachtungen konnte eine Einteilung in verschiedene Versagsmuster gemacht werden, die weitgehend den Untersuchungen von Butterfield et al. (1992) entsprechen:

- *Zellwandversagen Typ 1*

Der Typ 1 stellt einen eher flach ausgeprägten Versagensbereich auf der Faseroberfläche im Bereich der Mittellamelle (ML) und der S1 dar, auf dem ausgefranzte Bereiche der obersten Zellwandschicht zu erkennen sind. Butterfield et al. (1992) erwähnen diesen Versagenstyp nicht, er stellt jedoch mit sehr hoher Wahrscheinlichkeit das Gegenstück zum Zellwandversagenstyp 3 dar, der ausführlich beschrieben wird. Die in Abbildung 6.66 (a) zu erkennende Faseroberfläche erscheint möglicherweise mit wenig Klebharz oder ungleichmäßig benetzt zu sein, was die nahezu vollständige Ablösung der Fasern aus dem Verbund erklärt.

- *Zellwandversagen Typ 2*

Dieser Typ wird von Butterfield et al. (1992) als *intrawall failure* am Rand der Klebverbindung bezeichnet. Hierbei sind in Abbildung 6.66 (b) deutlich tiefere Schädigungen und Ablösungen der Mittellamelle und der S1 zu beobachten als in Abbildung 6.66 (a). Die Fibrillenstruktur der freigelegten inneren Sekundärwand 2 (S2) wird erkennbar und liefert Hinweise auf die Ablösung zwischen S1 und S2 anhand des erkennbaren flacheren Fibrillenk winkels der S2 von ca. 10° bis 20° zur Faserlängsachse (Pfeil). Die Fasern selbst scheinen flächiger beleimt zu sein als die Fasern des Typs 1.

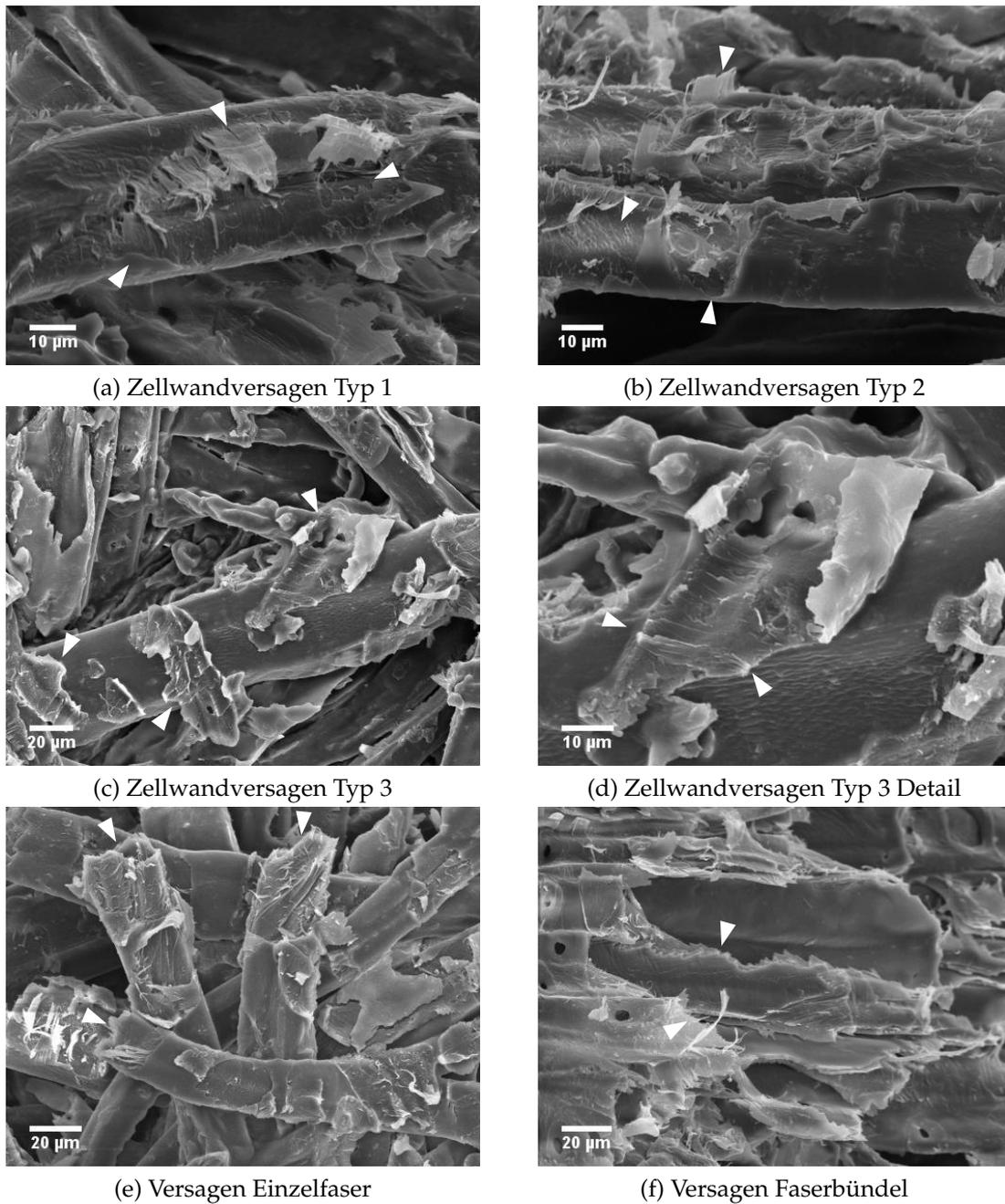


Abb. 6.66: REM-Aufnahmen typischer Versagensbereiche von Quersugproben der MDF-Proben mit (a) Zellwandversagen Typ 1 (1.100×) mit oberflächlichem Versagen (ML bis S1), (b) Zellwandversagen Typ 2 (1.000×) mit Abriss mehrerer Schichten (ML bis S2), (c) Zellwandversagen Typ 3 (500×) mit Abdruck und Resten der ML im Klebharz (d) Detail (1.200×), (e) Versagen der gesamten Faserwand (600×) und (f) Versagen eines Faserbündels (600×).

- *Zellwandversagen Typ 3*

Dieser Typ wird von Butterfield et al. (1992) ebenfalls als *intra-wall failure* bezeichnet. Es handelt sich um eine Versagensstelle an einer Klebeverbindung mit Anhaftungen einer abgetrennten Faser. Deutlich erkennbar sind in Abbildung 6.66 (c) und (d) die ehemaligen Klebeverbindungen und die Reste der zurückgebliebenen Mittellamelle mit Resten der S1 der abgetrennten Faser. Das Klebharz selbst weist keine Versagensbereiche auf, was die Festigkeit der Verklebung unterstreicht und die Festigkeit der inneren Struktur der Zellwand in den Fokus rückt. Der Typ 3 wurde von allen Versagemustern am häufigsten beobachtet.

- *Versagen der gesamten Zellwand bei Einzelfasern und Faserbündeln*

Im Gegensatz zu Butterfield et al. (1992) wurden im Bereich des Querschnittsversagens auch Einzelfasern und Faserbündel beobachtet, deren Zellwände durchgängig versagten (Abbildung 6.66 (e) und (f)). Dieses bereits von Côté und Hanna (1983) als *trans-wall failure* bezeichnete Versagemuster bei Vollholz scheint daher neben dem Versagen der Zellwandschichten eine nicht unbedeutende Rolle zu spielen. Die Beobachtung dieses Typs wurde jedoch deutlich seltener als das Versagen innerhalb der Zellwandschichten beobachtet. Aufgrund der Schärfe der Bruchflächen und dem Fehlen von Klebharz auf den Bruchflächen kann davon ausgegangen werden, dass diese Schäden durch die Querschnittsbelastung entstanden sind. In Abbildung 6.66 (e) ist eine Kombination aus *trans-wall failure* und *intra-wall failure* an den drei mit Pfeilen markierten Fasern zu beobachten, was auf einen zunehmenden Schädigungsverlauf hinweist. Die freigelegte S2 ist anhand des erkennbaren Fibrillenwinkels von 10° bis 20° zur Faserlängsachse zu identifizieren. Des Weiteren wurden selten Abrisse von Faserbündeln beobachtet, da diese zumeist intakt blieben und Rückstände abgetrennter Einzelfasern aufwiesen. Die von Côté und Hanna (1983) gemachten Untersuchungen an dünnwandigen Zellen treffen zumeist auch auf die in den Faserplatten festgestellten Versagemuster zu, da es sich hier sowohl um dünnwandige Frühholzfaserbündel als auch um dünnwandige Einzelfasern handelt.

Deutlich wird bei der Betrachtung der MDF 300 bis MDF 1000 sowie der Industrie MDF Querschnittsproben, dass die Klebharzverbindung selbst nicht die Schwachstelle der Faser-Faser-Bindung darstellt, sondern ein Versagen meist innerhalb der Zellwand als häufigste Versagensart auftritt. Ein eindeutiges Versagen der Klebharzverbindung selbst wurde nicht beobachtet.

Die sehr gute Affinität des UF-Harzes mit der Oberfläche der Holzfasern zeigt die Eignung des Klebharzes zur Herstellung von Faserplatten. Unberücksichtigt bleibt jedoch das Eindringvermögen des Klebharzes in die Zellwand und die dortige Aushärtung, was möglicherweise die Tendenz zum Versagen im Bereich des

Übergangs zwischen S1 und S2 erklärt bzw. auf einen verstärkenden Effekt hindeutet. Anzunehmen ist als Ursache jedoch auch der unterschiedliche Ligningehalt zwischen S1 und S2, der nach Donaldson (1995) zu einem mechanischen Versagen aufgrund der Konzentrationsunterschiede führen kann und somit einen generellen Schwachpunkt in der Faserwand darstellt, der nur mit Hilfe ausgewählter Fasertypen bzw. Aufschlussverfahren beeinflussbar ist. Betrachtet man hierzu die Ergebnisse von Johnsen et al. (1995) für die Oberflächenstruktur von TMP-Fasern, so deutet vieles auf die Versagensebene zwischen S1 und S2 hin.

Bei den Proben mit Nicht-Holz-Naturfaseranteil ergibt sich ein differenziertes Bild. Abbildung 6.67 zeigt typische Versagensbereiche der Plattenproben MDF-S, MDF-H, VS und Kenaf 90°. Deutlich erkennbar sind die wenigen Kontaktflächen, an denen sich infolge der Querkzugbelastung die Fasern bzw. Faserbündel abgelöst haben und Reste der Zellwände sowie Klebharzreste zurückgeblieben sind. Bei den MDF-S und MDF-H Proben sind die Unterschiede an den Kontaktflächen zwischen den Hanf- und Sisalfaserbündeln und den Holzfasern deutlich zu erkennen. Als Ursache kann hier sowohl eine schlechte Beileimung der großen Faserbündel oder auch eine reduzierte Oberflächenhaftung des Klebharzes an den Faserbündeln angenommen werden. Die entsprechend niedriger ausgefallenen Querkzugfestigkeitswerte lassen sich zur Verdeutlichung der Problematik heranziehen, um die Unterschiede zu den Festigkeiten der MDF 300 bis MDF 1000 sowie der Industrie MDF zu erklären.

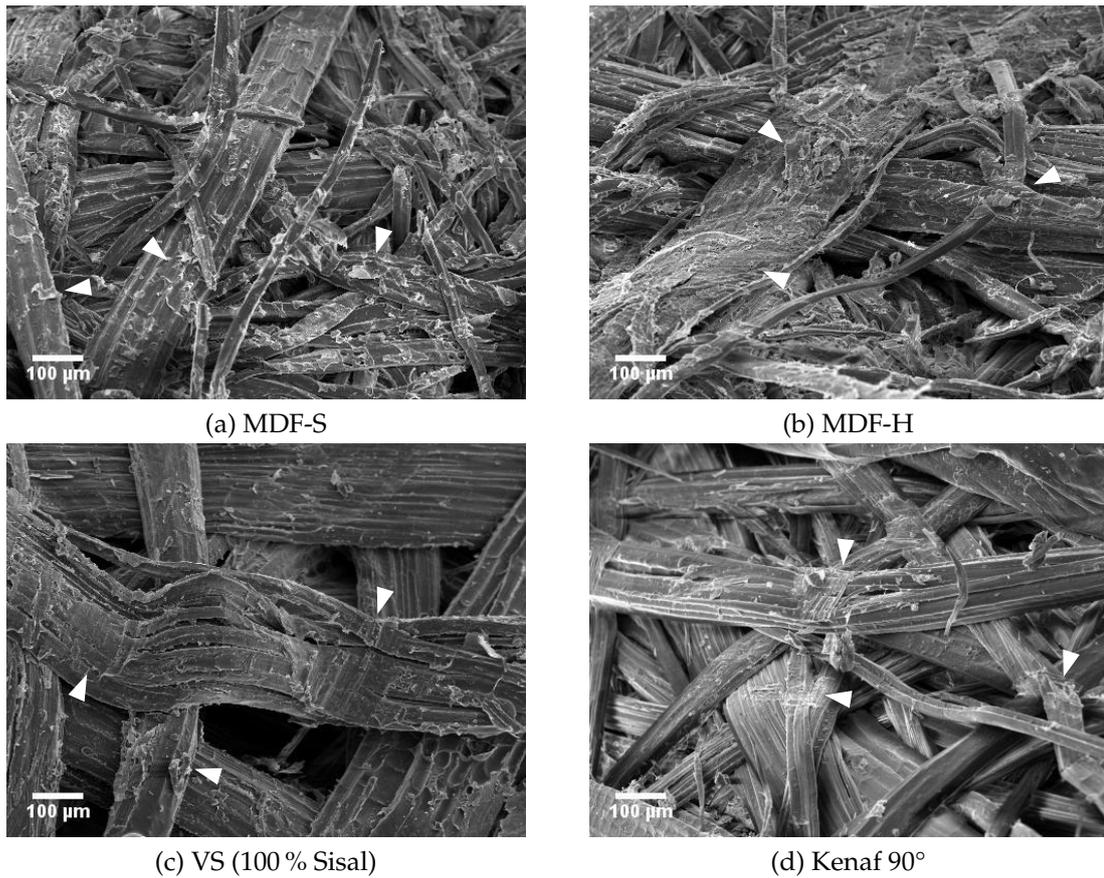


Abb. 6.67: REM-Aufnahmen (110×) typischer Versagensbereiche von Quersugproben mit (a) MDF-S, (b) MDF-H, (c) VS (100% Sisal) und (d) Kenaf 90°. Reste ehemals anhafter Fasern sind mit kleinen Pfeilen gekennzeichnet.

### 6.4.3 Biegung

Die Biegefestigkeit der hergestellten Probenplatten gibt Aufschluss über die Festigkeit des Faserverbundes bei Belastungen senkrecht zur Plattenebene. Es wurde der nach der Norm ISO 16 978 (2003) vorgesehene Dreipunkt-Biegeversuch ausgewählt, der jedoch das Auftreten von Schubspannungen (Querkräften) beinhaltet, die die exakte Bestimmung des E-Moduls beeinflussen. Es waren daher Abweichungen des aus den Messwerten berechneten E-Moduls aufgrund der Eigenschaften des Dreipunktbiegeversuchs zu erwarten, denen im Rahmen dieser Arbeit nur eine geringe Bedeutung zugewiesen wurde, da die mechanischen Untersuchungen lediglich die Vergleichbarkeit der Proben untereinander erleichtern sollten.

#### 6.4.3.1 Ergebnisse

Die Ergebnisse der Biegefestigkeitsprüfungen für die Plattenproben MDF 300 bis MDF 1000 sind in Abbildung 6.68 dargestellt. Die Messwerte zeigten keine Auffälligkeiten und bestätigen den linearen Zusammenhang zwischen der Rohdichte der Proben und der Biegefestigkeit. Auf die Darstellung einer Regression durch die Messwerte wurde verzichtet.

Der aus dem linearen Bereich des aufgezeichneten Spannungs-Dehnungs-Diagramms berechnete E-Modul ist in Abbildung 6.69 dargestellt. Die Messwerte zeigten ebenfalls keine Auffälligkeiten und der lineare Zusammenhang zwischen der Rohdichte der Proben und dem E-Modul ist erkennbar.

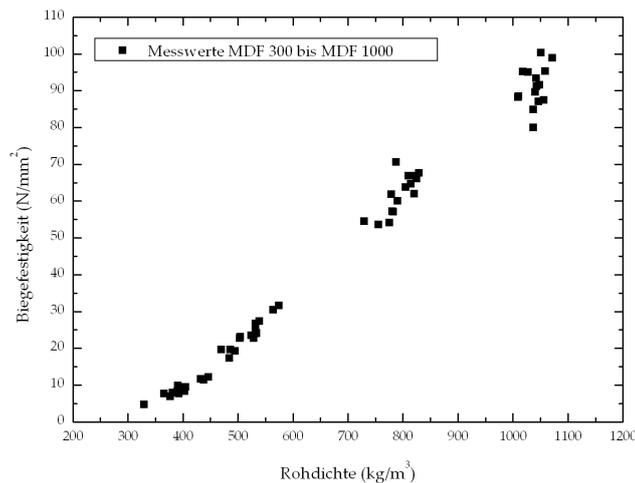


Abb. 6.68: Biegefestigkeit der MDF 300 bis MDF 1000 Proben.

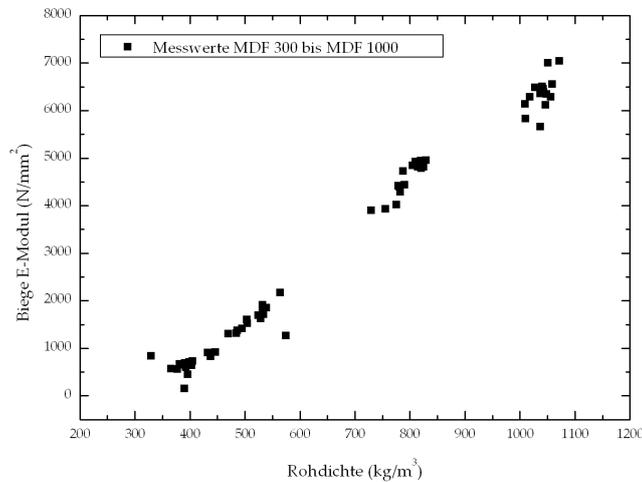


Abb. 6.69: Biege-E-Modul der MDF 300 bis MDF 1000 Proben.

### 6.4.3.2 Versagensmuster

Das Versagen der Plattenproben bei Biegebelastung zeigt eine Kombination zweier Versagensmuster, die aufgrund der einwirkenden Zug- und Druckkräfte in Plattenebene beobachtet wurden. In Abbildung 6.70 sind repräsentative Versagensbereiche der MDF-Proben dargestellt. Pfeile kennzeichnen jeweils Versagensbereiche der gesamten Zellwand, der so genannten *transwall failure* nach Côté und Hanna (1983) und Butterfield et al. (1992), sowie Ablösungen der Fasern an Klebestellen analog der Beobachtungen an den Querschnittflächen in Abschnitt 6.4.2.

Je nach Rohdichte der MDF 300 bis MDF 1000 ist eine Zunahme des Versagens der gesamten Zellwand von Abbildung 6.70 (a) bis Abbildung 6.70 (d) festzustellen. In Abbildung 6.70 (d) ist mittig ein Faserbündel zu erkennen, welches *transwall*-Versagen aufweist.

Die Detailaufnahme einer Versagensstelle von mehreren Frühholzfasern in Abbildung 6.70 (e) zeigt klar erkennbar den Bruch, der durch die gesamte Zellwand geht (oberer Pfeil). Der untere Pfeil weist auf eine erkennbare Klebefuge hin, die beweist, dass die beiden vorderen Fasern miteinander verklebt wurden und die Verklebung eine höhere Festigkeit aufweist als die Zellwand. Eine Klebharzverteilung im Lumen der vorderen Faser sowie links erkennbar auf der Oberfläche der Fasern weisen auf eine starke Beleimung in diesem Bereich der Fasern hin. Deutlicher wird die Beleimung der Fasern in Abbildung 6.70 (f). Hier ist jedoch ein Versagen der Zellwand in Verbindung mit dem Versagen der Klebeverbindung zu erkennen (oberer Pfeil). Die entstandene glatte Oberfläche im Bereich der ehe-

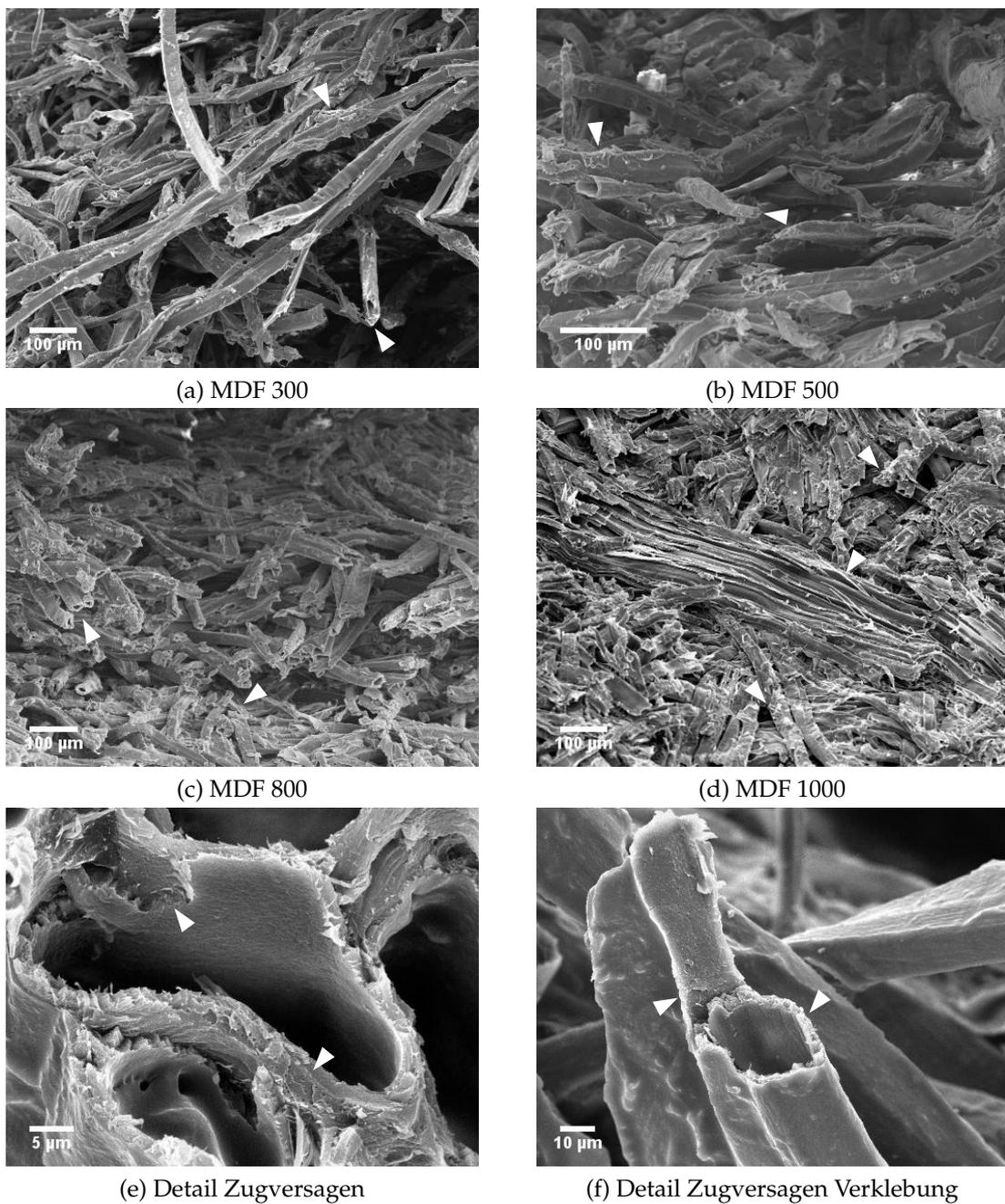


Abb. 6.70: REM-Aufnahmen typischer Versagensbereiche der getesteten Biegeproben von (a) MDF 300 (110 $\times$ ), (b) MDF 500 (199 $\times$ ), (c) MDF 800 (112 $\times$ ), (d) MDF 1000 (110 $\times$ ), (e) Detail Zugversagen der Zellwand (1.520 $\times$ ) in der Mittellamelle (Pfeil oben) sowie zwischen zwei verklebten Fasern (Pfeil unten) und (f) Detail Zugversagen einer Verklebung zwischen zwei Fasern (600 $\times$ ), Klebefläche (Pfeil links) und Zellwandversagen (Pfeil rechts).

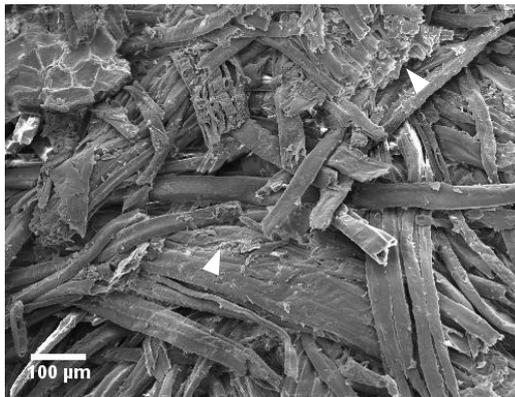


Abb. 6.71: REM-Aufnahme eines typischen Versagensbereiches (120 $\times$ ) bei der Biegeprüfung der Industrie MDF. Die Pfeile kennzeichnen Bereiche des Versagens der Zellwände sowie Ablösungen von Fasern. Insgesamt sind analoge Strukturen zur MDF 800 zu erkennen.

maligen Verbindung der beiden Fasern weist keine erkennbaren Rückstände der benachbarten Faserwand auf. Die Zellwand selbst ist weitgehend auf der gleichen Höhe abgerissen.

Die in Abbildung 6.71 dargestellte Biegeprobe der Industrie MDF zeigt deutliche Übereinstimmungen mit dem Versagemuster der Labor-MDF und hier insbesondere der MDF 800.

Die Versagemuster der MDF mit Nicht-Holz-Naturfaserbeimischung sowie der VS (100 % Sisal) und der Kenaf-Faserplatte zeigen insgesamt ein abweichendes Verhalten im Vergleich zu den MDF-Proben. Bei der in Abbildung 6.72 (a) dargestellten MDF-S Probe sind sehr deutlich die Versagensbereiche um das Sisal-Faserbündel herum zu erkennen. Die großen Faserbündel selbst scheinen kaum beeinträchtigt zu sein, obwohl eine Beleimung feststellbar ist (Pfeile). Um diese Faserbündel herum ist ein Versagen der Holzfasern zu beobachten. Nach dem Erreichen der maximalen Biegespannung war in der Regel ein Versagen der Probe analog zu den MDF-Proben zu beobachten, die Probe wurde jedoch weiterhin durch die längeren Nicht-Holz-Naturfasern zusammengehalten, die nicht zerstört, sondern herausgezogen wurden. Ein ähnliche Beobachtung wurde für die in Abbildung 6.72 (b) gezeigte MDF-H Probe gemacht. Pfeile kennzeichnen hier Bereiche für das Versagen der Holzfasern und das Ende eines Hanf-Faserbündels, welches nicht durch die Prüfung selbst abgetrennt wurde, sondern nachträglich deformiert zu sein scheint bzw. herausgezogen wurde.

Der in Abbildung 6.72 (c) gezeigte Versagensbereich der VS-Probe (100 % Sisal) wies einen deutlichen Unterschied zu den anderen Biegeproben auf. Es kam bei der Biegeprüfung der Proben nicht zu einem Versagen der Proben auf der Druck- bzw. Zugseite sondern nach Überschreitung der maximalen Biegespannung zu ei-

ner Delamination im Bereich der Zwischenschicht und der Mittelschicht. Ein Versagen einzelner Sisalfaserbündel auf Zug konnte nicht beobachtet werden. In Abbildung 6.72 (c) sind deutlich erkennbare Ablösungen anhaftender Faserbündel zu erkennen (Pfeile), ebenso wie die Deformation der Faserbündel, die während des Heißpressens entstanden ist. Die VS-Proben (100 % Sisal) wiesen daher eine hohe Scherfestigkeit auf und es kam zu keinem totalen Versagen, da die Probe noch immer von vielen Faserbündeln zusammengehalten wurde und sich von Hand nur mit Kraft trennen ließ, was zu einer Ablösung und nicht zu einem Zugversagen der Faserbündel führte.

Das in Abbildung 6.72 (d) dargestellte Versagensmuster der Kenaf 90° Proben war repräsentativ für den Großteil der getesteten Proben. Vereinzelt wurden Delaminierungen zwischen den orientierten Schichten festgestellt, das Versagen in Form von Zugversagen der Faserbündel bildete jedoch die Mehrheit der beobachteten Versagensformen. Deutlich erkennbar sind die relativ glatten Bruchkanten (Pfeile) der Faserbündel, die auf einen spröden Bruch hinweisen. Sieht man die im Vergleich hierzu erzielten mechanischen Festigkeiten, so wird deutlich, dass die Faserbündel eine sehr hohe elastische und plastische Verformung erfahren, bevor ein Versagen auftrat. Die gute Verklebung der Fasern untereinander wird durch das Versagen der gesamten Zellwand deutlich. Die Kenaf-Faserplatten zeigen so die von den anderen Probenplatten nicht erreichten Festigkeiten und beweisen, dass Werkstoffe aus Nicht-Holz-Naturfasern genügend Potential besitzen, um daraus hochbelastbare Werkstoffe herstellen zu können.

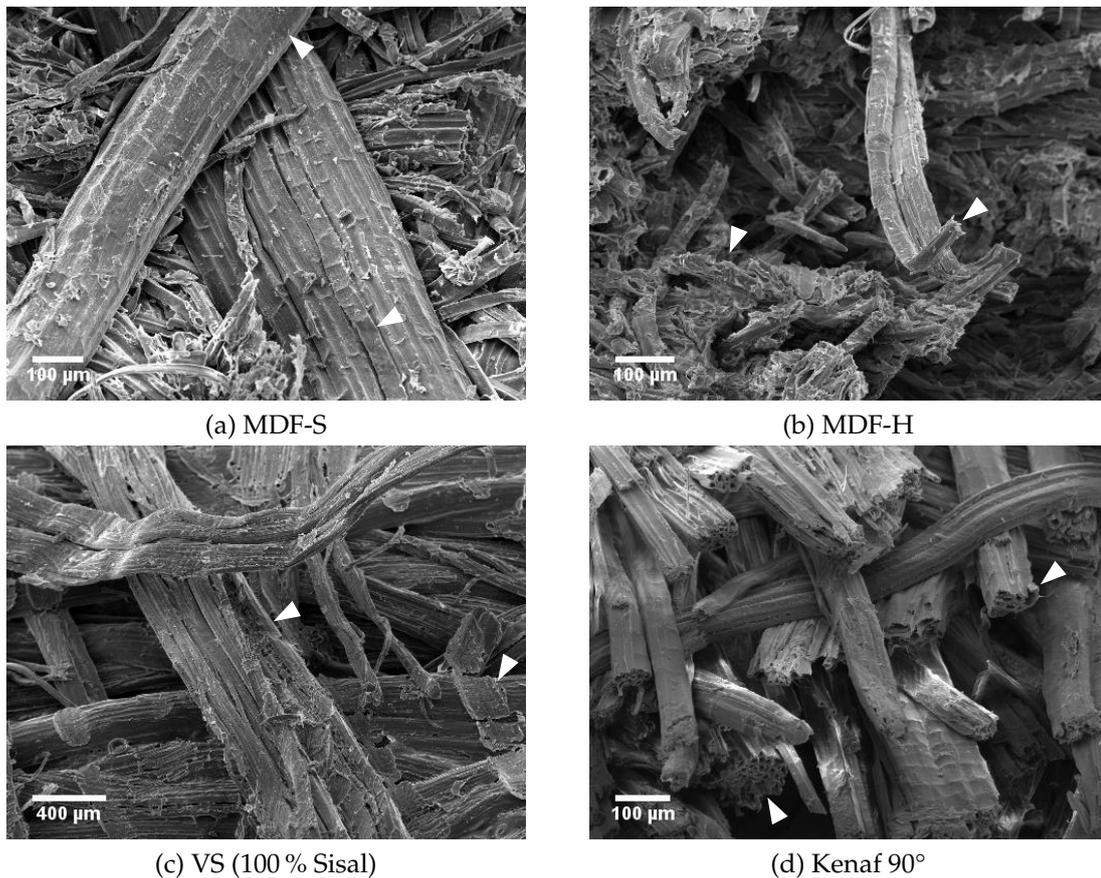


Abb. 6.72: REM-Aufnahmen typischer Versagensbereiche der getesteten Biegeproben von (a) MDF-S (110 $\times$ ) mit einem gut beleimten und einem anscheinend kaum beleimten Sisalfaserbündel (Pfeile), (b) MDF-H (130 $\times$ ) mit einem Hanffaserbündel (Pfeil rechts) und Versagensbereichen zwischen den Holzfasern (Pfeil links), (c) VS (100 % Sisal) (40 $\times$ ) aus dem Bereich der Delaminierung der Probe mit deutlichen Resten anhaftender Fasern sowie in Längsrichtung belasteten Faserbündeln (Pfeile) und (d) Kenaf 90° (120 $\times$ ) aus dem Bereich der Zugseite der Probe mit Versagen der Faserbündel (Pfeile).

### 6.4.4 Quellung

Die Quellungsprüfung gehört bei der Beurteilung der Plattenqualität zu den Standardprüfverfahren für Holzwerkstoffe und wurde als Ergänzung für alle Proben durchgeführt. Die Versagensmuster der Quellungsproben wurden nicht betrachtet, da der Vorgang der Sorption sowie Quellungs- und Schwindungsvorgänge nicht im Rahmen dieser Arbeit untersucht wurden. Die prozentuale Zunahme der Plattendicke senkrecht zur Plattenebene infolge von Quellung ergänzt jedoch die Beobachtungen, die für das Verhalten bei Quersugbelastung gemacht wurden. Die Dickenzunahme durch das Quellen der Fasern bzw. insbesondere der Faserbündel wirkt als zusätzliche Belastung auf die Klebeverbindungen und zeigt sowohl die Verklebungsgüte als auch die aus dem Heißpressvorgang gespeicherte elastische Verformung (Thömen et al., 2006), die durch die Schwächung der Klebeverbindung infolge der Hydrolysisierung wieder freigesetzt wird.

#### 6.4.4.1 Ergebnisse

Die Ergebnisse der Quellungsuntersuchungen nach 24-stündiger Wasserlagerung in 20 °C kaltem Wasser sind in Abbildung 6.73 dargestellt. Ein linearer Zusammenhang zwischen der Rohdichte und der prozentualen Quellung kann auch bei der größeren Streuung der Werte vermutet werden.

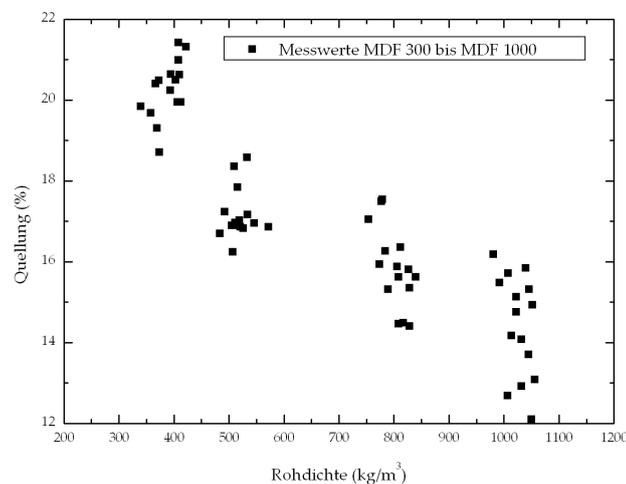


Abb. 6.73: Quellung der MDF 300 bis MDF 1000 Proben.

Deutlich erkennbar ist die Abnahme der prozentualen Quellung mit zunehmender Rohdichte. Dieser Effekt macht deutlich, dass der plastische Anteil der Verformung während der Heißpressvorganges mit steigender Rohdichte zunimmt, was

die in Kapitel 6.1.2 gezeigten elektronenmikroskopischen Aufnahmen der kollabierten Frühholz- und Spätholzfaserbündel eindeutig zeigen. Eine weitgehende Wiederherstellung der ursprünglichen Faserform scheint also nur für gering verdichtete Platten (MDF 300) möglich zu sein, was sich in einer Dickenzunahme von fast 21 % zeigt. Die Zunahme der Dicke der MDF 1000 Platte mit ca. 14 % liegt signifikant unter diesen Werten.

## 6.5 Strömungssimulationen an Faserstrukturen

Die Ergebnisse der Strömungssimulationen an den Tomographiedaten werden im Folgenden getrennt für die Berechnung der Permeabilität und der Wärmeleitfähigkeit dargestellt. Der hier vorgestellte Vergleich der simulierten Werte mit den Daten aus den Versuchen soll als Ansatz für weiterführende Arbeiten dienen, da vergleichbare Untersuchungen bislang noch nicht an Tomographiedaten von Holzfasersplatten durchgeführt wurden.

### 6.5.1 Permeabilität

Abbildung 6.74 zeigt die Gegenüberstellung der simulierten Werte mit den gemessenen und durch Regression angepassten Werten für die Permeabilität in Plattenebene. Die dargestellten Punkte wurden für die  $512 \text{ Voxel} \times 512 \text{ Voxel} \times 256 \text{ Voxel}$  Subvolumina „DS“ und „ZS1“ der Proben MDF 300, MDF 500 und MDF 800 berechnet. Die berechnete Durchlässigkeit für die MDF 1000 Probe war Null, da es keinen durchgängigen Pfad mehr im interzellulären Hohlraumssystem gab. Dieses Ergebnis ist nicht verwunderlich, da die Probendichte, wie sie sich durch Auszählen der Voxel ergibt, sehr nah an der Dichte der reinen Zellwand liegt. Eine Durchströmung der Probe unter diesen Bedingungen ist aufgrund der nicht mehr vorhandenen Hohlräume nicht möglich. Die Werte für die Probe MDF 1000 sind daher nicht in Abbildung 6.74 aufgeführt.

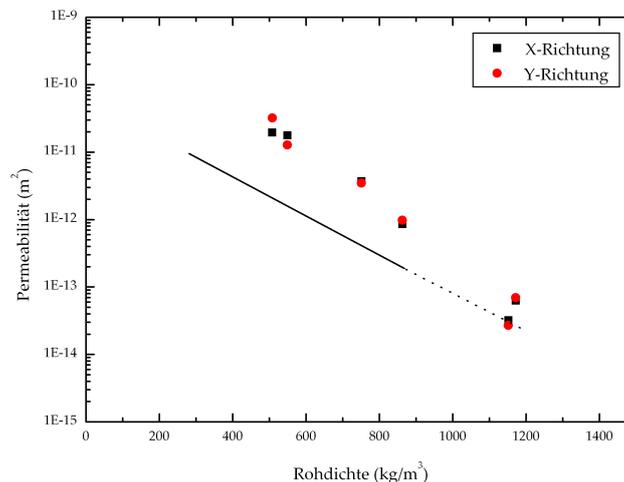


Abb. 6.74: Simulierte Permeabilität in X- und Y-Richtung (Plattenebene) und Regressionskurve gemäß Gleichung 5.2 für experimentell bestimmte Werte (gestrichelte Linie = Extrapolation).

Die Regressionskurve der experimentell ermittelten Werte ist nur für den Dichtebereich von  $280 \text{ kg/m}^3$  bis  $870 \text{ kg/m}^3$  dargestellt, da nur für diesen Bereich gesicherte Messungen vorliegen. Bis zu einer Dichte von  $1.200 \text{ kg/m}^3$  wurden die Werte entsprechend der Regressionsgleichung extrapoliert (gestrichelter Bereich).

Für die Ergebnisse aus der Simulation ist die Permeabilität in X- und Y-Richtung dargestellt. Es ist erkennbar, dass für beide Richtungen keine deutlichen Unterschiede zu sehen sind. Dieses erscheint verständlich, da die Fasern keine bevorzugte Ausrichtung erfahren haben, die die Permeabilität beeinflusst hätte.

Vergleicht man für die MDF 800 Probe mit einer Dichte von ca.  $1.100 \text{ kg/m}^3$  die experimentellen Werte mit den Simulationswerten, so ist eine gute Übereinstimmung festzustellen. Im Gegensatz hierzu ist eine leichte Überschätzung der simulierten Permeabilitätswerte für Proben mit niedrigerer Dichte zu verzeichnen. Als mögliche Gründe hierfür kommen Inhomogenitäten im untersuchten Probenmaterial, vereinfachte Modellannahmen sowie eventuelle Messfehler bei der experimentellen Bestimmung der Referenzwerte in Frage.

Die Simulation von Strömungsvorgängen in komplexen Strukturen ist ein relativ junges Forschungsfeld und es wurde insbesondere für die Simulation der Permeabilität von Holzfasermatten mit der hier beschriebenen Arbeit Neuland betreten. Die hier vorgestellten Ergebnisse sind vor diesem Hintergrund als vielversprechend einzustufen, auch wenn noch Verbesserungen an der Methodik notwendig sind.

### 6.5.2 Wärmeleitfähigkeit

Abbildung 6.75 zeigt die Gegenüberstellung der Werte für die simulierte Wärmeleitfähigkeit in X-, Y- und Z-Richtung mit den gemessenen und durch Regression angepassten Werten. Die dargestellten Punkte wurden für die  $512 \text{ Voxel} \times 512 \text{ Voxel} \times 256 \text{ Voxel}$  Subvolumina „DS“ und „ZS1“ der Proben MDF 300, MDF 500, MDF 800 und MDF 1000 berechnet. Die durchgezogene Linie der Regressionskurve zeigt den Rohdichtebereich, in dem die experimentellen Werte ermittelt wurden. Eine Extrapolation bis zu einer Rohdichte von  $1.360 \text{ kg/m}^3$  auf Basis der Regressionsgleichung ist gestrichelt dargestellt.

Für die berechnete Wärmeleitfähigkeit in X- und Y-Richtung sind analog zur Berechnung der Permeabilität keine deutlichen Unterschiede erkennbar. Auffallend ist, dass die Wärmeleitfähigkeit in Z-Richtung unterhalb der Wärmeleitfähigkeit in Plattenebene liegt. Als Gründe hierfür kommen sowohl strukturelle Unterschiede parallel und senkrecht zur Plattenebene, die durch das Herstellungsverfahren der Faserplatte bedingt sind, als auch die unterschiedliche Wärmeleitfähigkeit des Zellwandmaterials längs und quer zur Faserrichtung in Frage.

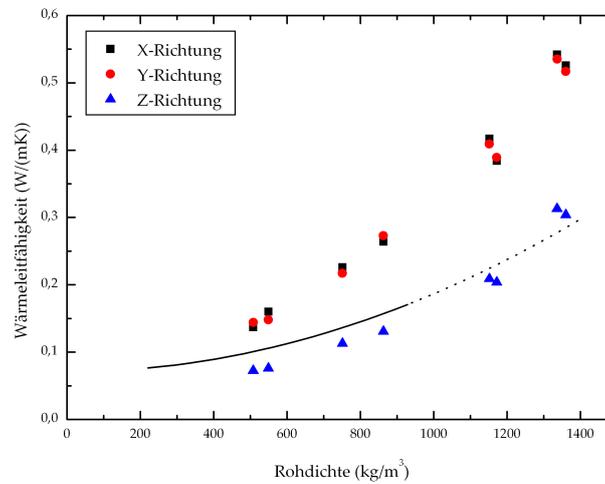


Abb. 6.75: Simulierte Wärmeleitfähigkeit in X-, Y- und Z-Richtung und Regressionskurve gemäß Gleichung 5.4 für experimentell bestimmte Werte (gestrichelte Linie = Extrapolation).

Positiv hervorzuheben ist jedoch, dass die simulierte Wärmeleitfähigkeit in Z-Richtung relativ gut mit der gemessenen Wärmeleitfähigkeit aus den Versuchen übereinstimmt. Trotzdem können mögliche Gründe für Abweichungen, wie bereits für die Permeabilität erläutert, Inhomogenitäten im untersuchten Probenmaterial, vereinfachte Modellannahmen oder auch Messfehler bei der experimentellen Bestimmung der Referenzwerte sein.

Die Ergebnisse der Simulationen bestätigen allerdings, dass die experimentell ermittelte Gleichung 5.4 auch im extrapolierten Bereich sehr realitätsnahe Wärmeleitfähigkeitswerte ergibt.

# 7 Schlussfolgerungen

Die aus der Arbeit zu ziehenden Schlussfolgerungen lassen sich in wissenschaftliche und technologische Implikationen unterteilen, da sowohl akademische als auch anwendungstechnische Gesichtspunkte berücksichtigt werden können.

## 7.1 Wissenschaftliche Implikationen

### Methodenvergleich

Die in dieser Arbeit vorgestellten Möglichkeiten der Strukturuntersuchung von Naturfaserwerkstoffen auf mikroskopischer Ebene zeigen, dass sehr genau unterschieden werden muss, welche Methode für welche Fragestellung geeignet ist.

Die Kriterien für einen Vergleich der eingesetzten Methoden lassen sich anhand der folgenden Punkte festmachen:

- der Auflösung der eingesetzten Systeme
- der Entstehung von Artefakten und Abbildungsfehlern und deren Berücksichtigung
- dem Untersuchungsaufwand (Probenpräparation, Untersuchungsdauer, Datenauswertung)

Von besonderem Bedeutung ist die Auflösung der eingesetzten Systeme. Die Betrachtung des Zellwandaufbaus in zweidimensionalen Ultradünnschnitten ist im TEM mit einer Auflösung  $\leq 1$  nm möglich. Im REM und ESEM können topographische Strukturen bis 1 nm untersucht werden. Die hier vorgestellte Mikrotomographieapparatur der GKSS schafft Auflösungen bis ca. 2  $\mu\text{m}$ . Die für die  $\mu\text{CT}$ -Versuche in dieser Arbeit gewählten Parameter stellen einen Kompromiss zwischen zu untersuchender Probengröße und der resultierenden Auflösung dar. Eine Verringerung der Probengröße für die Erzielung höherer Auflösungen oder eine Vergrößerung der Proben mit dem Ziel der Untersuchung eines größeren Bereiches erschien aufgrund der Faserlänge der eingesetzten Fasern nicht sinnvoll. Die Auswertung der großen und kleinen Subvolumina aus verschiedenen Bereichen der Probe zeigte bereits, dass bei diesen Größen nur geringe Unterschiede bestehen. Unter optimalen Verhältnissen lässt sich derzeit eine Auflösung

von 1  $\mu\text{m}$  bei Synchrotronbasierten  $\mu\text{CT}$ -Verfahren erreichen. Konventionelle  $\mu\text{CT}$ -Geräte mit so genannten Mikrofokusröhren verfügen hingegen über eine weitaus geringere Auflösung, die im Bereich von ca. 10  $\mu\text{m}$  liegt.

Wichtig in diesem Zusammenhang sind weiterhin die zu erwartenden Abbildungsfehler und Artefakte, die bereits bei der Probenpräparation entstanden sein können. Jede Manipulation der Probe durch Einbettung, Zuschnitt, Bedampfen und Bestrahlung führt zu Veränderungen im Gefüge. Die Einbettung kann mit einer Dimensionsänderung des einzubettenden Materials einhergehen, ebenso wie Vakuum-Einbettungsverfahren zu Schädigungen der Struktur führen können, wie es besonders bei den TEM-Einbettungen für die Hanffaserbündel zu beobachten war. Zu beachten ist bei der mechanischen Bearbeitung der Proben die Entstehung von Schnittartefakten auf der Oberfläche. Die Betrachtung dieser Oberfläche kann zu Fehlinterpretationen führen, da diese nicht Aufschluss darüber gibt, ob die tatsächliche Struktur der Probe zu erkennen ist. Auch ist durch das Anlegen eines Vakuums in der Probenkammer des REM eine mögliche Schrumpfung der Fasern gegeben (Short, 1981), die im ESEM im Niedrigvakuum geringer ausfällt (Turkulin et al., 2005a,b).

Die Erzielung quantitativer Ergebnisse mit Hilfe der Elektronenmikroskopie ist aufgrund der aufgenommenen Topographie der Probe immer mit Ungenauigkeiten behaftet, wenn es um nicht planare Oberflächen oder Strukturen geht. Für die qualitative Analyse hingegen ist die Elektronenmikroskopie bestens geeignet, da die Auflösung und Schärfe weit über den Möglichkeiten der Tomographie liegt und eine einfache Vorgehensweise möglich ist. Eine Vorgehen, wie beispielsweise bei Aronsson (2002) mit Hilfe vieler aneinander gefügter Ultramikrotom-schnitte eine dreidimensionale Struktur zu erzeugen, erscheint unverhältnismäßig und wird durch die Bildung von Schnittartefakten möglicherweise nur beschränkt brauchbar. Hier kommen die Vorteile der zerstörungsfreien Aufnahme von dreidimensionalen Strukturen mit Hilfe der Mikrotomographie zum Tragen, die durch die verschiedenen Möglichkeiten der Darstellung das Verständnis für die Struktur-zusammenhänge verbessert. Zu beachten ist dabei jedoch auch eine geringfügige Verzerrung der Bilder, die durch das Zusammenfügen der einzelnen Projektionen zu einem 3D-Volumen entstehen können.

In Hinblick auf die Beeinträchtigung der Probe durch die Präparation zeigt die Mikrotomographie ihre Stärke, da an den gewonnenen Volumendaten virtuelle Schnitte in beliebiger Richtung durch unzerstörte und unbearbeitete Bereiche der Probe geführt werden können. Die in diesem Zusammenhang auftretende Frage der Schädigung der Proben durch die Synchrotronstrahlung, die über mehrere Stunden auf die Probe einwirkt, kann für das im Rahmen dieser Arbeit verwendete Material vernachlässigt werden. Vergleichbare Fragestellungen zur Strahlenbelastung, die von Kölln (2004) für Holzfasern bei Röntgenstreuungsexperimenten

im Synchrotron bewertet wurden, zeigten, dass keine signifikante Schädigung der Proben feststellbar war.

Der Untersuchungsaufwand der vorgestellten REM-, TEM-, ESEM- und  $\mu$ CT-Methoden zeigt erhebliche Unterschiede bei der Probenpräparation. Während für die Arbeiten mit dem ESEM unbedampfte Proben verwendet werden können, sind für das REM bedampfte Proben notwendig. Die Herstellung der Proben für die  $\mu$ CT-Untersuchungen unterliegt ebenso wie beim ESEM lediglich einer Anpassung der Geometrie an die notwendigen Abmessungen in der Apparatur. Am aufwändigsten sind die Proben für das TEM herzustellen, da hier Ultradünnschnitte aus in Epoxidharz eingebetteten Proben herzustellen sind.

Die Untersuchungsdauer ist bei den elektronenmikroskopischen Verfahren weitgehend identisch, und die Untersuchung kann rationell durchgeführt werden. Lediglich die  $\mu$ CT-Aufnahmen erfordern einen hohen Zeitaufwand, um eine vollständige Probe aufzunehmen. Ähnlich verhält es sich mit der Datenauswertung, die bei der Mikrotomographie ausschließlich rechnergestützt möglich ist und hohes Fachwissen erfordert. Die Datenaufnahme und Auswertung der in der Regel über digitale Verfahren gewonnenen Bilder der REM, TEM und ESEM-Untersuchungen gestaltet sich deutlich einfacher, da die Ergebnisse zweidimensionaler Natur sind und meist sofort vorliegen.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass qualitative Aussagen über Strukturdetails mit elektronenmikroskopischen Verfahren getroffen werden können. Der Einsatz tomographischer Verfahren bringt Aufschluss über dreidimensionale Strukturen, die qualitativer als auch quantitativer Natur sein können. Ein höherer Untersuchungsaufwand sollte daher nicht gescheut werden, um nachvollziehbare und auswertbare Ergebnisse zu erzielen. Die Qualität der Auswertung hängt jedoch zum größten Teil mit der Auflösung der jeweiligen Methode zusammen. Die Auflösung sollte daher immer deutlich höher sein, als das kleinste zu beobachtende Detail. Im Fall dieser Arbeit war die Auflösung der  $\mu$ CT-Aufnahmen von 2,3  $\mu\text{m}$  sehr nah an der Dicke der Zellwand, die zwischen 3  $\mu\text{m}$  und 10  $\mu\text{m}$  lag.

### **Aufbereitung und Analyse der Tomographiedaten**

Die hier vorgestellten Aufnahmen sind an der unteren Grenze der Auflösung der Tomographieeinrichtung der GKSS entstanden und verdeutlichen das Potential, das in der Nutzung dieser Methode zur Strukturbetrachtung und -auswertung liegt. Die gewonnenen Tomographiedaten enthalten bereits viele Strukturinformationen, die ausgewertet werden können. Alles, was jedoch über eine rein qualitative Betrachtung hinausgeht, erfordert umfangreiche Bildanalyse-Methoden, um Strukturen zu segmentieren und analysieren zu können.

Die vorgestellten Ergebnisse verdeutlichen, dass dreidimensionale bildanalytische Methoden auf den Datensätzen anwendbar waren und brauchbare Ergebnis-

se lieferten. Eine visuelle Überprüfung der Ergebnisse an den Bilddaten bestätigte die korrekte Funktion der Algorithmen, auch wenn bei hohen Rohdichten aufgrund der Auflösung Einschränkungen in Kauf genommen werden mussten. Im Vergleich zu den Arbeiten von Groom et al. (1999) und Faessel et al. (2005) konnte gezeigt werden, dass die für diese Arbeit entwickelten Routinen automatisiert werden konnten und auch bei höheren Rohdichten funktionierten. Die Untersuchung von MDF-Faserstrukturen erscheint unter diesem Hintergrund besser und zuverlässiger möglich, als es bisherige Arbeiten zeigen konnten.

Die Visualisierung der Faserstrukturen war dabei nur ein Bestandteil der  $\mu$ CT-Arbeiten. Aus den Tomographiedaten konnten Informationen über die Anzahl der Fasern und Faserbündel gewonnen werden und deren Charakteristika ermittelt werden. Die Faserorientierung, die Faser-Faser-Kontakte, die freien Faseroberflächen und die Aufteilung der Subvolumina in Zellwandmaterial, Lumen und interzelluläre Hohlräume sind entscheidende Parameter, wenn es um die Modellierung eines dreidimensionalen Fasernetzwerkes geht. Diese Informationen ermöglichen nicht nur die Erstellung eines virtuellen Fasernetzwerkes, sondern sie ermöglichen auch die Simulation von mechanischen und thermischen Eigenschaften an diesen Daten. Die Optimierung bestehender Produktionsprozesse wird mit Hilfe dieser Simulationsmöglichkeiten noch weiter vorangetrieben werden können, als es mit reinen Laborversuchen möglich ist.

### **Klebstoffmarkierung und -verteilung**

Ein Teilaspekt der Arbeiten war die Untersuchung der Klebstoffverteilung auf der Faseroberfläche und der Klebverbindungen zwischen den Fasern mit Hilfe von Markersubstanzen. Diese Substanzen waren im Gegensatz zu Fluoreszenzfarbstoffen für lichtmikroskopische Anwendungen, wie z.B. bei Furuno et al. (1983), Murmanis et al. (1986b) und Grigsby et al. (2005) beschrieben, für den Einsatz bei Röntgenstrahlung ausgewählt worden, da sie eine hohe Absorption aufwiesen und die Verarbeitung unbedenklich war.

Die Möglichkeit, mit Hilfe der Rückstreuелеktronendetektion im ESEM und der Mikrotomographie diese Substanzen im Klebstoff sichtbar zu machen, zeigt, dass diese Methoden zur Beurteilung der Klebstoffverteilung einsetzbar sind. Die Mikrotomographie erscheint zwar aufgrund der derzeitigen Auflösung noch nicht den Anforderungen zu genügen, was aber mit einer fortschreitenden Verbesserung der Apparaturen möglich sein sollte, um eine vollständige dreidimensionale Auswertung zu bekommen.

Für die Betrachtung der Verteilung im REM und im TEM brachten die Markersubstanzen keine Vorteile. Ein geschulter Beobachter kann im REM Unterschiede zwischen unbeleimten und beleimten Oberflächen ausmachen, quantitative Aussagen sind z. T. jedoch nicht präzise möglich. Das TEM bietet hier eine bessere

Beurteilungsmöglichkeit, auch wenn nur sehr kleine Querschnittsbereiche einer Probe erfasst werden können.

Das ESEM ist hingegen sehr gut geeignet für die qualitative Beurteilung der Klebharzverteilung mit Hilfe von Markersubstanzen, da schnell und zuverlässig unbedampfte Proben bei verschiedenen Auflösungen untersucht werden können. Die Auflösung übertrifft lichtmikroskopische Systeme und ermöglicht detaillierte Aufnahmen. Eine quantitative Auswertung der Klebharzverteilung ist vorstellbar, jedoch muss hierbei auf die Topographie der Probe geachtet werden, die zu Verzerrungen in den Aufnahmen führt. Dies ist insbesondere für die hier untersuchten Holzfasern von Bedeutung, da bedingt durch die Fasergeometrie keine durchgehend flächigen Strukturen vorliegen.

Der Einsatz anderer hochabsorbierender Markersubstanzen, die sich im Gegensatz zum Bariumsulfat und zum Iopromid chemisch an das Klebharz binden, erscheint sinnvoll, um die Verteilung und vor allem auch die Eindringung in die Zellwand verfolgen zu können. Für die Verarbeitung müssen allerdings erhöhte Sicherheitsvorkehrungen getroffen werden, da diese Substanzen zum Teil gesundheitlich bedenklich sind.

## 7.2 Technologische Implikationen

### Nachweis der Beleimung

Für die Beurteilung der Qualität der Beleimung, sei es industriell durch Blowline- oder Trockenverfahren, oder im Labormaßstab durch Trommelbeleimung, sind einfache und zuverlässige Methoden notwendig, die eine schnelle Aussage erlauben. Die Betrachtung der mit Iod-Marker beleimten Fasern im ESEM liefert präzise Informationen über die Beleimung von Einzelfasern und Faserbündeln.

Die am Zentrum Holzwirtschaft beleimten Einzelfasern zeigten für das eingesetzte UF-Harz vor dem Verpressen eine flächige bis tröpfchenförmige Beleimung mit einer Bedeckung der Faser von ca. 50 %. Anhand der in Abschnitt 6.3.3.2 gezeigten Aufnahmen lässt sich ein Zusammenfließen mehrerer Klebharztröpfchen zu einer größeren Fläche vermuten. Teilweise sind noch einzelne Tropfen auf der Faseroberfläche zu erkennen. Eine Aussage zur Verteilung des Klebharzes durch die Bewegung und Reibung der Fasern in der Trommel kann anhand der Aufnahmen nicht getroffen werden. Diese Beobachtung steht möglicherweise im Zusammenhang mit der Dicke des Klebharzfilmes auf der Faseroberfläche, der nach den Untersuchungen im TEM im Bereich zwischen 50 nm bis 200 nm liegt. Es ist denkbar, dass der Film nicht dick genug ist, um wie bei der Beleimung von Spanmaterial durch abstreifende Bewegungen weiter verteilt zu werden. Die ho-

he Benetzung der Einzelfaser mit Klebharz kann bereits als ausreichend erachtet werden, um eine Bindung mit benachbarten Fasern eingehen zu können.

Anders sieht es hingegen bei den beleimten Faserbündeln aus, die ein ungünstigeres Längen- zu Oberflächenverhältnis aufweisen als die Einzelfasern. Die beobachtete Beleimung zeigt größtenteils Leimtropfen auf der Oberfläche, sowie kleine flächige Bereiche mit Klebharzauftrag. Die Leimtropfen haben die gleiche Größe wie auf den Einzelfasern, nur können diese aufgrund der geringen flächenbezogenen Menge auf der Faserbündeloberfläche nicht ineinander fließen. Die Wahrscheinlichkeit, dass diese Bereiche eine Klebeverbindung mit einer benachbarten Faser eingehen können, ist gering. Die Festigkeit einer möglichen Verbindung wäre aufgrund der geringen Beleimung nicht stabil. Zusätzlich sind auf den Faserbündeln kleine Bereiche erkennbar, auf denen das Klebharz flächig verteilt ist. Diese Bereiche können durch abstreifende Bewegungen der Faserbündel untereinander oder durch Kontakt mit der Trommelwand oder den Schaufeln entstanden sein.

Das Vorhandensein von Faserbündeln in der zu verpressenden Fasermatte stellt von der Beleimungsqualität her einen Schwachpunkt in der späteren Faserplatte dar, da sehr wahrscheinlich nur ungenügende Bindungen ausgebildet werden. Dieses Beispiel verdeutlicht sehr gut, dass die Visualisierung der Klebharzverteilung Schwächen aufzeigen und Optimierungspotential für die Faserbeleimung aufdecken kann.

### Versagen der Klebfuge

Bei der Untersuchung der Bruchflächen von Quersugproben im REM war festzustellen, dass ein Versagen der Klebeverbindungen nicht erkannt werden konnte. Die Versagensbereiche auf der Faseroberfläche lagen eindeutig im Bereich der äußeren Zellwandschichten und Reste der abgelösten Zellwandschichten fanden sich eingebettet in Klebharz auf der Oberfläche anderer Fasern.

Der Vergleich von Bruchflächen verschiedener Rohdichtebereiche zeigte ein einheitliches Bild. Die Messung der Quersugfestigkeit, die u. a. als Nachweis für die Verklebungsgüte einer Faserplatte herangezogen wird, kann unter diesem Hintergrund als eine Summe aus mehreren Faktoren betrachtet werden.

Es scheint, als wenn bereits die Auswahl des Fasermaterials und dessen Aufschluss einen großen Einfluss auf die Festigkeit der Faserplatte hat, da bei einem Versagen in der Zellwand anatomische Ursachen zu vermuten sind. Der Übergang zwischen der S1 und S2 bei *Pinus sylvestris* L. ist aufgrund der deutlichen Änderung der Fibrillenwinkel an dieser Grenzfläche als ein solcher Schwachpunkt anzusehen. Vorrangig sollte daher darauf geachtet werden, dass die Festigkeit der einzelnen Holzfasern durch die Aufbereitung nicht zu sehr geschwächt wird, da hierdurch die vorhandene mechanische Festigkeit weiter verringert wird.

Als ein weiterer Aspekt kann die Klebharzeindringung in die Faserwand vermutet werden, die eventuell zur Bildung einer Schwachstelle im Übergang zwischen imprägnierter Zellwand und nicht imprägnierter Zellwand beitragen kann. Zusätzlich wäre hierbei auch noch der Pressdruck, der diesen Vorgang beeinflusst, sowie die Ermittlung einer optimalen Filmdicke für die Festigkeit der Klebeverbindung zwischen zwei Fasern zu berücksichtigen.

Die visuelle Betrachtung der Bruchflächen liefert hier Ansätze und Diskussionsgrundlagen für weitere Untersuchungen, um eine Korrelation zwischen den mechanischen Festigkeiten der Platte und ihrer Mikrostruktur zu finden.

### **Unterscheidung von Einzelfasern und Faserbündeln**

Die Unterscheidung von Einzelfasern und Faserbündeln erscheint unter dem Gesichtspunkt der mechanischen Festigkeiten der Platte von nicht unerheblicher Bedeutung zu sein. Mataka in Jayne (1972) wies durch seine Versuche nach, dass Faserbündel aufgrund ihrer Größe einen Schwachpunkt in der Platte darstellen. Die Festigkeiten von Platten, die ausschließlich aus Einzelfasern hergestellt wurden, waren höher als die aus Einzelfasern und Faserbündeln bestehenden Platten.

In den REM-Aufnahmen, die im Rahmen dieser Arbeit untersucht wurden, waren Einzelfasern und Faserbündel nur teilweise zu unterscheiden. Die bildanalytische Auswertung der  $\mu$ CT-Aufnahmen lieferte aber gute Aussagen über das Vorkommen von Faserbündeln in den Subvolumina. Anhand der visuellen Betrachtung der Faserstrukturen in Proben unterschiedlicher Rohdichte war erkennbar, dass um die Faserbündel herum größere Hohlräume entstanden waren. Die Faserbündel waren durch den Pressvorgang nicht vollständig kollabiert, so dass sie noch als solche identifiziert werden konnten. Die umgebenden Hohlräume verhindern einen engen Kontakt mit den benachbarten Einzelfasern, was die Fähigkeit zur Ausbildung von Bindungen zusätzlich zur schlechten Beleimung der Faserbündeloberfläche (siehe oben) vermindert.

Aufgrund der schlechteren Beleimung und ihrer Steifigkeit scheinen Faserbündel für die Herstellung von MDF eine nachteilige Auswirkung zu haben. Bei der Entwicklung von sehr leichten Plattenwerkstoffen mit niedrigen Rohdichten könnten sich die Faserbündel hingegen aufgrund ihrer Steifigkeit positiv auf die Stabilität der Fasermatte auswirken.

### **Innere Strukturen von Faserplatten**

Die durchgeführte Aufteilung der Subvolumina in Zellwandmaterial, Lumen und interzelluläre Hohlräume für verschiedene Rohdichten ermöglicht eine Beurteilung der inneren Struktur in Hinblick auf den Stoff- und Gastransport während des Heißpressens.

Von besonderem Interesse sind hierbei die Auswertungen der Proben mit höheren Rohdichten, da sich dort das Verhältnis zwischen interzellulären Hohlräumen und Lumen umkehrt. Trotz bestehender Ungenauigkeiten in der Zuordnung durch die Segmentierung sind, aufsummiert über das Volumen, ab einer Dichte von ca.  $1.000 \text{ kg/m}^3$  mehr verbliebene Hohlräume innerhalb der Fasern vorhanden als außerhalb. Diese wirken sich nicht mehr auf die Permeabilität der Platte aus, obwohl noch eingeschlossene Luft in der Platte nachzuweisen ist.

Die Möglichkeit, aus den Tomographiedaten Informationen zur Größe der inneren Oberfläche der Fasern zu bekommen, ist insbesondere für die Verringerung der Quellungs- und Schwindungsvorgänge der Fasern von Interesse. Bei der Berücksichtigung der freien Faseroberflächen zu interzellulären Hohlräumen kann daher die Beleimung der Oberfläche von Bedeutung sein. Ein Beleimgrad von ca. 50 % in Verbindung mit einem dünnen Klebharzfilm könnte sich durch eine hydrophobierende Wirkung positiv auf die Feuchteaufnahme und -abgabe auswirken. Die Auswirkungen dieses möglichen Effektes wurden bislang noch nicht untersucht.

## 8 Ausblick

Für weiterführende Untersuchungen bietet diese Arbeit vielversprechende Ansätze, um umfassende Betrachtungen und Auswertungen von Faserstrukturen durchführen zu können. Die Weiterentwicklung der Mikroskopie- und Tomographieapparaturen wird die Genauigkeit der hier vorgestellten Untersuchungen verbessern und neue Analysemethoden bieten können.

Berücksichtigt man die derzeitigen Möglichkeiten der Mikrotomographie und die bisher nur statisch betrachteten Proben, so sind Methoden und Apparaturen denkbar, die das Deformationsverhalten einer Faserplatte während der Heißpressens oder auch einer einzelnen Plattenprobe während mechanischer Belastung ermöglichen. Die augenblicklich noch sehr langen Aufnahmezeiten von mehreren Stunden für ein vollständiges 3D-Volumen können mit der Einführung schnellerer Systeme verschiedene dynamische Versuche ermöglichen, die mehr Aufschluss über die Versagenscharakteristik von Faserwerkstoffen geben könnten. Vorversuche im Bereich keramischer und metallischer Werkstoffe werden bereits durchgeführt, für Naturfaserwerkstoffe mit ihrem für die Tomographie ungünstigen rheologischen Verhalten (z. B. langanhaltende Kriechvorgänge und Dimensionsänderungen durch Feuchteaufnahme und -abgabe) sind sie augenblicklich noch nicht sinnvoll anwendbar.

Unberücksichtigt dessen kann auch ohne die Entwicklung neuer Apparaturen an den bereits vorhandenen Datensätzen mit neuen Bildanalysemethoden eine weitere Auswertung erfolgen, die die Genauigkeit der hier vorgestellten Verfahren übertreffen kann. Die im Rahmen dieser Fragestellungen zu entwickelnden Algorithmen könnten beispielsweise auch in der Medizin zum Einsatz kommen, um beispielsweise Gefäßstrukturen verfolgen zu können. Neue Algorithmen könnten für die Faserstrukturanalyse eingesetzt werden, um beispielsweise die Segmentierung zu verbessern oder Faserfragmente zu einer vollständigen Faser zusammensetzen. Die Bildanalyse selbst bietet ein hohes Potential, um noch mehr Informationen aus den 3D-Daten zu extrahieren und eine Vielzahl an bislang ungenutzten Optionen könnte zur Verbesserung der Auswertung verwendet werden.

Interessante Möglichkeiten bieten sich auch bei der Detektierung und Auswertung der dreidimensionalen Klebharzverteilung auf der Faseroberfläche, sowie einer tiefergehenden Untersuchung der Oberflächenstruktur der verschiedenen Fasertypen. Der Entwicklung der Nanotomographie sowie verbesserter Methoden zur Untersuchung der Nanostruktur kommt hierbei eine große Bedeutung zu.

Die Identifizierung des Klebharzes und eine quantitative Auswertung der Verteilung ermöglicht eine Optimierung der Beileimvorgänge, die nicht nur von hohem akademischen Interesse sondern auch von wirtschaftlichem Interesse sind. In Verbindung mit der Untersuchung der Oberflächenstruktur wäre es möglich, exakt abgestimmte Klebharz-Faser-Kombinationen zu entwickeln, die bei minimaler Beileimung bereits hohe Festigkeiten bieten.

Ein unberücksichtigter Aspekt in dieser Arbeit ist in diesem Zusammenhang die chemische Untersuchung der Fasern sowie der Einsatz von Additiven zur Verbesserung der Festigkeiten. Die Fragestellungen, die sich dabei u. a. aus den beobachteten Bruchflächen der Quersugproben ergaben, sind zu umfangreich, als dass sie in dieser Arbeit hätten bearbeitet werden können. Eine gezielte Untersuchung der Klebharzeindringung in die Zellwand und die Aushärtung unter verschiedenen Drücken und Temperaturen erscheint vielversprechend.

In Verbindung mit den gewonnenen Strukturinformationen und der Klebharzverteilung ist die Entwicklung von sehr wirklichkeitsnahen virtuellen dreidimensionalen Fasernetzwerken denkbar, an denen verschiedene physikalische Vorgänge simuliert werden können. Die Abbildung von realen Fasernetzwerken erlaubt eine rechnergestützte Auswertung hinsichtlich der zu erwartenden Eigenschaften, die ohne aufwändige Laborversuche vorab überprüft werden können. Für die Zukunft der Holzwerkstoffforschung erscheint dieser Ansatz sehr chancenreich.

# Abbildungsverzeichnis

2.1	Ausgewählte Strukturmerkmale von Holz, Faserpflanzen und Faserwerkstoffen . . . . .	14
2.2	Einteilung von Holzwerkstoffen mit Fasercharakter . . . . .	16
2.3	Einteilung der Naturfasern . . . . .	18
2.4	FAO Weltproduktion Nicht-Holz-Naturfasern 1961-2005 . . . . .	19
2.5	Anatomischer Aufbau von Nadelholz . . . . .	21
2.6	Hanf - Anatomischer Aufbau . . . . .	22
2.7	Kenaf - Anatomischer Aufbau . . . . .	24
2.8	Kenaf - Bastfasern . . . . .	25
2.9	Sisal - Anatomischer Aufbau . . . . .	27
2.10	Sisal - Gewebe . . . . .	28
4.1	Kenaf-Rohmaterial . . . . .	47
4.2	Pressprogramm Siempelkamp-Pressen und IPATES . . . . .	50
4.3	$\mu$ CT Schnitte von Vorversuchs-MDF mit Barium- und Iod-Markern . . . . .	53
4.4	Strukturformel von Iopromid . . . . .	54
4.5	Varianten Kenaf-Faserplatten . . . . .	58
5.1	Schema der Mikrotomographieeinrichtung . . . . .	66
5.2	MDF-Probe mit Probenhalter . . . . .	69
5.3	Beispielhafte 3D-Darstellung eines MDF-Volumens mit ausgewählten Subvolumina . . . . .	72
5.4	Flussbild zur Datenaufbereitung . . . . .	73
5.5	Segmentierung der Subvolumina am Beispiel MDF 300 . . . . .	75
5.6	Segmentierung von Fasern und Faserfragmenten . . . . .	76
5.7	Schnittplan Probenplatten . . . . .	80
6.1	MDF-Holzfasern Längs- und Querschnitt . . . . .	89
6.2	REM-Aufnahmen charakteristischer Holzfasern . . . . .	90
6.3	TEM-Querschnitte Holzfasern . . . . .	91
6.4	Hanf Längs- und Querschnitt . . . . .	93
6.5	TEM-Querschnitte Hanf . . . . .	95
6.6	Kenaf Längs- und Querschnitt . . . . .	97

## Abbildungsverzeichnis

---

6.7	TEM-Querschnitte Kenaf . . . . .	98
6.8	Sisal Längs- und Querschnitt . . . . .	100
6.9	TEM-Querschnitte Sisal . . . . .	101
6.10	3D-Volumen MDF 300 mit Ausschnitten der REM- und Tomographieaufnahmen . . . . .	102
6.11	Vergleich MDF-Proben REM und $\mu$ CT . . . . .	103
6.12	Vergleich gemischte Faserplatten-Proben REM und $\mu$ CT . . . . .	105
6.13	$\mu$ CT-Aufnahme MDF-S und MDF-H . . . . .	106
6.14	MDF-H Schnittartefakt . . . . .	107
6.15	$\mu$ CT-Aufnahme VS (100 % Sisal) . . . . .	108
6.16	REM-Aufnahmen Oberflächen MDF 300 bis MDF 1000 . . . . .	110
6.17	REM-Aufnahme Oberfläche Industrie MDF . . . . .	111
6.18	REM-Aufnahmen der Oberflächen MDF-S, MDF-H, VS (100 % Sisal), Kenaf 90° . . . . .	112
6.19	MDF-S und VS (100 % Sisal) Probenvolumen mit hochabsorbierenden Bereichen . . . . .	114
6.20	ESEM-Aufnahme Sisalfaserbündel mit Einlagerungen . . . . .	115
6.21	Beispiel-Histogramm . . . . .	116
6.22	3D-Darstellung MDF 300 . . . . .	118
6.23	3D-Darstellung MDF 500 . . . . .	119
6.24	3D-Darstellung MDF 800 . . . . .	120
6.25	3D-Darstellung MDF 1000 . . . . .	121
6.26	3D-Darstellung Industrie MDF . . . . .	122
6.27	3D-Darstellung MDF-S . . . . .	123
6.28	3D-Darstellung MDF-H . . . . .	124
6.29	YZ-Querschnitt MDF 300 . . . . .	126
6.30	YZ-Querschnitt MDF 500 . . . . .	127
6.31	YZ-Querschnitt MDF 800 . . . . .	128
6.32	YZ-Querschnitt MDF 1000 . . . . .	129
6.33	YZ-Querschnitt Industrie MDF . . . . .	130
6.34	YZ-Querschnitt MDF-S . . . . .	131
6.35	YZ-Querschnitt MDF-H . . . . .	132
6.36	YZ-Querschnitt VS (100 % Sisal) . . . . .	133
6.37	YZ-Querschnitt Kenaf 90° . . . . .	133
6.38	Volumenanteile der 256 <sup>3</sup> Voxel Subvolumina MDF 300 bis MDF 1000 . . . . .	134
6.39	Einfluss der Auflösung bei der Segmentierung . . . . .	135
6.40	Vergleich Rohdichte Raytest/Voxelcount für die Subvolumina . . . . .	139
6.41	Funktionsweise Marching-Cubes-Algorithmus . . . . .	140
6.42	Oberflächen der 256 <sup>3</sup> Voxel Subvolumina MDF 300 bis MDF 1000 . . . . .	141
6.43	Freie Faseroberfläche in cm <sup>2</sup> /cm <sup>3</sup> für verschiedene MDF-Rohdichten . . . . .	142
6.44	Darstellung individuell markierter Fasern . . . . .	146
6.45	Darstellung benachbarter Fasern . . . . .	147

6.46	Faserorientierung für die MDF 256 <sup>3</sup> Voxel und 512 Voxel × 512 Voxel × 256 Voxel Subvolumina . . . . .	152
6.47	REM-Aufnahmen beleimter MDF Fasern und Faserbündel . . . . .	157
6.48	REM-Aufnahmen beleimter Nicht-Holz-Naturfasern . . . . .	159
6.49	TEM-Aufnahmen Klebeverbindungen MDF-Fasern . . . . .	161
6.50	TEM-Aufnahmen Klebeverbindungen Kenaf 90° Platte . . . . .	163
6.51	REM Barium Klebharzmarkierung . . . . .	165
6.52	ESEM MDF-Fasern mit Barium-Klebharzmarkierung . . . . .	166
6.53	TEM-Aufnahme der Bariumverteilung im Klebharz . . . . .	167
6.54	μCT Schnitte MDF 300 bis MDF 1000 mit Barium-Marker . . . . .	169
6.55	3D-MDF 300 Subvolumen mit Bariummarker . . . . .	170
6.56	REM Iod-Klebharzmarkierung . . . . .	173
6.57	ESEM MDF-Fasern mit Iod-Klebharzmarkierung . . . . .	174
6.58	EDX-Mapping-Spektrum Iod . . . . .	175
6.59	TEM-Aufnahme der Iodverteilung im Klebharz . . . . .	176
6.60	ESEM-Aufnahme Querschnittfläche MDF 300 Iod . . . . .	177
6.61	μCT Schnitte MDF 300 bis MDF 1000 mit Iod-Marker . . . . .	178
6.62	Rohdichtepprofile Laborplatten MDF 300 bis MDF 1000 inklusive Iod und Barium-Varianten . . . . .	181
6.63	Rohdichtepprofile Industrie MDF, VS, MDF-S, MDF-H, Kenaf 90° . . . . .	182
6.64	Vergleich der Dichtepprofile aus den μCT-Daten und der Rohdichtepfilmmessung . . . . .	184
6.65	Querschnittfestigkeit MDF 300 bis MDF 1000 . . . . .	186
6.66	REM-Aufnahmen Versagensbereiche bei Querschnittproben MDF 300 bis MDF 1000 . . . . .	188
6.67	REM-Aufnahmen Querschnittproben MDF-S, MDF-H, VS und Kenaf 90° . . . . .	191
6.68	Biegefestigkeit MDF 300 bis MDF 1000 . . . . .	192
6.69	Biege-E-Modul MDF 300 bis MDF 1000 . . . . .	193
6.70	REM-Aufnahmen Versagensbereich Biegeproben MDF 300 bis MDF 1000 . . . . .	194
6.71	REM-Aufnahme Versagensbereich Biegeprüfung Industrie MDF . . . . .	195
6.72	REM-Aufnahmen Versagensbereich Biegeproben MDF-S, MDF-H, VS und Kenaf 90° . . . . .	197
6.73	Quellung MDF 300 bis MDF 1000 . . . . .	198
6.74	Simulierte Permeabilität in X- und Y-Richtung (Plattenebene) . . . . .	200
6.75	Simulierte Wärmeleitfähigkeit in X-, Y- und Z-Richtung . . . . .	202

# Tabellenverzeichnis

2.1	FAO Faserplattenproduktion 2004 . . . . .	15
2.2	Hanf - Einzelfasergrößenverteilung . . . . .	23
2.3	Hanffaser - Chemische Zusammensetzung . . . . .	23
2.4	Kenaf - Einzelfasergrößen . . . . .	25
2.5	Kenaf - Chemische Zusammensetzung . . . . .	26
2.6	Sisal - Einzelfasergrößenverteilung . . . . .	29
2.7	Sisal - Chemische Zusammensetzung . . . . .	29
4.1	Faserlängenverteilung der Holzfasern . . . . .	46
4.2	Faserbreitenverteilung der Holzfasern . . . . .	46
4.3	Hanf - Faserbündelgrößen . . . . .	47
4.4	Sisal - Faserbündelgrößen . . . . .	48
4.5	Übersicht MDF-Proben . . . . .	49
4.6	Übersicht MDF-Proben mit Nicht-Holz-Naturfaseranteil . . . . .	56
5.1	Parameter der Mikrotomographie-Scans am Messplatz BW2 (2005)	70
5.2	Parameter der Mikrotomographie-Scans am Messplatz BW2 (2006)	71
6.1	Vergleich Rohdichteberechnung der $256^3$ Voxel Subvolumina der MDF-Proben . . . . .	137
6.2	Vergleich Rohdichteberechnung der $512 \text{ Voxel} \times 512 \text{ Voxel} \times 256 \text{ Voxel}$ Subvolumina der MDF-Proben . . . . .	138
6.3	Auflistung Anzahl Fasern und Faserbündel der MDF $256^3$ Voxel Subvolumina . . . . .	144
6.4	Auflistung Anzahl Fasern und Faserbündel der MDF $512 \text{ Voxel} \times 512 \text{ Voxel} \times 256 \text{ Voxel}$ Subvolumina . . . . .	145
6.5	Auflistung Faserkontakte und Kontaktflächen für Faser Nr. 45 des $256^3$ Voxel Subvolumens „ZS1“ der MDF 300 . . . . .	148
6.6	Auflistung Faserkontakte und Kontaktflächen $256^3$ Voxel Subvolumina . . . . .	149
6.7	Auflistung Faserkontakte und Kontaktflächen $512 \text{ Voxel} \times 512 \text{ Voxel} \times 256 \text{ Voxel}$ Subvolumina . . . . .	150
6.8	Faserorientierung für die MDF $256^3$ Voxel Subvolumina . . . . .	153

## *Tabellenverzeichnis*

---

6.9	Faserorientierung für die MDF 512 Voxel × 512 Voxel × 256 Voxel Subvolumina . . . . .	153
6.10	Bariumanteil auf der Faseroberfläche in den Subvolumina der Pro- ben MDF 300 bis MDF 1000 . . . . .	171
6.11	Charakteristische Werte Rohdichteprofile MDF . . . . .	183

# Normenverzeichnis

- [ISO 16 978 2003] Norm ISO 16 978, 2003. *Holzwerkstoffe - Bestimmung des Biege-Elastizitätsmoduls und der Biegefestigkeit*
- [ISO 16 983 2003] Norm ISO 16 983, 2003. *Holzwerkstoffe - Bestimmung der Dickenquellung nach Wasserlagerung*
- [ISO 16 984 2003] Norm ISO 16 984, 2003. *Holzwerkstoffe - Bestimmung der Zugfestigkeit senkrecht zur Plattenebene*
- [JIS A 5905 2003] Norm JIS A 5905, 2003. *Fiberboards*

# Literaturverzeichnis

- [Allem 1998] ALLEM, R.: Characterization of Paper Coatings by Scanning Electron Microscopy and Image Analysis. In: *Journal of Pulp and Paper Science* 24 (1998), Nr. 10, S. 329–336
- [Antoine et al. 2002] ANTOINE, Christine ; NYGÅRD, Per ; GREGERSEN, Øyvind ; HOLMSTAD, Rune ; WEITKAMP, Timm ; RAU, Christoph: 3D images of paper obtained by phase-contrast X-ray microtomography: image quality and binarisation. In: *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research: Section A* 490 (2002), Nr. 1-2, S. 392–402
- [Aronsson 2002] ARONSSON, Matthias: *On 3D Fibre Measurements of Digitized Paper*. Centre for Image Analysis, Swedish University of Agricultural Sciences, Uppsala, Schweden, Dissertation, 2002
- [Bache-Wiig und Henden 2005] BACHE-WIIG, Jens ; HENDEN, Per C.: *Individual fiber segmentation of three-dimensional microtomograms of paper and fiber-reinforced composite materials*. Department of Computer and Information Science, Norwegian University of Science and Technology, Trondheim, Norwegen, Master thesis, 2005
- [Beck 1990] BECK, A.: *Original - Fälschung? Bildgebende Verfahren bei der Diagnostik von Kunstwerken*. Konstanz : Schnetztor Verlag GmbH, 1990
- [Beckmann 1998] BECKMANN, Felix: *Entwicklung, Aufbau und Anwendung eines Verfahrens der Phasenkontrast-Mikrotomographie mit Röntgen-Synchrotronstrahlung*. Fachbereich Physik, Universität Dortmund, Dissertation, 1998
- [Bernhardt et al. 2004] BERNHARDT, R. ; SCHARNWEBER, D. ; MÜLLER, B. ; THURNER, P. ; SCHLIEPHAKE, H. ; WYSS, P. ; BECKMANN, F. ; GOEBBELS, J. ; WORCH, H.: Comparison of microfocus- and synchrotron x-ray tomography for the analysis of osteointegration around Ti6Al4V-Implants. In: *European Cells and Materials Journal* 7 (2004), S. 42–51

- [Burgert et al. 2005] BURGERT, Ingo ; FRÜHMANN, Klaus ; KECKES, Jozef ; FRATZL, Peter ; STANZL-TSCHEGG, Stefanie: Properties of chemically and mechanically isolated fibres of spruce (*Picea abies* [L.] Karst.). Part 2: Twisting phenomena. In: *Holzforschung* 59 (2005), Nr. 2, S. 247–251
- [Butterfield et al. 1992] BUTTERFIELD, Brian ; CHAPMAN, Kelvin ; CHRISTIE, Lachlan ; DICKSON, Alan: Ultrastructural characteristics of failure surfaces in medium density fiberboard. In: *Forest Products Journal* 42 (1992), Nr. 6, S. 55–60
- [Côté und Hanna 1983] CÔTÉ, W. A. ; HANNA, R. B.: Ultrastructural characteristics of wood fracture surfaces. In: *Wood and Fiber Science* 15 (1983), Nr. 2, S. 135–163
- [Dai und Steiner 1994a] DAI, C. ; STEINER, P.R.: Spatial Structure of Wood Composites in Relation to Processing and Performance Characteristics. Part 2: Modelling and Simulation of a Randomly-Formed Flake Layer Network. In: *Wood Science and Technology* 28 (1994a), Nr. 2, S. 135–146
- [Dai und Steiner 1994b] DAI, C. ; STEINER, P.R.: Spatial Structure of Wood Composites in Relation to Processing and Performance Characteristics. Part 3: Modelling the Formation of Multi-Layered Randomly Flake Mats. In: *Wood Science and Technology* 28 (1994b), Nr. 3, S. 229–239
- [Deppe und Ernst 1996] DEPPE, Hans-Joachim ; ERNST, Kurt: *MDF - Mitteldichte Faserplatten*. Leinfelden-Echterdingen : DRW-Verlag Weinbrenner GmbH&Co., 1996
- [Donald 2003] DONALD, Athene M.: The use of environmental scanning electron microscopy for imaging wet and insulating materials. In: *Nature Materials* 2 (2003), Nr. 8, S. 511–516
- [Donaldson 1995] DONALDSON, L.A.: Cell wall fracture properties in relation to lignin distribution and cell dimensions among three genetic groups of radiata pine. In: *Wood Science and Technology* 29 (1995), Nr. 1, S. 51–63
- [Donaldson und Lomax 1989] DONALDSON, L.A. ; LOMAX, T.D.: Adhesive/fibre interaction in medium density fibreboard. In: *Wood Science and Technology* 23 (1989), Nr. 4, S. 371–380
- [Donath et al. 2004] DONATH, T. ; BECKMANN, F. ; HEIJKANTS, R.G.J.C. ; BRUNKE, O. ; SCHREYER, A.: Characterization of polyurethane scaffolds using synchrotron radiation based computed microtomography. In: *Developments in X-Ray Tomography IV, Proceedings of SPIE Volume 5535*. Denver, Colorado, USA : SPIE, Bellingham, Washington, USA, 2.-6. August 2004, S. 775–782

- [Donath 2006] DONATH, Tilman: *Quantitative X-Ray Microtomography with Synchrotron Radiation*. Fakultät für Mathematik, Informatik und Naturwissenschaften, Department Physik, Universität Hamburg, Dissertation, 2006
- [Drube et al. 1995] DRUBE, W. ; SCHULTE-SCHREPPING, H. ; SCHMIDT, H.-G. ; TREUSCH, R. ; MATERLIK, G.: Design and performance of the high-flux/high-brightness X-ray wiggler beamline BW2 at HASYLAB. In: *Review of Scientific Instruments* 66 (1995), Nr. 2, S. 1668–1670
- [Dunky 2004] DUNKY, Manfred: Naturfaserwerkstoffe als High Tech-Werkstoffe der Zukunft: eine Einführung in diese neue Werkstoffgruppe. In: TEISCHINGER, Alfred (Hrsg.): *Lignovisionen Band 5: Naturfaserwerkstoffe*. Wien, Österreich : Institut für Holzforschung der Universität für Bodenkultur, 2004, S. 1–17
- [Dunky und Niemz 2002] DUNKY, Manfred ; NIEMZ, Peter: *Holzwerkstoffe und Leime - Technologie und Einflussfaktoren*. Berlin Heidelberg New York : Springer Verlag, 2002
- [Ekevad 2004] EKEVAD, Mats: Method to compute fiber directions in wood from computed tomography images. In: *Journal of Wood Science* 50 (2004), Nr. 1, S. 41–46
- [Faessel et al. 2005] FAESSEL, M. ; DELISÉE, C. ; BOS, F. ; CASTÉRA, P.: 3D modelling of random cellulosic fibrous networks based on X-ray tomography and image analysis. In: *Composites Science and Technology* 65 (2005), Nr. 13, S. 1931–1940
- [Faessel et al. 2003] FAESSEL, Matthieu ; DELISÉE, Christine ; LUX, Jérôme: On the microstructure and the 3D simulation of wood based fibrous insulators. In: *Proceedings of the Second International Conference of the European Society for Wood Materials*. Stockholm, Schweden : ESWM, 25.-28.Mai 2003, S. 207–212
- [FAO 2005] FAO: *FAOSTAT data*. 2005
- [Fengel und Wegener 1989] FENGEL, Dietrich ; WEGENER, Gerd: *Wood: chemistry, ultrastructure, reactions*. Berlin New York : Walter de Gruyter, 1989
- [Fischer 2003] FISCHER, Jens: *Mikrotomographie mit Synchrotronstrahlung: Gefäßdarstellung an biologischen Geweben*. Fachbereich Medizintechnik, Fachhochschule Münster, Diplomarbeit, 2003
- [Franck 2005] FRANCK, Robert R.: *Bast and other plant fibers*. Cambridge England : Woodhead Publishing Limited, 2005

- [Franke 1994] FRANKE, Gunther: *Nutzpflanzen der Tropen und Subtropen - Band 2: Spezieller Pflanzenbau: Getreide, Obst, Faserpflanzen*. Stuttgart : UTB für Wissenschaft, Ulmer Verlag, 1994
- [Furuno et al. 1983] FURUNO, T. ; HSE, C.-Y. ; CÔTÉ, W. A.: Observation of microscopic factors affecting strength and dimensional properties of hardwood flakeboard. In: *Proceedings 17th Washington State University International Symposium on Particleboard/Composite Materials*. Pullman, Washington, USA : Washington State University, 29.-31.März 1983, S. 297–312
- [Gillah et al. 2000] GILLAH, P. R. ; IRLE, M. A. ; AMARTEY, S. A.: Development and production of laboratory scale novel MDF panels from composite and non-woven mattresses of sisal and wood fibre mixtures. In: *Holz als Roh- und Werkstoff* 58 (2000), S. 324–330
- [Gillah 2000] GILLAH, Peter R.: *The Influence of Novel Forming Techniques on the Properties of Medium Density Fibreboard*. Forest Products Research Centre, Faculty of Technology, Buckinghamshire Chilterns University College, High Wycombe, UK, Brunel University, Dissertation, 2000
- [Goel et al. 2001] GOEL, Amit ; TZANAKAKIS, Manolis ; HUANG, Shuiyuan ; RAMASWAMY, Shri ; CHOI, Doeung ; RAMARAO, Bandaru V.: Characterization of three-dimensional structure of paper using X-ray microtomography. In: *TAPPI Journal* 84 (2001), Nr. 5, S. 72
- [Grigsby et al. 2005] GRIGSBY, Warren J. ; THUMM, Armin ; KAMKE, Frederick A.: Determination of resin distribution and coverage in MDF by fiber staining. In: *Wood and Fiber Science* 37 (2005), Nr. 2, S. 258–269
- [Groom et al. 1999] GROOM, Les ; MOTT, Laurence ; SHALER, Stephen M.: Relationship between Fiber Furnish Properties and the Structural Performance of MDF. In: *Proceedings of the 33rd International Particleboard/Composite Materials Symposium*. Pullman, Washington, USA : Washington State University, 13.-15.April 1999, S. 89–100
- [von Haas 1998] HAAS, Gernot von: *Untersuchungen zur Heißpressung von Holzwerkstoffmatten unter besonderer Berücksichtigung des Verdichtungsverhaltens, der Permeabilität, der Temperaturleitfähigkeit und der Sorptionsgeschwindigkeit*. Department Biologie, Zentrum Holzwirtschaft, Universität Hamburg, Dissertation, 1998
- [Han et al. 1999] HAN, James S. ; MINANOWSKI, Theodore ; LIN, Yi yu: Validity of plant fiber length measurement - a review of fiber length measurement based on Kenaf as a model. In: *Kenaf Properties, Processing and Products, Chapter 14*. Mississippi, USA : Mississippi State University, 1999, S. 149–167

- [Heinemann 1999] HEINEMANN, Christian: *Methodische Untersuchungen zur Permeabilität von Holzwerkstoffmatten für Gas*. Department Biologie, Zentrum Holzwirtschaft, Universität Hamburg, Diplomarbeit, 1999
- [Holmstad 2004] HOLMSTAD, Rune: *Methods for paper structure characterisation by means of image analysis*. Faculty of Natural Sciences and Technology, Department of Chemical Engineering, Norwegian University of Science and Technology, Trondheim, Norwegen, Dissertation, 2004
- [Holmstad et al. 2005] HOLMSTAD, Rune ; GREGERSEN, Øyvind ; AALTOSALMI, Urpo ; KATAJA, Markku ; KOPONEN, Antti ; GOEL, Amit ; RAMASWAMY, Shri: Comparison of 3D structural characteristics of high and low resolution X-ray microtomographic images of paper. In: *Nordic Pulp and Paper Research Journal* 20 (2005), Nr. 3, S. 283–288
- [Illman und Dowd 1999] ILLMAN, Barbara ; DOWD, Betsy: High Resolution Microtomography for Density and Spatial Information about Wood Structures. In: *Proceedings of SPIE's 44th Annual Meeting and Exhibition: The International Symposium on Optical Science, Engineering and Instrumentation*. Denver, Colorado, USA : SPIE The International Society for Optical Engineering, 18.-23.Juli 1999, S. 7
- [Jayne 1972] JAYNE, Benjamin A.: *Theory and Design of Wood and Fiber Composite Materials*. New York, USA : Syracuse University Press, 1972
- [Jähne 2002] JÄHNE, B.: *Digitale Bildverarbeitung*. Berlin Heidelberg New York : Springer Verlag, 2002
- [Johnsen et al. 1995] JOHNSEN, P.O. ; SKINNARLAND, I. ; HELLE, T. ; HOUEN, P.J.: Distribution of Lignin and other Materials on Particle Surface in Mechanical Pulp. In: *Proceedings of the International Mechanical Pulping Conference*. Ottawa, Ontario, Canada : TAPPI, 12.-15.Juni 1995, S. 93–107
- [Kallmes und Bernier 1963] KALLMES, O. ; BERNIER, G.: The Structure of Paper IV. The Free Fiber Length of a Multiplanar Sheet. In: *TAPPI Journal* 46 (1963), Nr. 2, S. 108–114
- [Kallmes und Corte 1960] KALLMES, O. ; CORTE, H.: The Structure of Paper I. The Statistical Geometry of an Ideal Two Dimensional Fiber Network. In: *TAPPI Journal* 43 (1960), Nr. 9, S. 737–752
- [Kallmes et al. 1961] KALLMES, O. ; CORTE, H. ; BERNIER, G.: The Structure of Paper II. The Statistical Geometry of a Multiplanar Fiber Network. In: *TAPPI Journal* 44 (1961), Nr. 7, S. 519–528

- [Kallmes und Eckert 1964] KALLMES, O. ; ECKERT, C.: The Structure of Paper VII. The Application of the Relative Bonded Area Concept to Paper Evaluation. In: *TAPPI Journal* 47 (1964), Nr. 9, S. 540–548
- [Kamke et al. 2002] KAMKE, F. A. ; SCOTT, K. A. ; SMITH, R. E.: Measurement of resin distribution on MDF fiber: a mill trial. In: *Proceedings of the 6th Pacific Rim Bio-Based Composites Symposium*. Portland, Oregon, USA : Oregon State University, 10.-13.November 2002, S. 86–93
- [Kawai et al. 2004] KAWAI, Shuishi ; SUGAWARA, Ryo ; OHNISHI, Kenji ; OKUDAIRA, Yuzo ; ZHANG, Min: *Development of Kenaf Oriented Fiberboard - Effects of molecular weight of phenol formaldehyde resin on board properties*. Poster at 7th Pacific Rim Bio-Based Composites Symposium, Nanjing, China. 31.Oktober-2.November 2004
- [Kawai et al. 2002] KAWAI, Shuishi ; ZHANG, Min ; OKUDAIRA, Yuzo ; XU, Jianying ; WIDYORINI, Ragil ; HAN, Guan pin: Development of Kenaf Bast Fiberboard and Core Binderless Particleboard. In: *Proceedings of the 6th Pacific Rim Bio-Based Composites Symposium*. Portland, Oregon, USA : Oregon State University, 10.-13.November 2002, S. 129–134
- [Keylwerth 1969] KEYLWERTH, Rudolf: Praktische Untersuchungen zum Holzfeuchte-Gleichgewicht. In: *Holz als Roh- und Werkstoff* 27 (1969), Nr. 8, S. 285–290
- [Kölln 2004] KÖLLN, Klaas: *Morphologie und mechanische Eigenschaften von Zellulosefasern - Untersuchungen mit Röntgen- und Neutronenstreuung*. Mathematisch-Naturwissenschaftliche Fakultät, Christian-Albrechts-Universität, Kiel, Dissertation, 2004
- [Kollmann und Malmquist 1956] KOLLMANN, F. ; MALMQUIST, L.: Über die Wärmeleitfähigkeit von Holz und Holzwerkstoffen. In: *Holz als Roh- und Werkstoff* 14 (1956), Nr. 6, S. 201–204
- [Koran 1970] KORAN, Zoltan: Surface structure of thermomechanical pulp fibers studied by electron microscopy. In: *Wood and Fiber Science* 2 (1970), Nr. 3, S. 247–258
- [Kruse und Parameswaran 1978] KRUSE, J. ; PARAMESWARAN, N.: Mikrotechnologische Untersuchungen an Rindenplatten. In: *Holz als Roh- und Werkstoff* 36 (1978), S. 225–233
- [Latzke und Hesse 1988] LATZKE, Peter M. ; HESSE, Rolf: *Textile Fasern: Raster-elektronenmikroskopie der Chemie- und Naturfasern; Analysieren, Klassifizieren, Zitieren, Ordnen*. Frankfurt/Main : Deutscher Fachverlag GmbH, 1988

- [Loxton et al. 2003] LOXTON, Ceri ; THUMM, Armin ; GRIGSBY, Warren J. ; ADAMS, Tracey A. ; EDE, Richard M.: Resin distribution in medium density fiberboard. Quantification of UF resin distribution on blowline- and dry-blended MDF fiber and panels. In: *Wood and Fiber Science* 35 (2003), Nr. 3, S. 370–380
- [Lux et al. 2006b] LUX, J. ; AHMADI, A. ; GOBBÉ, C. ; DELISÉE, C.: Macroscopic thermal properties of real fibrous materials: Volume averaging method and 3D image analysis. In: *International Journal of Heat and Mass Transfer* 49 (2006b), Nr. 11-12, S. 1958–1973
- [Lux et al. 2006a] LUX, Jérôme ; DELISÉE, Christine ; THIBAUT, Xavier: 3D characterization of wood based fibrous materials: an application. In: *Image Analysis & Stereology* 25 (2006a), S. 25–35
- [Maire et al. 2001] MAIRE, Eric ; BUFFIÈRE, Jean-Ives ; SALVO, Luc ; BLANDIN, Jean J. ; LUDWIG, Wolfgang ; LÉTANG, Jean M.: On the Application of X-ray Microtomography in the Field of Materials Science. In: *Advanced Engineering Materials* 3 (2001), Nr. 8, S. 539–546
- [Maku 1954] MAKU, T.: Studies on the heat conduction in wood. In: *Wood Research Bulletin, Kyoto University, Japan* 13 (1954), S. 1–80
- [Martins et al. 2004] MARTINS, Maria A. ; KIYOHARA, Pedro K. ; JOEKES, Inés: Scanning Electron Microscopy Study of Raw and Chemically Modified Sisal Fibers. In: *Journal of Applied Polymer Science* 94 (2004), S. 2333–2340
- [Mielchen 2005] MIELCHEN, Larysa: *Evaluation von mediastinalen und hilären Lymphknoten mit der Multidetektor-Spiral-CT*. Medizinische Fakultät, Universität München, Dissertation, 2005
- [Müssig 2001] MÜSSIG, Jörg: *Untersuchung der Eignung heimischer Pflanzenfasern für die Herstellung von naturfaserverstärkten Duroplasten - vom Anbau zum Verbundwerkstoff*. Fortschritts-Berichte VDI Reihe 5 Nr. 630, Düsseldorf, Universität Bremen, Dissertation, 2001
- [Murmanis et al. 1986a] MURMANIS, Lidija ; MYERS, Gary C. ; YOUNGQUIST, John A.: Fluorescence microscopy of hardboards. In: *Wood and Fiber Science* 18 (1986a), Nr. 2, S. 212–219
- [Murmanis et al. 1986b] MURMANIS, Lidija ; YOUNGQUIST, John A. ; MYERS, Gary C.: Electron microscopy study on hardboards. In: *Wood and Fiber Science* 18 (1986b), Nr. 3, S. 369–375
- [Myers 1987] MYERS, Gary C.: Characterization of fiberboard pulp. In: *Forest Products Journal* 37 (1987), Nr. 2, S. 30–36

- [Nanko et al. 1989] NANKO, H. ; OHSAWA, J. ; OKAGAWA, A.: How to See Interfibre Bonding in Paper Sheets. In: *Journal of Pulp and Paper Science* 15 (1989), Nr. 1, S. J17–J22
- [Neagu et al. 2006] NEAGU, R. C. ; GAMSTEDT, E. K. ; LINDSTRÖM, M.: Characterization methods for elastic properties of wood fibers from mats for composite materials. In: *Wood and Fiber Science* 38 (2006), Nr. 1, S. 95–111
- [Niemz 1993] NIEMZ, Peter: *Physik des Holzes und der Holzwerkstoffe*. Leinfelden-Echterdingen : DRW-Verlag Weinbrenner GmbH&Co., 1993
- [Nilsen et al. 1998] NILSEN, N. ; ZABIHIAN, M. ; NISKANEN, K.: KCL-PAKKA: a tool for simulating paper properties. In: *TAPPI Journal* 81 (1998), Nr. 5, S. 163–166
- [Niskanen und Alava 1994] NISKANEN, K. J. ; ALAVA, M. J.: Planar random networks with flexible fibers. In: *Physical Review Letters* 73 (1994), Nr. 25, S. 3475–3478
- [Ohnishi et al. 2000] OHNISHI, Kenji ; OKUDAIRA, Yuzo ; ZHANG, Min ; KAWAI, Shuishi: Manufacture and properties of oriented medium density fiberboard from non-wood lignocellulosic fibers I: Development of a mechanical orientor and its application to manufacturing oriented fiberboard. In: *Mokuzai Gakkaishi* 46 (2000), Nr. 2, S. 115–124
- [Ohnishi et al. 2003] OHNISHI, Kenji ; UMEOKA, Kazunori ; OKUDAIRA, Yuzo ; ZHANG, Min ; KAWAI, Shuishi: Development of Kenaf Boards and Their Properties. In: *Proceedings of the International Kenaf Symposium*. Beijing, China : CCG International Inc., 19.-21. August 2003, S. 175–188
- [Okuda und Sato 2004] OKUDA, Nobuhisa ; SATO, Masatoshi: Manufacture and mechanical properties of binderless boards from kenaf core. In: *Journal of Wood Science* 50 (2004), Nr. 1, S. 53–61
- [Parameswaran und Himmelreich 1979] PARAMESWARAN, N. ; HIMMELREICH, M.: Mikrotechnologische Untersuchungen an Sulfitablauge-gebundenen Holzwerkstoffen. In: *Holz als Roh- und Werkstoff* 37 (1979), S. 57–64
- [Phillip 2005] PHILLIP, Karsten: *Flachgepresste Holz-Kunststoff-Verbundwerkstoffe*. Department Biologie, Zentrum Holzwirtschaft, Universität Hamburg, Diplomarbeit, 2005
- [Rance 1982] RANCE, Herbert F.: *Handbook of Paper Science: The science and technology of papermaking, paper, properties and paper usage, Volume 2: The structure and physical properties of paper*. Amsterdam, Niederlande : Elsevier Verlag, 1982

- [Roffael und Stobbe 1996] ROFFAEL, E. ; STOBBE, K.: *Light and electron microscopic investigations on fibreboards*. Poster at the 3rd EUROWOOD Symposium and 4th FESYP Technical Conference, Braunschweig. 1.-2.Oktober 1996
- [Roos 2000] ROOS, Tilmann: *Entwicklung einer Methode zur Bestimmung der Quertzugfestigkeit von Holzwerkstoffen*. Fachbereich Biologie, Universität Hamburg, Diplomarbeit, 2000
- [du Roscoat et al. 2005] ROSCOAT, S.R. du ; BLOCH, J.F. ; THIBAUT, X.: Synchrotron radiation microtomography applied to investigation of paper. In: *Journal of Physics D: Applied Physics* 38 (2005), Nr. 10A, S. A78–A84
- [Rothkamm et al. 2003] ROTHKAMM, Martin ; HANSEMANN, Wilfried ; BÖTTCHER, Peter: *Lackhandbuch Holz*. Leinfelden-Echterdingen : DRW-Verlag Weinbrenner GmbH&Co., 2003
- [Ruys et al. 2002] RUYS, D. ; CROSKY, A. ; EVANS, W. J.: Natural bast fibre structure. In: *International Journal of Materials & Product Technology* 17 (2002), Nr. 1-2, S. 2–10
- [Samuelsen et al. 2001] SAMUELSEN, E.J. ; GREGERSEN, O.W. ; HOUEN, P.J. ; HELLE, T. ; RAVEN, C. ; SNIGIREV, A.: Three-Dimensional Imaging of Paper by Use of Synchrotron X-Ray Microtomography. In: *Journal of Pulp and Paper Science* 27 (2001), Nr. 2, S. 50–53
- [Schnegelsberg 1999] SCHNEGELSBERG, Günter: *Handbuch der Faser: Theorie und Systematik der Faser*. Frankfurt am Main : Deutscher Fachverlag, 1999
- [Schulz et al. 2005] SCHULZ, Volker ; KEHRWALD, Dirk ; WIEGMANN, Andreas ; STEINER, Konrad: Flow, heat conductivity, and gas diffusion in partly saturated microstructures. In: *2. NAFEMS CFD Seminar: Simulation of Complex Flows*. Niedernhausen/Wiesbaden : NAFEMS, Grafing bei München, 25.-26.April 2005, S. 1–10
- [Sell und Zimmermann 1993] SELL, J. ; ZIMMERMANN, T.: *Das Gefüge der Zellwandschicht S2*. 1993. – Forschungs- und Arbeitsberichte, Bericht 115/28, EMPA, Zürich, Schweiz
- [Shaler et al. 1998] SHALER, S.M. ; KEANE, D. ; WANG, H. ; MOTT, L. ; LANDIS, E. ; HOLZMAN, L.: Microtomography of cellulosic structures. In: *TAPPI Proceedings of Product and Process Quality Conference*. Milwaukee, Wisconsin, USA : TAPPI, 18.-23.Oktober 1998, S. 89–96

- [Shaler 1997] SHALER, Stephen M.: Microtomography of wood composite microstructure. In: *Proceedings of the First European Panel Products Symposium*. Bangor, Grossbritannien : The BioComposites Centre, UWB, 9.-10.Oktober 1997, S. 28
- [Short 1981] SHORT, Paul H.: Scanning Electron Microscopy of -60/+80 Mesh Fiberboard Furnish. In: *Wood Science* 14 (1981), Nr. 1, S. 32–40
- [Singh et al. 2003] SINGH, Adya P. ; KIM, Yoon S. ; CHUNG, Gap C. ; PARK, Byung D. ; WONG, Andrew H.: TEM Examination of Surface Characteristics of Rubberwood (*Hevea brasiliensis*) HTMP Fibers. In: *Holzforschung* 57 (2003), Nr. 6, S. 579–584
- [Sintorn et al. 2005] SINTORN, Ida-Maria ; SVENSSON, Stina ; AXELSSON, Maria ; BORGEFORS, Gunilla: Segmentation of individual pores in 3D paper images. In: *Nordic Pulp and Paper Research Journal* 20 (2005), Nr. 3, S. 316–319
- [Soiné 1995] SOINÉ, Hansgert: *Holzwerkstoffe, Herstellung und Verarbeitung*. Leinfelden-Echterdingen : DRW-Verlag Weinbrenner GmbH&Co., 1995
- [Spurr 1969] SPURR, A.R.: A low-viscosity epoxy resin embedding medium for electron microscopy. In: *Journal of Ultrastructure Research* 26 (1969), S. 31–43
- [Stahl und Cramer 1998] STAHL, D. C. ; CRAMER, S. M.: A three-dimensional network model for a low density fibrous composite. In: *Journal of Engineering Materials and Technology* 120 (1998), Nr. 2, S. 126–130
- [Steppe et al. 2004] STEPPE, Kathy ; CNUUDE, Veerle ; GERAD, Catherine ; LEMEUR, Raoul ; CNUUDE, Jean-Pierre ; JACOBS, Patric: Use of X-ray computed microtomography for non-invasive determination of wood anatomical characteristics. In: *Journal of Structural Biology* 148 (2004), Nr. 1, S. 11–21
- [Sugimori und Lam 1999] SUGIMORI, Masatoshi ; LAM, Frank: Macro-void distribution analysis in strand-based wood composites using an X-ray computer tomography technique. In: *Journal of Wood Science* 45 (1999), Nr. 3, S. 254–257
- [Tan et al. 2006] TAN, J. C. ; ELLIOTT, J. A. ; CLYNE, T. W.: Analysis of Tomography Images of Bonded Fibre Networks to Measure Distributions of Fibre Segment Length and Fibre Orientation. In: *Advanced Engineering Materials* 8 (2006), Nr. 6, S. 495–500
- [Thömen et al. 2006] THÖMEN, H. ; HASELEIN, C. R. ; HUMPHREY, P. E.: Modeling the physical processes relevant during hot pressing of wood-based composites. Part II. Rheology. In: *Holz als Roh- und Werkstoff* 64 (2006), Nr. 2, S. 125–133

- [Thygesen und Hoffmeyer 2005] THYGESEN, Lisbeth G. ; HOFFMEYER, Preben: Image analysis for the quantification of dislocations in hemp fibres. In: *Industrial Crops and Products* 21 (2005), S. 173–184
- [Turkulin et al. 2005a] TURKULIN, Hrvoje ; HOLZER, Lorenz ; RICHTER, Klaus ; SELL, Juergen: Application of the ESEM technique in wood research: Part I. Optimization of imaging parameters and working conditions. In: *Wood and Fiber Science* 37 (2005a), Nr. 4, S. 552–564
- [Turkulin et al. 2005b] TURKULIN, Hrvoje ; HOLZER, Lorenz ; RICHTER, Klaus ; SELL, Juergen: Application of the ESEM technique in wood research: Part II. Comparison of operational modes. In: *Wood and Fiber Science* 37 (2005b), Nr. 4, S. 565–573
- [Ververis et al. 2004] VERVERIS, C. ; GEORGHIOU, K. ; CHRISTODOULAKIS, N. ; SANTAS, P. ; SANTAS, R.: Fiber dimensions, lignin and cellulose content of various plant materials and their suitability for paper production. In: *Industrial Crops and Products* 19 (2004), S. 245–254
- [Vetter et al. 2006] VETTER, L. D. ; CNUDDER, V. ; MASSCHAELE, B. ; JACOBS, P.J.S. ; ACKER, J. V.: Detection and distribution analysis of organosilicon compounds in wood by means of SEM-EDX and micro-CT. In: *Materials Characterization* 56 (2006), S. 39–48
- [Walbaum und Zak 1976] WALBAUM, H. H. ; ZAK, H.: Internal structure of paper and coatings in SEM cross sections. In: *TAPPI Journal* 59 (1976), Nr. 3, S. 102–105
- [Walther et al. 2006] WALTHER, T. ; TERZIC, K. ; DONATH, T. ; MEINE, H. ; BECKMANN, F. ; THÖMEN, H.: *Microstructural analysis of lignocellulosic fiber networks*. Developments in X-Ray Tomography V, Proceedings of SPIE Volume 6318, CID Nr. 631812. San Diego, Kalifornien, USA, 13.-17. August 2006
- [Wang und Shaler 1998] WANG, H. ; SHALER, S.M.: Computer-Simulated Three-Dimensional Microstructure of Wood Fibre Composite Materials. In: *Journal of Pulp and Paper Science* 24 (1998), Nr. 10, S. 314–319
- [Wang und Wang 2005] WANG, H. M. ; WANG, X.: Surface Morphologies and Internal Fine Structures of Bast Fibers. In: *Fibers and Polymers* 6 (2005), Nr. 1, S. 6–12
- [Wang 2000] WANG, Huaijun: *Creating Virtual Wood Particulate Composites*. Orono, Maine, USA, University of Maine, Dissertation, 2000

- [Weitkamp 2002] WEITKAMP, Timm: *Imaging and Tomography with High Resolution Using Coherent Hard Synchrotron Radiation*. Cuvillier Verlag, Göttingen, Universität Hamburg, Dissertation, 2002
- [Wieland et al. 2005] WIELAND, S. ; SHI, Bozhang ; PIZZI, A. ; PROPERZI, M. ; STAMPANONI, M. ; ABELA, R. ; LU, Xiaoning ; PICHELIN, F.: Vibration welding of wood: X-ray tomography, additives, radical concentration. In: *Forest Products Journal* 55 (2005), Nr. 1, S. 84–87
- [von Wiesner 1927] WIESNER, Julius von: *Die Rohstoffe des Pflanzenreichs, I. Band: Alkaloide bis Hefen*. Leipzig : Verlag von Wilhelm Engelmann, 1927
- [Wimmer et al. 2000] WIMMER, R.R. ; PAULUS, M. ; WINISTORFER, P. ; DOWNES, G.: Measuring strand-orientation in OSB by means of X-ray computed tomography. In: *Proceedings of the 5th Pacific Rim Bio-Based Composites Symposium*. Canberra, Australia : Department of Forestry, The Australian National University, 10.-13.Dezember 2000, S. 776
- [Xie et al. 2004] XIE, Yongqun ; FENG, Martin ; DENG, James: Quantification of UF and PF resins in MDF fiber with an X-ray fluorescence spectrometer. In: *Wood and Fiber Science* 36 (2004), Nr. 3, S. 337–343
- [Xu et al. 2004] XU, Jianying ; SUGAWARA, Ryo ; WIDYORINI, Ragil ; HAN, Guangping ; KAWAI, Shuichi: Manufacture and properties of low-density binderless particleboard from kenaf core. In: *Journal of Wood Science* 50 (2004), Nr. 1, S. 62–67
- [Xu et al. 2005] XU, Jianying ; WIDYORINI, Ragil ; KAWAI, Shuichi: Properties of kenaf core binderless particleboard reinforced with kenaf bast fiber-woven sheets. In: *Journal of Wood Science* 51 (2005), Nr. 4, S. 415–420
- [Youngquist et al. 1987] YOUNGQUIST, John A. ; MYERS, Gary C. ; MURMANIS, Lidija: Resin distribution in hardboard: Evaluated by internal bond strength and fluorescence microscopy. In: *Wood and Fiber Science* 19 (1987), Nr. 2, S. 215–224

# Danksagung . . .

Eine Doktorarbeit besteht immer aus vielen einzelnen Bausteinen, die erst im Gesamtzusammenhang ihre wahre Bedeutung erlangen. Am Ende einer solchen Arbeit steht man auf einem Berg an Daten und Informationen und beim Blick nach unten erkennt man erst dann, wie weit man eigentlich gekommen ist und was alles hinter einem liegt. Man hat viele Sackgassen und Irrwege zurückgelassen und aus dem Gewirr an Möglichkeiten eine Richtung ausgewählt, die zum Ziel geführt hat: immer bergauf, aber mit großen und beschwerlichen Steigungen und Gratwanderungen auf teilweise sehr schmalen Wegen. Würde ich diesen Weg noch einmal beschreiten wollen? Ich denke, es hängt von vielen Faktoren ab, ob eine Arbeit ein Erfolg wird oder auch nicht, deswegen möchte ich mich an dieser Stellen bei den vielen beteiligten Personen bedanken, die mich auf diesem Weg begleitet und unterstützt haben:

An erster Stelle bei meinem Doktorvater Professor Jörg Ressel und meinem Projektleiter Heiko Thömen, die mir alle Freiheiten und eine hohe Eigenverantwortung bei der Ausgestaltung der Arbeiten ließen und jederzeit für tiefgehende Diskussionen bereit waren. Des Weiteren danke ich auch Dr. habil. Manfred Dunky für die Übernahme des Koreferates und für die hohe Gesprächsbereitschaft und Kompetenz, was die Anfertigung der Dissertation anging.

Mein ganz besonderer Dank gehört der Arthur und Aenne-Feindt Stiftung aus Hamburg, die letztendlich durch die Bereitstellung eines Forschungsstipendiums diese Dissertation erst ermöglicht hat. Hier danke ich insbesondere dem Vorstand für die Großzügigkeit und das Interesse, das dem Projekt über die gesamte Laufzeit entgegengebracht wurde.

Großer Dank gebührt auch Uwe Schmitt und Tanja Potsch vom Institut für Holzbiologie, die die Mikroskopie-Arbeiten intensiv begleitet und unterstützt haben. Dazu kommen noch die Mitarbeiter der Holzphysik, im Speziellen Matthias Gruchot, Dörte Bielenberg, Ines Sauerteig und Steffi Warsow, die die mechanischen Untersuchungen begleitet haben. Ganz besonders muss ich mich dabei auch bei Daniel Tigges und Christian Lanvermann bedanken, die den Zuschnitt des Fasermaterials, die Plattenherstellung und die nächtlichen Tomographieuntersuchungen überstanden haben. Ohne Euren Einsatz wäre dies nicht möglich gewesen!

Bei der Außenstelle der GKSS am HASYLAB haben mich Felix Beckmann, Tilman Donath und Jens Fischer bei den Mikrotomographieuntersuchungen hervorragend unterstützt und standen mir zu jeder Zeit für Problemlösungen und neue Ideen zur Seite.

Ein nicht unerheblicher Teil der Arbeit wurde erst durch den Enthusiasmus von Kasim Terzic und Hans Meine von der Arbeitsgruppe Kognitive Systeme der Informatik bei der Aufbereitung der 3D-Datensätze möglich.

Als kompetenten Ansprechpartner am Max-Planck-Institut für Kolloid- und Grenzflächenforschung, Abteilung Biomaterialien, in Golm danke ich Ingo Burgert für die Bereitstellung seines Labors für die ESEM-Untersuchungen und seine Unterstützung bei der Richtungsfindung für diese Arbeit, sowie Michaela Eder für Ihre Kompetenz im Umgang mit dem ESEM.

In diesem Zusammenhang stehen auch Jörg Müssig und Gabriel Cescutti vom Faserinstitut Bremen, die mich mit dem Rohmaterial ausgestattet haben und mit denen sich eine ausgezeichnete Kooperation über die Arbeit hinaus entwickelt hat.

Nicht unerwähnt bleiben soll auch die Hilfe der Bibliothek der BFH mit Ulrike Reupke, Zenobia Josch und Astrid Stilke, die auch für die Holzwirtschaft unbekannte Journals für mich beschaffen konnten, sowie die Unterstützung von Christina Waitkus, die mir in allen fotografischen Belangen zur Seite stand.

Christian Witt sei ebenfalls an dieser Stelle für seine Ideen und das kritische Durchschauen der Arbeit gedankt.

Ganz zum Schluss möchte ich noch Niels Meyer für seine Freundschaft vor und während unserer gemeinsamen Zeit am Institut danken, sowie vor allen anderen meiner Familie und allen Freunden, die diese wunderbare aber auch anstrengende Zeit miterleben durften und unterstützt haben.