



TECHNISCHE  
UNIVERSITÄT  
WIEN  
Vienna | Austria



## Diplomarbeit

# Charakterisierung von Kunststoffverpackungen zur Evaluierung von Recycling Potentialen

ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades eines  
Diplom-Ingenieurs, eingereicht an der TU Wien, Fakultät für Maschinenwesen und  
Betriebswissenschaften, von

**Christoph Haim, BSc**

Mat.Nr.: 01126684

unter der Leitung von

Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont Vasiliki- Maria Archodoulaki

und mitbetreut von

Proj.-Ass. Dipl.-Ing. Martina Seier

Institut für Werkstoffwissenschaften und Werkstofftechnologie, E308

Wien, März 2022

Ich nehme zur Kenntnis, dass ich zur Drucklegung dieser Arbeit nur mit Bewilligung der Prüfungskommission berechtigt bin.

## Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass die vorliegende Arbeit nach den anerkannten Grundsätzen für wissenschaftliche Abhandlungen von mir selbstständig erstellt wurde. Alle verwendeten Hilfsmittel, insbesondere die zugrunde gelegte Literatur, sind in dieser Arbeit genannt und aufgelistet. Die aus den Quellen wörtlich entnommenen Stellen, sind als solche kenntlich gemacht.

Das Thema dieser Arbeit wurde von mir bisher weder im In- noch Ausland einer Beurteilerin/einem Beurteiler zur Begutachtung in irgendeiner Form als Prüfungsarbeit vorgelegt. Diese Arbeit stimmt mit der von den Begutachterinnen/Begutachtern beurteilten Arbeit überein.

Ich nehme zur Kenntnis, dass die vorgelegte Arbeit mit geeigneten und dem derzeitigen Stand der Technik entsprechenden Mitteln (Plagiat-Erkennungssoftware) elektronisch-technisch überprüft wird. Dies stellt einerseits sicher, dass bei der Erstellung der vorgelegten Arbeit die hohen Qualitätsvorgaben im Rahmen der geltenden Regeln zur Sicherung guter wissenschaftlicher Praxis „Code of Conduct“ an der TU Wien eingehalten wurden. Zum anderen werden durch einen Abgleich mit anderen studentischen Abschlussarbeiten Verletzungen meines persönlichen Urheberrechts vermieden.

---

*Ort, Datum*

---

*Unterschrift*

## Danksagung

Mit den folgenden Worten möchte ich mich an dieser Stelle bei all jenen bedanken, die mich auf meinem Weg bis zum Abschluss dieser Diplomarbeit begleitet haben. Zuallererst gilt mein Dank Frau Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Vasiliki-Maria Archodoulaki, die mir die Möglichkeit gegeben hat, die vorliegende Arbeit zu verfassen und mich einem derart spannenden Thema widmen zu können. Außerdem möchte ich mich bei Projektass. Dipl.-Ing. Martina Seier bedanken, die mir über den gesamten Schaffensprozess mit Rat und Tat zur Seite stand. Vielen lieben Dank, dass du für Fragen jederzeit erreichbar warst, für deine hilfreichen Anregungen und deine konstruktive Kritik, deine positiven Worte und unermüdlige Motivation, und die Schnelligkeit, mit der du Dinge möglich gemacht hast!

Ein besonderer Dank gilt auch Herrn Stefan Zellhofer und Herrn Gerhard Kern, die mich bei der praxisnahen Forschungsarbeit unterstützt haben und bei der Einführung und Handhabung mit der DSC Analyse eine große Hilfe waren. Der Dank gilt ebenso Frau Edith Asiemo, die bei Fragen während der Fertigung der Probenhalterungen stets behilflich war.

Nicht weniger bedeutend war mein privates Umfeld, meine Freunde, und Familie, bei denen ich immer wieder neue Motivation und Zuversicht tanken konnte. Eine große Unterstützung waren vor allem meine beiden Schwestern – Liebe Leni, liebe Kathi, vielen Dank, dass ihr immer an mich geglaubt habt und auch an Tagen mit mäßiger Laune ein offenes Ohr für mich hattet. Ebenfalls danken möchte ich meinen Kommilitonen, allen voran David Kames, die das gesamte Studium mit mir gemeinsam gekämpft haben. Vor allem aber möchte ich meiner Partnerin Irina danken – Liebe Ina, ohne dich wäre ich wohl nie so weit gekommen. Ich bin unbeschreiblich dankbar für deine unendliche Geduld mit mir und die aufbauenden Worte, die du stets, über das ganze Studium hinweg, für mich gefunden hast.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Kosmetikverpackungen</b>	<b>3</b>
2.1	Herstellungsverfahren . . . . .	6
2.1.1	Extrusion . . . . .	6
2.1.2	Laminierung . . . . .	7
2.1.3	Flaschen . . . . .	9
2.1.4	Tuben . . . . .	11
2.2	Schichtaufbau . . . . .	12
<b>3</b>	<b>Materialien</b>	<b>15</b>
3.1	Polyethylen (PE) . . . . .	15
3.1.1	Low Density Polyethylen (LD-PE) . . . . .	17
3.1.2	High Density Polyethylen (HD-PE) . . . . .	17
3.2	Ethylen-Vinyl-Alkohol (EVOH) . . . . .	19
3.3	Polypropylen (PP) . . . . .	20
3.4	Polyethylenterephthalat (PET) . . . . .	22
<b>4</b>	<b>Methode</b>	<b>24</b>
4.1	Fourier-Transformations-Spektroskopie (FT-IR) . . . . .	24
4.2	Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) . . . . .	28
4.3	Mikroskopie . . . . .	32
4.4	Herstellung der Prüfkörper . . . . .	35
4.5	Probenkörper - Zugversuch . . . . .	38
4.6	Probenkörper - Kerbschlagzugversuch . . . . .	39
4.7	Rheologische Prüfung . . . . .	40
4.7.1	Schmelzflussindex (MFI) . . . . .	40
4.7.2	Rheometer . . . . .	42
4.8	Zugversuch . . . . .	43
4.9	Kerbschlagzugversuch . . . . .	45
<b>5</b>	<b>Ergebnisse</b>	<b>46</b>
5.1	Fourier-Transformations-Spektroskopie (FT-IR) . . . . .	46
5.2	Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) . . . . .	51
5.3	Mikroskopie . . . . .	55
5.4	Verpackungsaufbau . . . . .	59
5.5	Rheologische Prüfung . . . . .	61
5.5.1	MFI . . . . .	62
5.5.2	Rheometer . . . . .	64

5.6	Zugversuch . . . . .	65
5.7	Kerbschlagzugversuch . . . . .	68
5.8	Recyclingfähigkeit . . . . .	70
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>71</b>
<b>7</b>	<b>Anhang</b>	<b>74</b>
	Ergebnisse . . . . .	74
	Abkürzungsverzeichnis . . . . .	150
	Abbildungsverzeichnis . . . . .	151
	Tabellenverzeichnis . . . . .	153
	Quellenverzeichnis . . . . .	154

# Kurzfassung

Bei Verpackungen von Kosmetikartikeln im Einzelhandel kommt fast ausschließlich Kunststoff zum Einsatz, der in unterschiedlichen Kombinationen und Ausführungen verarbeitet wird. Dabei ist oftmals nicht bekannt, woraus die einzelnen Flaschen und Tuben bestehen, wodurch ein Recycling dieser Produkte deutlich erschwert wird. In der vorliegenden Arbeit wird stichprobenartig anhand von 60 ausgewählten Kosmetikbehältern eine Charakterisierung der Kunststoffverpackungen zur Evaluierung von Recyclingpotential durchgeführt. Dazu werden in einem ersten Abschnitt die wichtigsten Produktionsverfahren sowie die eingesetzten Materialien erläutert und eine Basis für deren Evaluierung geschaffen. In Abschnitt zwei sind angewendete Analysemethoden beschrieben und erklärt, deren Ergebnisse in Abschnitt drei dargestellt und ausgewertet werden.

Für die Charakterisierung der Verpackungen kommen die Verfahren Fourier-Transformations-Spektroskopie (FT-IR), Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) sowie die Mikroskopie zum Einsatz und ermöglichen mit ihren Resultaten ein ganzheitliches Bild über den Aufbau und die Bestandteile der Behälter und Verschlüsse. Dabei hat sich gezeigt, dass die Flaschenverpackungen der Stichprobe ausschließlich aus Monomaterial bestehen und vorwiegend HD-PE eingesetzt wird. Tubenverpackungen sind hingegen meist mehrschichtig und weisen größtenteils eine EVOH Schicht, eingebettet in PE, auf. Für die analysierten Verschlüsse zeigt sich einheitlich, dass sie für alle 60 Proben ausschließlich aus PP oder PP-Copolymer gefertigt wurden.

Um eine Evaluierung des Recyclingpotentials zu ermöglichen, wurden die Behälter recycelt und zu Prüfkörpern verarbeitet, die einer rheologischen Prüfung, einem Zugversuch sowie einem Kerbschlagzugversuch unterzogen wurden. Die Ergebnisse der Untersuchungen zeigten dabei einen hohen Einfluss der Materialreinheit auf die mechanischen Eigenschaften, denn jene Probenkörper aus Monomaterial erzielten wesentlich bessere Werte als jene aus einem Blend. Für das Recycling der Kosmetikverpackungen ist somit eine stoffliche Sortierung von großer Bedeutung und könnte in Zukunft durch eine Vereinheitlichung des Aufbaus und der eingesetzten Materialien erheblich unterstützt werden.

## Abstract

Plastic is used almost exclusively for the packaging of cosmetic products in the retail trade and is processed in various combinations and designs. It is often not known what the individual bottles and tubes are made of, which makes recycling of these products truly difficult. In this study, 60 randomly selected cosmetic products are used for a characterisation of packaging for the evaluation of recycling potentials. Therefore, the first section explains the most important production processes and the materials used and provides a basis for the evaluation. In section two, applied analytical methods are described and explained, the results of which are presented and evaluated in section three.

Fourier transform spectroscopy (FT-IR), differential scanning calorimetry (DSC) and microscopy are used to characterise the packaging, and their results provide a holistic picture of the structure and components of the containers and closures. This showed that the bottle packaging in the sample consists exclusively of mono-material and that HD-PE is predominantly used. Tube packaging, on the other hand, is mostly multi-layered and typically has an EVOH layer embedded in PE. For the analysed closures, it is consistently shown that they were made exclusively of PP or PP copolymer for all 60 samples.

To enable an evaluation of the recycling potential, the containers were recycled and processed into test specimens, which were subjected to a rheological test, a tensile test, and an impact test. The results of the tests showed a high influence of the material purity on the mechanical properties, because those test specimens made of mono-material achieved significantly better values than those made of a blend. Material sorting is thus of great importance for the recycling of cosmetic packaging and could be considerably supported in the future by standardising the structure and materials used.

# 1 Einleitung

Durch die anwachsenden und vorherrschenden Umweltprobleme unserer Zeit ist ein ressourcenschonender Umgang in der Kunststoffproduktion unerlässlich. Ein wesentlicher Teil davon kann das Recycling von Abfallprodukten sein, zumal sie aus fossilen Rohstoffen gewonnen werden, um den Einsatz von neuwertigen Werkstoffen zu reduzieren. Die vorliegende Arbeit befasst sich im Detail mit Polymerverpackungen der Kosmetikindustrie in Flaschen- und Tubenform, die im österreichischen Einzelhandel erhältlich sind, und untersucht deren Recyclingfähigkeit. Das Ziel ist sowohl die Analyse der genauen Zusammensetzung sowie des Aufbaus der Verpackungen, die Identifizierung der verarbeiteten Materialien als auch die Bestimmung der mechanischen Eigenschaften nach dem Recyclingprozess, um einen ganzheitlichen Überblick zu gewinnen.

Für die Durchführung dieser Studie wurden 60 Verpackungen, deren Auswahl anfangs geschildert wird, als Stichprobe herangezogen. In weiterer Folge werden die Herstellungsverfahren der Extrusion sowie der Laminierung für Flaschen und Tuben erläutert, wodurch sich bereits ein erster Einblick in deren Aufbau und ihre Eigenschaften ergibt. Im Anschluss werden jene Materialien beschrieben, die in der Kosmetik-Verpackungsindustrie vorwiegend zum Einsatz kommen.

Auf Basis der geschilderten theoretischen Abhandlung werden die 60 ausgewählten Verpackungen in weiterer Folge analysiert und auf Recyclingfähigkeit untersucht. Die angewendeten Methoden und Versuche werden dargestellt und deren Funktionsweisen erklärt.

Für die Bestimmung des Aufbaus und die Zusammensetzung der Verpackungen wurden folgende Untersuchungen durchgeführt:

- Fourier-Transformations-Spektroskopie (FT-IR)
- Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)
- Mikroskopie

Die Ergebnisse geben einen genauen Einblick, aus welchen Materialien die einzelnen Verpackungen bestehen und wodurch sie sich unterscheiden.



Um die Recyclingfähigkeit der Verpackungen zu evaluieren, wurden die vorherrschenden Materialien unterschiedlich kombiniert, zu Prüfkörpern verarbeitet und folgenden Versuchen unterzogen:

- Rheologische Prüfung
- Zugversuch
- Kerbschlagzugversuch

Die durchgeführten Analysen und Versuche werden im letzten Abschnitt der Arbeit beschrieben und ausgewertet.

Die Summe der Ergebnisse gibt Aufschluss darüber, welche Verpackungen für ein gesamtgesellschaftliches Recycling geeignet sind und welche eine negative Auswirkung bei einer Wiederverwendung verursachen.

## 2 Kosmetikverpackungen

Bevor ein Abfallprodukt einem Recyclingverfahren zugeführt werden kann, muss in erster Linie bestimmt werden, aus welchen Materialien dieses besteht. Kunststoffe werden für diesen Zweck in drei Kategorien eingeteilt: sortenreine Kunststoffe, Mischkunststoffe und Werkstoffverbunde. [1] Diese Einteilung kann im Besonderen bei Verpackungsmitteln herausfordernd sein, da sie nicht aussagekräftig genug gekennzeichnet werden. Das gilt auch für die Produktpalette an Körperpflegeprodukten im österreichischen Einzelhandel, die sich äußerst vielfältig gestaltet, und bei der hauptsächlich Flaschen- oder Tubenbehälter vorkommen.

Um für das genannte Produktsegment eine Aussage hinsichtlich Zusammensetzung und Recyclingfähigkeit treffen zu können, wurden in der folgenden Arbeit 60 Verpackungsmittel detailliert analysiert. Für die Auswahl dieser Stichprobe wurden Seifen, Duschgels, Haarsampoos und Körperlotionen in Flaschen- und Tubenform einer österreichischen Einzelhandelskette erfasst. Bei den insgesamt 227 identifizierten Produkten wurden primär die Verpackungsart sowie die Materialkennzeichnung aufgezeichnet. Im Anhang sind alle Informationen tabellarisch als Ergänzung vollständig aufgelistet.

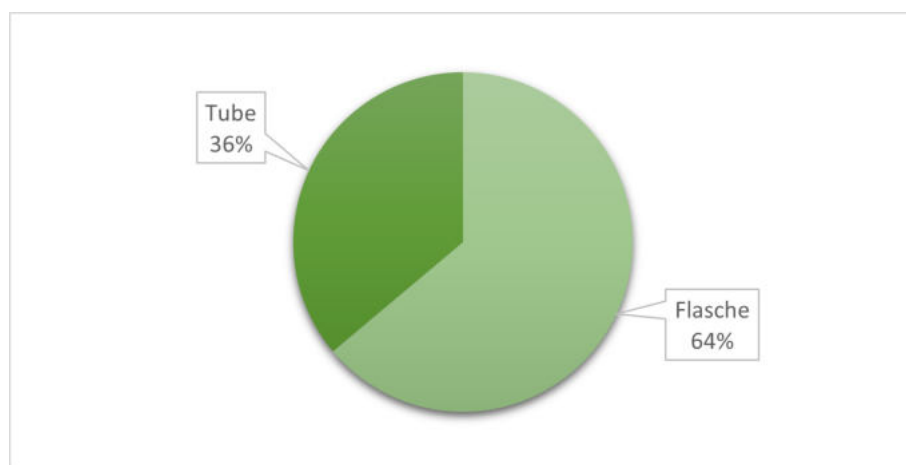


Abbildung 1: Anzahl der Flaschen und Tuben unter den erfassten Produkten

Bei näherer Betrachtung der Verteilung von Flaschen- und Tubenverpackungen ist klar zu erkennen, dass die Unternehmen bevorzugt Flaschen, sprich 64%, einsetzen, lediglich 36% werden in Tuben abgefüllt.

In Bezug auf die Materialkennzeichnung halten sich viele Hersteller an die Vorgaben der Deutschen Norm für Recyclingcodes. Diese ist innerhalb Europas jedoch nicht gesetzlich vorgeschrieben, daher gibt es in Österreich zahlreiche Produkte, die keine Angaben zu dem

vorwiegend eingesetzten Material machen. Von den 227 erfassten Verpackungen war dies bei 1/3 der Fall. Die restlichen 60% wurden mit dem Recyclingzeichen, das aus drei Pfeilen in Form eines Kreises besteht, und der jeweiligen Abkürzung des eingesetzten Kunststoffes versehen. Abbildung 2 zeigt die exemplarische Kennzeichnung für PET (Polyethylenterephthalat).



Abbildung 2: PET Recycling Kennzeichnung [2]

Unter den berücksichtigten Verpackungen werden etwa 1/4 mit PET gekennzeichnet und machen somit den größten Anteil aus, gleich gefolgt von High Density Polyethylen (HD-PE) mit 22,91%. Deutlich weniger wird hingegen Polypropylen (PP) verwendet, das nur zu rund 10% verarbeitet wird. Dieses Material kommt vorwiegend für die Verschlüsse zum Einsatz, die entweder mit PP oder gar nicht gekennzeichnet werden.

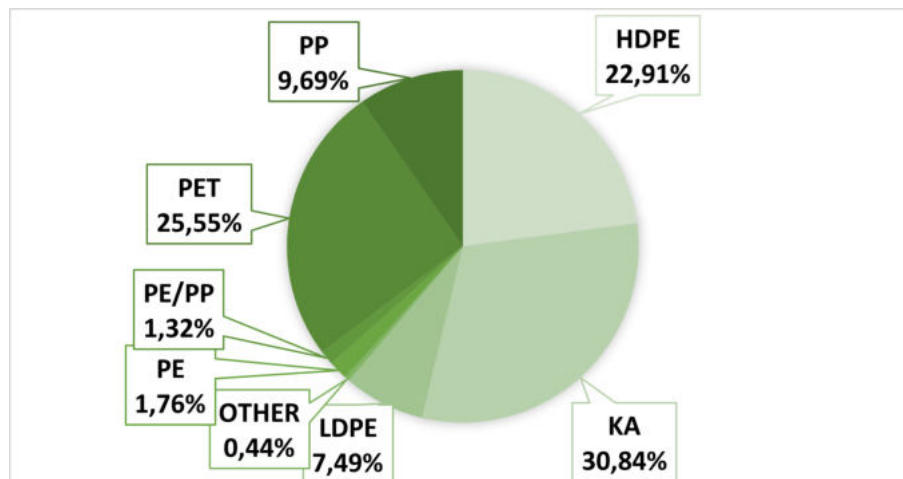


Abbildung 3: Materialien der erfassten Produkte

Ebenfalls selten treten Kennzeichnungen von anderen Polyolefinen oder eine Kombination aus diesen auf. Lediglich 7,49% der Verpackungen bestehen aus Low Density Polyethylen (LD-PE), nur 1,76% aus Polyethylen (PE), 1,32% aus einer Verbindung von PE und PP und 0,44% sind mit „Other“ bedruckt.

Für die Untersuchung auf Recyclingfähigkeit wurden insgesamt 60 Produkte ausgewählt, deren Analysen in den nächsten Kapiteln ausführlich beschrieben und ausgewertet werden. Deren Gesamtheit beinhalten dabei gleich viele Flaschen und Tuben, um ein aussagekräftiges Ergebnis für beide Verpackungsarten zu erhalten.

Unter den ausgewählten Proben sind 43%, somit der Großteil, mit keiner Materialkennzeichnung versehen. HD-PE-Markierungen machen mit 21,67% den zweitgrößten Anteil aus, gefolgt von PET mit 13,33% und „Other“ mit 10%. Vereinzelt Verpackungen sind mit LD-PE (5%), PP (3,33%) und PE (1,67%) bedruckt. Bei einer einzigen Probe findet sich die Kennzeichnung C/LD-PE – hierbei handelt es sich um eine Laminat tube aus LD-PE und Aluminium.

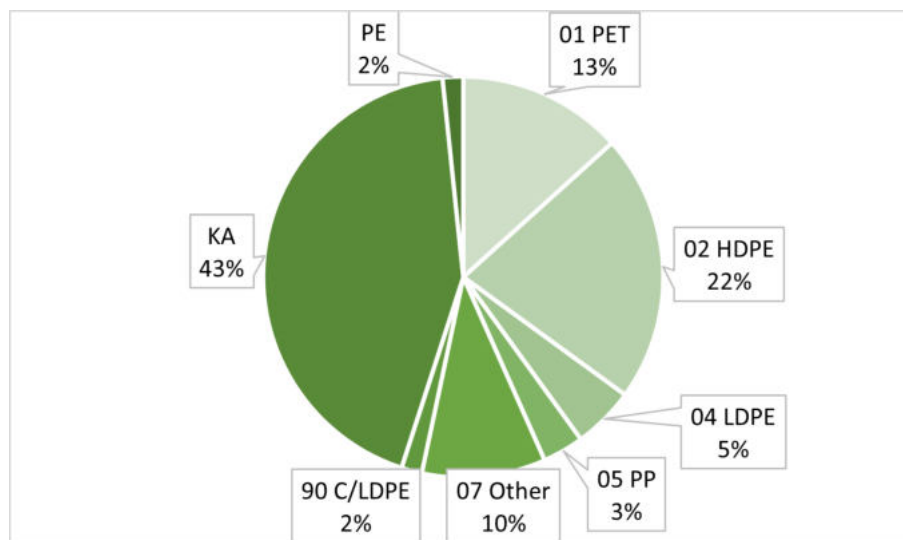


Abbildung 4: Materialien der Stichprobe

## 2.1 Herstellungsverfahren

In der Forschungsliteratur kommen bei der Flaschen- und Tuben-Produktion in der Kosmetikindustrie im Wesentlichen zwei unterschiedliche Verfahren in Frage: Extrusion und Laminierung. Für Flaschenverpackungen kommt eine Form der Extrusion zum Einsatz, das Blasformen, bei der ein Schlauch mithilfe von Druck in eine Form gepresst wird. Tuben können sowohl mit Extrusion und Formgebung als auch mit Laminierung produziert werden, wobei bei dieser Herstellung deutlich mehr Arbeitsschritte notwendig sind. Beide Prozesse sowie der Aufbau des resultierenden Produkts werden im folgenden Kapitel näher beschrieben. [4, 10]

### 2.1.1 Extrusion

Während des Herstellungsverfahrens von Kunststoffverpackungen kommt größtenteils ein Extruder zum Einsatz, der es ermöglicht, verschiedene Arten von Folien, Platten und Hohlkörpern zu produzieren. Der Kunststoff wird dabei als Granulat oder Pulver in einen fließfähigen Zustand versetzt, um anschließend in Form gebracht zu werden. [3] Der Formgebungsprozess wird unter anderem durch Spritzgießen oder Blasformen ausgeführt. [4] Für die in dieser Arbeit behandelten Duschgel- und Körpercremeverpackungen in Flaschenform kommt in erster Linie das Verfahren des Blasformens zum Einsatz.

Unabhängig davon, auf welche Weise der Kunststoff seine gewünschte Form erhält, ist der Aufbereitungsprozess des Granulats durch den Extruder stets derselbe. Material wird gemeinsam mit notwendigen Additiven, wie Farbgebungsmitteln oder Füllstoffen, durch Wärme, Druck und Reibung geschmolzen und zu einer homogenen Masse mit einheitlicher Temperatur umgewandelt. [4, 5]

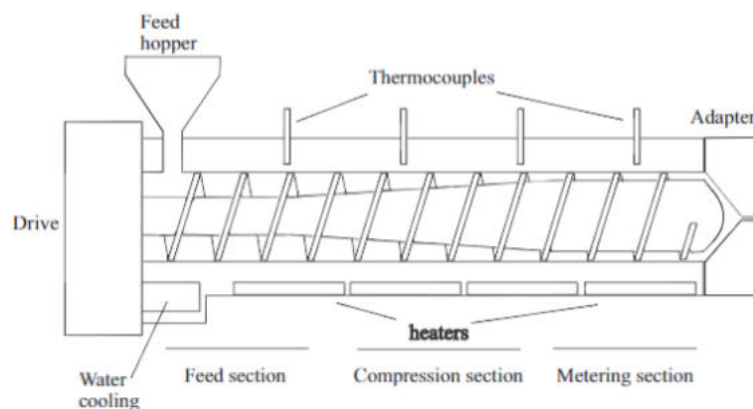


Abbildung 5: Extruder [4]

Wie in Abbildung 5 systematisch dargestellt, wird das Granulat in einen Trichter (Feed Hopper) eingefüllt und über eine Schnecke bis zum Ausgang transportiert. Dabei wird der Kunststoff durch Heizelemente und Reibung erwärmt und in einen zähflüssigen Zustand versetzt. Der Transportweg über die Schnecke kann dabei in drei Bereiche eingeteilt werden. Im ersten Drittel werden die Komponenten für den erwünschten Kunststoff eingeführt und es kommt zu einer Vermischung im festen Zustand. Da es bei Einschnecken-Extrudern schwierig sein kann, die Komponenten gleichmäßig zu vermischen, kommen immer häufiger spezielle Mischvorrichtungen zum Einsatz. Im mittleren Teil wächst der Durchmesser der Schnecke kontinuierlich an, sodass der Druck auf das transportierte Material erhöht wird und in der letzten Sektion ein geschmolzenes homogenes Material aufzufinden ist. Ein ausreichend hoher Druck beim Ausgang des Extruders ist unbedingt erforderlich, um den anschließenden Formgebungsprozess zu ermöglichen. [4] Aus der Düse am Ende des Extruders tritt infolgedessen das Material mit den gewünschten Eigenschaften aus und wird durch ein Formwerkzeug in die gewünschte Gestalt gebracht. [3]

### 2.1.2 Laminierung

Eine weitere Produktionsmöglichkeit in der Kosmetikindustrie ist der Einsatz von Laminierungsverfahren, bei dem kontinuierlich mehrschichtige Kunststoffbahnen durch Verkleben erzeugt werden. Das Laminat dient anschließend als Basis für die Rohrkörper der Tubenverpackung, deren Formgebung in Kapitel 2.1.4 genauer beschrieben wird. Die Laminierung eignet sich vor allem für Verpackungen mit speziellen Barriereigenschaften, da auch Schichten eingearbeitet werden können, die nicht aus Kunststoff bestehen. [6, 7]

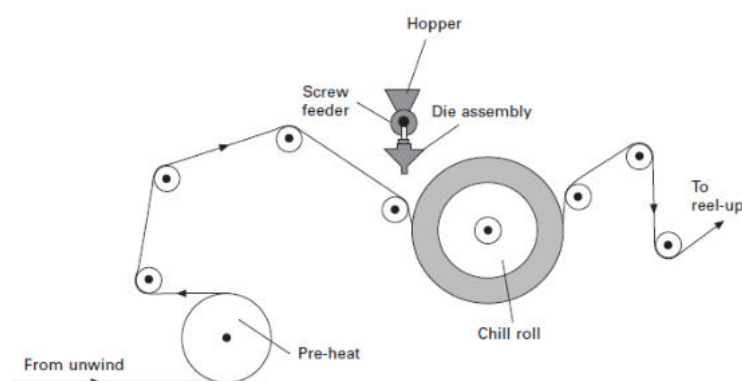


Abbildung 6: Beschichtungslaminierung [6]

Zu den am häufigsten eingesetzten Materialien bei den Laminierungsprozessen zählen neben Kunststoffen wie PE, PP und PET, auch Papier, Pappe und Aluminium, die in einem

Walzensystem in unterschiedlichen Verfahren und Kombinationen geschichtet werden. Das einfachste Produktionsverfahren entspricht der Extrusionslaminierung, bei der Papier oder Karton einmalig beschichtet wird. Das Polymer wird über einen Extruder, wie im vorherigen Kapitel beschrieben, aufbereitet und über eine Schlitzdüse dosiert auf das Papier aufgetragen. Eine Verbindung der beiden Materialien entsteht durch das Einfließen des verflüssigten Kunststoffes in die Poren des Papiers. [7] Dieser Vorgang, schematisch dargestellt in Abbildung 6, kann sowohl ein- als auch beidseitig durchgeführt werden und eignet sich für Verpackungen von Tiefkühlprodukten, Sandwich- oder Waschmittelkartons. Das Verfahren gestaltet sich deutlich aufwendiger, wenn mehrere Schichten notwendig werden, wie beispielweise bei einer Kombination: Kunststoff-Papier-Kunststoff-Aluminium-Kunststoff. Hierfür müssen mehrere Extrusionsköpfe und meist auch Extruder in den Prozess integriert werden, die entweder nacheinander oder als Tandem im selben Prozessschritt eingesetzt werden. [6, 7]

Mehrschichtige Lamine, bei denen die unterschiedlichen Materialien keine Bindung miteinander eingehen, werden mittels Adhäsionslaminierung hergestellt, bei der zwischen Trocken- und Nasslaminierungsverfahren unterschieden wird. Letzteres wird vordergründig eingesetzt, wenn poröses Material, wie Papier, verarbeitet werden muss. Für die Herstellung von Tubenkörpern, bei denen kein Aluminium als Schicht notwendig ist, kommt hingegen der Prozess der Trockenverklebung zum Einsatz. Dabei wird Klebstoff auf wasser- oder organischer Lösungsmittelbasis auf eine Materialbahn aufgetragen, läuft anschließend durch einen Ofen, um zu trocknen, und wird in weiterer Folge durch eine Andruckwalze mit der nächsten Schicht verpresst. Das überschüssige Klebermaterial sollte vor dem Verpressen entfernt werden, da es anderenfalls zu Materialeinschlüssen kommen kann, die sich negativ auf die Verbindung der beiden Schichten auswirken würden. [6] Abbildung 7 zeigt exemplarisch einen solchen Laminierungsprozess.

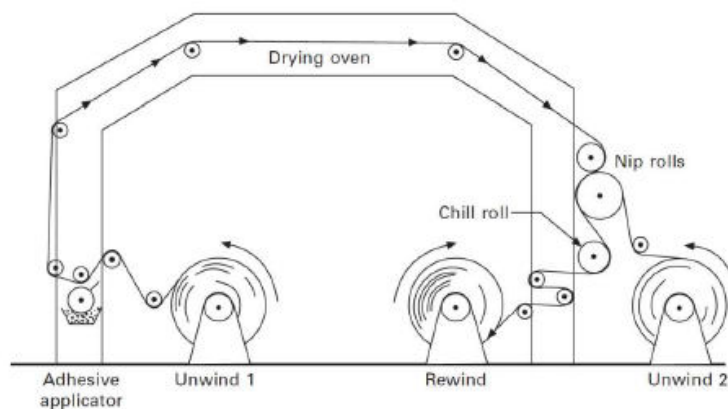


Abbildung 7: Trockenlaminierungsverfahren [6]

## 2.1.3 Flaschen

### Blasformen

Eingangs erwähnt kommt für die Herstellung von Kunststoffflaschenverpackungen in der Kosmetikindustrie vorwiegend das Extrusionsblasformen zum Einsatz. Bei diesem speziellen Formgebungsprozess wird die Masse in einem ersten Schritt durch eine Ringdüse schlauchförmig aus dem Extruder gepresst. Zwei Blaswerkzeughälften schließen diesen in weiterer Folge ein und quetschen im unteren Bereich den Abfluss zusammen. Dadurch entsteht eine Naht im Bodenbereich des Produkts. In die obere Öffnung des Werkstücks wird anschließend ein Kalibrierdorn eingeführt und der Kunststoff durch Erhöhung des Drucks an die zwei Wände der Halbwerkzeuge gepresst. Dort kühlt das Material aus, erhärtet, und erhält somit die gewünschte Form. Nach der Fertigung öffnen sich die beiden Formwerkzeuge und der Hohlkörper fällt heraus. Der Produktionsprozess kann zusätzlich eine Nachbearbeitung notwendig machen, bei der beispielsweise das überschüssige Material an der Ober- und Unterseite abgetrennt oder der Hohlkörper auf Dichtheit überprüft wird. [3, 8] In Abbildung 8 wird der Prozess in seinen einzelnen Schritten schematisch dargestellt.

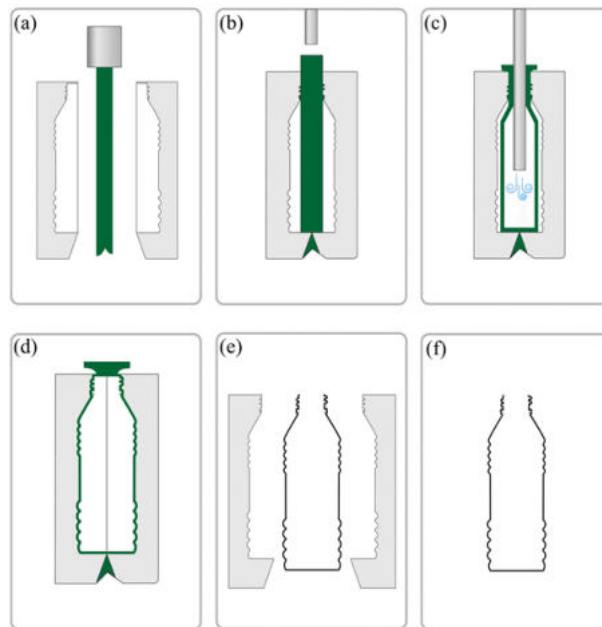


Abbildung 8: Blasformen [30]

Grundsätzlich eignet sich das Extrusionsblasverfahren für alle Arten von thermoplastischen Kunststoffen, wobei Polyethylen (PE) dabei den größten Anteil an eingesetztem Material ausmacht. [3] Bei den im Zuge dieser Arbeit untersuchten Flaschen kommen ebenfalls hauptsächlich PE in Form von HD-PE (High Density Polyethylen) und LD-PE (Low Density Polyethylen) sowie PP (Polypropylen) und EVOH (Ethylen-Vinyl-Alkohol) vor.



## Coextrusion

Neben der Produktpalette aus einschichtigem Monomaterial können durch die Coextrusion mittels Blasformen auch mehrschichtige Verpackungen hergestellt werden. Die Gründe für dessen Notwendigkeit können vielfältig sein, wobei es in den meisten Fällen darum geht, Recyclingmaterial zu verwenden oder eingefärbtes Material sparsam zu verarbeiten.

Der wesentliche Unterschied bei der Produktion von Mehrschicht- und Einschichtprodukten ist der Einsatz von mehreren Extrudern sowie spezielle Mehrschichtringdüsen. [3] Dadurch wird die gemeinsame Verarbeitung von Materialien mit unterschiedlichen Schmelzpunkten und das Erzielen eines verbesserten Preis-Leistung-Verhältnisses für die hergestellte Flasche möglich. In Summe führt ein mehrschichtiger Aufbau zu einer Vielfalt an Produkten mit verschiedensten Materialkombinationen- und eigenschaften, von eingesetztem Recyclingmaterial bis hin zu einer verbesserten Sauerstoffbarriere. [4]

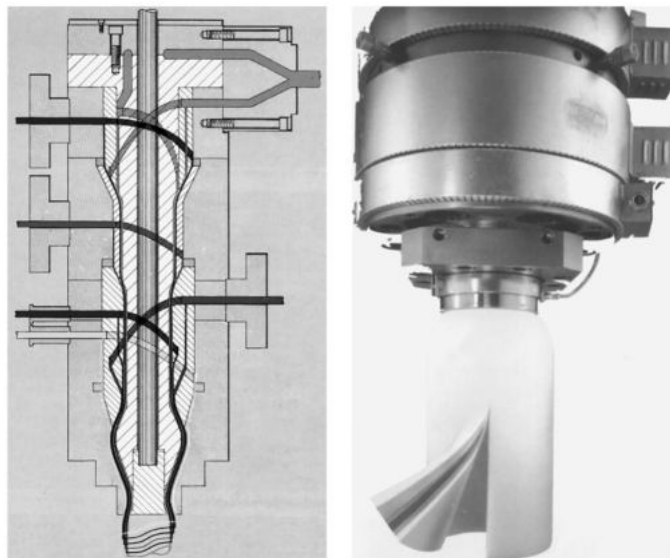


Abbildung 9: Coextrusionsdüse [4]

Abbildung 9 zeigt den schematischen Aufbau einer Extrusionsdüse mit mehreren Einlässen für Kunststoffe, aufbereitet in den unterschiedlichen Extrudern, um das mehrschichtige Produkt herzustellen. Eine besondere Herausforderung bei diesem Prozess stellt die Verhinderung der Vermischung der verschiedenen Schichten dar, die durch Temperatur- und Viskositätsunterschiede der Materialien vermieden wird. Für den Fall, dass die Materialien nicht aneinanderhaften, wie bei vielen unpolaren Polyolefinen und anderen Kunststoffen, werden Klebstoffe als Zwischenschicht aufgebracht. [8]

## 2.1.4 Tuben

Vor allem in der Kosmetikindustrie sind flexible Tubenverpackungen eine ideale Alternative zu den deutlich härteren Flaschenverpackungen. Anfang des 19. Jahrhunderts wurden diese erstmals aus Blei bzw. Zinn gefertigt und im Laufe der Zeit immer öfter aus Aluminium. Erst ab den 50er-Jahren kamen Kunststofftuben auf den Markt, die dreißig Jahre später um solche mit Verbundwerkstoff erweitert wurden. [9]

Eine herkömmliche Tubenverpackung kann in drei wesentliche Bestandteile eingeteilt werden: in einen Rohrkörper, den Kopf und den Deckel. Bei der Herstellung kommen deshalb meist eine Kombination aus mehreren Produktionsverfahren zum Einsatz. Der Rohrkörper entsteht entweder durch Extrusion bzw. Coextrusion oder aus einem Laminat, und ermöglicht sowohl Einschicht- als auch Mehrschichttuben. Beim Extrusionsverfahren wird der herausgepresste Schlauch über einen gekühlten Formdorn gezogen und durch kaltes Spritzwasser zusätzlich von außen abgekühlt, sodass sich das Material zusammenzieht und den gewünschten Durchmesser annimmt. Anschließend wird der Rohrkörper, auch Hülse genannt, auf die notwendige Länge gekürzt, woraufhin der Tubenkopf angebracht werden kann. Am häufigsten wird dabei die Hülse mit der Spritzgussform verbunden, sodass sich diese mit dem für den Tubenkopf, eingespritzten Material verklebt. Es besteht ebenfalls die Möglichkeit, eine LD-PE Scheibe, die vorher aus einem Endlosband gestanzt wurde, auf den Rohrkörper zu kleben, um durch Formpressen die notwendige Wölbung und das Gewinde zu erhalten. Eine komplett separate Herstellung der Schulter mit Gewinde ist ebenfalls machbar, wobei der produzierte Tubenkopf mit dem Rohr in einem eigenen Schritt verschweißt werden muss. [10]

Um sich die separate Produktion bzw. den Montagevorgang der Tubenschulter mit dem Rohrkörper zu ersparen, wird die Fertigung von flexiblen Kunststoffverpackungen immer öfter im Blasformverfahren durchgeführt. Hierfür wird ein Hohlkörper gefertigt, der das für den Deckel notwendige Gewinde bereits ausgeformt hat und der im Bereich des Bodens abgeschnitten wird, um einen nach unten offenen Behälter zu erhalten, der mit den herkömmlichen Abfüllanlagen für Tuben kompatibel ist. [10] In der Kosmetikindustrie kommt dieses Verfahren allerdings selten zum Einsatz, da auf diese Art vorwiegend PET und PP-Tuben hergestellt werden.

Wesentlich häufiger werden Kosmetikprodukte in laminierten Tuben verpackt. Dabei wird, wie in Kapite 2.1.2 beschrieben, ein mehrschichtiges Material produziert und zu einem rohrförmigen Tubenkörper verschweißt, bei dem die beiden Kanten überlappen und zusammengepresst werden, sodass diese verschmelzen. Der nun vorhandene Tubenkörper wird anschließend in der richtigen Länge zugeschnitten und die notwendige Schulter mit Gewinde

angebracht. Das Verfahren ermöglicht eine Mehrschichtverbindung, die nicht ausschließlich aus Kunststoff besteht, wenn beispielsweise Aluminium als Barrierschicht eingesetzt werden soll. [10]

Für alle Arten der Tubenherstellung läuft die Befüllung und das Verschließen der bis dahin noch nach unten offenen Verpackung nach demselben Prinzip ab. Das Kosmetikprodukt wird über die Öffnung eingefüllt und die Tubenkörperkante verschlossen, während eine Chargennummer, das Verfallsdatum und ähnliche Informationen an der Verschlusskante angebracht werden. Dieser Verschlussvorgang ist unter anderem durch Strahlungswärme, beheizte Backen oder Heißluftversiegelung durchführbar. [10]

## 2.2 Schichtaufbau

Die in den beiden vorherigen Kapiteln beschriebenen Produktionsverfahren für flexible Kosmetikverpackungen haben ihren wesentlichen Vorteil in der großen Variabilität des Schichtaufbaus der Produkte. Je nach Bedarf können spezielle Funktionsschichten eingearbeitet werden, ohne eine bedeutende Umrüstung der Maschinen durchführen zu müssen. So entstehen neben einschichtigen Flaschen und Tuben, auch drei- bis fünfschichtige Artikel. [11]

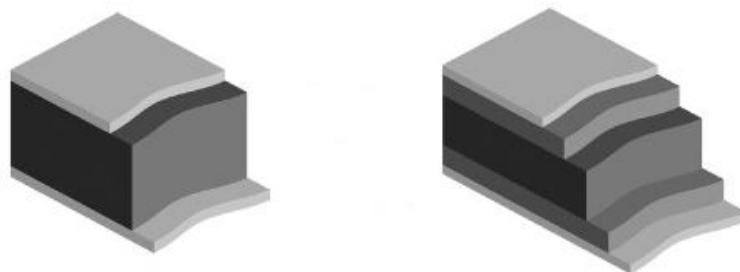


Abbildung 10: Schichtaufbau von Verpackungen [12]

Produkte aus mindestens zwei unterschiedlichen Polymeren, gemischt oder geschichtet, werden nach der Kompatibilität der Materialien eingeteilt. Ist die Grenzwechselwirkung zwischen den Kunststoffen niedrig, so sind sie kaum mischbar und weisen daher eine niedrige Kompatibilität auf. Besteht hingegen eine hohe Wechselwirkung ist das Material gut mischbar, somit hoch kompatibel. Für die meisten Kunststoffkombinationen ist die Kompatibilität niedrig, auch bei sehr ähnlicher chemischer Zusammensetzung, wodurch der Zusatz von bestimmten Stoffen für eine gemeinsame Verarbeitung notwendig wird. Ein derart niedriger Wert ist größtenteils auch gegeben, wenn es sich um Polymere aus derselben Familie mit deutlich unterschiedlicher Dichte handelt. [31] Inkompatibilität ist jedoch nicht nur ein

Problem für die Verarbeitung von neuwertigen Kunststoffen, sondern stellen gerade die Recyclingindustrie vor große Herausforderung, denn je inhomogener ein Recyclat ist, desto schlechter kann dieser wieder eingesetzt werden. [32, 44] Tabelle 1 zeigt eine Aufstellung der für die Kosmetikverpackungen wichtigsten Polymere und deren Kompatibilität.

Tabelle 1: Kompatibilität von Kunststoffen [31]

Polymer	PET	PE	LDPE	HDPE	PP	EVOH
PET	Mischbar	NK	Nicht Kompatibel	Nicht Kompatibel	Nicht Kompatibel	Nicht Kompatibel
PE	Nicht Kompatibel	Mischbar	Mischbar	Mischbar	Nicht Kompatibel	Nicht Kompatibel
LDPE	Nicht Kompatibel	Mischbar	Mischbar	Mischbar	Nicht Kompatibel	Nicht Kompatibel
HDPE	Nicht Kompatibel	Mischbar	Mischbar	Mischbar	Nicht Kompatibel	Nicht Kompatibel
PP	Nicht Kompatibel	Nicht Kompatibel	Nicht Kompatibel	Nicht Kompatibel	Mischbar	Nicht Kompatibel
EVOH	Nicht Kompatibel	Nicht Kompatibel	Nicht Kompatibel	Nicht Kompatibel	Nicht Kompatibel	Mischbar

Um trotz der vorhandenen Inkompatibilität zweier Kunststoffe eine gemeinsame Verarbeitung bei der Coextrusion bzw. der Laminierung zu ermöglichen, werden adhäsive, spezielle Klebstoffe eingesetzt, die oftmals auch für Etiketten verwendet werden. Zumeist handelt es sich dabei um Polyurethane oder auch Acrylate. Bei der Produktion im Trockenklebverfahren werden hauptsächlich lösungsmittelhaltige Polyurethane aufgetragen, während im Nassverkleben wässrige Polyurethan-Dispersionen das Mittel der Wahl sind. Erstmals kommerziell eingesetzt wurden mehrschichtige Flaschenverpackungen in den USA für sauerstoffempfindliche Lebensmittel. Hierfür war eine luftundurchlässige Barrierschicht notwendig, die sich durch EVOH, eingebettet in PP, ermöglichen ließ. [8]

Bei Kosmetikverpackungen ist die Ästhetik der ausschlaggebende Grund, weshalb mehrschichtig produziert wird. Für besondere Erscheinungsbilder, wie ein nebeliges Aussehen oder bestimmte Lichtreflexionen, sind unterschiedliche aufeinandergelegte Schichten notwendig und auch für einen Soft-Touch muss über einen Kunststoffkern, meist aus HD-PE, eine zusätzliche Außenschicht aufgetragen werden. Im Fall, dass besonders teure Farbstoffe verarbeitet werden müssen, greift die Industrie ebenfalls gerne auf Multilayer zurück, die es ermöglichen, nur eine dünne Außenschicht einzufärben und so Kosten zu sparen. [8]

Die Barriereigenschaften mancher Materialien spielen eine nicht weniger wichtige Rolle bei Mehrschichtverpackungen von Kosmetikern. Hierfür ist immer noch EVOH als Schutz vor Gasen, eingebettet in Polyethylen (PE), das Mittel der Wahl. Für Produkte mit Bedarf an

besonders hoher Protektion kommen auch doppelte Barrierschichten vor, beispielsweise in der Schichtung: HD-PE/EVOH/HD-PE/EVOH/HD-PE. [8]

Der Einsatz von recyceltem Kunststoffgranulat ist ein weiterer Aspekt in der Verpackungsindustrie, der zu mehrschichtigen Produkten führt. Es besteht das Bestreben Abfälle der eigenen Produktion dem Herstellungsprozess wieder zuzuführen. Dafür wird der Abfall aufbereitet und als eigene Schicht eingearbeitet. [8]

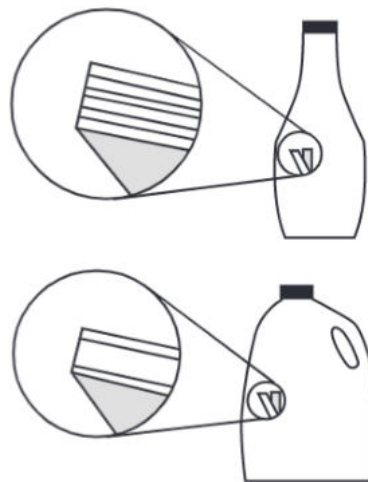


Abbildung 11: Mehrschichtflaschen [8]

Abbildung 11 zeigt zwei Beispiele für Flaschenverpackungen, in denen Schichten aus recyceltem Kunststoff zu sehen sind. Bei der oberen Flasche handelt es sich um eine PP-EVOH-Recyclat-PP-Kombination, bei der zwischen den jeweiligen Schichten ein Kleber eingesetzt werden muss, um ausreichend Haftung zu garantieren. In der unteren Verpackung wurde ausschließlich HD-PE verarbeitet und eine Recyclatschicht zwischen zwei neuwertigen Schichten eingebracht. Das wiederverwendete Material macht dabei den Großteil des Volumens aus und gibt der Verpackung die notwendige Stabilität. [8]

### 3 Materialien

Kunststoffverpackungen werden hauptsächlich aus Monomaterial oder Blends hergestellt, für die fünf Materialien verarbeitet werden. Die wichtigsten Merkmale, Eigenschaften sowie daraus resultierende Einsatzgebiete werden in diesem Kapitel näher erläutert. Eine Auflistung der Schmelzpunkte, mit denen unter anderem die Analyse mittels DSC durchgeführt wurde, ist in Tabelle 2 angeführt.

Tabelle 2: Schmelz- und Glasübergangstemperaturen [4, 16, 37]

Kunststoff	Schmelztemperatur Tm [°C]	Glasübergangstemperatur Tg [°C]
PET	ca. 255	ca. 98
HD-PE	130 bis 135	ca. -30
LD-PE	105 bis 110	ca. -30
PP	160 bis 170	0 bis -10
EVOH- Typ 32 mol.%	ca. 183	ca. 66
EVOH- Typ 38 mol.%	ca. 172	ca. 66
EVOH- Typ 44 mol.%	ca. 165	ca. 66

#### 3.1 Polyethylen (PE)

Polyethylen (PE) gehört zur Familie der Polyolefine und ist ein teilkristalliner thermoplastischer Kunststoff, der sich ausschließlich aus Kohlenstoff und Wasserstoff zusammensetzt und synthetisch hergestellt wird.

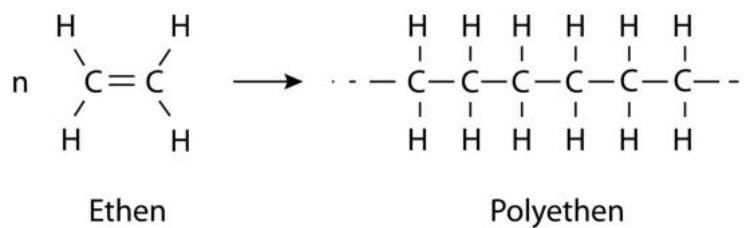


Abbildung 12: Polyethylen [15]

Die Erzeugung des Kunststoffs findet mittels Polymerisation statt und ermöglicht unterschiedliche Varianten. Allgemein sind diese Verfahren durch die Eigenschaften des Kohlenstoffs möglich, der Bindungen mit vier weiteren Atomen, einschließlich sich selbst, eingehen kann. Dies führt dazu, dass Einfachbindungen, wie bei Ethan, oder Doppelbindungen, wie bei Ethen oder Ethylen, vorherrschen. Die dafür notwendigen Monomere werden

durch Erhitzen des Rohstoffs und mithilfe eines Katalysators erzeugt und bilden Polymerketten in unterschiedlicher Länge und Anzahl der Seitenverzweigungen, deren Abstände die Kristallinität und Dichte des Polymers beeinflussen. In Abbildung 13 sind die gängigsten Polyethylenreihen schematisch dargestellt. [13, 14]

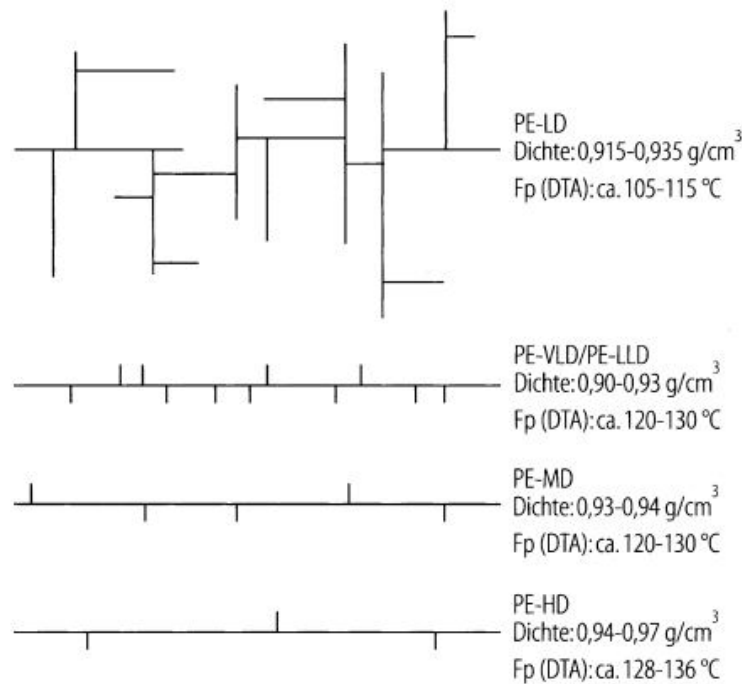


Abbildung 13: Polyethylen [16]

Prinzipiell ist festzuhalten, dass die Merkmale von PE von der Packungsdichte der Ketten abhängen und dieser Kunststoff durch die Dichte klassifiziert werden kann. Je verzweigter die Ketten, desto weniger komprimierbar sind sie, was zu einer geringeren Dichte führt und den Kristallinitätsgrad vermindert. Im Allgemeinen verbessern sich die Eigenschaften mit steigender Packungsdichte hinsichtlich Zugfestigkeit, Wärmebeständigkeit und Barriereverhalten gegenüber Feuchtigkeit und Gasen. Ein zusätzlicher Faktor für die Materialeigenschaften ist die Molmassenverteilung, die von den unterschiedlichen Längen der Verzweigungen abhängt. Verringert sich dieser Wert kommt es zu einer Erhöhung des Schmelzpunkts. [14]

### 3.1.1 Low Density Polyethylen (LD-PE)

Bei der Polymerisation von Polyethylen mit niedriger Dichte (LD-PE) wird mit einem Hochdruckverfahren (1000-3500 bar) bei Temperaturen von 80 bis 300 °C gearbeitet, bei dem die Doppelbindung der Kohlenstoffe durch ein freies Radikal aufbricht. Dieses Radikal bindet sich an ein ungesättigtes Monomer, wodurch ein größeres Radikal gebildet wird, das den Prozess mit der nächsten Doppelbindung fortsetzt. Dadurch entsteht eine gewünschte Kette mit langen und kurzen Verzweigungen, die weiter anwächst, bis die notwendige Größe und durchschnittliche Molmasse des Polymers erreicht ist. Der Polymerisationsprozess kann dabei auf unterschiedliche Weise beendet werden. Eine Möglichkeit ist, dass sich schlussendlich zwei radikalische Polymere verbinden und ein stabiles Molekül entsteht, wodurch sich die Reaktion stabilisiert. Als Katalysatoren kommen vorwiegend Sauerstoff oder Peroxid zum Einsatz. [18]

Charakteristisch für das LD-PE ist eine Kristallinität von 50-65%, eine Dichte von 0,915 - 0,935  $\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$  und ein weiches und flexibles Verhalten bei guter Dehnbarkeit. Durch dessen Erweichen bei etwa 100 °C entsteht ein Polymer mit kostengünstiger Verarbeitung, das allerdings ungeeignet für Verpackungen ist, die hohen Temperaturen ausgesetzt sind. Vor dem Bedrucken oder Laminieren muss die Oberfläche zusätzlich behandelt werden, da der Kunststoff, wie alle Polyolefine, unpolar ist. Als Barrierschicht eignet sich das Material besonders gegenüber Feuchtigkeit, jedoch nicht gegenüber Sauerstoff. [18, 16]

### 3.1.2 High Density Polyethylen (HD-PE)

Um ein Polyethylen mit hoher Dichte (HD-PE) herstellen zu können, kommen primär das Ziegler-Verfahren sowie das Phillips-Verfahren zur Anwendung. Beide Prozesse unterscheiden sich durch die Katalysatoren, den Druck und die vorherrschende Temperatur, wobei im ersten Prozess Titanhalogenide, Titanester und Aluminiumalkyle bei 1 bis 50 bar und 20 bis 150 °C eingesetzt werden. Im zweiten wird ausschließlich Chromoxid bei 20 bis 40 bar und 85 bis 180 °C verwendet. Die Polymerisation findet bei beiden an der Oberfläche des Katalysators nach dem Suspensions-, Lösungs- und Gasphasenverfahren statt, wodurch eine Verzweigung der Makromoleküle minimiert wird. Primär hat der Aufbau Auswirkungen auf die Kristallinität des Werkstoffs, die sich in der Regel, bei einer Dichte von 0,942 bis 0,965  $\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ , zwischen 60 und 80% befindet. [16]

Durch die deutlich höhere Kristallinität des HD-PE erscheint es wesentlich undurchsichtiger als LD-PE und weist zusätzlich eine höhere Steifigkeit sowie Zugfestigkeit auf. Der erheblich höhere Schmelzpunkt von 135 °C macht den Kunststoff überdies relevant für Verpackungen im Lebensmittelbereich, die mit kochendem Wasser in Berührung kommen,



wie „Boil-in-the-bag“-Produkte. Dennoch wird diese Art des Polyethylens hauptsächlich bei Hohlkörperverpackungen eingesetzt, wie bei Flaschen oder Kanistern. Grund dafür sind die guten Barriereigenschaften gegenüber Feuchtigkeit. Die für diese Behälter notwendigen Verschlüsse werden allerdings nur für Produkte mit kurzer Lebensdauer, beispielsweise für Milch oder Softdrinks aus HD-PE, gefertigt. Ausschlaggebend ist hierbei die schlechte Bruchfestigkeit, weshalb meist Polypropylen (PP) bei Kosmetikartikeln verarbeitet wird. Neben den bisher erwähnten Konsumprodukten ist das Material aber genauso für Platten, Kisten und Schüttgutbehälter relevant, die durchaus hohen Belastungen ausgesetzt werden. In diesen Einsatzgebieten ist zu beachten, dass der Werkstoff durchaus zu Spannungsrissen neigt. [14]

### 3.2 Ethylen-Vinyl-Alkohol (EVOH)

Bei Ethylen-Vinyl-Alkohol (EVOH), das ebenfalls ein wichtiges Material für flexible Verpackungen ist, handelt es sich, wie bei LD-PE und HD-PE, um ein Ethylen-Copolymer. Die charakteristischen Eigenschaften sind ideale Barriereigenschaften gegenüber Sauerstoff bei gleichzeitig hydrophilem Verhalten, das diese beeinträchtigt. Denn je mehr Wasser vom Kunststoff absorbiert wird, desto durchlässiger wird er gegenüber Sauerstoff. Für die Verpackungsindustrie, insbesondere die Kosmetikindustrie, bedeutet dieser Umstand, dass EVOH ausschließlich eingebettet in andere Materialien mit einer guten Wasserbarriere verwendet wird. Coextrudierte, dreischichtige Behälter, wie beispielsweise PE-EVOH-PE, ermöglichen einen optimalen kombinierten Schutz des Inhalts vor Sauerstoff und Wasser. [14]

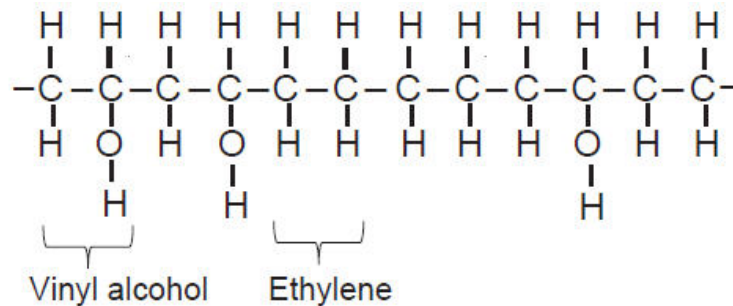


Abbildung 14: EVOH [19]

Für die Herstellung von EVOH werden Ethylen-Vinylacetat-Copolymere eingesetzt, deren Vinylacetat Hydroxylgruppen bilden. Es entsteht ein stochastisches Copolymer, das sich, wie in Abbildung 14 schematisch dargestellt, aus einer Kombination von Ethylen und Vinylalkohol zusammensetzt. Die Eigenschaften des Kunststoffs werden vor allem durch den Gehalt des Vinylalkohols bestimmt. Das Material bietet bei einem Vinylalkohol-Gehalt von 53-68% den für die Verpackungsindustrie besonders relevanten Barrierschutz gegenüber N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO<sub>2</sub> sowie Aromastoffen. Die bereits erwähnte Beeinträchtigung dieses Schutzes beginnt ab einem Wassergehalt von 3 bis 8% sowie bei einer hohen Verarbeitungstemperatur, die idealerweise bei etwa 160 bis 180 °C liegen sollte. Zusätzlich ist EVOH transparent, sehr steif und weist eine hohe Kristallinität mit einer Glasübergangstemperatur von 66 °C auf. Produkte lassen sich daher bei der Herstellung nur sehr schwer thermoformen. [19, 13]

Durch den hervorragenden Schutz vor Sauerstoffen, den der Kunststoff bietet, ist EVOH sowohl in der Lebensmittelindustrie als auch in der Kosmetikindustrie kaum noch wegzudenken und kommt so bei jeglichen Produkten, bei denen die Haltbarkeit verlängert werden soll, wie beispielsweise bei Fleisch- und Wurstverpackungen, diversen Deckelfolien, beschichtetem Papier und Tubenverpackungen, zum Einsatz. [19]

### 3.3 Polypropylen (PP)

Polypropylen (PP) gehört genau wie Polyethylen (PE) zu den Polyolefinen, weist jedoch eine deutlich geringere Dichte auf, und ist so aus wirtschaftlicher Sicht deutlich attraktiver. Es gibt eine Vielzahl an verschiedenen PP, die durch den Einsatz von Katalysatorsystemen hergestellt werden. [13] Für die Polymerisation dient Propen als Ausgangsstoff und Methylgruppen können sich an der Kohlenstoff-Hauptkette bilden. Die Anordnung der Methylgruppen können eine Taktizität in drei unterschiedliche Formen annehmen: [14]

Ataktisch: Die Methylgruppen befinden sich stochastisch an beiden Seiten der Kohlenstoffkette.

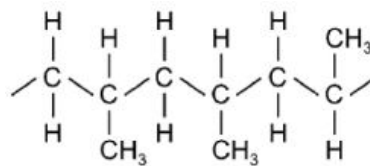


Abbildung 15: Polypropylen - Ataktisch [34]

Syndiotaktisch: Die Methylgruppen befinden sich abwechselnd an jeder Seite.

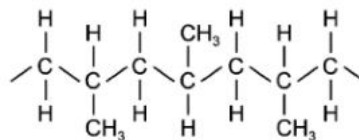


Abbildung 16: Polypropylen - Syndiotaktisch [34]

Isotaktisch: Die Methylgruppen befinden sich an nur einer Seite.

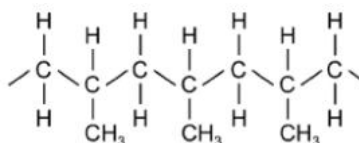


Abbildung 17: Polypropylen - Isotaktisch [34]

Beim ataktischen PP handelt es sich um ein weiches, gummiartiges Polymer, das weitgehend amorphe Strukturen aufweist. Das Einsatzgebiet umfasst primär Klebstoffe, kann jedoch auch in Kombination mit isotaktisch PP als Blockcopolymer thermoplastische Elastomere bilden. Die syndiotaktische Anordnung von Methylgruppen bewirkt ebenfalls ein weiches, allerdings recht zähes Verhalten bei gleichzeitiger transparenter Erscheinung. Der Schmelzpunkt bei dieser Variante liegt bei etwa 130 °C und die besondere Eigenschaft der Beständigkeit gegen Gammastrahlen-Sterilisation macht es zu einem interessanten Bestandteil medizinischer Verpackungen. [14]

Im Einzelhandel kommt in erster Linie die isotaktische Variante bei Verpackungen zum Einsatz, bei der die Methylgruppen regelmäßig an einer Seite der Kohlenstoffkette angeordnet sind. Bei dieser Art des PP handelt es sich um deutlich zäheres und steiferes Material als PE. Eine gute Kriechbeständigkeit, ideale Barriereigenschaften gegenüber Feuchtigkeit sowie eine optimale Beständigkeit gegen Spannungsrisse, die bei PE durchaus problematisch erscheint, sind dabei hervorzuheben. Der Schmelzpunkt befindet sich oberhalb der 160 °C, sodass das Material neben Kosmetikverpackungen, auch für Lebensmittel, die hohen Temperaturen ausgesetzt sind, eingesetzt wird. Zudem hat PP brauchbare Formeigenschaften und eine geeignete Festigkeit bei gleichzeitig geringem Gewicht, die mittels Extrusion noch optimiert werden können. Die Oberflächenpolarität ist, genau wie bei PE und allen anderen Polyolefinen, sehr gering, wodurch Kunststoffprodukte aus diesem Material vor dem Bedrucken ebenfalls behandelt werden müssen. [14]

### 3.4 Polyethylenterephthalat (PET)

Polyethylenterephthalat (PET) gehört zur Familie der Polyester, im Speziellen zur Gruppe der Polyalkylenterephthalaten. Der Kunststoff wird durch Kondensationspolymerisation hergestellt, bei der eine Reaktion zwischen Molekülen von unterschiedlichen funktionellen Gruppen stattfindet. [18]

Durch Veresterung mit Methanol wird aus Terephthalsäure Dimethylterephthalat, um durch eine weitere Veresterung mit Thylenglykol bei einer Temperatur und Stickstoffatmosphäre von 190 bis 200 °C Glykolterephthalat zu bilden. Nach Verminderung des Drucks und einer Erhöhung der Temperatur auf 290 °C entsteht, unter dem Einsatz von Antimon- und Germanium-Katalysatoren, eine Kondensationsmasse, die nach drei bis fünf Stunden abgepresst werden kann, und, in Wasser abgekühlt, zu Granulat verarbeitet wird. [16]

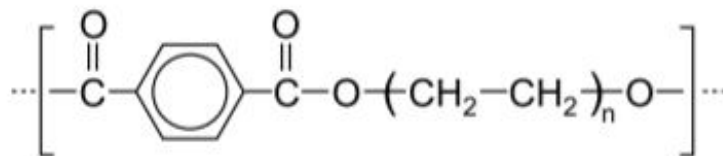


Abbildung 18: Polyethylenterephthalat [16]

Die mechanischen Eigenschaften des PET hängen, wie bei PE, vom vorhandenen Kristallinitätsgrad ab, der im Wesentlichen durch die Verarbeitungsbedingungen bestimmt wird und beispielsweise bei Werkzeugtemperaturen von 140 °C, einer langen Verweilzeit und anschließendem Glühen Werte von 30 bis 40% annimmt. Für diesen Fall werden eine hohe Steifigkeit und Festigkeit erreicht, die bis 80 °C bestehen bleiben. Zusätzlich weist das Material unter konstanter Belastung geringes Kriechen und eine gute Gleit- sowie Abriebeigenschaft auf. Lediglich die Schlagzähigkeit ist etwas gering. [16]

Unter den thermoplastischen Polyestern wird PET am häufigsten eingesetzt und sowohl in amorpher (APET) als auch in kristalliner (CPET) Form produziert. Durch die transparenten Eigenschaften der APET und das deutlich geringere Gewicht gegenüber Glas ist PET ein beliebtes Verpackungsmaterial in der Lebensmittelindustrie, das primär für Softdrinks und Mineralwasser eingesetzt wird. Die Barriereigenschaften sind gegenüber Feuchtigkeit äquivalent mit jenen von LD-PE, aber deutlich besser gegenüber Gasen, wodurch das Material für den Einsatz in dieser Produktpalette prädestiniert ist. Zusätzlich findet der Kunststoff auch immer größere Beliebtheit in der Verpackungsindustrie für Haushaltschemikalien, wie Reinigungs- und Waschmittel. [14]

In der Kosmetikindustrie wird PET vor allem für Produktverpackungen im oberen Preissegment eingesetzt. Ausschlaggebend dabei sind die guten Barriereigenschaften gegenüber Sauerstoff und die Möglichkeit, dickwandige, und transparente Behältnisse zu produzieren, die sich unter anderem für Parfüm, ölige Kosmetika, aber auch Lippenstifte eignen. [14]

## 4 Methode

Um die Recyclingfähigkeit der Flaschen- sowie Tubenkunststoffverpackungen zu untersuchen, wurden sechs unterschiedliche Analysen durchgeführt. Die Methodik zur Untersuchung der Kunststoffverpackungen auf Recyclingfähigkeit kann im Wesentlichen in zwei Kategorien eingeteilt werden:

Zum einen werden Aufbau, Zusammensetzung und die eingesetzten Materialien identifiziert:

- FT-IR zur Untersuchung der Oberflächen
- DSC zur Untersuchung der Zusammensetzung
- Mikroskopie zur Feststellung des Schichtaufbaus

Zum anderen werden die Eigenschaften nach einer Regranulierung in unterschiedlichen Zusammensetzungen analysiert:

- Rheologie
- Zugversuch
- Kerbschlagzugversuch

Mit dieser umfassenden Herangehensweise wird ein gesamtheitlicher Blick auf die Verpackungen und ihr Recyclingpotential möglich. Die eingesetzten Methoden und ihre Funktionsweisen werden im folgenden Kapitel näher beschrieben.

### 4.1 Fourier-Transformations-Spektroskopie (FT-IR)

Bei der Fourier-Transformations-Spektroskopie (FT-IR) handelt es sich um eine spezielle Form der Infrarotspektroskopie (IR-Spektroskopie), die sich ideal für die Identifizierung von Kunststoffoberflächen und deren Zusammensetzung eignet. Bei der Messung können die Absorptions-Spektren einer Probe im Wellenlängenbereich von 780 *nm* bis 1 *mm* gemessen werden. Für die Analyse von Kunststoffen werden im mittleren Infrarotbereich Wellenlängen von 2,5 bis 25  $\mu\text{m}$  gemessen. Angegeben wird der spektrale Bereich in der Regel in  $\text{cm}^{-1}$  und bewegt sich somit zwischen 4000 und 400  $\text{cm}^{-1}$ . [17]

In erster Linie basiert das Messprinzip auf einer wellenlängenabhängigen Wechselwirkung von IR-Strahlung und Molekülen oder Molekülgruppen. Diese werden durch die Strahlen zur Schwingung angeregt, indem sie ein bestimmtes Lichtquant absorbieren und sich somit in einen höheren Energiezustand versetzen. Die daraus resultierende Energiedifferenz

kann sowohl in Transmission als auch in diffuser Reflexion bestimmt werden, indem die Intensität vor und nach dem Reflektieren an der Probe detektiert wird. Jedes Molekül bzw. jede Molekülgruppe weist dabei bei definierter Wellenlänge ein eigenes charakteristisches Verhalten auf. Somit erzeugt jedes Material in Abhängigkeit der Zusammensetzung ein individuelles Bandmuster, das wiederum mit einer Datenbank abgeglichen werden kann, um es zu identifizieren. [20]

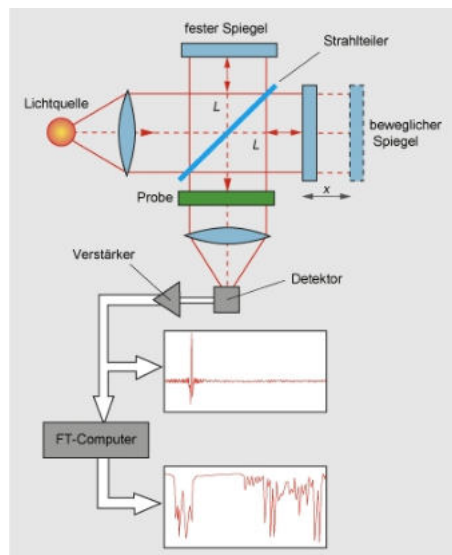


Abbildung 19: FT-IR Aufbau [21]

Heutzutage kommen nur noch FT-IR Spektrometer zum Einsatz, da diese mit hoher Geschwindigkeit und Auflösung Materialien untersuchen können. [20] Die Funktionsweise entspricht der Interferenzmethode und besteht im Wesentlichen aus einem festen und einem beweglichen Spiegel sowie einem Strahlenteiler. Der Lichtstrahl wird am Strahlenteiler geteilt und jeweils zu einem der Spiegel geführt, reflektiert und im Strahlenteiler wiedervereint. Durch den beweglichen Spiegel kann die Wellenlänge des resultierenden Strahls, der auf die Probe gelenkt wird, beeinflusst werden, um das nötige Spektrum abzudecken. Die Intensität des Lichts nach der Absorption durch die Probe sowie die Weglängendifferenz des Interferometers werden dabei gemessen. [22]

Bei der praktischen Umsetzung der optischen Spektroskopie gibt es zwei Arten der technischen Umsetzung: die Transmissionsspektroskopie und die Reflexionsspektroskopie. Bei der ersten Variante wird die Durchlässigkeit der Probe ausgenutzt und die Transmission gemessen. Dabei ist jedoch eine äußerst dünne Probe in Form einer Folie notwendig, dessen Herstellung sehr aufwendig sein kann. Aus diesem Grund bietet sich die Reflexionsspektroskopie viel eher an, da die reflektierte Strahlung bei dieser Methode detektiert wird. Eine



mühevollere Bearbeitung der Materialprobe ist somit nicht notwendig und eine gute Reinigung der zu untersuchenden Oberfläche genügt meistens. Der Messvorgang wird nach dem Prinzip der Abgeschwächten Totalreflexion (ATR) durchgeführt, bei dem das Licht über einen Kristall auf die Probe trifft und die Lichtreflexion an der Phasengrenze gemessen wird. [22]

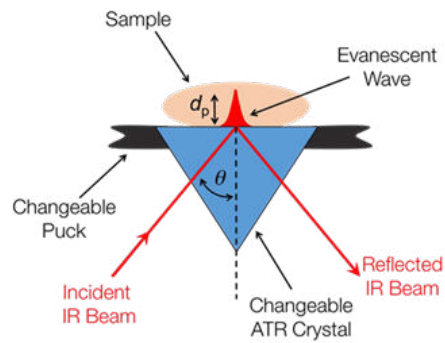


Abbildung 20: Reflexionsspektroskopie [23]

Bei der ATR wird die physikalische Erscheinung der Lichtreflexion an der Grenzfläche zwischen einem Kristall und einem Probenkörper genutzt. Der Kristall ist IR-durchlässig und ermöglicht so eine interne Reflexion in Abhängigkeit von den unterschiedlichen Brechungsindizes der sich berührenden Materialien. An der Kristalloberfläche entstehen evaneszente Wellen, die sich in der Probe ausbreiten, wodurch die Lichtabsorption des Materials gemessen werden kann. [22] Aus der Intensität des reflektierten Lichts kann, ähnlich wie bei der Transmissionspektroskopie, ein Reflexionsspektrum für die Identifizierung des Materials generiert werden. [22]

Die Analyse der Kunststoffverpackungen wurde mit einem Bunker Tensor 27 FT-IR Spektrometer durchgeführt, bestehend aus einem Diamanten, einer Germanium ATR-Einheit sowie der Messeinheit DuraSamplIR II. Das Messergebnis wurde mit der Software OPUS Viewer Version 6.5 aufgezeichnet und anschließend mit OriginPro 2016 SRO graphisch aufbereitet. Für jede Verpackung wurden die Innen- und Außenseite sowie, falls vorhanden, das Etikett mindestens drei Mal gemessen. Das aussagekräftigste Spektrum wurde für die Auswertung mithilfe der Tabelle 7 herangezogen.

### **Versuchsablauf:**

- Leermessung/Kalibrieren
- Durchführung von mindestens drei Messungen pro Oberfläche

### **Geräte:**

- FT-IR Messgerät: Bunker Tensor 27
- FT-IR Messeinheit: DuraSamplIR II
- Referenzmedium Luft
- Software: OPUS Viewer Version 6.5
- Auswertung: OriginPro 2016 SRO (9.3)

## 4.2 Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)

Bei der Dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC, engl.: Differential Scanning Calorimetry) handelt es sich um ein Prüfverfahren, das kalorische Effekte beim Erhitzen und Abkühlen eines Stoffes erfasst. Dabei wird eine Probe gemeinsam mit einer Vergleichsprobe Temperaturänderungen unterzogen und jener Wärmestrom gemessen, der für eine physikalische oder chemische Umwandlung notwendig ist. Während des Messvorgangs ändern sich die innere Energie des Prüfkörpers, bei konstantem Druck Enthalpie  $H$  genannt, exotherm, durch Erhöhung der Temperatur, oder endotherm, durch Erniedrigen. [22] Die entstandene Enthalpiedifferenz wird aus der vorherrschenden Temperatur  $T$  und der Wärmekapazität  $c_p$  errechnet. [20, 25]

$$\Delta H = \int c_p \cdot dT \quad (1)$$

Bei der spezifischen Wärmekapazität handelt es sich um die notwendige Energie, die erforderlich ist, bei konstantem Druck 1 g eines Stoffs um 1 K zu erwärmen. Die Ergebnisse der Messung des Probenstoffs werden mit jenen der Vergleichsprobe abgeglichen und in einem Temperatur-Zeit-Diagramm dargestellt. [22]

Das Einsatzgebiet der DSC-Analyse ist vielfältig und bietet die Möglichkeit, zahlreiche Informationen über einen Werkstoff zu generieren. Durch die Erfassung von endothermen Effekten wie der Glasübergangstemperatur, einem Schmelzvorgang oder Verdampfung sowie exothermen Effekten wie Zersetzung, Rekristallisation oder chemischen Reaktionen eignet sich diese Art der Untersuchung für: [25]

- Werkstoffidentifizierung
- Feststellen von Verunreinigungen
- Kristallisationsbestimmung
- Bestimmung der thermischen Vorgeschichte
- Aushärtezustand von Duroplasten
- $c_p$ -Bestimmung
- Wirksamkeit von Stabilisatoren

Für eine Werkstoffidentifizierung werden die aus der DSC-Analyse ausgewerteten charakteristischen Glasübergangs- und Schmelztemperaturen herangezogen. Letztere eignen sich durch ihre deutlich ausgeprägten Merkmale besonders bei teilkristallinen Thermoplasten. Durch die meist glockenförmige Darstellung des Schmelzbereichs wird für die Analyse

eine Peaktemperatur definiert, die es ermöglicht, verschiedene Kunststoffe voneinander zu unterscheiden. Dieser Wert befindet sich beispielsweise bei PA6 bei 220 °C und bei PA66 bei 260 °C. Für die Identifizierung von amorphen Thermoplasten eignet sich die Glasübergangstemperatur hingegen besonders gut. [25]

Es gibt zwei unterschiedliche Prinzipien, nach denen eine DSC-Analyse kalorische Effekte bei Temperaturänderungen einer Probe untersuchen kann: [25]

- Dynamische Wärmestrom-Differenzkalorimetrie (DWDK)
- Dynamische Leistungs-Differenzkalorimetrie (DLDK)

In beiden Methoden wird das Verhalten der untersuchten Probe mit einer Referenzprobe abgeglichen.

Bei der Dynamischen Wärmestrom-Differenzkalorimetrie werden sowohl die Probe als auch die Referenzprobe auf einer Metallplatte in einer Messzelle in einem Ofen platziert. Darin werden die beiden Stoffe unter Ofenatmosphäre, meist aus Stickstoff, mit einem Temperaturprogramm, auch Methode genannt, erhitzt und abgekühlt. [20] Über Temperaturmessstellen an der Platte werden die Veränderungen der beiden Probenkörper registriert und in weiterer Folge abgeglichen. Verändert sich die Temperatur der beiden synchron, so kommt es zu keiner Änderung der Struktur des Prüfmaterials. Erhitzt sich diese jedoch zeitverzögert gegenüber der Referenz, so können unterschiedliche Wärmeströme vom Ofen in den beiden Proben festgestellt werden. Besonders vorteilhaft bei dieser Messart ist die Möglichkeit der Darstellung einer stabilen Basislinie sowie deutliche Glasübergänge im Thermogramm. [25]

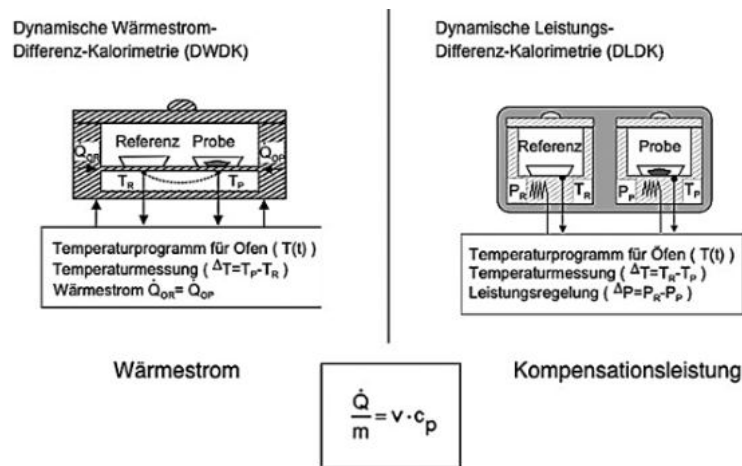


Abbildung 21: Prinzipien der DSC-Analyse [25]

Bei der Dynamischen Leistungs-Differenzkalorimetrie werden die Probe und die Referenzprobe in zwei separaten Öfen platziert und ebenfalls unter einer bestimmten Atmosphäre und eines Temperaturprogramms aufgeheizt und abgekühlt. Die bei endogenen und exogenen Reaktionen des Probenmaterials benötigte Energie wird dem Ofen zusätzlich zugeführt, um eine auftretende Temperaturdifferenz auszugleichen. Diese Heizleistungsdifferenz  $\Delta P$  entspricht, wie bei der DWDK, der Wärmestromänderung. [25]

Für die DSC-Analyse der Kunststoffverpackungen wurden jeweils 4-6 *mg* schwere Materialproben präpariert und in einem Tiegel verschlossen. Der Abkühl- bzw. Aufheizvorgang wurde in zwei Durchgängen in einem Ofen nach dem Prinzip der Dynamischen Wärmestrom-Differenzkalorimetrie durchgeführt. Der erste Durchgang gibt Aufschluss über die Vorgeschichte des Produkts, während der zweite mit seinem Schmelzpeak der relevanten Materialbestimmung dient. [25]

### **Bedingungen**

- Zwei Messdurchgänge pro Deckel, Flasche, Tubenmantel
- Probeneinwaage: 4-6 *mg*

### **Ablauf**

- Abkühlen auf Starttemperatur: 0 °C
- Aufheizen: 10 *K/min* auf 300 °C
- Abkühlen: 10 *K/min* auf 0 °C
- Aufheizen: 10 *K/min* auf 300 °C
- Abkühlen: 10 *K/min* auf 0 °C

### **Geräte**

- Waage: Sartorius LE 225 D (Genauigkeit: 0,01 *mg*)
- Wiegepresse: Tezero Press
- DSC-Messgerät: TA Instruments DSC Q2000
- Kühlsystem: TA Instruments Liquid Nitrogen Cooling Accessory (LNCS)
- Spülgas: Stickstoff
- Tiegel: Standard Pan/ Standard Lid (Aluminium)

- Referenzmaterial: Luft
- Software: TA Instruments Explorer Advantage v5.4.0
- Auswertung: Universal Analysis

### 4.3 Mikroskopie

Die Anzahl an Kunststoffschichten bei Flaschen- als auch bei Tubenverpackungen ist durch die Möglichkeiten der Coextrusion und Laminierung variabel. Um den genauen Aufbau festzustellen, eignet sich die Mikroskopie des Querschnitts der Verpackungen. Dazu wurden einzelne Kunststoffsegmente zugeschnitten, in Harz eingebettet, die Oberfläche bearbeitet, und unter einem Lichtmikroskop untersucht. Dieser Vorgang wurde wie folgt für alle 60 Proben durchgeführt und es wurde speziell darauf geachtet, die Proben inklusive Etiketten, falls vorhanden, zu präparieren.

#### Zuschneiden der Kunststoffsegmente

Für die Herstellung eines Probenhalters muss in einem ersten Schritt eine Materialprobe zugeschnitten werden. Es eignet sich ein  $2 \times 1,5 \text{ cm}$  großes Stück, das mit einem Skalpell aus einem Teil der Verpackungsmäntel ausgeschnitten wird. Dabei ist besonders darauf zu achten, dass ein sauberer, gerader Schnitt erfolgt, um keine Verformung an der Schnittkante zu verursachen. Anschließend wurde eine gründliche Reinigung durchgeführt, um jegliche Rückstände der Kosmetika zu entfernen. Die Kunststoffsegmente wurden in einer Halterung eingespannt, die Außenseite erkennbar markiert und in einer Gussform platziert. Jeder Probenhalter wurde mit jeweils zwei Verpackungen zu je zwei Proben befüllt.



Abbildung 22: Probenhalterung



Abbildung 23: Gussform

#### Einbetten der Kunststoffsegmente

Die Einbettung der Kunststoffproben erfolgte mithilfe der Gussformen, in die ein entsprechendes Harz in zwei Schritten eingefüllt wurde. Für den ersten Schritt wurde Araldite AY103 mit dem Härter Araldite HY956 im Verhältnis 6 zu 1 gemischt, zwei Minuten angerührt und anschließend die Gussform bis zur Hälfte befüllt. Die Proben wurden direkt nach der Befüllung 15 Minuten vakuumiert, um auftretende Luftblasen zu entfernen, die

beim Mikrokopieren stören könnten. Das Harz härtete für zwei Stunden aus, ehe der zweite Schritt durchgeführt werden konnte. Für diesen wurden ebenfalls Harz und Härter im angegebenen Verhältnis gemischt, die Gussform zur Gänze gefüllt und erneut vakuumiert. Der vollständige Aushärtungsprozess, nachdem die Probe aus der Form genommen werden kann, war nach 12 Stunden abgeschlossen.

### Aufbereitung der Probenoberfläche

Um die Probe aussagekräftig mikroskopieren zu können, musste die Oberfläche entsprechend aufbereitet werden. In einem ersten Schritt wurden die zylindrischen Körper an den Rändern händisch entgratet. Darauf folgte eine maschinelle Oberflächenbearbeitung an der Unterseite nach einem vordefinierten Programm einer Struers TegraForce-31, angeführt in Tabelle 3

Tabelle 3: Schleifprogramm für die Bearbeitung der Probenhalteroberfläche

	<b>Körnung</b>	<b>Kraft [N]</b>	<b>Dauer [min]</b>	<b>Geschwindigkeit [U/min]</b>	<b>Lubrikant</b>	<b>Suspension</b>
<b>1</b>	SiC-Papier #320	15	1	300	Wasser	-
<b>2</b>	SiC-Papier #500	10	1	300	Wasser	-
<b>3</b>	SiC-Papier #1000	10	2	150	Wasser	-
<b>4</b>	SiC-Papier #2000	10	2	150	Wasser	-
<b>5</b>	SiC-Papier #4000	10	2	300	Wasser	-
<b>6</b>	MD-Dur 3 $\mu\text{m}$	10	5	150	Schmiermittel Rot	DP-Susp. 3 $\mu\text{m}$
<b>7</b>	MD-Chem	10	3	150	Schmiermittel Blau	OP-U

Die Schleif- und Poliervorgänge wurden jeweils mit einem Probenhalter für sechs Proben durchgeführt. Nach jedem Durchgang wurden diese aus der Maschine entnommen, gründlich gereinigt und der Fortschritt unter einem Lichtmikroskop kontrolliert.



## Mikroskopieren

Die Analyse der 60 Proben der Kunststoffverpackungen wurde mit dem Lichtmikroskop Modell Zeiss Axio Imager M2m und der Software AxioVision durchgeführt und dokumentiert. Für eine ausreichend gute Darstellung war eine 20- bis 50-fache Vergrößerung notwendig.



Abbildung 24: 30 Probenkörper á zwei Proben

## 4.4 Herstellung der Prüfkörper

Für die Durchführung des Zugversuchs, des Kerbschlagversuchs sowie der Rheologie ist die Herstellung von Prüfkörpern notwendig. Um den Recyclingprozess zu simulieren und relevante Daten nächstmöglich an den industriellen Fertigungsprozessen, wie in Kapitel 2.1 beschrieben, zu generieren, wurden diese im Spritzgussverfahren mit unterschiedlichen Materialzusammensetzungen gefertigt:

- PET
- HDPE
- LDPE
- PP
- PET (85%) + PP (15%)
- HDPE (85%) + PP (15%)
- Mischung aus Mehrschichttuben (3-Schicht)
- Massenfraktion (Misch %):
  - HDPE (40%)
  - LDPE (10%)
  - PET (24%)
  - PP (6%)
  - Other (40%)

Aus jeder Materialkombination wurden jeweils mehrere Stücke von zwei unterschiedlichen Prüfkörpern produziert. Der Ablauf war dabei für jeden Prüfkörper derselbe.

### Vorzerkleinerung und Mischen

Für die Prüfkörperproduktion von etwa zehn Stück ist eine Menge von 100 g Material notwendig. Dafür wurde aus den entsprechenden Kunststoffverpackungen für jede Probenart die nötige Menge entnommen und mit einer Schere vorzerkleinert.

### Erstes Schreddern

Die vorzerkleinerten Kunststoffschnipsel wurden anschließend im Schredder Fritsch pulverisette 19 zerkleinert.

## Extrudieren

Um eine homogene Masse der geschredderten Kunststoffe zu erhalten, ist eine Vermischung des zerkleinerten Materials in einem Extrusionsprozess notwendig. Die Verarbeitung wurde mit dem EXTRON MECANOR EX-18 modernization mit zwei Heizzonen durchgeführt.

## Zweites Schreddern

Um das extrudierte Material in der Spritzgussmaschine verarbeiten zu können, wurde es erneut mit dem Fritsch pulverisette 19 zerkleinert.

## Spritzgießen

Mithilfe des Extruders HAAKE MINILab II von Thermo Scientific und der Spritzgussanlage HAAKE MiniJet II, ebenfalls von Thermo Scientific, konnte das aufbereitete Material zu passenden Prüfkörpern verarbeitet werden. Zu diesem Zweck kamen zwei unterschiedliche Gussformen zum Einsatz, um sowohl für den Kerbschlagzugversuch als auch für den Zugversuch die richtige Geometrie nach der DIN-Norm zu gießen.

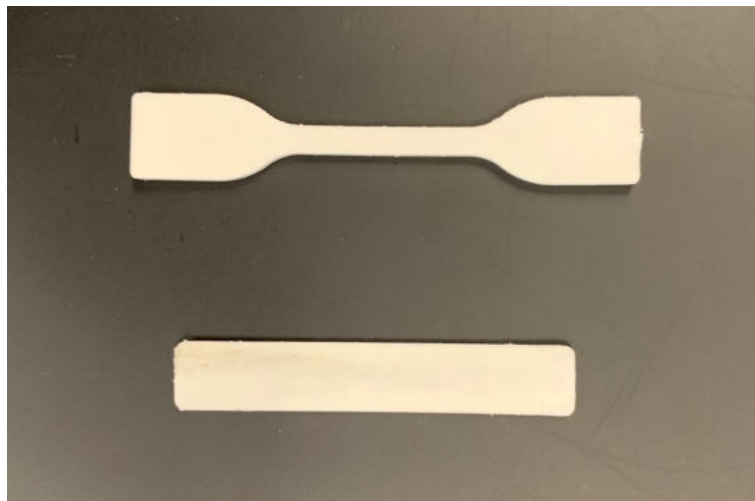


Abbildung 25: Prüfkörper

## Pressen

Für die Rheologie sind Probenkörper in Form eines Kunststoffplättchens notwendig, die mit der COLLIN PCS II gepresst wurden. Dazu muss das produzierte Granulat in eine Form gegeben und zwischen zwei Platten in der Presse platziert werden. Der Fertigungsablauf in der Presse wurde in fünf Phasen durchgeführt und war für alle Prüfkörpermischungen ident.

Tabelle 4: Fertigungsphasen der Presse

Phase	Temperatur [°C]	Druck [bar]	Dauer [min]
1	180	1	10
2	220	20	2
3	220	40	5
4	220	50	1
5	30	50	12

## 4.5 Probenkörper - Zugversuch

Der Prüfkörper für den Zugversuch wurde nach der DIN EN ISO 527 [35] im Spritzgussverfahren hergestellt. Die genauen Abmessungen sowie eine 2D-Darstellung werden in Tabelle 5 und Abbildung 26 angeführt.

### Spritzgussanlage

- Extruder: HAAKE MINILab II, Thermo Scientific
- Spritzgussmaschine: HAAKE MiniJet II,

Tabelle 5: Abmessungen des Zug - Probenkörpers

		[mm]
$l_3$	Gesamtlänge	74
$b_2$	Breite an den Enden	12.5
$l_1$	Länge des engen parallelen Teils	2.5
$b_1$	Breite des engen Teils	4
$r_1$	Kleiner Radius	8
$r_2$	Großer Radius	12.5
$L$	Anfangsabstand der Klemmen	50
$L_0$	Messlänge	20
$h$	Dicke	2

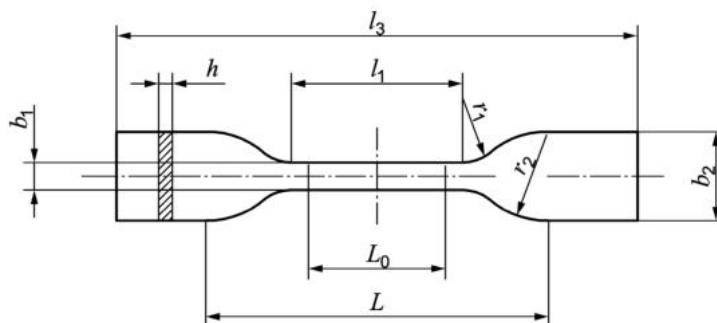


Abbildung 26: Probenkörper 5A und 5B [35]

## 4.6 Probenkörper - Kerbschlagzugversuch

Die Probenkörper für den Kerbschlagversuch wurden nach der DIN ISO 8256 [37] im Spitzgussverfahren hergestellt. Eine der Norm entsprechende Kerbe von 2 mm an jeder Seite wurde nachträglich maschinell eingearbeitet und verringerte die Breite der Prüfkörper auf 6 mm, respektive den Querschnitt auf 7,2 mm<sup>2</sup>.

### Geräte

- Extruder: HAAKE MINILab II, Thermo Scientific
- Spritzgussmaschine: HAAKE MiniJet II,

Tabelle 6: Abmessungen des Schlagzug - Probenkörpers

		[mm]
$l$	Länge	60
$b$	Breite	10
$x$	Breite an der Kerbe	6
$d$	Dicke	1.2
$l_e$	Einspannlänge	30

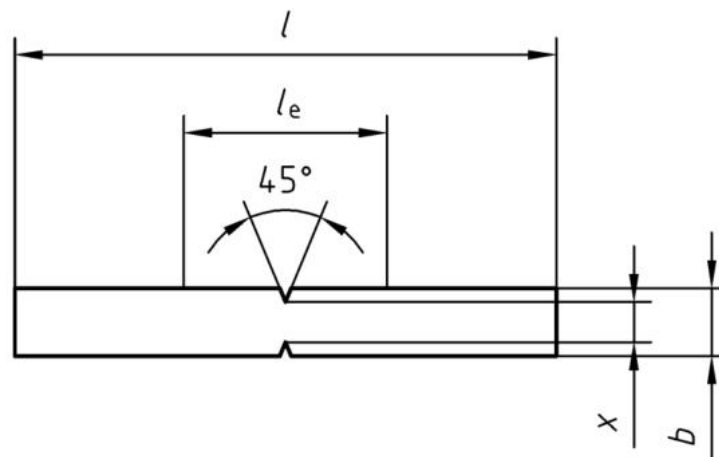


Abbildung 27: Probenkörper Typ 1 [37]

## 4.7 Rheologische Prüfung

Bei der rheologischen Prüfung handelt es sich um ein Verfahren zur Bestimmung des Fließ- und Verformungsverhaltens von Kunststoffen. Diese spielen besonders für thermoplastische Kunststoffe und Elastomere eine große Rolle, da eine Verarbeitung vordergründig im geschmolzenen Zustand stattfindet. Die Viskosität ist daher bei der Analyse eine relevant gewonnene Kenngröße, die vor allem für den Produktionsprozess vonnöten ist, um beispielsweise Extruder oder Spitzgussmaschinen dem zu verarbeitenden Material entsprechend auslegen zu können. [25] Sie ist das Maß für den inneren Widerstand eines Stoffs und sowohl von der Temperatur als auch von der auf die Masse wirkenden Kraft abhängig. [22] In der Regel verhalten sich Thermoplasten strukturelastisch, verringern somit ihre Schmelzviskosität mit wachsender Schergeschwindigkeit. [20]

Für die Untersuchung der aufbereiteten Kunststoffverpackungen wurden zwei unterschiedliche Prüfungen durchgeführt, um die Eigenschaften der Polymere im geschmolzenen Zustand zu identifizieren. Zum einen wurden der Schmelzflussindex (MFI) (engl.: „Melt Flow Index“) bestimmt und zum anderen die gefertigten Probenkörper (Kapitel 4.4) mit einem Rheometer analysiert.

### 4.7.1 Schmelzflussindex (MFI)

Beim Schmelzflussindex (MFI) handelt es sich um eine einfache und kostengünstige [29] Art das Schmelzflussverhalten eines Kunststoffs mit einer einzigen Zahl quantitativ zu charakterisieren und einen guten Vergleichswert zu schaffen. Dieser Kennwert gibt an, welche Masse des Materials innerhalb von zehn Minuten unter einem bestimmten Druck und einer bestimmten Temperatur durch eine genormte Düse fließt. Zudem kann auch der Volumendurchfluss, MVR (engl.: „Melt Volume Rate“), unter diesen Bedingungen detektiert werden. Das Verhältnis von MFI zu MVR ergibt somit die Dichte des getesteten Materials unter der vorherrschenden Temperatur. [20]

Der Versuch für die acht unterschiedlich aufbereiteten Materialmischungen zur Erfassung des jeweiligen MFI wurde mit einem Extrusionsplastometer durchgeführt, dessen Aufbau in Abbildung 28 schematisch dargestellt wird. Aus Gründen der Durchführbarkeit wurden bei dem Versuch für jedes Material sieben bis zehn Stränge in zehn Sekunden Abständen mit einer Schneidevorrichtung abgetrennt und auf einen Zeitraum von zehn Minuten umgerechnet.

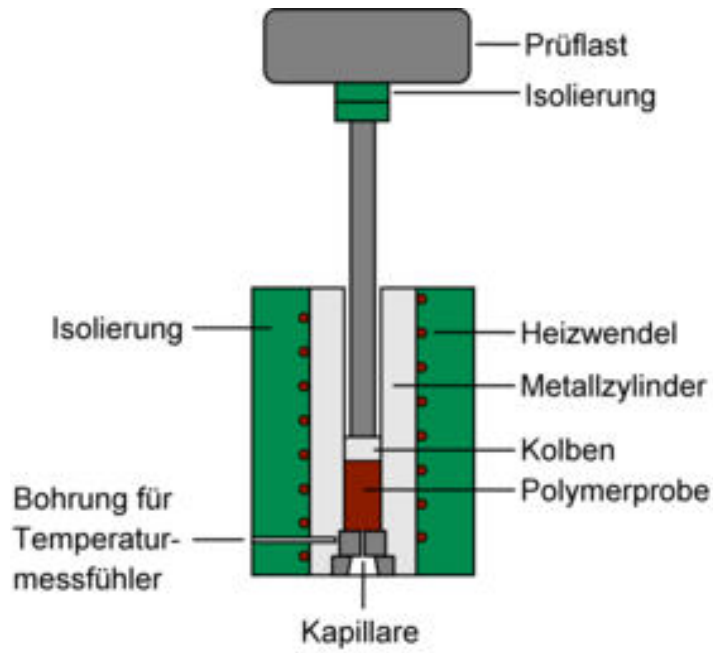


Abbildung 28: Extrusionsplastometer [33]

## Gerät

- Extrusionsplastometer: KARG MeltFloW basic Code 3100.000

## Parameter

- 3 – 4 g Kunststoffgranulat
- Temperatur: 220 °C bzw. 275 °C
- Prüflast: 2160 g
- 1 Materialstrang pro 10 Sekunden
- 5 bis 10 Stränge pro Material und Durchführbarkeit



## 4.7.2 Rheometer

Bei der rheologischen Messung mittels Rheometer wird das Schmelzfließverhalten von Kunststoffen mithilfe von erzeugten Schleppströmungen ermittelt, während bei Kapillarviskosimetern die Druckströmung zum erwünschten Ergebnis führt. Dadurch bietet sie den großen Vorteil einer genaueren Messung, für die deutlich weniger Probematerial notwendig ist. Zusätzlich können neben der Ermittlung der Schmelzviskosität durch oszillierende Versuche, auch viskoelastische Eigenschaften geprüft werden. [20]

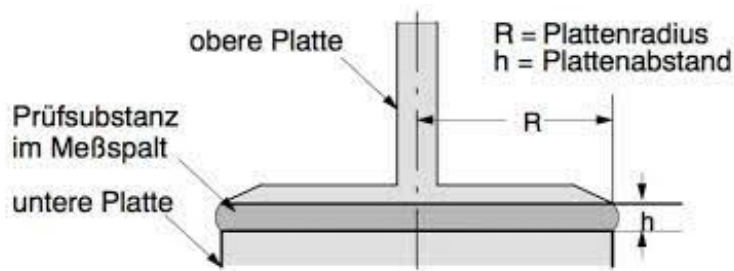


Abbildung 29: Platte - Platte Rheometer [26]

Es gibt im Wesentlichen zwei Rheometer, die sich vor allem in ihrer Bauart unterscheiden: [22]

- Koaxiale Zylinder-Messsysteme, bei dem der Zylinder sowie der Messkörper dieselbe Rotationsachse haben
- Platten – Platten oder Platten – Kegel Messsysteme, bei denen eine ebene Platte über einer weiteren Platte rotiert. (Figure 29)

Beide Prinzipien setzen dieselbe Methode ein und messen bei oszillierenden oder rotierenden Bewegungen der Messkörper die Schubspannung  $\tau$ , die Viskosität  $\eta$ , die Normalspannung  $\sigma$  sowie den Schubmodul  $G$ . Die Schergeschwindigkeit kann dabei von  $10^{-2}$  bis  $10^2$  variieren und somit eine hohe Genauigkeit der Messung gewährleisten. Das Ergebnis der Messung mit einem Rheometer ist schlussendlich die Fließkurve des geprüften Materials, dargestellt als Viskosität in Abhängigkeit der Schergeschwindigkeit bei vorherrschender Temperatur. [22]

### Gerät

- Rheometer: Anton Paar MCR 302 / Platte – Platte
- Software: RheoCompass 1.25

## 4.8 Zugversuch

Um das mechanische Verhalten von Werkstoffen unter Zugbelastung zu bestimmen, eignet sich der Zugversuch nach DIN EN ISO 527. Dabei werden taillierte, prismatische Prüfkörper unter definierten Laborbedingungen bis zum Bruch oder festgelegten Randbedingungen mit konstanter Geschwindigkeit gedehnt. Somit können die Festigkeit, Steifigkeit und das Deformationsverhalten eines Materials festgestellt werden. Diese Kennwerte hängen ebenso direkt mit der Entnahmerichtung der Probe aus einem Werkstück oder der Orientierung bei Spritzgussproduktionen zusammen und ermöglichen die Identifizierung der Anisotropie. [20]

Die auf den Probenkörper wirkende, einachsige Zugbeanspruchung verursacht eine gleichmäßige Spannung, die sich über den gesamten Querschnitt verteilt. Für den Fall, dass ein deformierbarer Kunststoff in der Prüfmaschine eingespannt ist, kommt es nach Überschreiten der Fließgrenze zu einem Einschnüren der Probe und einer mehrachsigen Verformung. Die vorherrschende Zugspannung, auch „technische Spannung“ genannt, definiert sich bei diesem Versuch durch: [22]

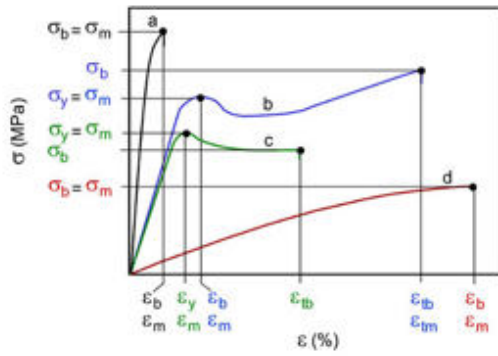
$$\sigma = \frac{F}{A_0} \quad (2)$$

und die verursachte Dehnung durch:

$$\varepsilon = \frac{dL_0}{L_0} \quad (3)$$

Das Ergebnis des Zugversuchs ist in der Regel in einem Spannungs-Dehnungs-Diagramm dargestellt, schematisch zu sehen in Abbildung 30.

Ein wichtiger Kennwert, der durch den Zugversuch generiert werden kann, ist der E-Modul, der sich aus dem Verhältnis von Spannung zu Dehnung ergibt. Ermittelt und angegeben wird dabei meist das Ursprungsmodul  $E_0$ , das sich über eine Dehnungsdifferenz von 0,2% ermitteln lässt. In der vorliegenden Arbeit wurde allerdings das Sekantenmodul zwischen 0,05% und 0,25% ausgewertet. [20]



$E = \sigma / \epsilon$	E-Modul [MPa]
$\sigma_m$	Zugfestigkeit [Mpa]
$\epsilon_m$	Dehnung bei Zugfestigkeit [MPa]
$\sigma_y$	Streckspannung [Mpa]
$\epsilon_y$	Streckdehnung [MPa]
$\sigma_b$	Bruchspannung [Mpa]
$\epsilon_b$	Bruchspannung [Mpa]

Abbildung 30: Spannungs-Dehnungs-Diagramm [27]

### Gerät:

- Prüfmaschine: Zwick Z050
- Software: testXpert II

### Versuchsbedingungen:

- Traversengeschwindigkeit:  $50 \frac{mm}{min}$
- Prüftemperatur: Raumtemperatur ca. 25°C

## 4.9 Kerbschlagzugversuch

Ein wichtiger Kennwert von Kunststoffen ist das Verhalten bei stoß- und schlagartigen Beanspruchungen. Dabei wird primär geprüft, ob ein Werkstück unter bestimmten Voraussetzungen spröde oder duktil versagt. Neben dem Material und den Versuchsbedingungen spielen dafür auch die Formgebung der Prüfkörper sowie Produktionsverfahren eine große Rolle. Zu den üblichen und genormten Prüfmethoden zählen der Kerbschlagbiegeversuch nach DIN EN ISO 10250 sowie die Schlagzugversuch nach DIN EN ISO 8256. [22]

Die recycelten Kunststoffverpackungen werden in dieser Arbeit mittels Kerbschlagzugversuch auf Kerbschlagzugzähigkeit untersucht. Dabei schwingt ein Pendelhammer von einer festgelegten Höhe ab, trifft auf ein Querjoch, in dem die Probe verspannt ist, und es kommt zum Bruch. Der Vorteil dieser Methode besteht darin, dass durch den Versuchsaufbau eine homogene Belastung über den gesamten Querschnitt übertragen wird und sich somit über das gesamte Volumen verteilt. Etwaige Störungen an der Oberfläche des Prüfkörpers wirken sich daher nicht auf das Verhalten bei Versagen aus. Das Ergebnis kann jedoch durch die Art der Einspannung verfälscht werden, da es zu einem Verrutschen der Probe kommen kann. Eine einwandfreie Montage ist somit Voraussetzung für aussagekräftige Resultate.

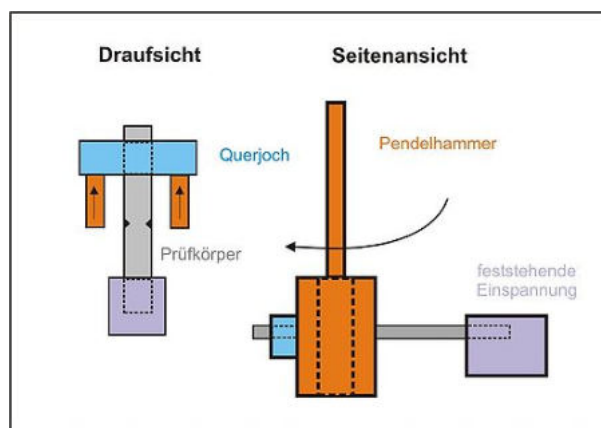


Abbildung 31: Prinzip der Kerbschlagzugmaschine [28]

### Gerät:

- Pendelschlagwerk: INSTRON CEAST 9050
- Pendelhammer: 2 J
- Querjoch: 15 g

## 5 Ergebnisse

### 5.1 Fourier-Transformations-Spektroskopie (FT-IR)

Mithilfe der FT-IR Analyse kann eine fundierte Aussage über die Art des Oberflächenmaterials der Kunststoffverpackungen getroffen werden. Alle 60 Proben wurden sowohl an der Innen- als auch Außenseite belichtet, die Absorption der Molekülgruppen gemessen und anhand von Tabelle 7 abgeglichen. Für die 31 Stück, bei denen ein Etikett vorhanden war, wurde diese Beschichtung ebenfalls untersucht. Bei der Auswertung der FT-IR Spektren, die erfasst wurden, zeigen sich fünf unterschiedliche Materialien. Es handelt sich dabei um PET, PE und PP sowie zwei Muster, die auf Lackierungen schließen lassen und an manchen Außenseiten und Etiketten identifiziert werden konnten. [28] Abbildung 32 und Abbildung 33 zeigen exemplarisch die drei Polymere sowie die beiden Lacke.

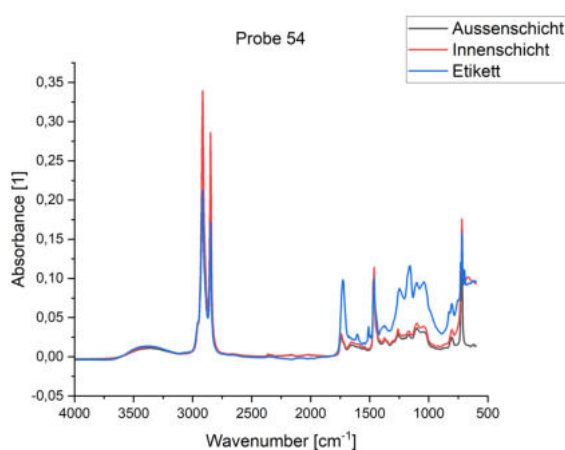


Abbildung 32: FT-IR - Probe 54

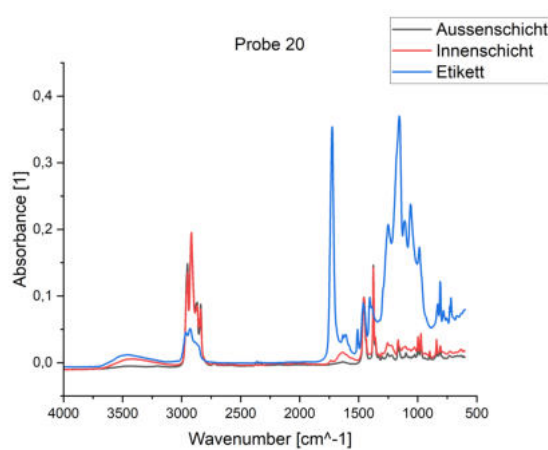


Abbildung 33: FT-IR - Probe 20

An der Innenseite der Verpackungen sind PE, PET und PP, wenn auch nur vereinzelt, erkennbar. PET ist für diese Oberfläche beinahe zur Gänze nur bei Flaschen vorhanden, lediglich eine Tube, Probe Nummer 41, zeigt die für dieses Material charakteristischen Peaks. Für beide Verpackungsarten auf der Innenseite kommt PE zum Einsatz, wobei eine genauere Materialbestimmung nicht möglich war. Im FT-IR sind die Spektren der unterschiedlichen Varianten zu ähnlich und so kann zwischen HD-PE und LD-PE in dieser Auswertung nicht unterscheiden werden. PP zeigt sich nur zwei Mal an der Innenseite der Kosmetikverpackungen und ausschließlich bei Flaschen. Sowohl Probe 20 als auch Probe 21 stellen somit Ausnahmen unter den 60 Proben dar.

Die ausgewerteten Außenseiten der Kosmetikverpackungen lassen auf alle drei Polymere sowie beide Lackierungsmaterialien schließen. PET ist, genau wie bei der Innenseite, nur bei Flaschen vorhanden, Probe 41 ist die einzige Ausnahme. Bei Probe 7 konnte das verwendete Material hingegen nicht genau bestimmt werden. Das Spektrum für die Außenseite-

te ähnelt jenem der Lackierungen sowie der von PET, ist aber nicht eindeutig zuordenbar. (Abbildung 34)

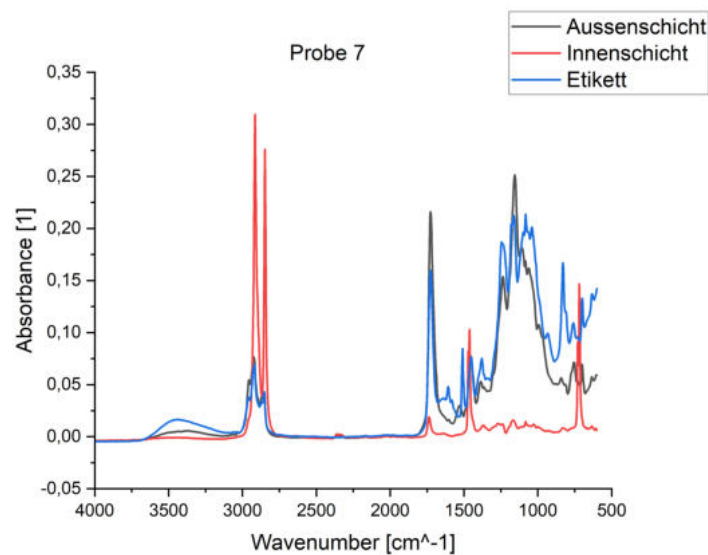


Abbildung 34: FT-IR - Probe 7

Unter den 30 Flaschen besteht die Außenschicht bei 15 Stück aus PE, das somit das für diese Kategorie am häufigsten eingesetzte Material ist. Am wenigsten fand sich hingegen PP, das außen lediglich bei zwei Flaschenverpackungen, Probe 20 sowie Probe 21, identifiziert werden konnte. Bei den Tuben ist ein anderes Bild zu erkennen, da die FT-IR Analyse ihrer äußeren Oberfläche bei fast allen ein Spektrum ergibt, das auf eine Lackschicht schließen lässt. Lediglich Probe 7 und Probe 21 zeigen Merkmale anderer Materialien. Die Tatsache, dass beide Produkte jeweils mit einem Etikett/einer Hülle überzogen sind, lässt vermuten, dass die identifizierten Lackierungen für die Bedruckung des Designs notwendig sind. Um diesen Aspekt näher zu untersuchen, wurden vier unterschiedlichen Farben des Tubendesigns mit der Probennummer 1 unter dem FT-IR untersucht. Wie in Abbildung 35 zu sehen, sind zwischen diesen Bereichen keine Unterschiede erkennbar – es muss sich somit um eine einheitliche Schicht oberhalb der Farblackierung handeln.

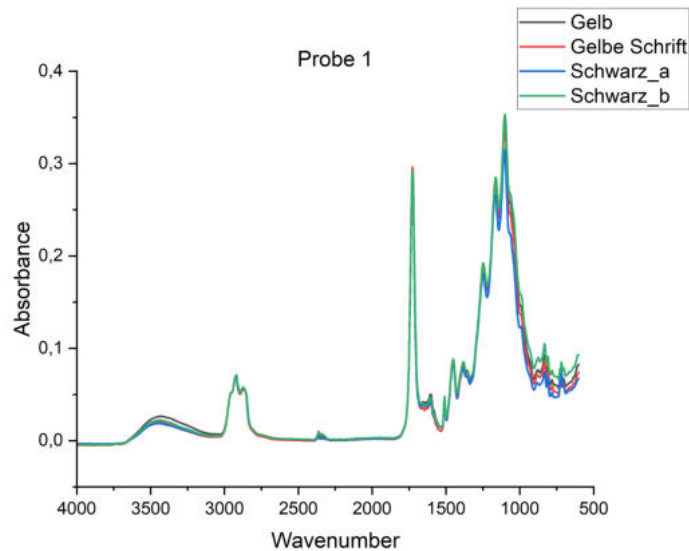


Abbildung 35: FT-IR - Probe 1

Unter den 60 Proben, die als Stichprobe herangezogen wurden, sind 28 mit einem Etikett beklebt oder überzogen. Diese Design- und Informationsapplikationen zeigen im FT-IR dasselbe Spektrum wie die Lackschichten auf den Tubenverpackungen mit Ausnahme von zwei Flaschen: bei Probe 57 und Probe 46 besteht die Außenseite des Etiketts der Produkte aus PET.

Die Analyse lässt vermuten, dass die Hersteller für die Bedruckung der Verpackungen zwei bestimmte Lackarten als abschließende Oberschicht verwenden oder ein Etikett mit demselben Material aufkleben. Lediglich bei einem der 60 Produkte, Probe 47 Abbildung 36 war dies nicht der Fall, denn sowohl die Innen- als auch Außenseite besteht aus PE.

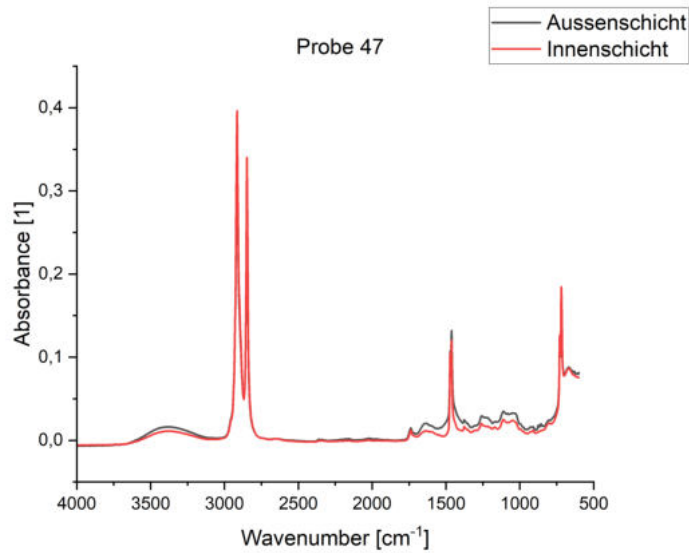


Abbildung 36: FT-IR - Probe 47

Für eine aussagekräftige FT-IR Analyse ist das Vorfinden einer sauberen, geraden Oberfläche mit dem Durchmesser des Probenhalters essenziell. Bei Probe 11 war ein derart ebener Bereich durch das Verpackungsdesign in welliger Ausführung leider nicht vorhanden und konnte dadurch mit dieser Methodik nicht untersucht werden.

Der FT-IR Versuch gibt Aufschluss über die Oberfläche, jedoch nicht über mögliche darunterliegende Schichten. Somit ist in jedem Fall eine DSC-Analyse für eine Aussage über die materielle Zusammensetzung der Verpackungen notwendig.



Tabelle 7: FT-IR Spektren [24]

Polymer	Vibration*	Wavenumber** [ $cm^{-1}$ ]
PE	$\nu_a CH_2$ und $\nu_s CH_2$	3000-2840
	$\delta CH_2$	1463
	$\rho CH_2$	725
PP	$\nu_a CH_2$ und $\nu_s CH_2$	3000-2840
	$\nu_a CH_3$ und $\nu_s CH_3$	3000-2840
	$\delta CH_2$ und $\delta_a CH_3$	1459
	$\delta CH_3$ und $\delta_a CH_3$	1376
	$\delta_s CH_3$	1167
	$\nu C - C$	998, 973
	$\delta_s CH_2$	840
PET	$\nu = CH$	3150-3000
	$\nu_a CH_2$ und $\nu_s CH_2$	3000-2840
	$\nu C = O$	1718
	$\nu Ph$	1600-1325
	$\nu C(=O)O$ und $\delta = CH$	1260
	$\nu O - C$ und $\delta = CH$	1100
	$\delta = CH$	1018
	$\gamma = CH$	971, 872
	$\gamma Ph$	726

\*  $\nu_a$  - antisymmetrische Streckschwingung,  $\nu_s$  - symmetrische Streckschwingung,  $\delta$  - Verformung in der Ebene,  $\gamma$  - Verformung außerhalb der Ebene,  $\rho$  - Schaukelschwingung

\*\* Wellenzahl der Transmissionsspektren - sie unterscheiden sich geringfügig vom ATR

## 5.2 Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)

Unter der Annahme, dass es sich bei einigen der Proben um mehrschichtige Behälter handelt, bietet sich die DSC-Analyse an, um die Materialzusammensetzung der Produkte zu erfassen. Es wurden daher sowohl die Verpackungsbehälter als auch deren Deckel mit diesem Verfahren untersucht.

### Behälter:

Für die Untersuchung der Verpackungsbehälter wurden 4-6 *mg* schwere Segmente aus den 60 Proben ausgeschnitten, in einem Tiegel mit Deckel verschlossen und im DSC Ofen nacheinander untersucht. Bei Verpackungen, bei denen ein Etikett vorhanden ist, wird dieses ebenfalls miteinbezogen. Durch den geringen Materialanteil pro Gesamtgewicht ist es allerdings nicht in der Auswertung erkennbar. Die aus der Methode gewonnenen Darstellungen des Wärmestroms in Abhängigkeit der Temperatur der Kunststoffe wurde mithilfe des Schmelzpeaks analysiert und durch die Software TA Universal Analysis identifiziert und markiert. So konnten die einzelnen Punkte den jeweiligen Polymeren, beziehungsweise Polymer Blends, zugeordnet werden.

Eine gesamtheitliche Betrachtung bestätigt die Ergebnisse der FT-IR Untersuchung – es konnten PET, PE sowie PP in den Verpackungsmaterialien nachgewiesen werden. Zudem war bei einigen Produkten EVOH enthalten, das in der Verpackungsindustrie gerne als Barrierschicht gegen Sauerstoff eingesetzt wird. Es ist bei allen Grafiken am Schmelzpunkt bei um die 180 °C gut erkennbar und weist somit auf ein EVOH mit 32 mol. % hin. Das Material wurde in Summe bei 20 Tuben, immer in Verbindung mit PE, erkannt, aber bei keiner einzigen Flasche. Die PE Schmelzpeaks lassen den Einsatz unterschiedlicher Blends dieses Materials vermuten – es sind pro Probe entweder zwei Peaks, bei ca. 115 °C und 122 °C erkennbar, oder ein einzelner Peak bei ca. 125 °C. Es zeigt sich hiermit das erste Indiz für einen mehrschichtigen Verpackungsaufbau, bei dem weder LD-PE noch das für die Verpackungskennzeichnung verwendete HD-PE als reines Material für eine Schicht verarbeitet worden ist. Mithilfe der Mikroskopie kann diese Annahme in Kapitel 5.3 bestätigt werden.

PE Blends sind bei 11 Tubenverpackungen und einer Flaschenverpackung die einzig vorkommenden Polymere, die durch ein, zwei oder sogar drei beieinanderliegenden Schmelzpeaks charakterisiert werden. Beinahe alle Produktproben, bei denen PET nachzuweisen ist, zeigen ebenfalls ein Maximum für PP in der Heizkurve, lediglich zwei Proben waren zu 100% aus PET (Probe 11, Probe 58).

HD-PE ist bei der Heizkurve von 16 Flaschenverpackungen eindeutig an den Schmelzpeaks bei ca. 130 °C zu erkennen. Keines von diesen Produkten weist einen weiteren Peak

auf, weshalb, unter Einbezug der FT-IR Analyse, von Behältern aus Monomaterial ausgegangen werden kann.

Bei einer einzigen Probe, Nummer 21, ist ein Schmelzpeak bei 145 °C vorhanden, der unter Berücksichtigung der Erkenntnisse aus der FT-IR Analyse, auf ein PP-Copolymer schließen lässt.

## **Deckel**

Für die Analyse der Verpackungsdeckel ist nach derselben Methode vorgegangen worden. Bei der Auswertung hat sich ein klares Bild ergeben: das vorherrschende Material für diese Komponente ist PP – in den Varianten von reinem PP oder einem PP-Copolymer. Bei 39 der 60 Deckelproben ist ein Schmelzpunkt bei etwa 163 °C vorhanden, der auf PP schließen lässt. Für alle anderen erscheint die Auswertung nicht eindeutig, denn die Peaks verteilen sich zwischen 144 °C und 156 °C, bei zwei Proben sind zudem zwei separate lokale Maxima vorhanden. Unter der Berücksichtigung, dass die Deckel ausschließlich mit dem Recyclingcode für PP oder gar nicht gekennzeichnet sind, ist davon auszugehen, dass es sich daher bei diesen 21 Proben um ein PP-Copolymer handelt.

Die DSC-Analyse lässt gemeinsam mit der FT-IR Analyse und den Kennzeichnungen der Recyclingcodes bereits bei einigen Produkten auf deren Aufbau schließen. Um die aufgestellten Behauptungen zu bestätigen und beispielsweise den Mehrschichtaufbau in Verbindung mit EVOH zu untermauern, ist eine Betrachtung unter dem Mikroskop unerlässlich.

Tabelle 8: Ergebnisse der DSC-Analyse, Probe 1 - 30 [4, 16, 37]

Probennummer	Verpackungsart	Behälter		Deckel	
		Peaks [°C]	Auswertung	Peaks [°C]	Auswertung
1	Tube	125	PE Blend	147	Copolymer
2	Tube	123	PE Blend	165	PP
3	Tube	115/122/180	PE Blend/EVOH	145	Copolymer
4	Flasche	130	HDPE	164	PP
5	Tube	110/124	PE Blend	147	Copolymer
6	Tube	116/122/178	PE Blend/EVOH	163	PP
7	Tube	114/126	PE Blend	146/161	Copolymer
8	Tube	105/122/127/171	PE Blend/EVOH	164	PP
9	Tube	115/122/181	PE Blend/EVOH	164	PP
10	Flasche	129	HDPE	146	Copolymer
11	Flasche	250	PET	162	PP
12	Flasche	164/252	PP/PET	165	PP
13	Tube	111/124	PE Blend	148	Copolymer
14	Flasche	169/245	PP/PET	164	PP
15	Flasche	168/249	PP/PET	163	PP
16	Flasche	130	HDPE	160	PP
17	Flasche	132	HDPE	163	PP
18	Flasche	133	HDPE	163	PP
19	Flasche	133	HDPE	147	Copolymer
20	Flasche	127/142	PE Blend	162	PP
21	Flasche	145	Copolymer	165	PP
22	Flasche	132	HDPE	153	Copolymer
23	Flasche	129	HDPE	154	Copolymer
24	Flasche	130	HDPE	165	PP
25	Tube	125/181	PE Blend/EVOH	163	PP
26	Tube	123/180	PE Blend/EVOH	166	PP
27	Tube	128/179	PE Blend/EVOH	150	Copolymer
28	Tube	126/163	PE Blend/EVOH	155	Copolymer
29	Tube	110/122	PE Blend	160	PP
30	Tube	110/127	PE Blend	162	PP

Tabelle 9: Ergebnisse der DSC-Analyse, Probe 30 - 60 [4, 16, 37]

Probennummer	Verpackungsart	Behälter		Deckel	
		Peaks [°C]	Auswertung	Peaks [°C]	Auswertung
31	Tube	115/122/181	PE Blend/EVOH	163	PP
32	Tube	123	PE Blend	165	PP
33	Tube	125	PE Blend	163	PP
34	Tube	125/180	PE Blend /EVOH	148	Copolymer
35	Tube	115/122/181	PE Blend/EVOH	164	PP
36	Tube	108/121/179	PE Blend/EVOH	149	Copolymer
37	Tube	125/180	PE Blend/EVOH	164	PP
38	Flasche	132	HDPE	145	Copolymer
39	Flasche	132	HDPE	163	PP
40	Flasche	133	HDPE	163	PP
41	Tube	124/128/180	PE Blend/EVOH	135/147	Copolymer
42	Tube	125/180	PE Blend/EVOH	165	PP
43	Tube	128/179	PE Blend/EVOH	150	Copolymer
44	Tube	115/122/179	PE Blend/EVOH	161	PP
45	Flasche	166/260	PP/PET	164	PP
46	Flasche	169/247	PP/PET	148	Copolymer
47	Flasche	131	HDPE	165	PP
48	Flasche	169/247	PP/PET	164	PP
49	Tube	112/121/179	PE Blend/EVOH	164	PP
50	Tube	107/122/180	PE Blend/EVOH	147	Copolymer
51	Flasche	167/249	PP/PET	163	PP
52	Flasche	169/247	PP/PET	156	Copolymer
53	Flasche	129	HDPE	165	PP
54	Flasche	127	HDPE	144	Copolymer
55	Flasche	129	HDPE	151	Copolymer
56	Flasche	167/247	PP/PET	163	PP
57	Flasche	168/247	PP/PET	164	PP
58	Flasche	247	PET	164	PP
59	Tube	110/121	PE Blend	163	PP
60	Tube	115/122/181	PE Blend/EVOH	165	PP

### 5.3 Mikroskopie

Um den Schichtaufbau der Kosmetikverpackungen zweifelsfrei identifizieren zu können, ist eine Betrachtung der Querschnitte unter einem Lichtmikroskop unerlässlich. Dabei können mit einer 20- bis 50-fachen Vergrößerung die Anzahl der Schichten sowie deren Dicke eindeutig bestimmt werden. Für die Durchführung wurden 30 Stück Probenhalter mit jeweils zwei Verpackungen angefertigt, mikroskopiert und digital analysiert.

Alle Abbildungen, die durch die Mikroskopie generiert worden sind, zeigen in der rechten unteren Ecke den jeweiligen Maßstab sowie eine Abmessung der Dicke der vorhandenen Schichten. Bei der oberen Schicht handelt es sich um die äußerste und bei der unteren um die innerste Schicht des dargestellten Behälterquerschnitts.

Unter den 60 Verpackungen sind 36 Stück aus Monomaterial, von denen lediglich sechs Stück Tuben sind. Somit sind alle Flaschenverpackungen aus nur einem Material gefertigt und demnach auch nicht coextrudiert. Die Wandstärke dieser einschichtigen Produkte fällt sehr unterschiedlich aus und beträgt zwischen  $340\ \mu\text{m}$  und  $1113\ \mu\text{m}$ . Außerdem ist klar zu erkennen, dass die Etiketten für diese Behälter mit  $45$  bis  $108\ \mu\text{m}$  besonders dick ausfallen.

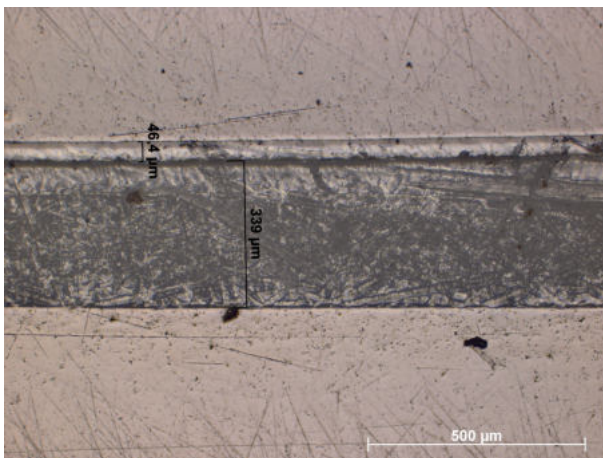


Abbildung 37: Probe 19

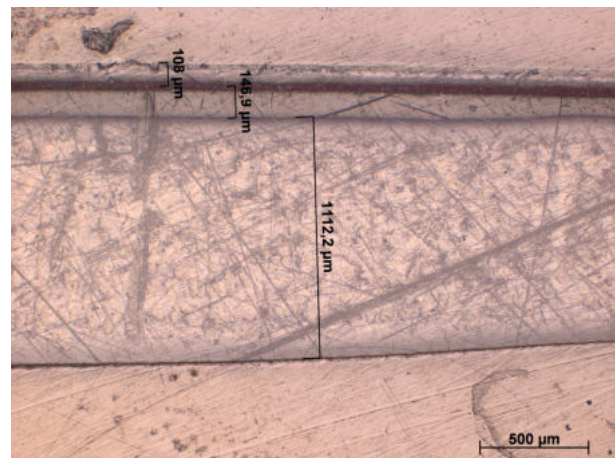


Abbildung 38: Probe 54

In Abbildung 37 ist die dünnste und in Abbildung 38 die dickste Flaschenverpackung abgebildet, die beide mit einem Etikett versehen sind, das deutlich erkennbar ist. Probe 54 zeigt zudem eine Kleberschicht zwischen Flaschenbehälter und Etikett.

Von den sechs einschichtigen Kosmetikverpackungen im Tubenformat hat nur eines ein Etikett (Probe 7), bei allen anderen wurde das Design bedruckt. Der Druck ist jedoch kaum erkennbar, denn die Farbschicht lässt sich an der Außenseite nur bei manchen Proben in der Betrachtung unter dem Mikroskop erahnen. So zeigt sich bei Probe 2 eine schimmern- de Oberkante, die auf eine Lackierung schließen lassen könnte, Probe 1 zeigt diese nicht.

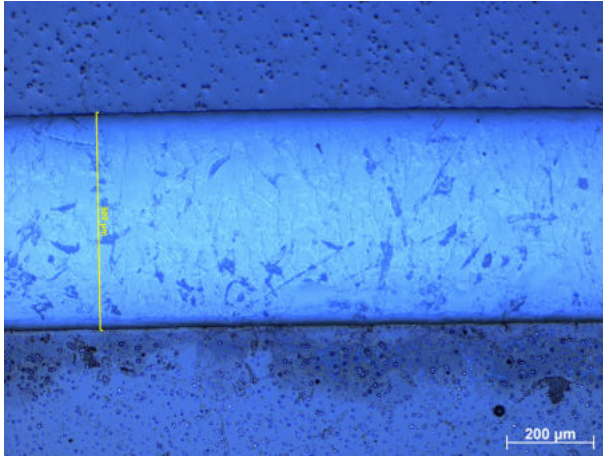


Abbildung 39: Probe 1

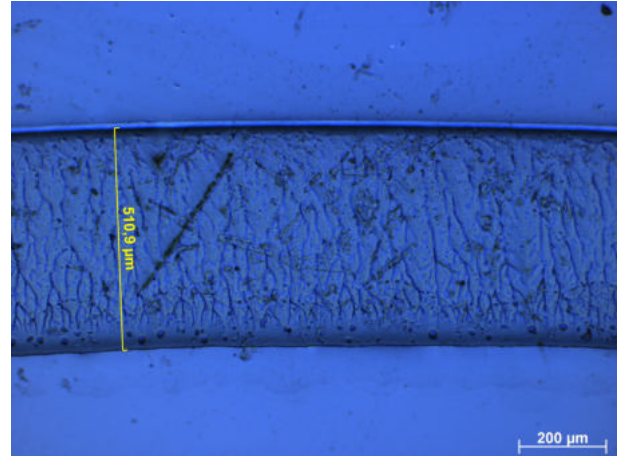


Abbildung 40: Probe 2

Um diese Schicht der Lackierung besser zu erkennen, wurde sowohl die Innen- als auch Außenseite nochmal vergrößert – Abbildung 41 und Abbildung 42 zeigen die Ergebnisse.

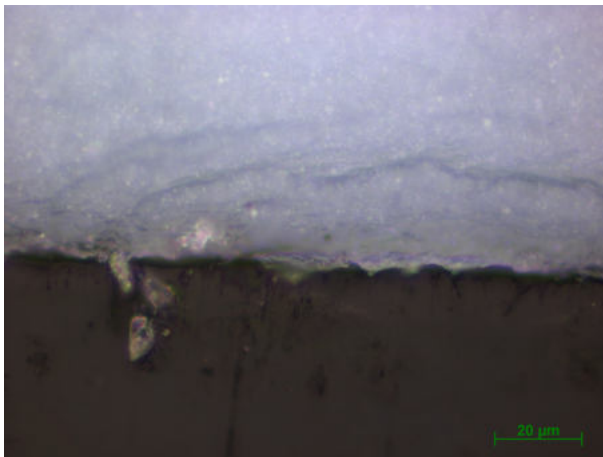


Abbildung 41: Probe 1 Innenfläche

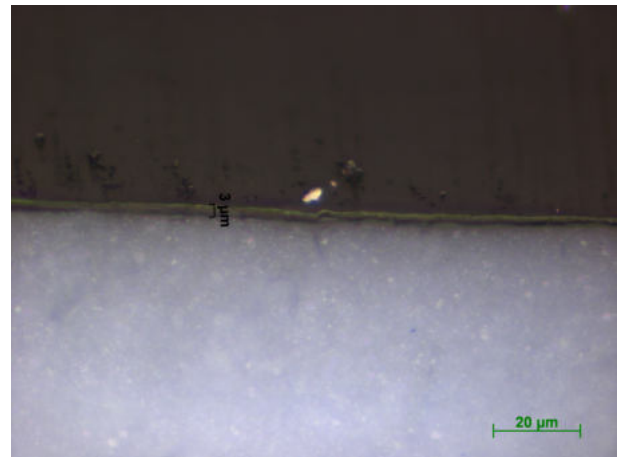


Abbildung 42: Probe 1 Außenfläche

Zwischen den beiden Oberflächen der Verpackung, jeweils in weiß erkennbar, ist ein deutlicher Unterschied in der Rauigkeit zu erkennen. Die Außenseite erscheint wesentlich glatter und weist zusätzlich eine ca.  $3 \mu\text{m}$  dicke Schicht auf.

Es gibt nur ein Produkt, Probe 13, bei dem eindeutig zwei Schichten erkennbar sind, eine Außenschicht mit  $105 \mu\text{m}$  und eine Innenschicht mit  $532 \mu\text{m}$ . Bei zwei weiteren Tuben hat sich der erste Eindruck von zwei Schichten durch einen Vergleich mit den Ergebnissen der DSC-Analyse nicht bestätigt. Sowohl Probe 44 als auch Probe 49 beinhalten EVOH, das gewöhnlich zwischen PE eingebettet ist. Mit dieser Erkenntnis kann die Darstellung der Mikroskopie besser interpretiert werden und lässt die Vermutung einer Barrierschicht von weniger als  $10 \mu\text{m}$  zu.

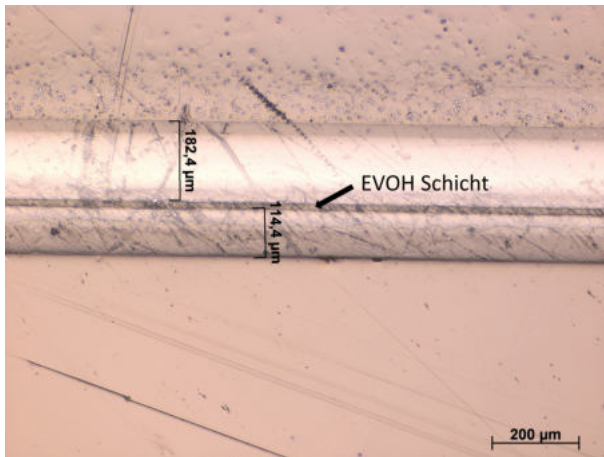


Abbildung 43: Probe 44

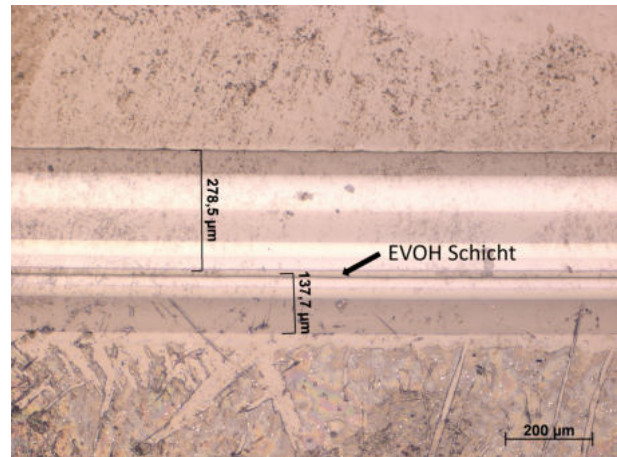


Abbildung 44: Probe 49

Der Großteil der Tubenverpackungen, genau 19 Stück, ist in einer Ausführung mit drei Schichten produziert worden. Trotz oder gerade wegen dieser Anzahl sind die Produkte erheblich dünner, zwischen  $150$  und  $520 \mu\text{m}$ , als jene Verpackungsarten mit einschichtiger Flaschenausführung. Der häufigste Aufbau dieser Tuben ist PE/EVOH/PE, bei dem die mittlere Schicht deutlich dünner ist – exemplarisch dargestellt anhand Probe 25 in Abbildung 45

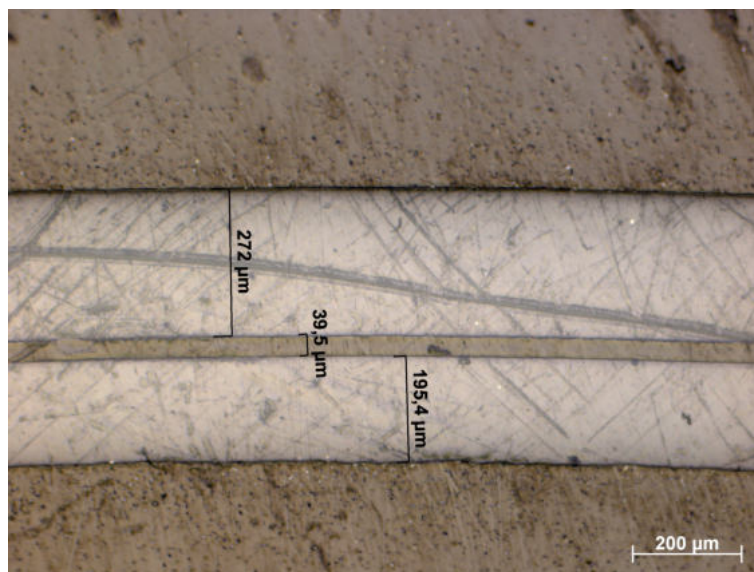


Abbildung 45: Probe 25



Drei Proben (Probe 29, Probe 30 und Probe 31), bei denen es sich um Zahnpasta-Tuben mit drei Schichten handelt, zeigen in der DSC-Analyse aber lediglich PE als Komponente. Wie aus der Literatur bereits hervorgegangen ist wird auch Aluminium als Barrierschicht im Laminierungsverfahren für Verpackungen eingesetzt. Die schimmernde Erscheinung der Mittelschicht lässt somit eine PE/Aluminium/PE-Verbindung vermuten.

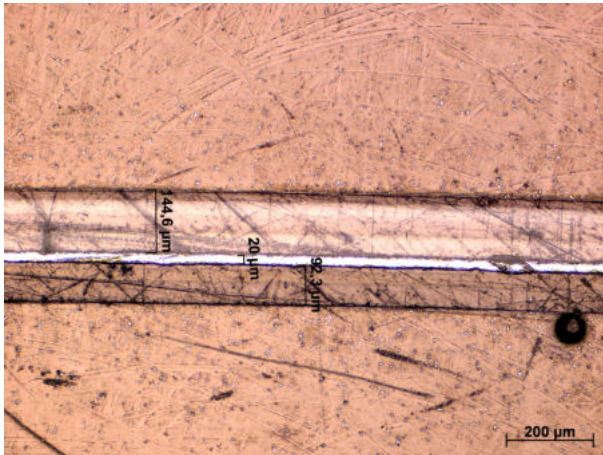


Abbildung 46: Probe 29

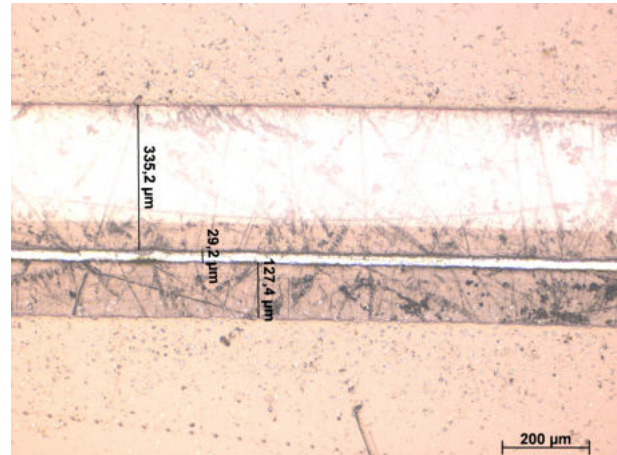


Abbildung 47: Probe 30

Fünf Schichten sind bei insgesamt vier Tuben vorhanden die laut DSC-Analyse aus einer Kombination von EVOH und PE bestehen. Probe 3, 6 und 9 zeigen relativ ähnliche Schichtstärken und durch die Farbunterschiede unter dem Mikroskop ist PE/EVOH/PE/EVOH/PE am wahrscheinlichsten. Bei Probe 8 unterscheidet sich optisch nur eine Schicht von den restlichen vier – es stellt sich somit die Frage, ob unterschiedliches PE übereinandergeschichtet worden ist. Abbildung 48 und Abbildung 49 zeigen diese Unterschiede auf.

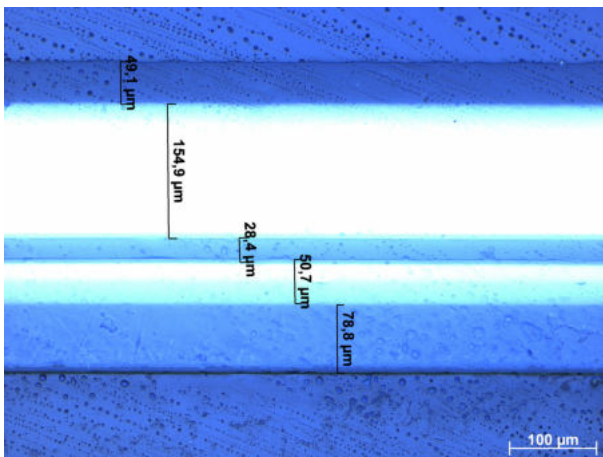


Abbildung 48: Probe 3

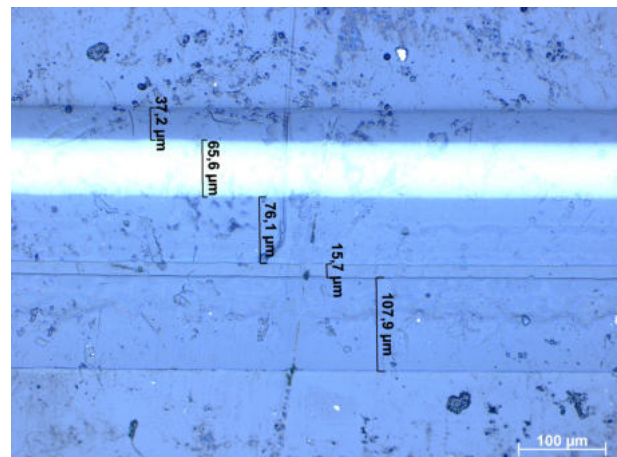


Abbildung 49: Probe 8

## 5.4 Verpackungsaufbau

Mithilfe der drei durchgeführten Methoden bildet sich ein ganzheitlicher Überblick, der es ermöglicht, den Aufbau und die Zusammensetzungen der ausgewählten Stichprobe von 60 verschiedenen Kosmetikverpackungen zu bestimmen.

Im Hinblick auf die Recyclingfähigkeit der Produkte ist ein Umstand besonders positiv hervorzuheben: alle 30 Flaschenverpackungen wurden aus Monomaterial hergestellt und bieten somit die beste Voraussetzung für ein mechanisches Recycling. Lediglich das aufgeklebte Etikett sowie die Deckel aus PP oder PP-Copolymer könnten die Qualität vermindern. Eine einzelne Verpackung ist unter dieser Betrachtungsweise außergewöhnlich: Probe 47 wurde weder mit einem Etikett beklebt noch deren gesamte Außenseite lackiert, sondern lediglich mit einem Schriftzug bedruckt.

Unter den Tuben ist diese Einheitlichkeit keinesfalls gegeben: sowohl die Anzahl der Schichten als auch die Materialvielfalt sind sehr unterschiedlich. Ein Grund dafür könnten die verschiedenen Produktinhalte sein, für die eine spezielle Barriereeigenschaft in Form von einer oder sogar zwei EVOH-Schichten notwendig ist. Abbildung 50 und Abbildung 51 zeigen eine Gegenüberstellung zweier Produkte.

Beide der hier abgebildeten Produkte beinhalten ein Haarpflegeprodukt in Form eines Conditioners, einmal unter dem Schutz von fünf Schichten (rechts) PE-EVOH-PE-EVOH und einmal unter einer einzigen Schicht aus PE.

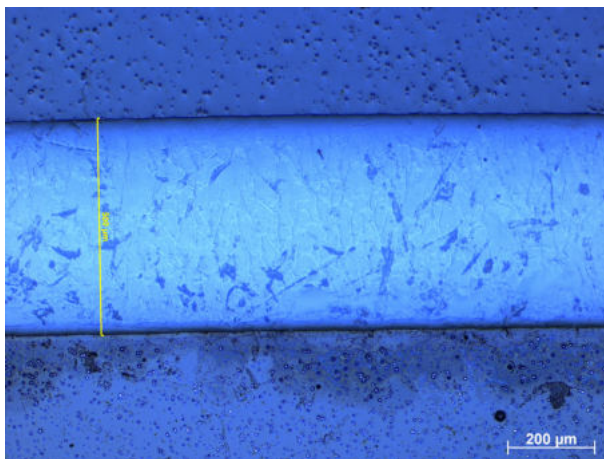


Abbildung 50: Probe 1

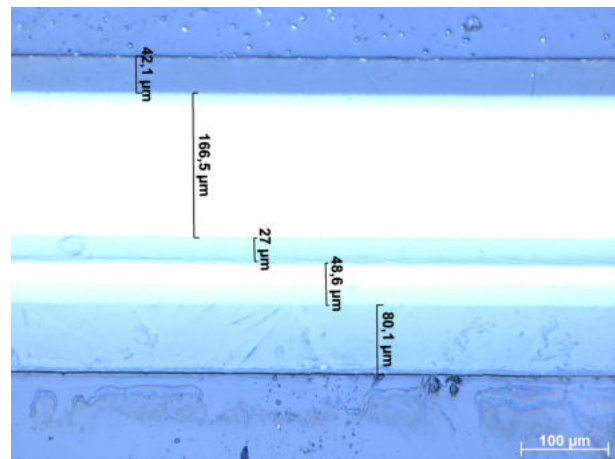


Abbildung 51: Probe 9

Die mehrschichtige Verpackung ist dabei mit  $365 \mu m$  wesentlich dünner als die einschichtige mit  $500 \mu m$ . Obwohl die beiden Produkte von verschiedenen Marken hergestellt werden, ist es dennoch erstaunlich, dass zwei vermeintlich gleiche Inhalte derart unterschiedlich verpackt werden. Die nachfolgenden Untersuchungen zeigen, welche der beiden Verpackungsarten besser zu recyceln und daher zu bevorzugen sind.

## 5.5 Rheologische Prüfung

Im Zuge der rheologischen Prüfung der recycelten Kunststoffverpackungen wurde mit einem Kapillarviskosimeter und einem Rheometer gearbeitet. Folgende Materialien wurden dabei untersucht:

- PET
- HDPE
- LDPE
- PP
- PET (85%) + PP (15%)
- HDPE (85%) + PP (15%)
- Mischung aus Mehrschichttuben (3-Schicht)
- Massenfraktion (Misch %): HDPE (40%)  
LDPE (10%)  
PET (24%)  
PP (6%)  
Other (40%)

### 5.5.1 MFI

Für die Bestimmung des MFI wurden die geschredderten Schnipsel in ein Extrusionsplastometer gefüllt und, wie in Kapitel 4.7.1 beschrieben, analysiert und dokumentiert. Bereits während der Durchführung war ersichtlich, dass PET-haltige Materialien eine deutlich höhere Durchflussrate zeigen und die Versuchshandhabung dadurch wesentlich erschweren. Der große MFI Unterschied sowie die abweichende Versuchstemperatur macht es für eine aussagekräftige Auswertung zudem erforderlich, die Ergebnisse in zwei separaten Grafiken darzustellen.

Unter den in Abbildung 52 aufgelisteten recycelten Kunststoffen, die bei 220 °C geprüft wurden, hat HD-PE den geringsten MFI-Wert von 0,7. In Verbindung mit PP erhöht sich dieser Wert erheblich auf 2,4 und kommt damit sehr nahe an LD-PE, mit 2,7, heran. Das aufbereitete PP hat in reiner Form mit 3,9 die höchste Durchflussrate der drei untersuchten Polyolefine.

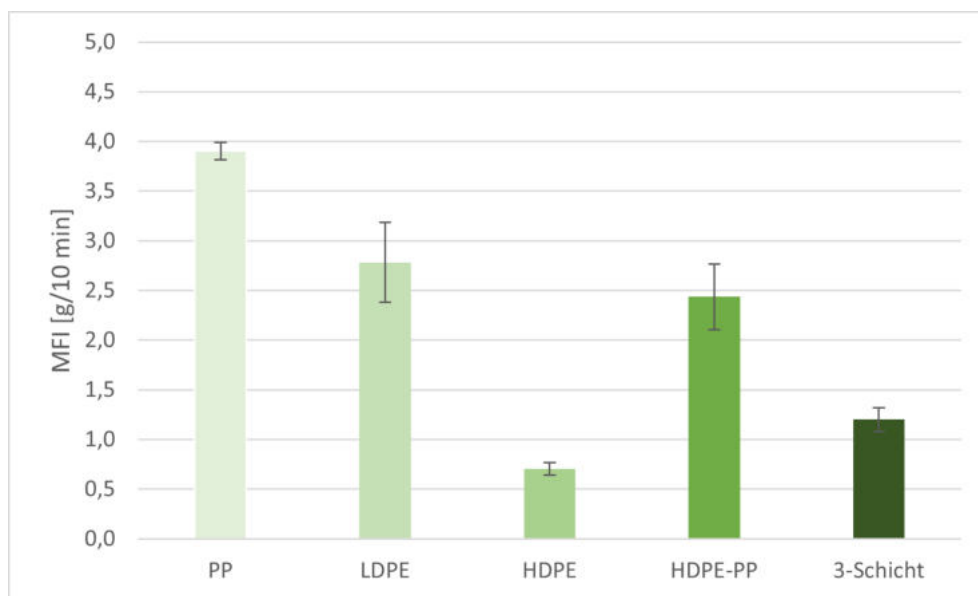


Abbildung 52: MFI Ergebnisse bei 220 °C

Beim 3-Schicht Material, das ausschließlich aus Tuben mit drei Schichten besteht, zeigt sich ein ähnlicher Wert wie jener von HD-PE. Unter dem Gesichtspunkt, dass diese Verpackungsart, wie die DSC-Analyse gezeigt hat, aus PE und EVOH besteht, scheint das Ergebnis schlüssig. Die Vermutung liegt nahe, dass ein gewisser Anteil an EVOH im Recyclat den MFI erhöht, wenn auch nicht ganz so erheblich wie PP.

Bei jener Fraktion, die sich aus allen vorkommenden Materialien zusammensetzt und genau wie reines PET bei 275 °C geprüft wurde, zeigt sich ein Wert von 12,3. Die Polyolefine LD-PE und HD-PE machen zusammen 50% der Blends aus und beeinflussen somit die Eigenschaften deutlich mehr als die 24% an PET. Damit würde sich auch erklären, wieso die Viskosität des Materials viel höher ist als bei reinem PET, das einen MFI von 74,4 erreicht. [41]

Abbildung 53 zeigt diesen deutlich höheren Wert von PET beim MFI Versuch mit 275 °C. Mischt man dem Reyclat 15% aufbereitetes PP bei, so erhöht sich dieser Wert noch einmal, genau wie bei HDPE-PP, auf 82,9.

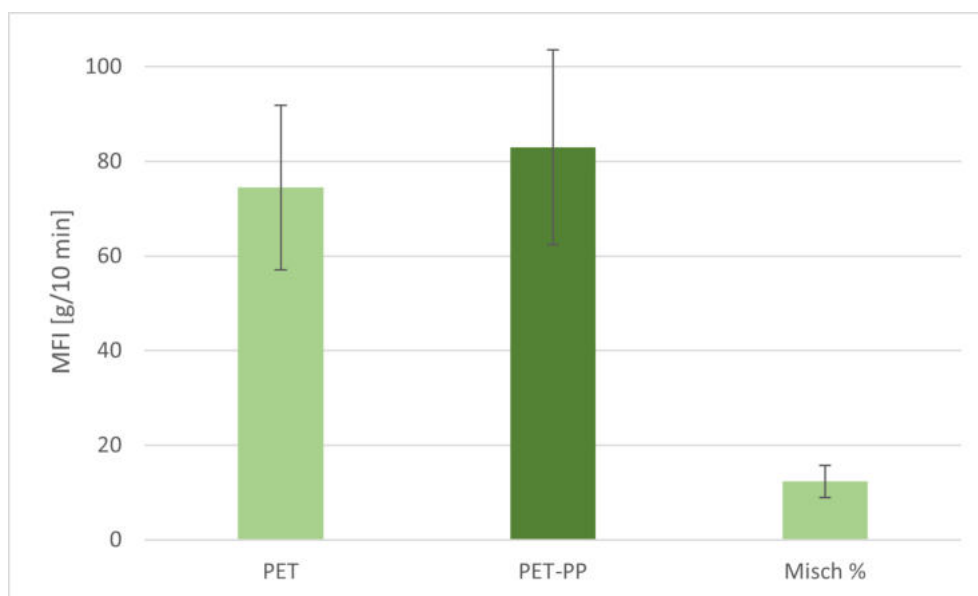


Abbildung 53: MFI Ergebnisse bei 275 °C

## 5.5.2 Rheometer

Für eine Analyse der Viskosität der recycelten Materialien mittels Rheometer wurden Prüfkörper in der Form eines Blättchens mit einer Stärke von 1,3 mm und einem Durchmesser von 27 mm angefertigt. Der Versuch wurde, wie in Kapitel 4.7.2 beschrieben, durchgeführt, dessen Ergebnisse in Abbildung 54 zu sehen sind. Für die Auswertung wurde die komplexe Viskosität  $Pa \cdot s$  über die bei dem Versuch vorhandene Kreisfrequenz  $\frac{Rad}{s}$  logarithmisch abgebildet.

Die dargestellte Grafik zeigt ein ähnliches Bild wie die Ergebnisse der MFI-Ermittlung. Polymere und Polymermischungen aus Polyolefinen haben eine wesentlich höhere Viskosität als PET und PET-PE Blends. Weiters ist zu erkennen, dass der Kurvenverlauf von PET annähernd horizontal verläuft und somit ähnlich wie eine Newton'sche Flüssigkeit verhält. [39]

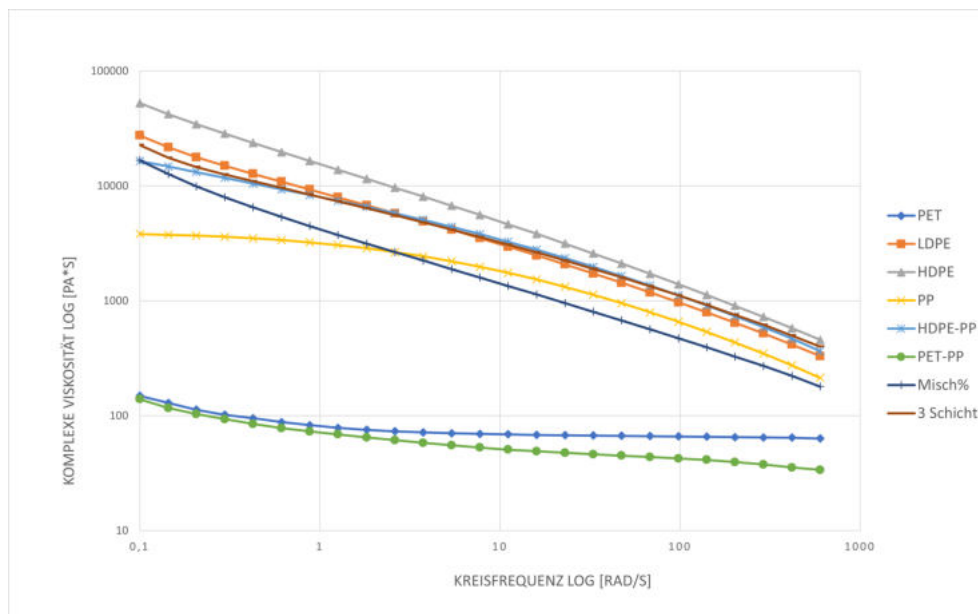


Abbildung 54: Rheologie Ergebnisse

Bei niedriger Kreisfrequenz kommt es bei den Polyolefinen im Messbereich nur bei PP zur Ausbildung eines Null-Viskositäts-Plateaus, im Bereich hoher Frequenzen liegen die Materialien relativ nah beieinander. Dabei weisen, wie auch schon beim Kapillarviskosimeter, die Blends einen niedrigeren Viskositätswert auf als die Monomaterialien. Die höchste komplexe Viskosität zeigt auch bei dieser rheologischen Untersuchung HD-PE.

## 5.6 Zugversuch

Für den Zugversuch wurden nach DIN EN ISO 527 taillierte, prismatische Prüfkörper auf Versagen bis zum Bruch geprüft und mittels E-Modul und der Bruchdehnung ausgewertet. Die Ergebnisse sind in Abbildung 55 und 56 dargestellt. Für alle Monomaterialien und Blends wurden jeweils sieben Prüfkörper untersucht, ausgenommen PP, bei dem nur fünf Versuche durchgeführt werden konnten.

Der E-Modul eines Werkstoffs gibt Auskunft darüber, wie stark sich dieser einer Verformung durch Krafteinwirkung widersetzt. [38] Unter den Prüfkörpern hat PET mit Abstand den höchsten Wert von über 2000 *MPa* erreicht und zeigt daher in den Spannungs-Dehnungs-Diagrammen kaum eine elastische Verformung. Wird dem Material PP beigemischt, so verringert sich der E-Modul auf ca. 1900 *MPa*. Versuche mit den Prüfkörpern aus reinem PP ergaben ein Verhältnis von Spannung zu Dehnung bei Krafteinwirkung von ca. 850 *MPa* und ist damit deutlich höher als bei HD-PE und LD-PE, jedoch erheblich niedriger als bei PET.

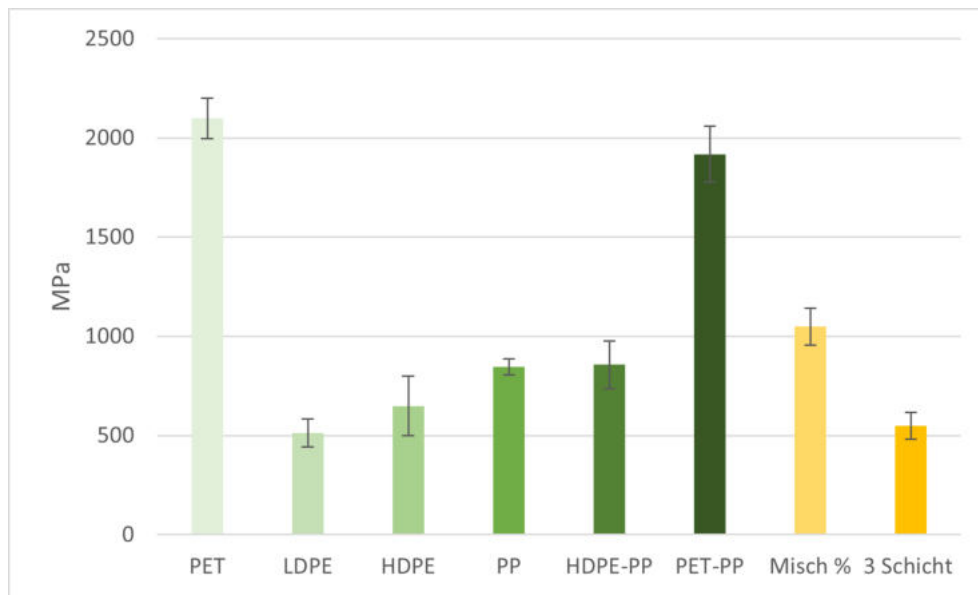


Abbildung 55: E-Modul

Unter den geprüften recycelten Polyolefinen weist LD-PE mit knapp 500 *MPa* den niedrigsten E-Modul auf, gefolgt von HD-PE mit 650 *MPa* und dem bereits erwähnten PP. Ein Blend aus aufbereiteten HDPE und PP-Verpackungen weist beinahe denselben Wert wie reines PP auf bei einer deutlich größeren Standardabweichung. Aus den 3-Schicht Tubenverpackungen, die zu Prüfkörpern recycelt wurden, ergibt sich ein durchschnittlicher Wert



bei der Prüfung, der zwischen LD-PE und HD-PE liegt. Nachdem die DSC-Analyse bereits ergeben hat, dass es sich bei den verarbeiteten Materialien für diese Behälter um eine Verbindung aus PE-Blends bzw. PE-Copolymer und EVOH handelt, erscheint dieses Ergebnis schlüssig.

Die Prüfkörper, Misch %, die aus einem Blend der geprüften Kunststoffe bestehen, haben einen E-Modul von knapp über 1000 MPa. Dieser Wert ist etwas über jenem von PP und vermutlich auf den PET-Gehalt von 24% zurückzuführen. [45]

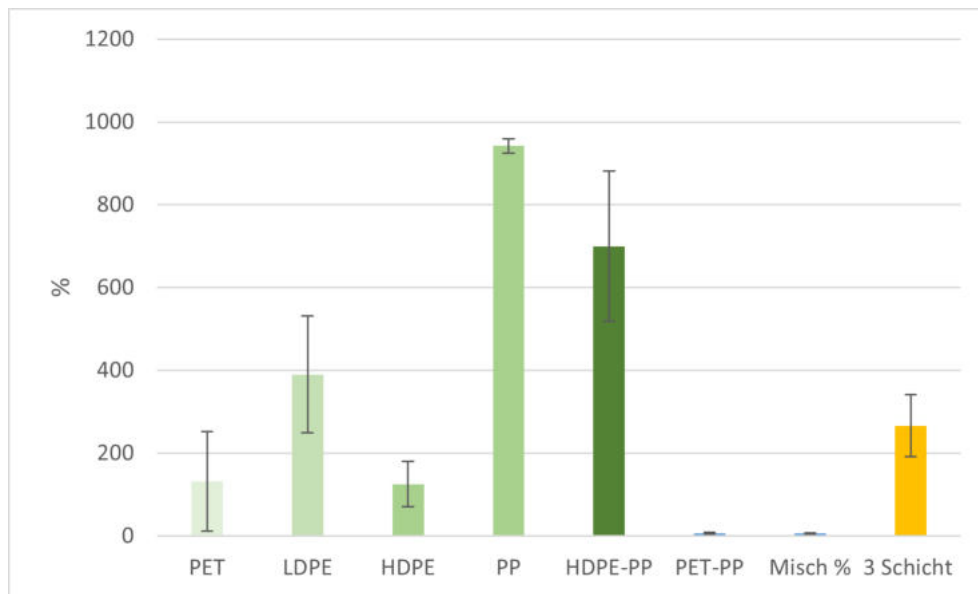


Abbildung 56: Bruchdehnung

Neben dem E-Modul gilt die Bruchdehnung als eine weitere wichtige vergleichbare Materialkenngröße und gibt an, wie sehr sich ein Körper unter Zugspannung dehnen kann, bis es zum Bruch kommt. Dieser Wert wird in % der ursprünglichen Messlänge angegeben. [17] Die Ergebnisse des Versuchs fällt für die geprüften Kunststoffe sehr unterschiedlich aus, auch zwischen den Polyolefinen. So zeigt das recycelte PP mit 942 % die größte Dehnung und erreicht auch in Kombination mit recyceltem HD-PE immer noch einen Wert von 699 %. Produzierte Prüfkörper aus reinem HD-PE brechen bereits bei 124% der Ausgangslänge. LD-PE ist wesentlich dehnbarer und erreicht beinahe 400%, jedoch bei einer besonders großen Standardabweichung der sieben durchgeführten Versuche. Prüfkörper aus 3-Schicht Tubenverpackungen reihen sich, genau wie der Wert des E-Moduls, zwischen HD-PE und LD-PE ein.

Das recycelte PET zeigt im Durchschnitt mit 130% eine ganz ähnliche Bruchdehnung wie HD-PE, die sich jedoch durch eine erheblich höhere Standardabweichung unterscheidet. In

Verbindung mit recyceltem PP minimiert sich die Verformbarkeit erneut und es kommt bereits bei 6,6% zum Bruch, wodurch die erfassten Ergebnisse kaum in der Grafik erkennbar sind. Dasselbe gilt für die Misch % Fraktion bei der es bereits mit 5,5% zu einer Trennung kommt. [44, 45]

## 5.7 Kerbschlagzugversuch

Für den Kerbschlagzugversuch wurde nach DIN ISO EN 8256 vorgegangen und die sieben aussagekräftigsten Prüfdurchgänge für jedes Material dokumentiert – ausgenommen LD-PE, bei dem nur sechs Prüfkörper produziert werden konnten.

Die Ergebnisse, dargestellt in Abbildung 57, zeigen, dass recyceltes LD-PE die höchste Schlagarbeit benötigt, um einen Bruch des Kunststoffes zu erreichen. Nur der Blend aus 3-Schicht Tuben, bestehend aus PE und EVOH, ist beständiger, denn bei dem Versuchsaufbau mit einem Pendelhammer von 2 J war es nicht möglich, für diese Probenkörper ein Versagen des Materials herbeizuführen. Der Grund dafür ist vermutlich die Zusammensetzung des für diese Verpackungsart eingesetzten PE, das wie die DSC-Analyse gezeigt hat, aus verschiedenen PE sowie PE-Copolymeren besteht. Die Resultate des Schlagzugversuchs legen daher nahe, dass für die Produktion der mehrschichtigen Tubenverpackungen ein hoher Anteil an PE-Copolymeren enthalten war. Andernfalls wäre dieser Wert durch die fehlende Kompatibilität der Materialien nicht erreichbar und müsste sich unterhalb von LD-PE befinden. [43]

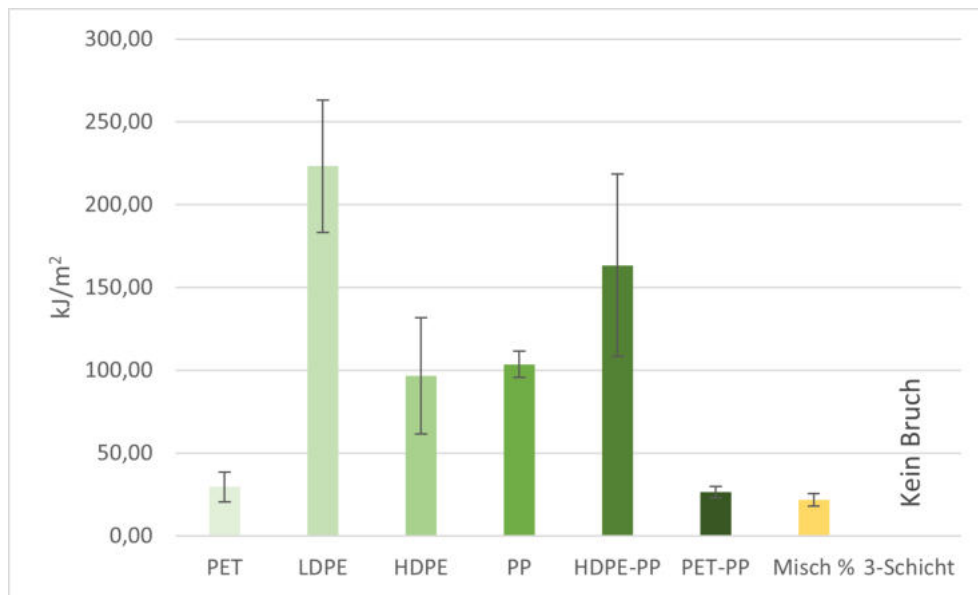


Abbildung 57: Ergebnisse Schlagzugversuch

Ein ähnliches Bild zeigt sich für einen Recycling-Blend aus HD-PE und PP. Prüft man diese beiden Materialien unabhängig voneinander, ergeben sich Schlagzugzähigkeiten von ca.  $100 \frac{kJ}{m^2}$ . Bei der Kunststoffmischung steigt dieser Wert jedoch auf über  $150 \frac{kJ}{m^2}$  und verbessert sich damit erheblich. Die angegebenen Recyclingcodes der Hersteller, nach denen die

Verpackungen für die Prüfkörper ausgewählt wurden, scheinen daher nicht dem verarbeiteten Material zu entsprechen. Andernfalls wäre eine solche Erhöhung der notwendigen Schlagarbeit nicht möglich, weshalb davon ausgegangen werden kann, dass die Hauptbestandteile LD-PE oder PE-Copolymere sind. [43]

Das recycelte PET hingegen hat eine äußerst schlechte Schlagzugbeständigkeit und versagt bereits bei etwa  $30 \frac{kJ}{m^2}$ , fügt man dem Material PP hinzu, reduziert sich dieser Wert nochmal um etwa  $4 \frac{kJ}{m^2}$ . Durch die schlechten Ergebnisse von recyceltem PET war zu erwarten, dass die Prüfkörper Misch % aus allen Materialien ebenfalls eine niedrige Kerbschlagzugbeständigkeit haben werden. Unter den acht unterschiedlichen Materialprüfkörpern schneidet dieser Recyclat-Blend mit Abstand am schlechtesten ab und reiht sich mit  $21 \frac{kJ}{m^2}$  knapp hinter PET-PP. Zurückzuführen ist diese Verschlechterung auf die bereits aus der Literatur zitierte Inkompatibilität der beiden Materialien. [42, 44, 45]

## 5.8 Recyclingfähigkeit

Die Prüfung der recycelten Kunststoffverpackungen durch die Rheologie, den Zugversuch und den Kerbschlagzugversuch ergibt hinsichtlich der mechanischen Eigenschaft ein klares Bild. Dabei wurde verdeutlicht, dass jegliche Arten von Kunststoff-Blends stets schlechtere Prüfwerte aufweisen als die Prüfkörper aus Monomaterial. Demnach hat eine Vermischung von PET mit Polyolefinen bzw. eine Kombination aus allen sechs vorkommenden Materialien besonders negative Auswirkungen. Diese Prüfkörper erzielten die schlechtesten Ergebnisse.

Für die beiden Kunststoffe PP und PE hat sich herausgestellt, dass ein Mischen der beiden Materialien zu einer Verminderung der mechanischen Eigenschaften führt. EVOH ist das einzige Material, das nicht als Monomaterial getestet wurde, da es auch nicht als solches in der Industrie vorkommt, sondern immer eingebettet in PE vorzufinden ist. Aus diesem Grund wurde EVOH auch nur in dieser Kombination geprüft und die entsprechenden Prüfkörper aus 3-Schicht Tuben hergestellt. Die Auswertung der PP-EVOH-Blends lassen keine klare Aussage hinsichtlich einer Veränderung der Eigenschaften zu. Sowohl der E-Modul als auch die Bruchdehnung weisen ähnliche Werte wie bei reinem LD-PE oder HD-PE auf, die Schlagzugfähigkeit verbesserte sich allerdings erheblich, denn bei keiner der geprüften Proben kam es zum Bruch. Trotz schlechter Kompatibilität dieser beiden Materialien konnte keine signifikante Verschlechterung festgestellt werden. [31] Eine Ursache dafür könnte der geringe Gehalt an EVOH pro Verpackung sein, der sich aus der offensichtlich deutlich dünneren Schicht in den Verpackungen ableiten lässt.

## 6 Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit der Analyse von Kunststoffverpackungen der Kosmetikindustrie und deren mechanischen Eigenschaften nach dem Recyclingprozess. Zu diesem Zweck wurden 60 Proben ausgewählt und näher untersucht. Zu Beginn wurden auf die unterschiedlichen Produktionsverfahren der jeweiligen Flaschen und Tuben sowie den daraus resultierenden Aufbau eingegangen. Dafür wurden im Detail das Blasformen und die Laminierung der Kunststoffe ausgearbeitet. Wie sich in späteren Kapiteln gezeigt hat, kommt die Coextrusion in der Kosmetikindustrie nicht für Flaschenverpackungen in Frage, da diese Behälter nur aus einer Schicht bestehen.

Ergänzend wurden die in der Kosmetik-Verpackungsindustrie hauptsächlich verarbeiteten Materialien beschrieben und deren Eigenschaften erläutert. In Summe sind fünf Materialien identifiziert worden: PET, PP, HD-PE, LD-PE, EVOH, die in den unterschiedlichsten Kombinationen eingesetzt werden. EVOH ist dabei besonders hervorzuheben, da das Polymer als Barrierschicht gegen Gase fungiert und wegen seiner Hygroskopie stets in PE eingebettet wird. Die Analyse der Verpackungen hat gezeigt, dass dieses Material bei fast allen dreischichtigen Verpackungen eingearbeitet ist.

Die Recyclingeigenschaften der Kosmetikverpackungen wurden anhand von sechs Methoden getestet und evaluiert. Mithilfe der FT-IR Analyse konnten die Materialien der Innen- und Außenseite sowie des Etiketts bestimmt werden. Neben den bereits bekannten Materialien hat sich herausgestellt, dass Verpackungen ohne Etikett mit einem Lack überzogen sind, der durch sein Spektrum jedoch nicht näher identifizierbar war.

Nachdem die FT-IR Analyse keine Information über mögliche Zwischenschichten und das Material unter der Oberfläche generierte, wurde in einem zweiten Schritt eine DSC-Analyse mit den Verpackungsbehältern und deren Deckeln durchgeführt. Die analysierten Heizkurven bestätigten die Ergebnisse der FT-IR Analyse, brachten aber auch neue Erkenntnisse zum Vorschein. So konnte durch diese Methode EVOH in einigen Behältern, die allesamt Tuben waren, festgestellt werden. Zusätzlich wurde erkannt, dass die Materialkennzeichnung der Verpackungen nicht immer korrekt war und trotz einer Markierung mit HD-PE oder LD-PE ein PE-Copolymer oder ein PE-Blend verarbeitet worden ist. Für die untersuchten Deckel ergab sich ein einheitliches Bild, denn bei allen konnten PP, PP-Blend und PE-Copolymer als einzige Materialien nachgewiesen werden. Damit unterscheidet sich das Deckelmaterial vom Behältermaterial bei fast allen Verpackungen, nur bei einem einzigen Produkt bestehen diese beiden Komponenten aus PP.

Die DSC und FT-IR Analyse lassen somit vermuten, dass es sich bei einigen der Kosme-

tikverpackungen, hauptsächlich bei den Tuben, nicht um einschichtige Produkte handeln kann. Daher wurde eine Mikroskopie des Querschnitts der Verpackungen durchgeführt, um die einzelnen Schichten einwandfrei identifizieren zu können. Es stellte sich bei allen Flaschen heraus, dass lediglich eine Schicht vorhanden war und diese Behälter somit aus Monomaterial gefertigt werden. Mehrschichtige Varianten kommen demnach nur bei Tubenverpackungen vor und sind oft im Aufbau PE/EVOH/PE vorhanden. Im Extremfall zeigt sich sogar ein fünfschichtiger Aufbau, bei dem zwei separate EVOH Barrierschichten zum Einsatz kommen.

Mithilfe der drei durchgeführten Methoden zur Analyse der Kosmetikverpackungen konnte eine detaillierte Aufstellung der Zusammensetzung sowie des Aufbaus erzielt werden. Die Ergebnisse ließen dabei keine klare Präferenz der Hersteller erkennen, da verschiedensten Varianten von einschichtigen Flaschen bis fünfschichtige Tuben vorhanden waren. Als Beispiel dafür kann die Verpackung zweier Conditioner, von Korres (Probe 1) und von Pantene Pro-V (Probe 9), angeführt werden. Beide Produkte sind in Tuben abgefüllt und beinhalten, zumindest aus Konsumentensicht, dieselbe Haarpflege. Dennoch ist zwischen den Tuben ein erheblicher Unterschied zu erkennen, denn Probe 1 besteht lediglich aus einer Schicht PE und Produkt 9 aus fünf Schichten EVOH eingebettet in PE. Die Zusammensetzung aus verschiedenen Materialkomponenten besitzt gegenüber dem Monomaterial nicht nur in der komplexeren Produktion einen Nachteil, sondern führt durch die schlechte Kompatibilität auch zu Nachteilen im mechanischen Recycling der Verpackungen. [44] Dabei stellt sich die Frage, ob ein derartig hoher Schutz vor Sauerstoff durch die doppelte EVOH Schicht tatsächlich notwendig ist, oder, ob es ausreichen würde, ein dickeres Monomaterial in einer Schicht zu verarbeiten.

Bei den Flaschenverpackungen wurden ausschließlich einschichtige Produkte aus Monomaterial identifiziert; eine sehr gute Ausgangssituation für mechanisches Recycling. [44] Primär wird dafür das Material PE, in Form von HD-PE und LD-PE, verarbeitet. Bedauerlicherweise sind diese Behälter, genau wie die untersuchten Tuben, mit Deckel aus PP verschlossen, was dazu führt, dass die Verpackungen in ihrer Gesamtheit nicht aus Monomaterial bestehen. Jedoch zeigt Probe 21, dass diese homogene Kombination ohne weiteres möglich wäre, denn sowohl der Behälter als auch der Deckel wurden aus perfekt kompatibellem PP-Copolymer bzw. PP gefertigt. [43]

Unter dem Aspekt der Materialvielfalt bei Kosmetikverpackungen wurden die Eigenschaften der Behälter, mit und ohne Deckel, nach dem Recyclingprozess untersucht. Dazu wurden acht verschiedene Prüfkörper produziert und mithilfe von vier verschiedenen Versuchen getestet. Den Anfang machten die rheologischen Prüfungen durch ein Kapillarviskosimeter und ein Rheometer zur Bestimmung der viskosen Eigenschaften der Materialien und den

entsprechenden Blends. Die Ergebnisse zeigten einen deutlichen Unterschied der Eigenschaften zwischen PET und Polyolefinen sowie eine Minimierung der Viskosität bei allen gemischten inkompatiblen Materialien.

Neben der rheologischen Prüfung wurden zusätzlich der E-Modul sowie die Bruchdehnung der Prüfkörper durch einen Zugversuch ermittelt. Die Ergebnisse waren auch hier eindeutig und bestätigten die Hypothese, dass die Eigenschaften von recyceltem Mischmaterial schlechter sind als die von recyceltem Monomaterial. Besonders deutlich zu erkennen war eine Verschlechterung bei der Bruchdehnung, die sich beispielsweise bei PET in Verbindung mit PP beinahe bis auf null reduziert.

Um den Einfluss der Materialmischverhältnisse auf die Schlagzugzähigkeit zu bestimmen, wurde als abschließende Prüfung ein Kerbschlagzugversuch durchgeführt. Im Gegensatz zu den ersten beiden Versuchen zur Evaluierung der mechanischen Eigenschaften waren die Ergebnisse hierbei irreführend. Polymer-Blends zeigten bessere Werte auf als die Prüfkörper aus Monomaterial, was so nicht zu erwarten war. Eine falsche Kennzeichnung der Verpackungen wurde hier als Ursache mithilfe der DSC Analyse identifiziert, da diese für eine Auswahl des recycelten Materials herangezogen wurden.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass die Reinheit des recycelten Polymers von großer Bedeutung für die Eigenschaften bei einer Wiederverwendung ist. Daher sollte jegliche Art von Kunststoffabfall vor einer Aufbereitung so gut als möglich nach Sorten getrennt werden. Jedenfalls ist das Mischen von PET und Polyolefinen zu vermeiden, da diese beiden Materialien nicht nur inkompatibel, sondern durch ihre unterschiedlichen Schmelzpunkte auch schwierig zu verarbeiten sind. [46] Unter diesen Gesichtspunkten wäre eine Materialstandard für zukünftige Kosmetikverpackungen erstrebenswert, um die Diversität zu minimieren und eine gewisse Reinheit des Recyclats zu ermöglichen. Ein erster Schritt könnte die Vereinheitlichung von Deckel und Behälter sein, da eine Trennung dieser beiden Komponenten oftmals sehr schwer zu bewerkstelligen ist.

Die vorliegende Arbeit konnte mithilfe der sechs durchgeführten Analysemethoden einen ganzheitlichen Überblick der Verpackungslandschaft der österreichischen Kosmetikindustrie geben. Die Daten zeigen deutlich, aus welchen Materialien die einzelnen Produkte bestehen, wie sie aufgebaut sind und wie sie den Recyclingprozess hinsichtlich mechanischer Eigenschaften beeinflussen.



# 7 Anhang

## Ergebnisse

### Probe 1

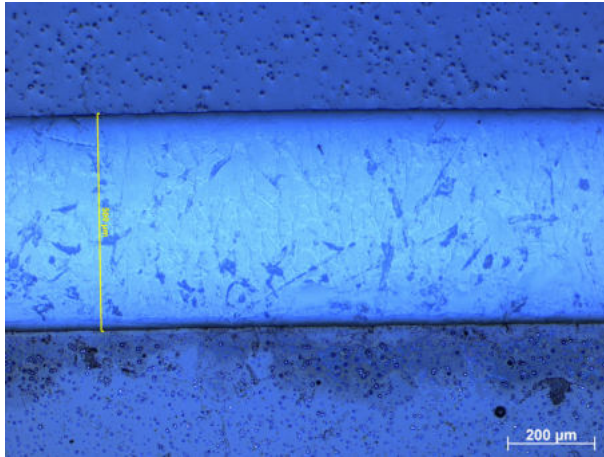


Abbildung 58: Probe 1 Mikroskopie

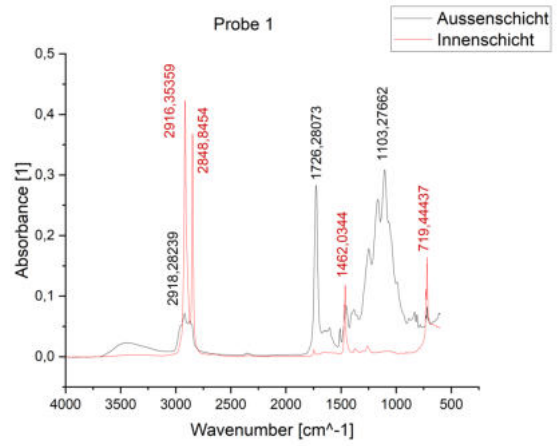


Abbildung 59: Probe 1 FT-IR

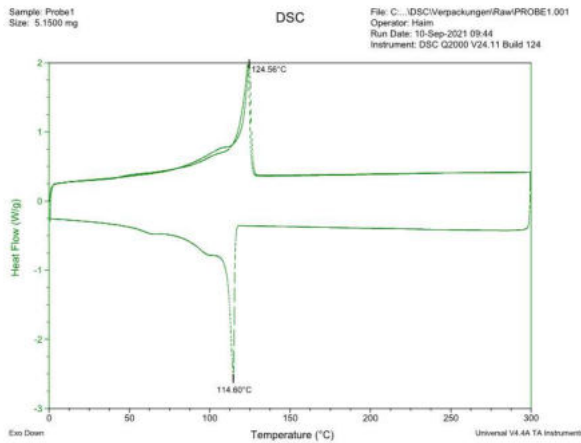


Abbildung 60: Probe 1 DSC

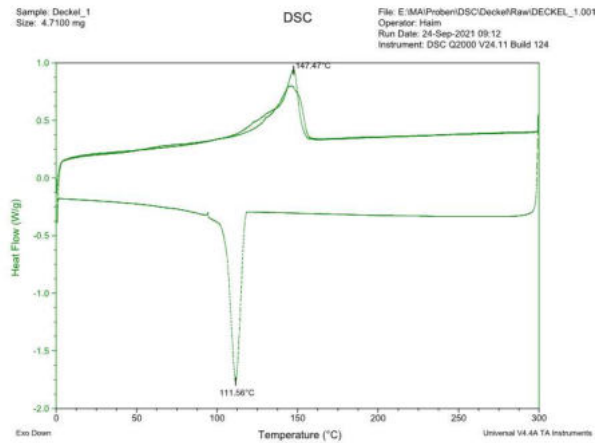


Abbildung 61: Deckel 1 DSC

## Probe 2

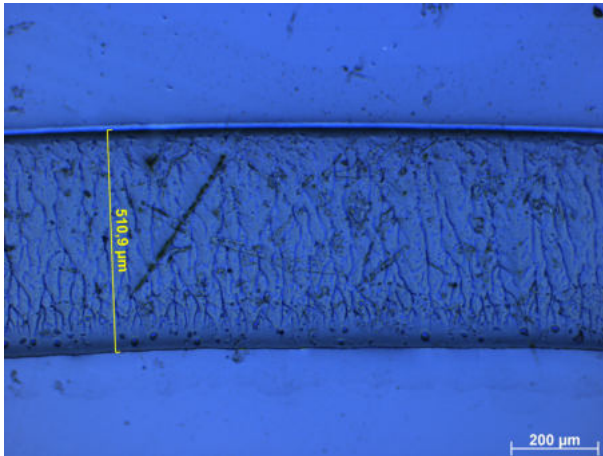


Abbildung 62: Probe 2 Mikroskopie

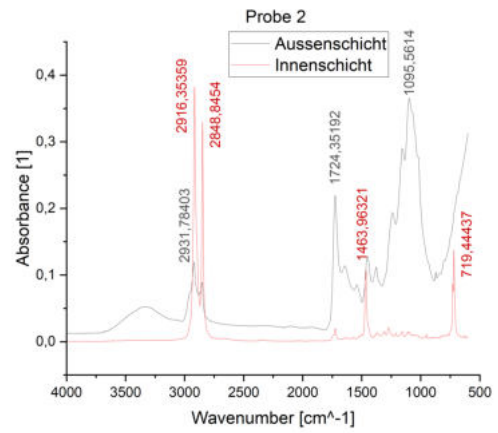


Abbildung 63: Probe 2 FT-IR

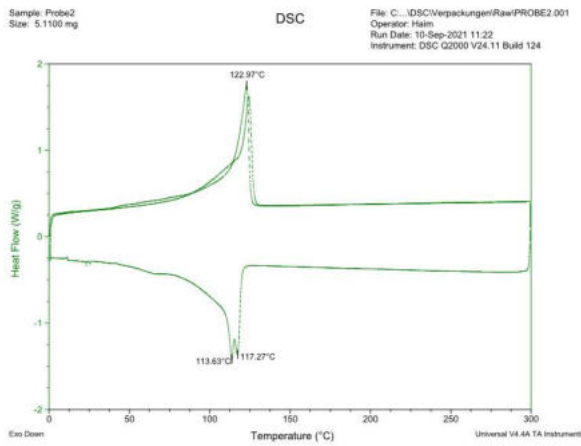


Abbildung 64: Probe 2 DSC

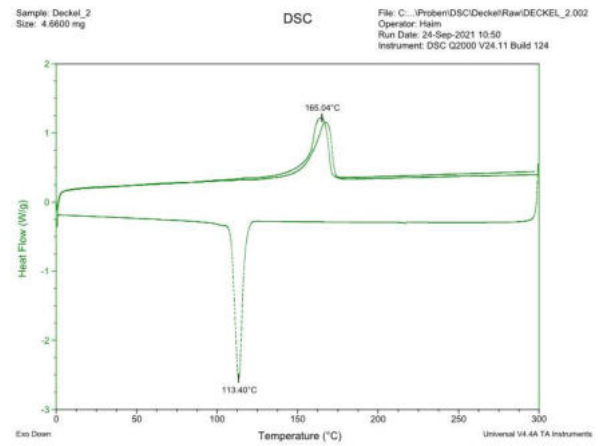


Abbildung 65: Deckel 2 DSC

# Probe 3

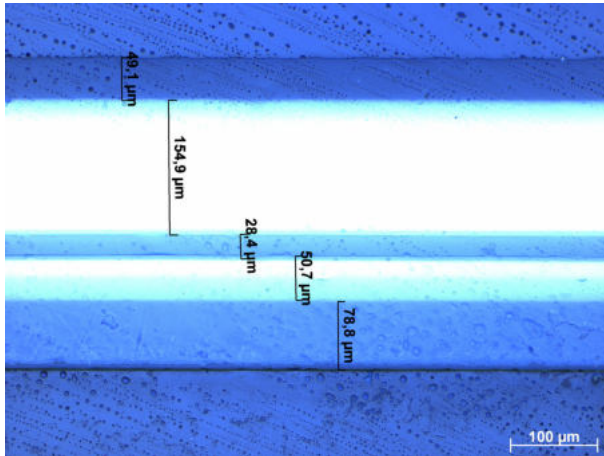


Abbildung 66: Probe 3 Mikroskopie

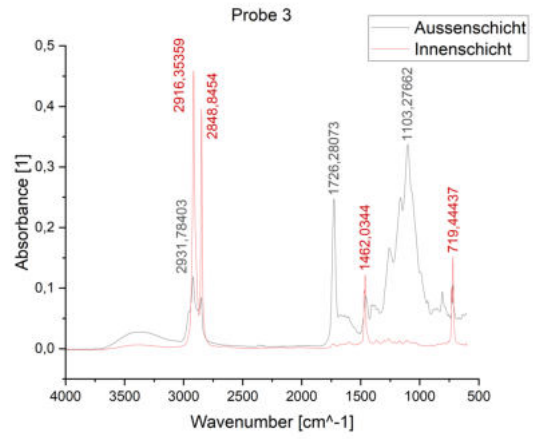


Abbildung 67: Probe 3 FT-IR

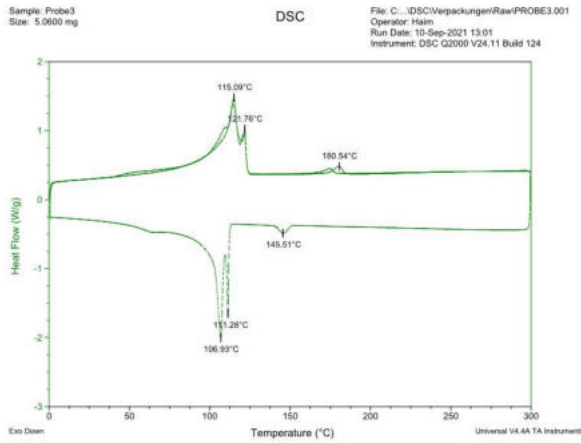


Abbildung 68: Probe 3 DSC

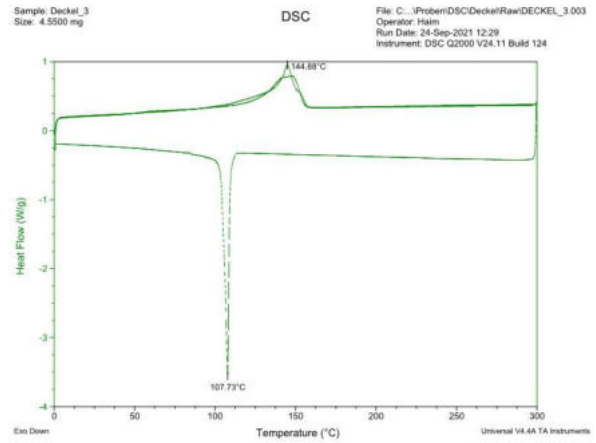


Abbildung 69: Deckel 3 DSC

# Probe 4

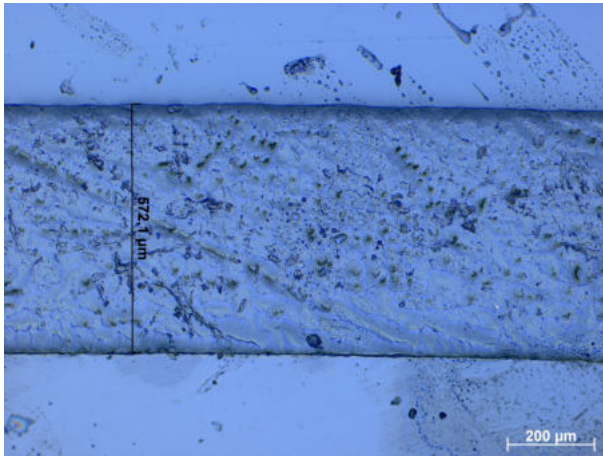


Abbildung 70: Probe 4 Mikroskopie

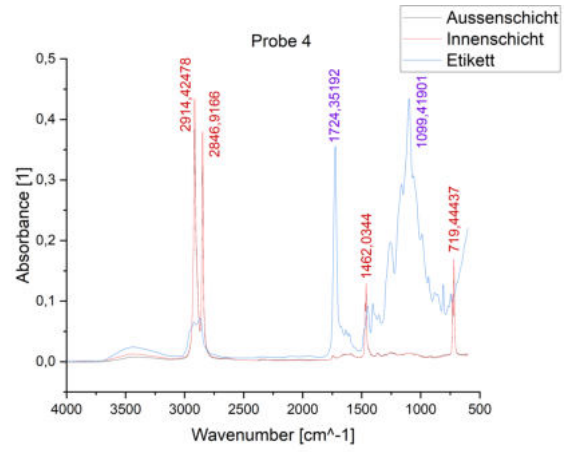


Abbildung 71: Probe 4 FT-IR

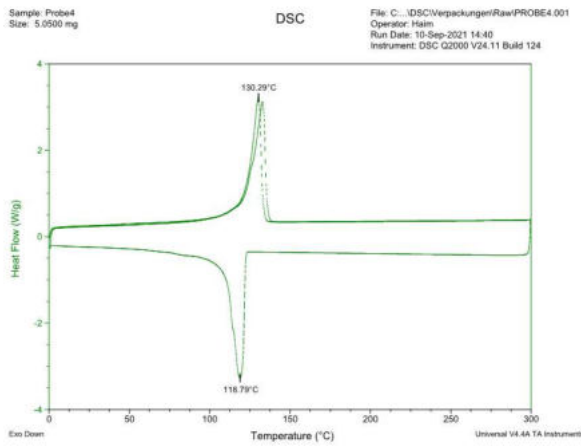


Abbildung 72: Probe 4 DSC

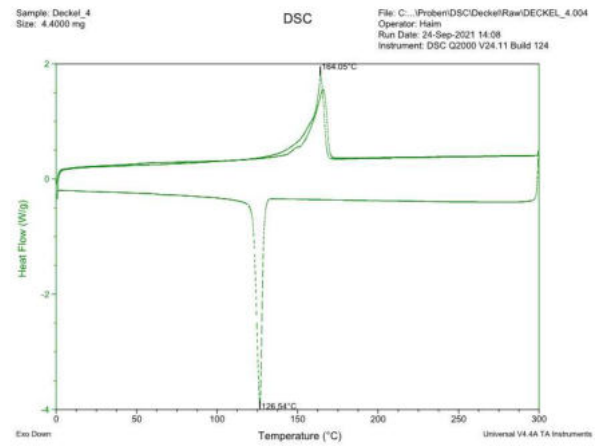


Abbildung 73: Deckel 4 DSC

# Probe 5

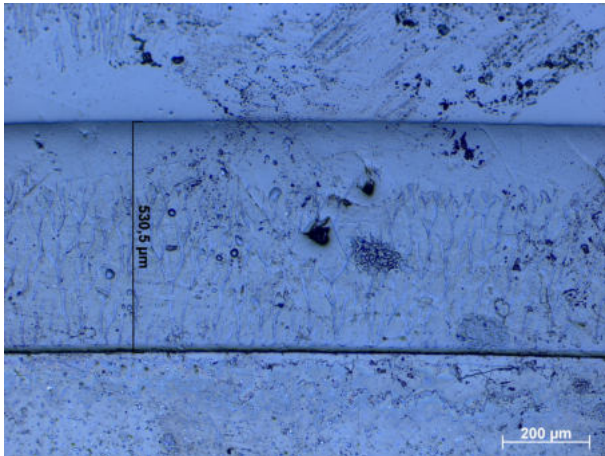


Abbildung 74: Probe 5 Mikroskopie

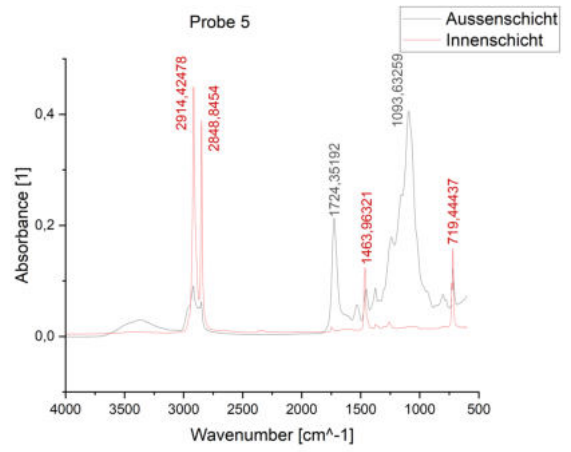


Abbildung 75: Probe 5 FT-IR

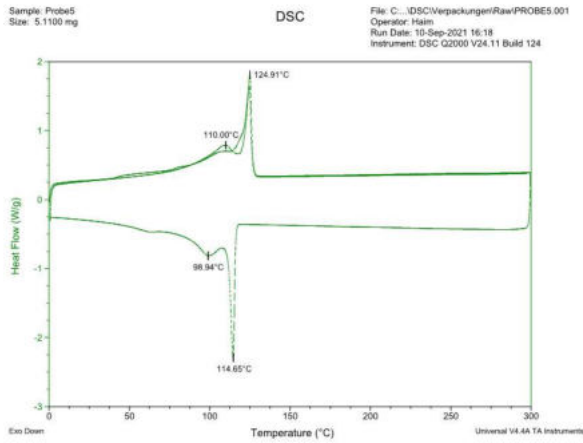


Abbildung 76: Probe 5 DSC

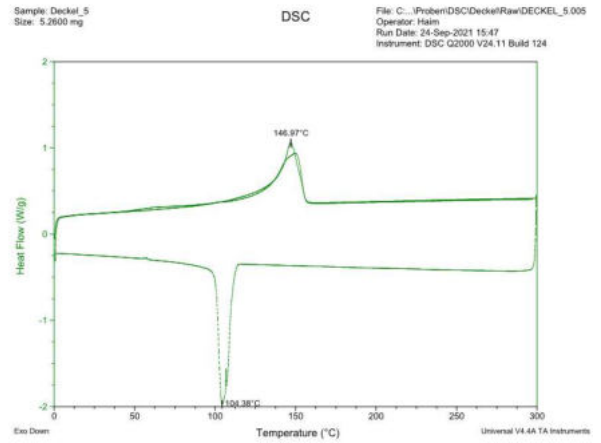


Abbildung 77: Deckel 5 DSC

## Probe 6

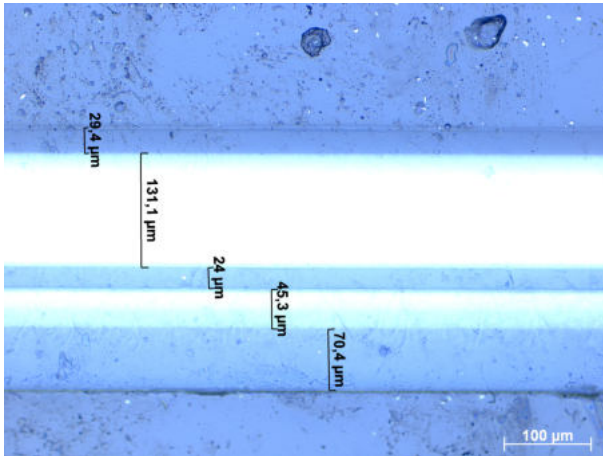


Abbildung 78: Probe 6 Mikroskopie

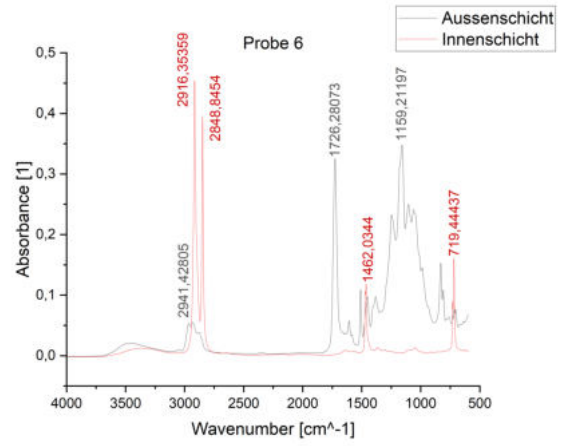


Abbildung 79: Probe 6 FT-IR

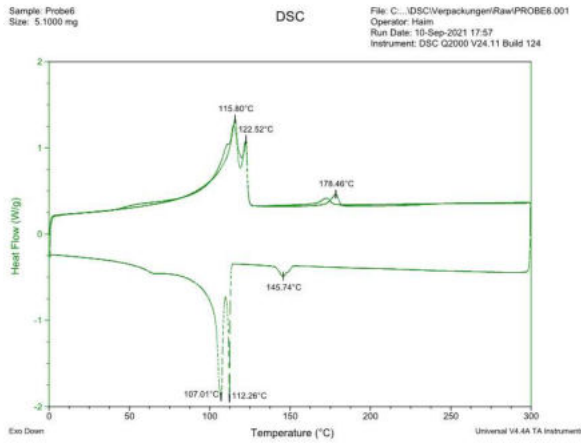


Abbildung 80: Probe 6 DSC

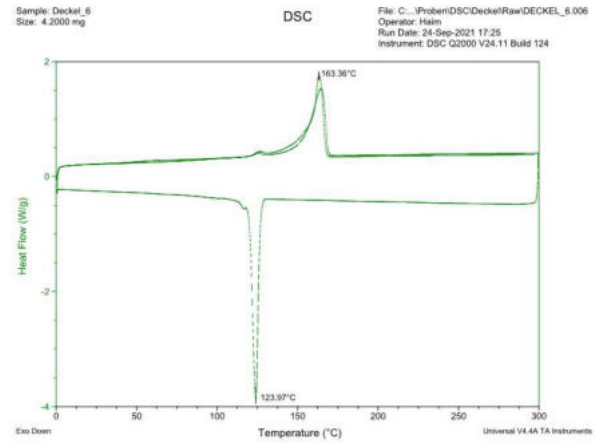


Abbildung 81: Deckel 6 DSC

# Probe 7

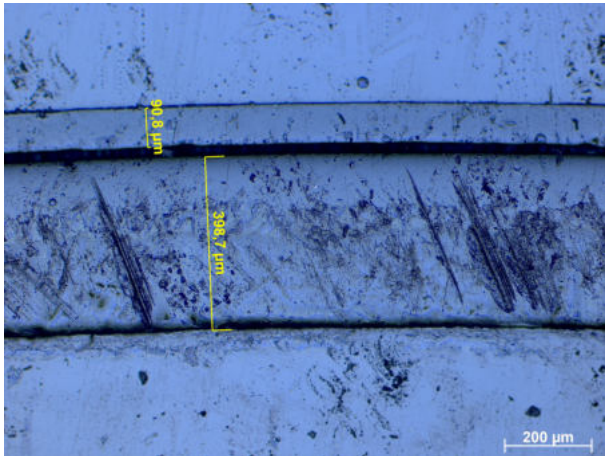


Abbildung 82: Probe 7 Mikroskopie

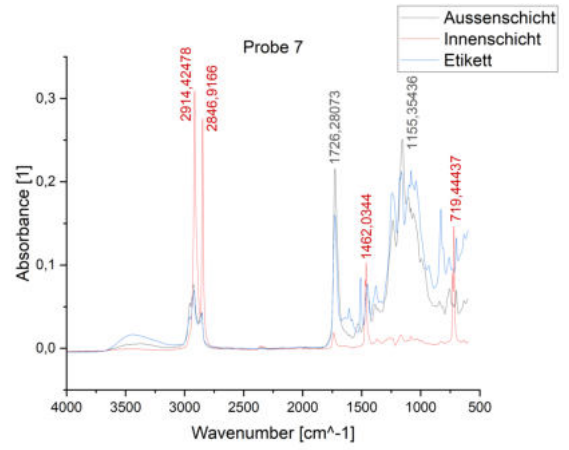


Abbildung 83: Probe 7 FT-IR

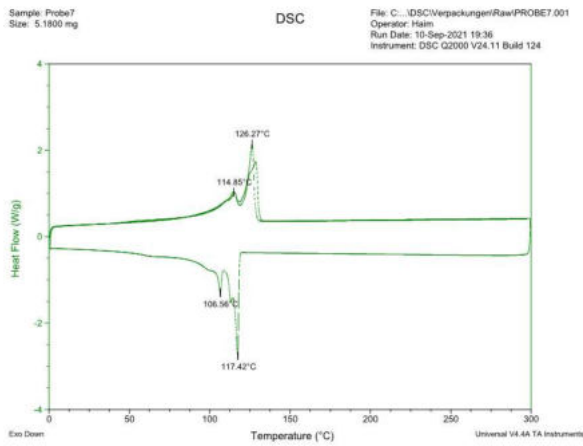


Abbildung 84: Probe 7 DSC

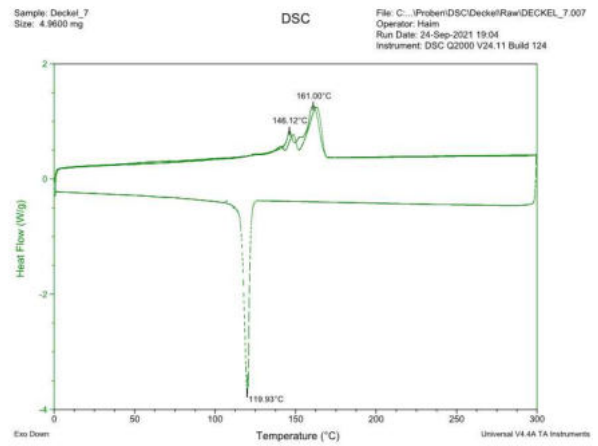


Abbildung 85: Deckel 7 DSC

# Probe 8

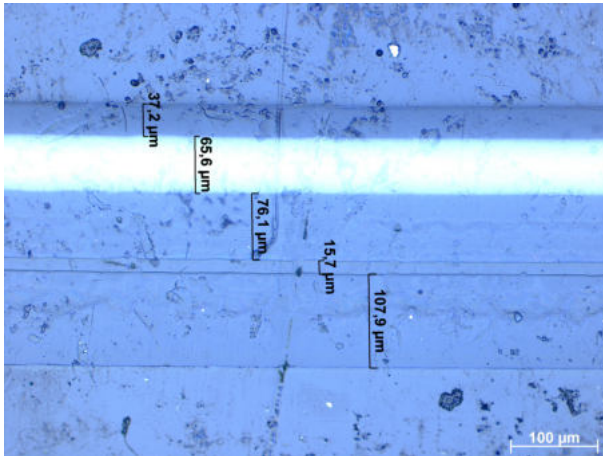


Abbildung 86: Probe 8 Mikroskopie

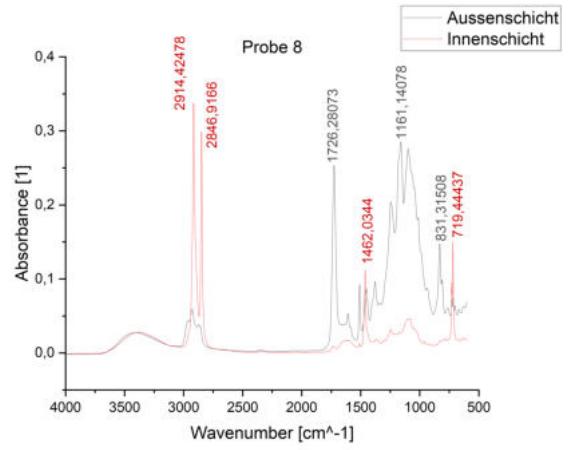


Abbildung 87: Probe 8 FT-IR

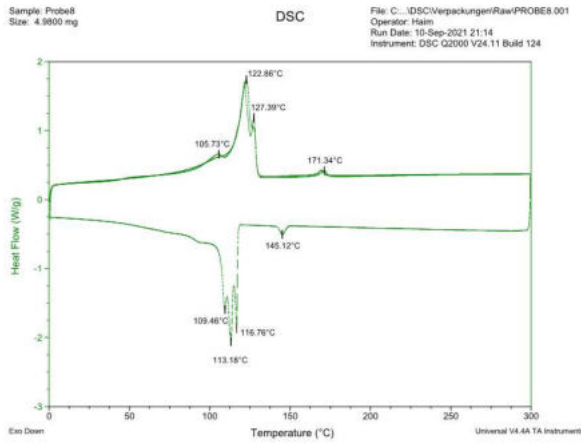


Abbildung 88: Probe 8 DSC

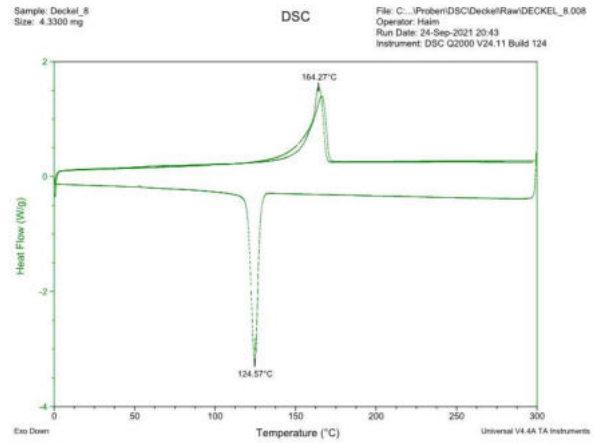


Abbildung 89: Deckel 8 DSC



## Probe 9

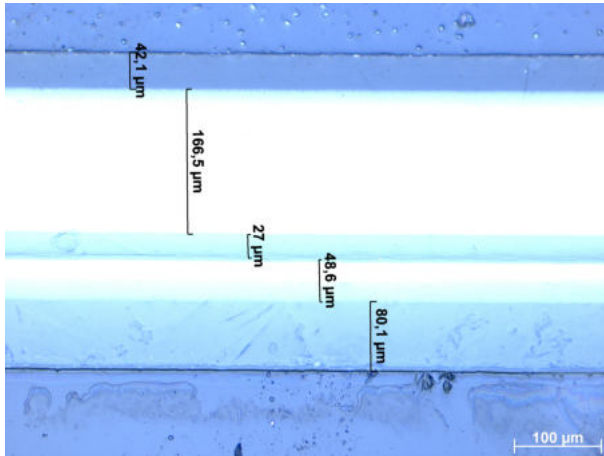


Abbildung 90: Probe 9 Mikroskopie

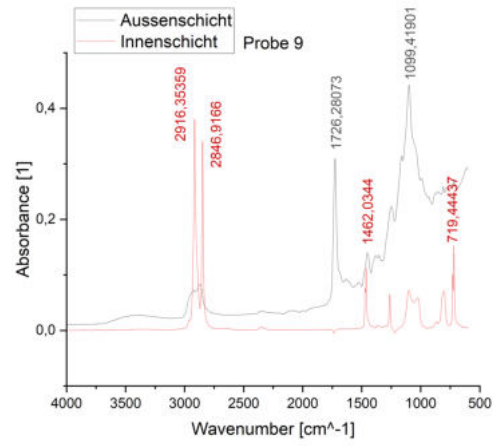


Abbildung 91: Probe 9 FT-IR

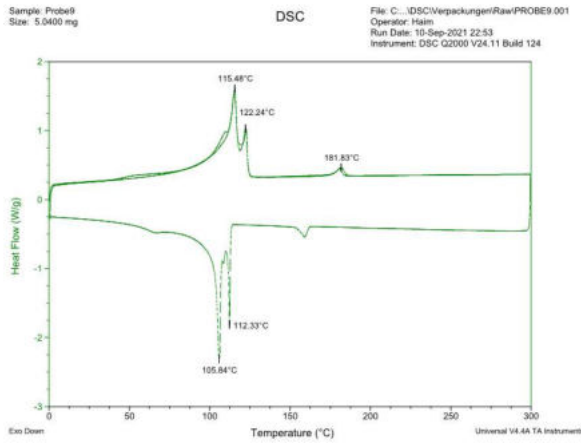


Abbildung 92: Probe 9 DSC

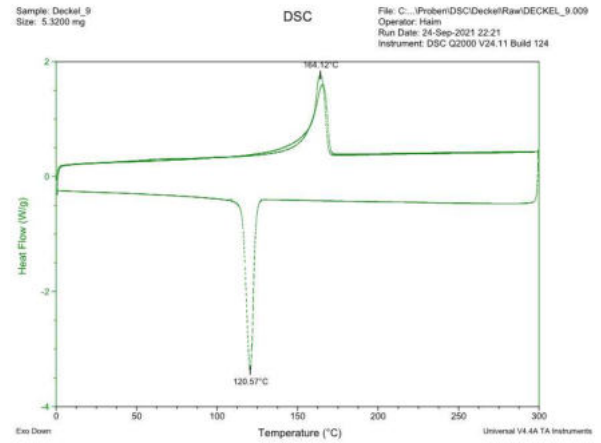


Abbildung 93: Deckel 9 DSC

# Probe 10

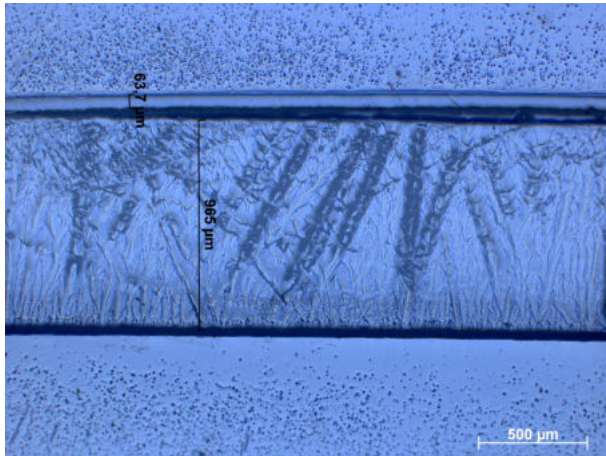


Abbildung 94: Probe 10 Mikroskopie

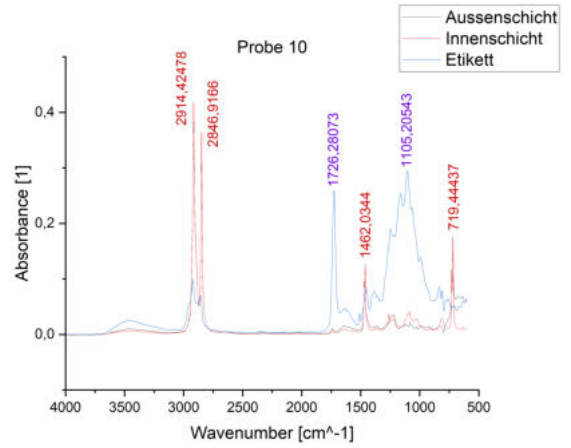


Abbildung 95: Probe 10 FT-IR

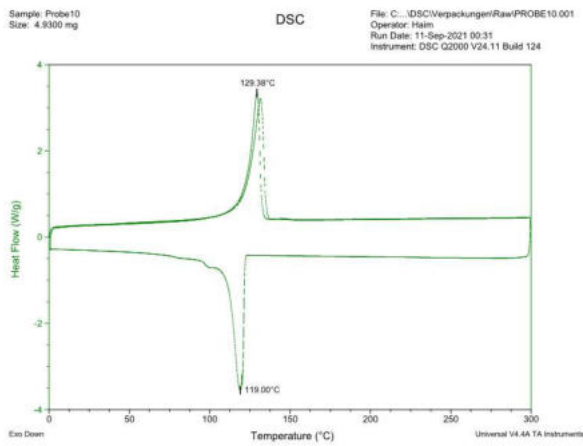


Abbildung 96: Probe 10 DSC

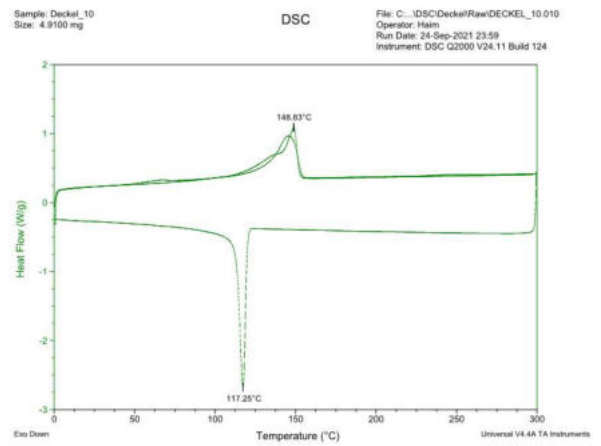


Abbildung 97: Deckel 10 DSC

# Probe 11

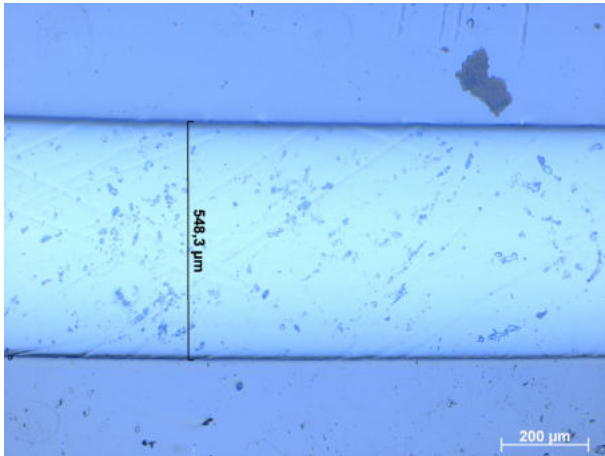


Abbildung 98: Probe 11 Mikroskopie

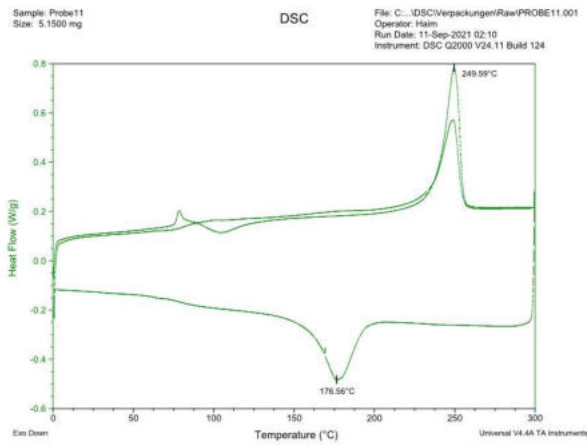


Abbildung 99: Probe 11 DSC

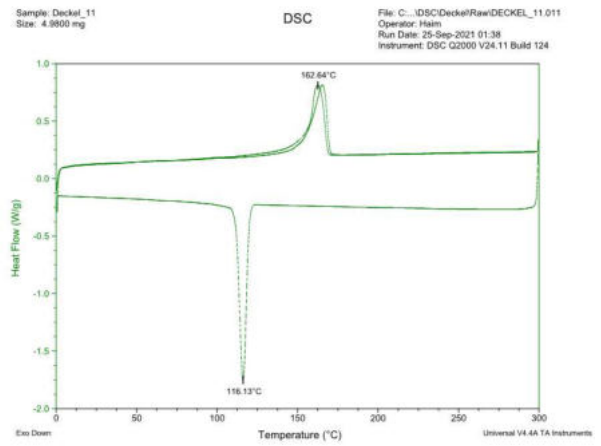


Abbildung 100: Deckel 11 DSC

# Probe 12

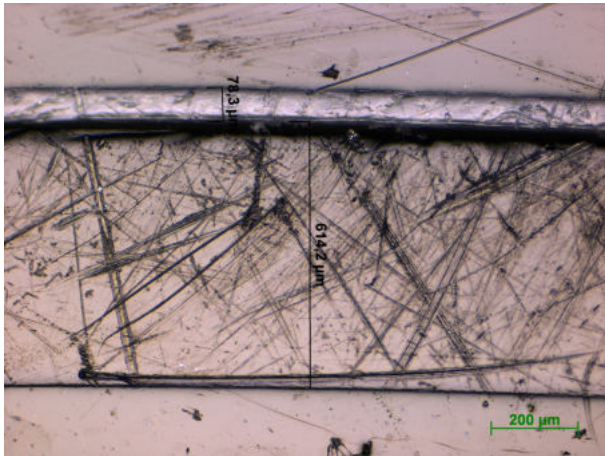


Abbildung 101: Probe 12 Mikroskopie

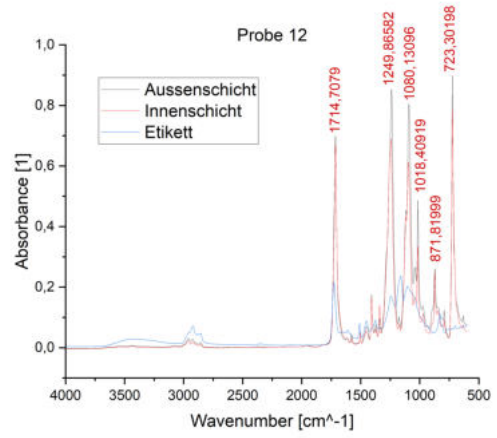


Abbildung 102: Probe 12 FT-IR

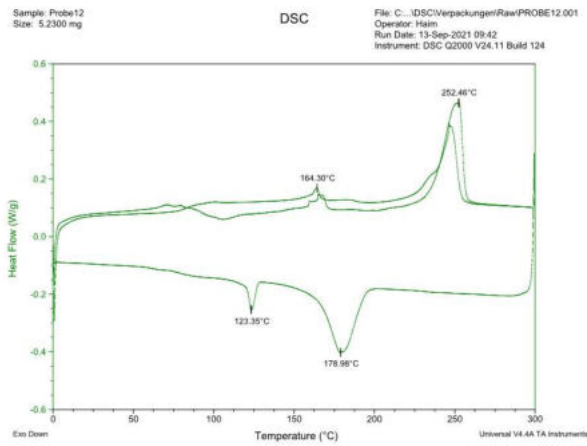


Abbildung 103: Probe 12 DSC

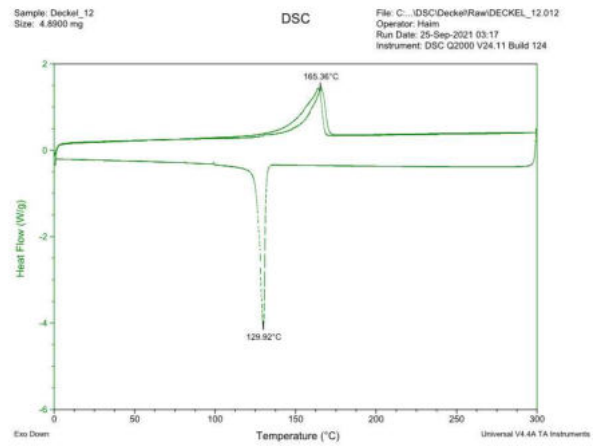


Abbildung 104: Deckel 12 DSC

# Probe 13

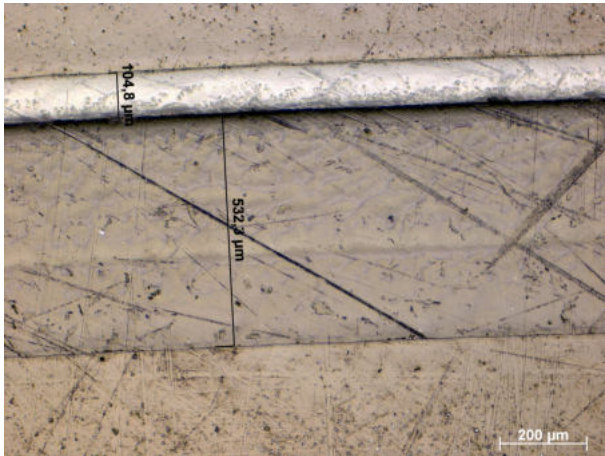


Abbildung 105: Probe 13 Mikroskopie

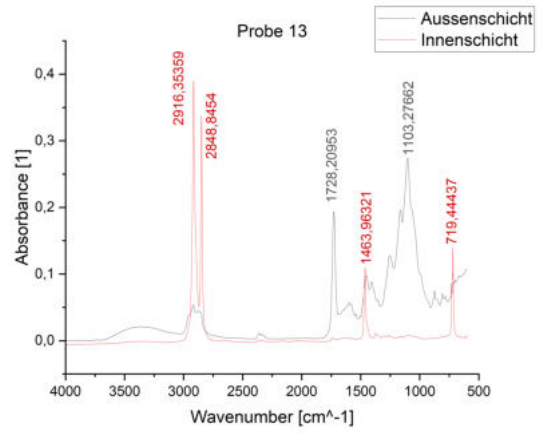


Abbildung 106: Probe 13 FT-IR

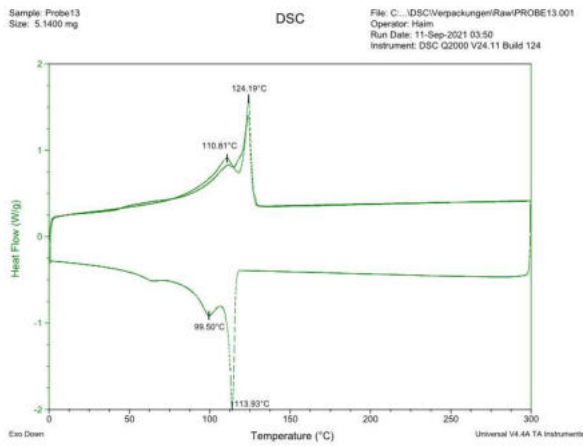


Abbildung 107: Probe 13 DSC

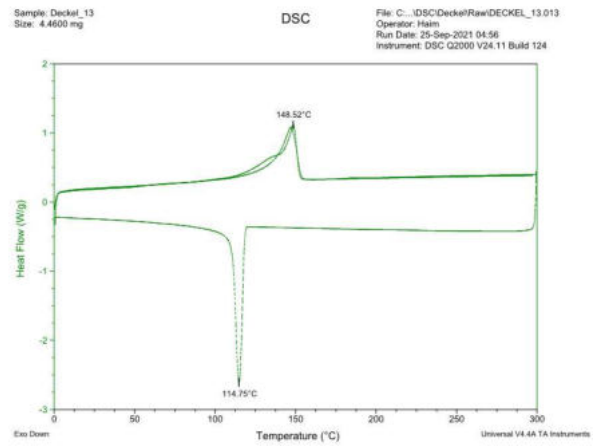


Abbildung 108: Deckel 13 DSC

# Probe 14

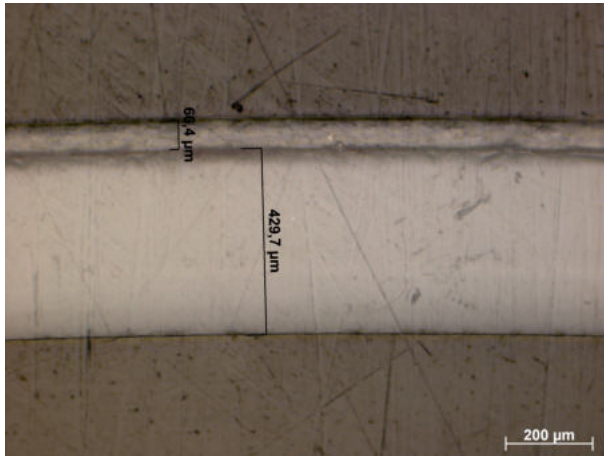


Abbildung 109: Probe 14 Mikroskopie

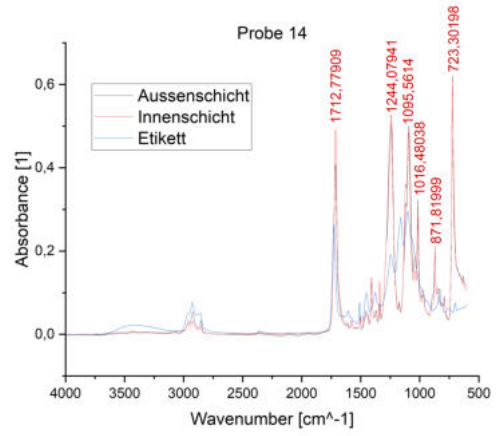


Abbildung 110: Probe 14 FT-IR

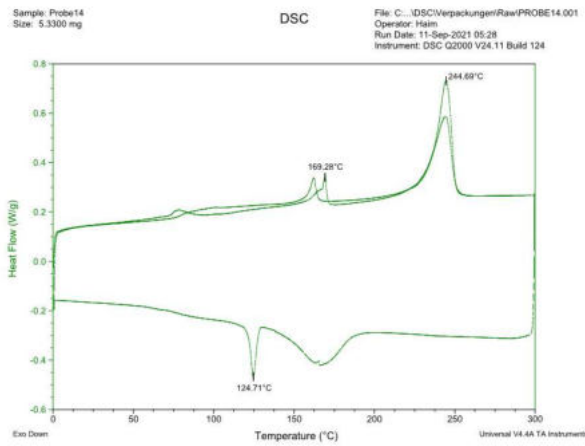


Abbildung 111: Probe 14 DSC

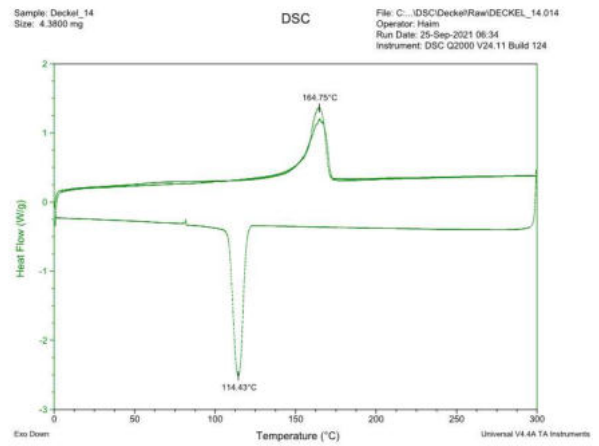


Abbildung 112: Deckel 14 DSC

# Probe 15

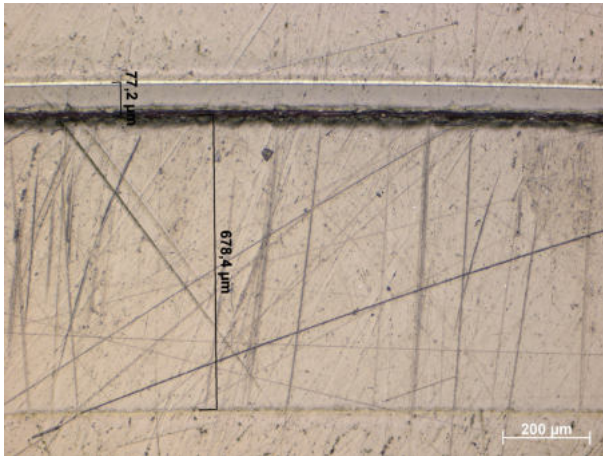


Abbildung 113: Probe 15 Mikroskopie

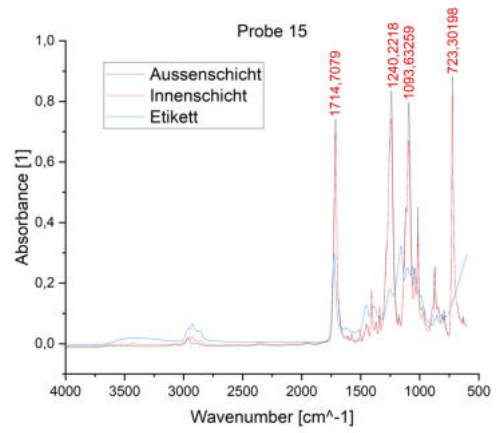


Abbildung 114: Probe 15 FT-IR

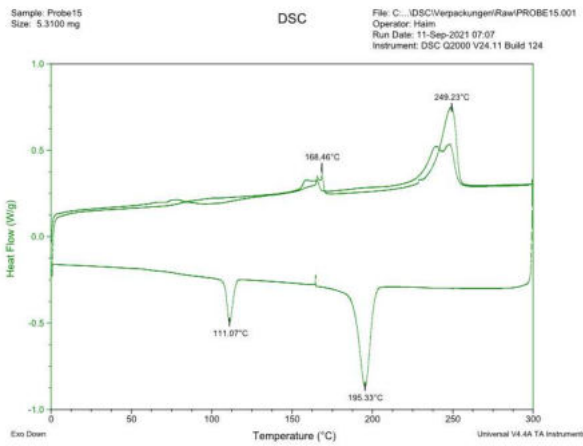


Abbildung 115: Probe 15 DSC

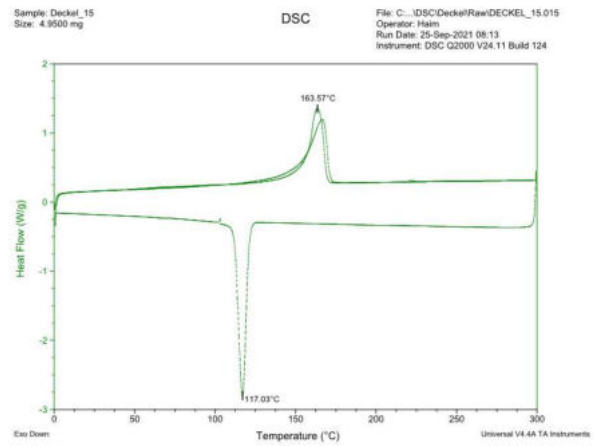


Abbildung 116: Deckel 15 DSC

# Probe 16

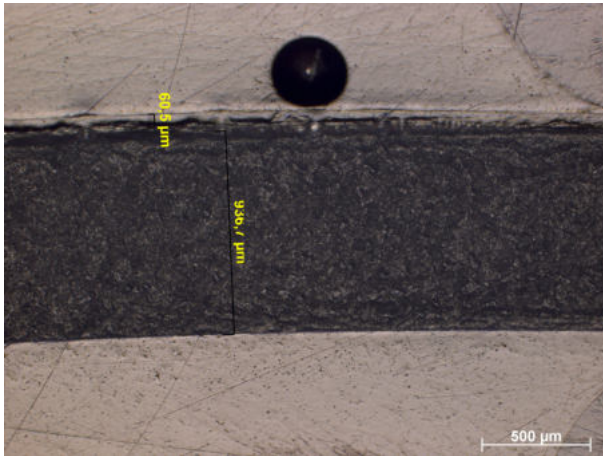


Abbildung 117: Probe 16 Mikroskopie

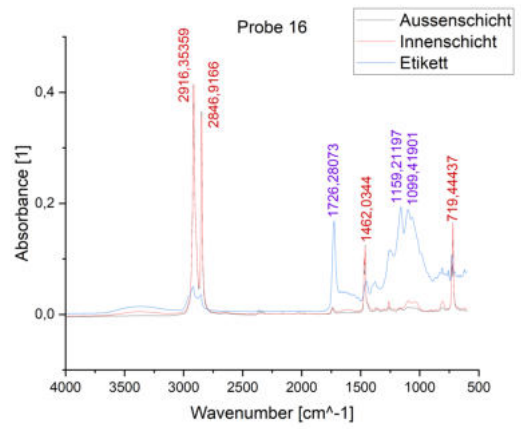


Abbildung 118: Probe 16 FT-IR

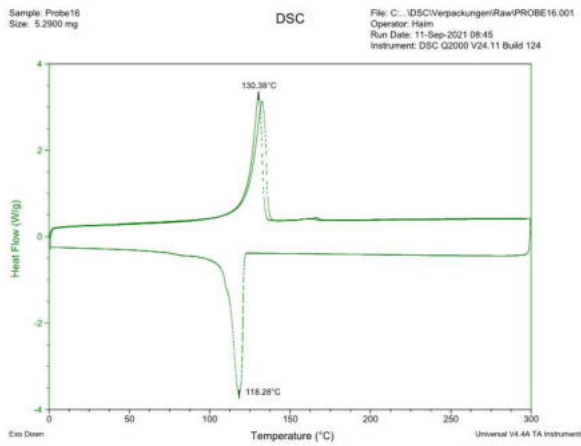


Abbildung 119: Probe 16 DSC

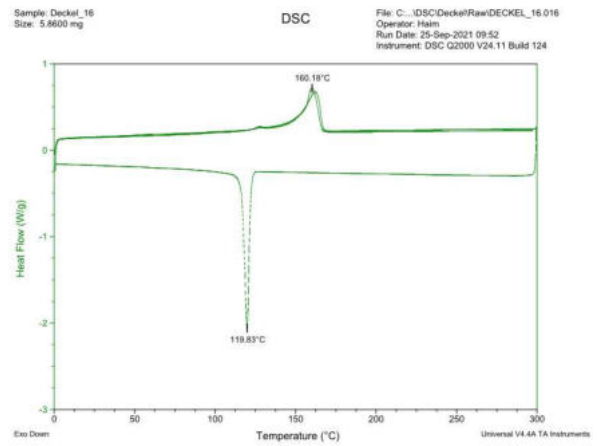


Abbildung 120: Deckel 16 DSC



# Probe 17

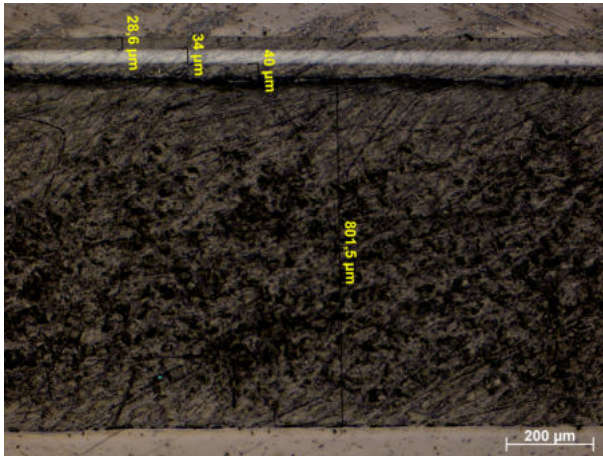


Abbildung 121: Probe 17 Mikroskopie

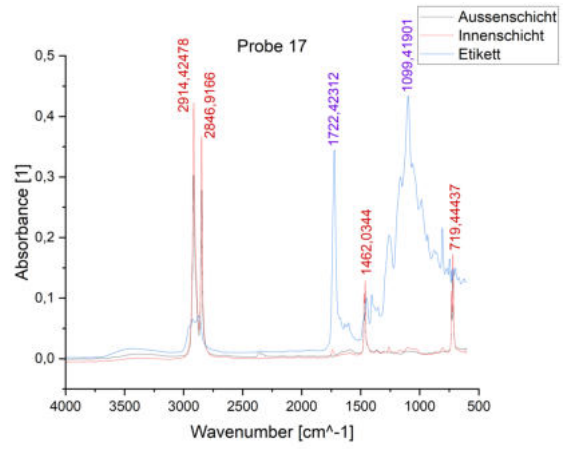


Abbildung 122: Probe 17 FT-IR

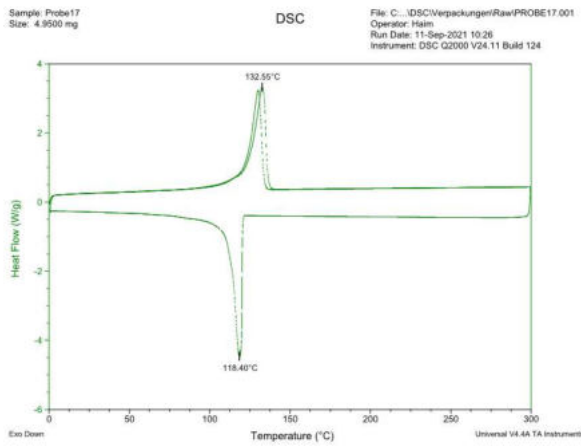


Abbildung 123: Probe 17 DSC

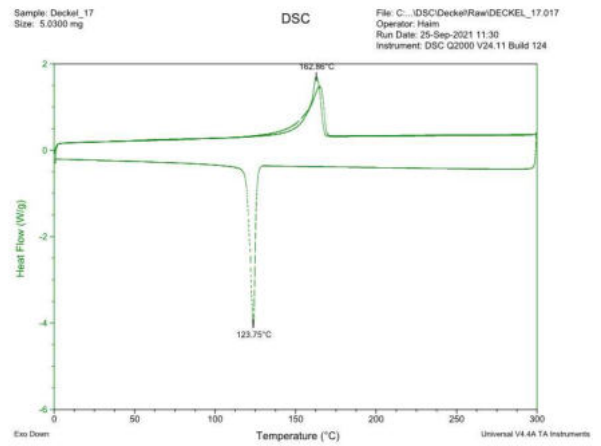


Abbildung 124: Deckel 17 DSC

# Probe 18

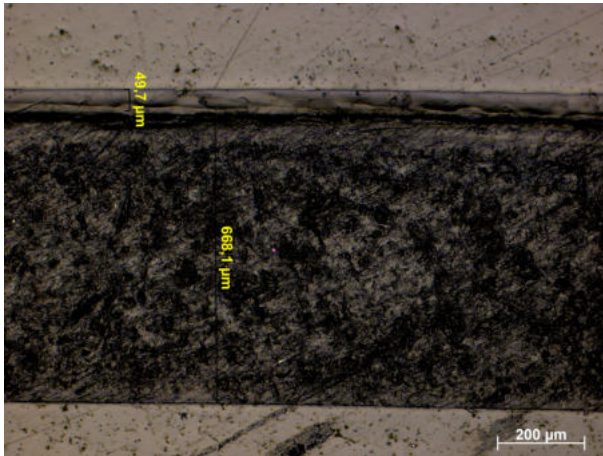


Abbildung 125: Probe 18 Mikroskopie

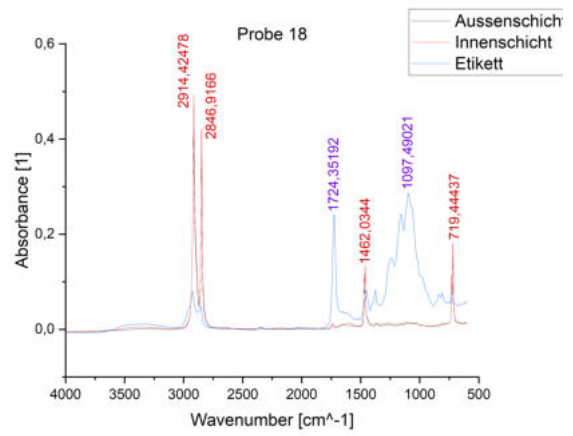


Abbildung 126: Probe 18 FT-IR

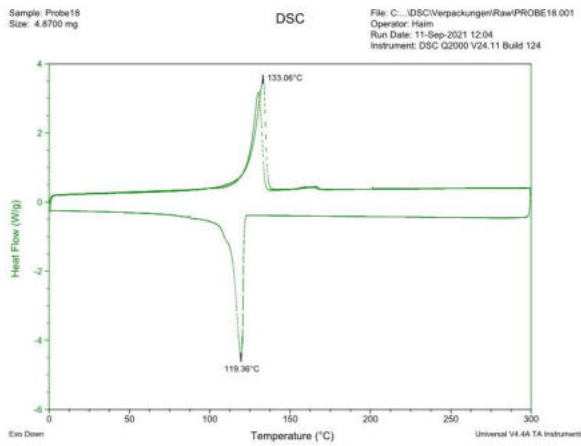


Abbildung 127: Probe 18 DSC

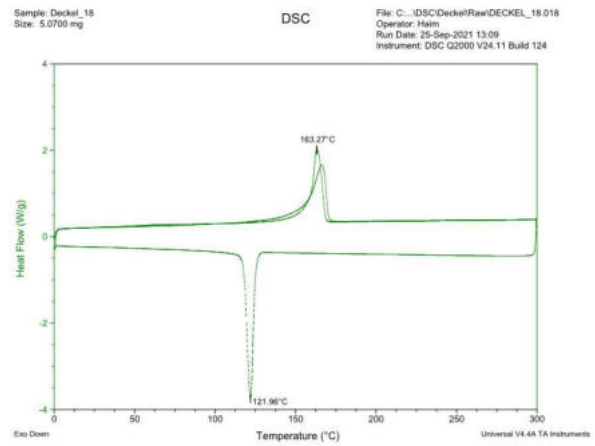


Abbildung 128: Deckel 18 DSC

# Probe 19

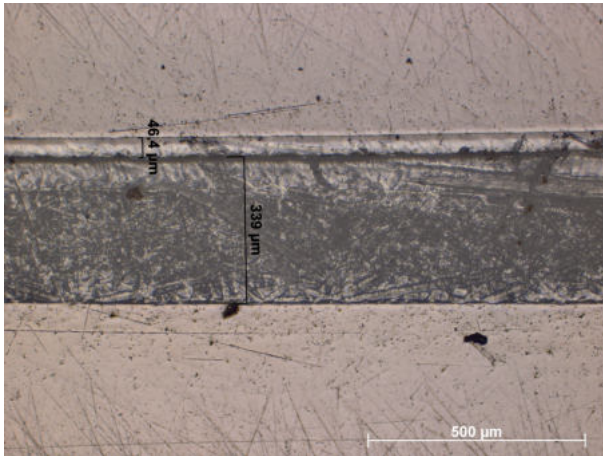


Abbildung 129: Probe 19 Mikroskopie

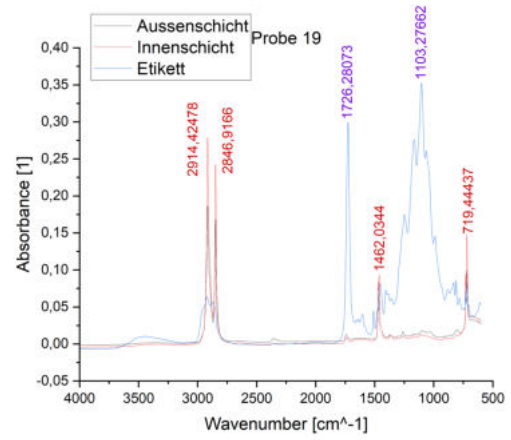


Abbildung 130: Probe 19 FT-IR

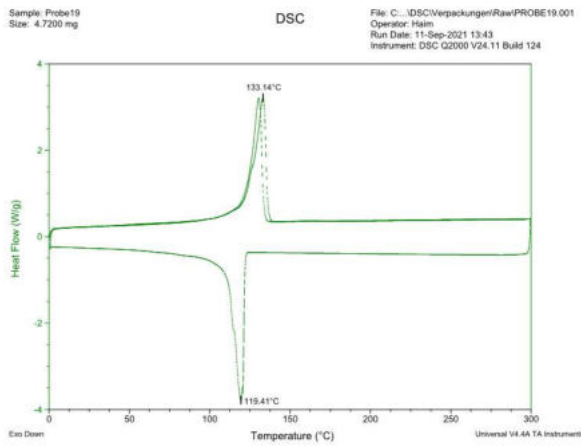


Abbildung 131: Probe 19 DSC

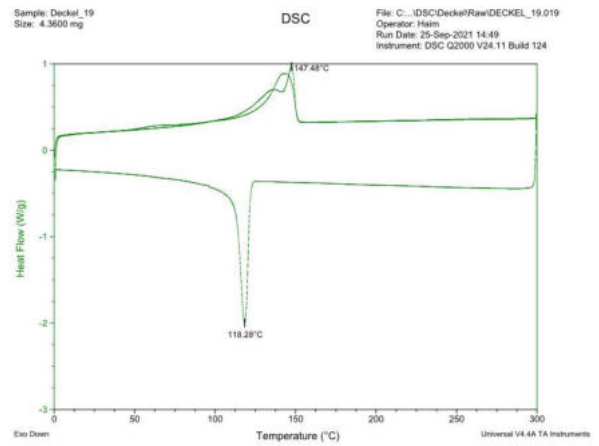


Abbildung 132: Deckel 19 DSC

# Probe 20

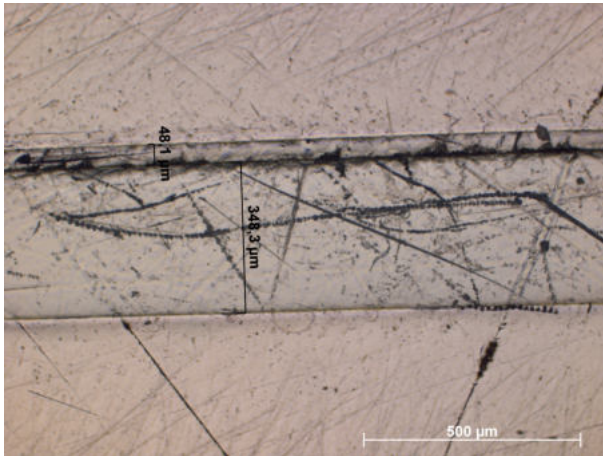


Abbildung 133: Probe 20 Mikroskopie

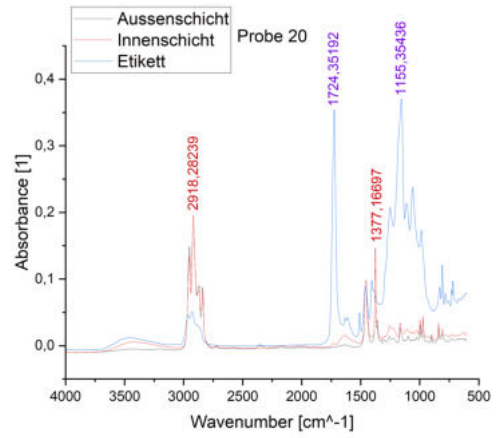


Abbildung 134: Probe 20 FT-IR

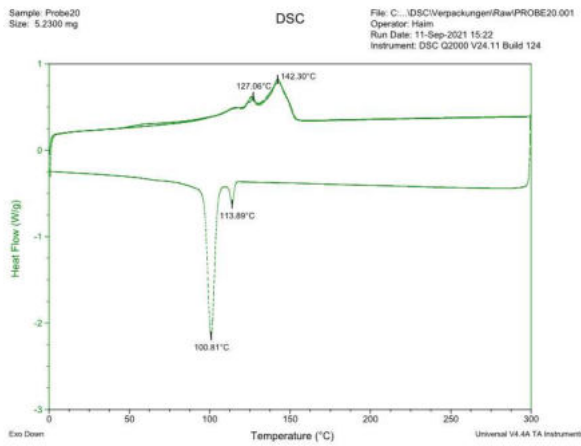


Abbildung 135: Probe 20 DSC

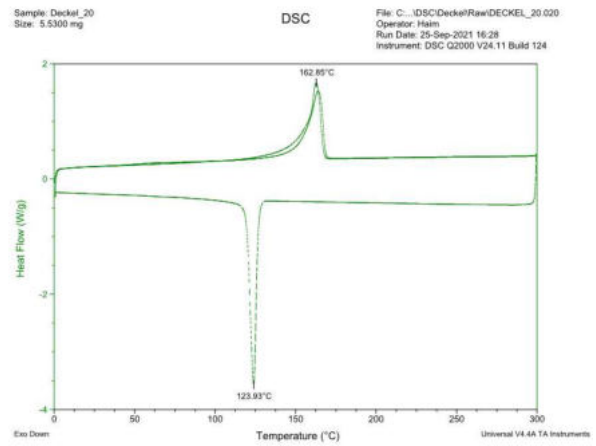


Abbildung 136: Deckel 20 DSC

# Probe 21

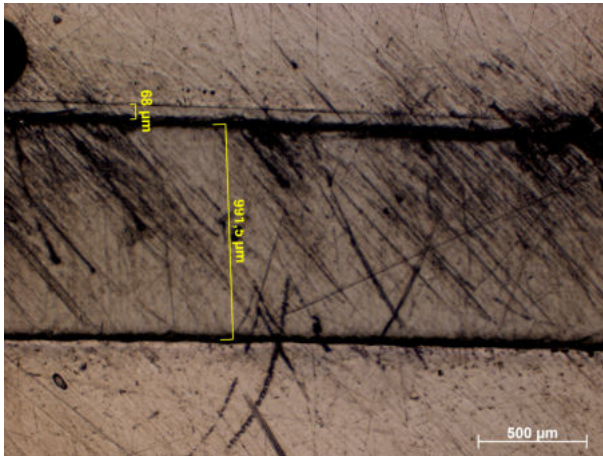


Abbildung 137: Probe 21 Mikroskopie

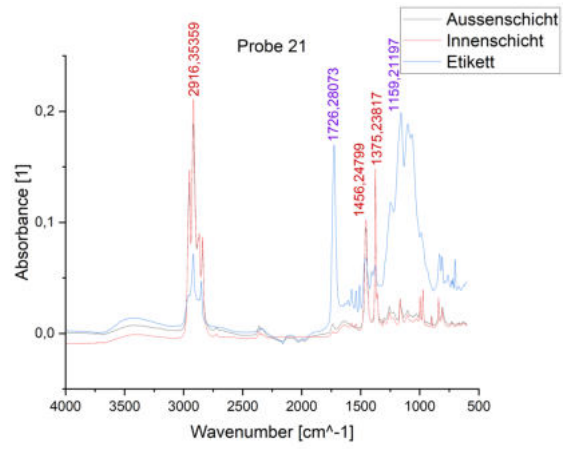


Abbildung 138: Probe 21 FT-IR

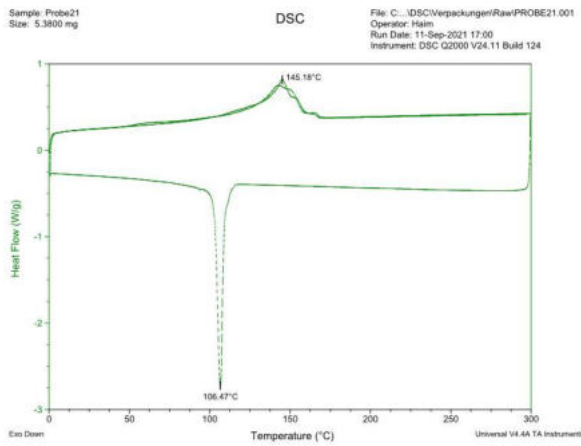


Abbildung 139: Probe 21 DSC

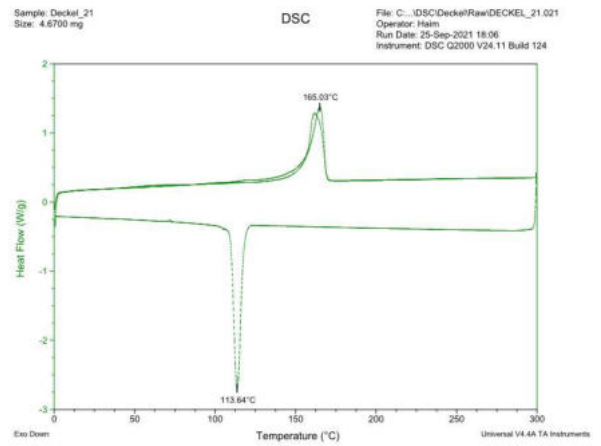


Abbildung 140: Deckel 21 DSC

# Probe 22

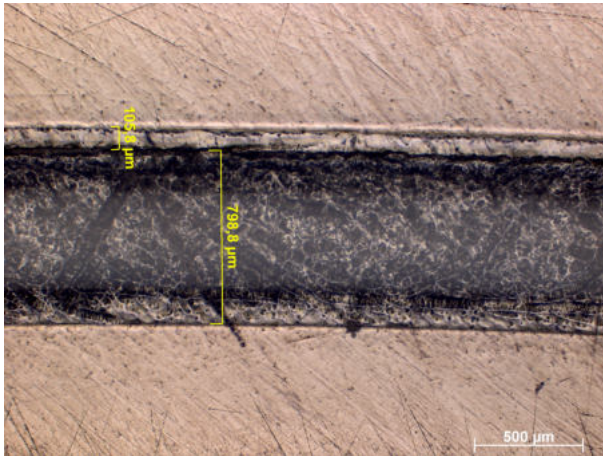


Abbildung 141: Probe 22 Mikroskopie

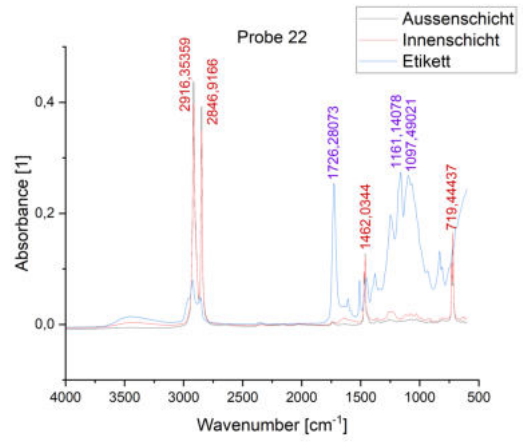


Abbildung 142: Probe 22 FT-IR

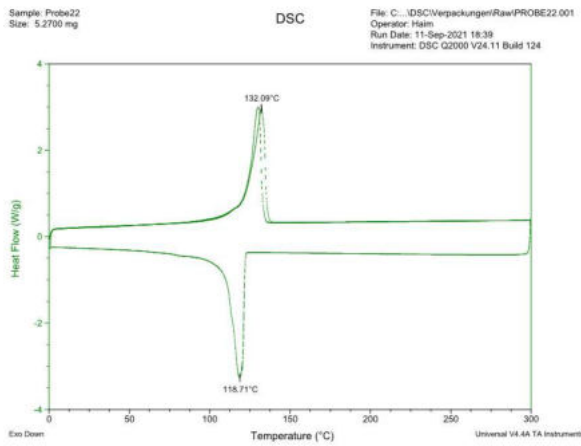


Abbildung 143: Probe 22 DSC

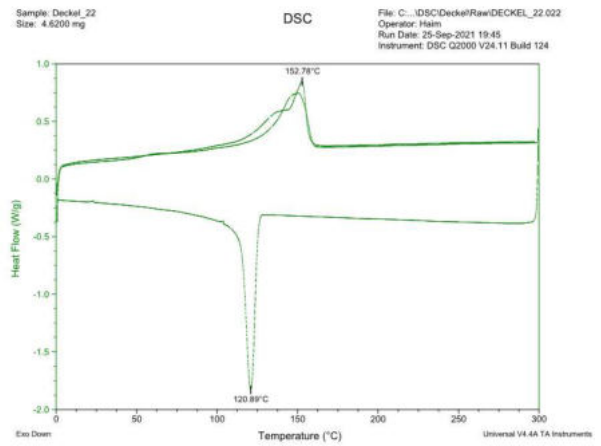


Abbildung 144: Deckel 22 DSC

# Probe 23

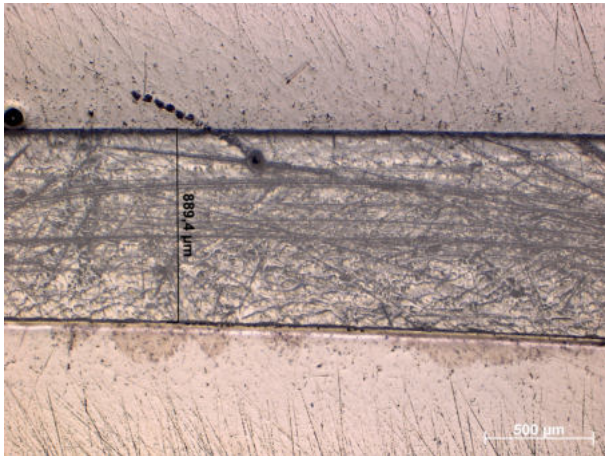


Abbildung 145: Probe 23 Mikroskopie

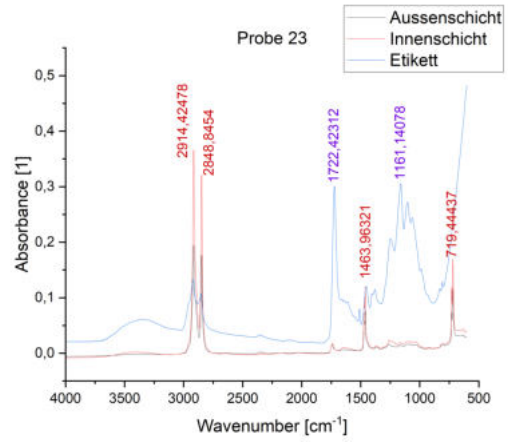


Abbildung 146: Probe 23 FT-IR

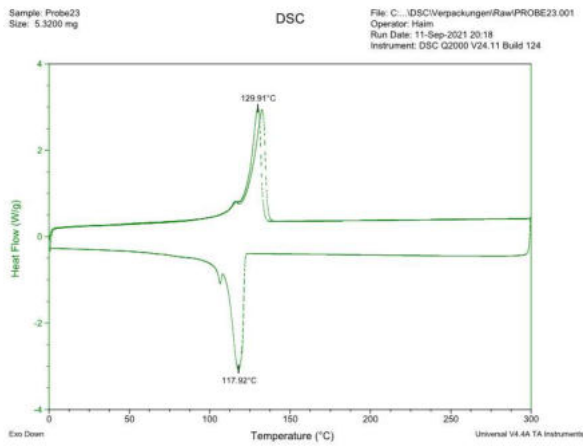


Abbildung 147: Probe 23 DSC

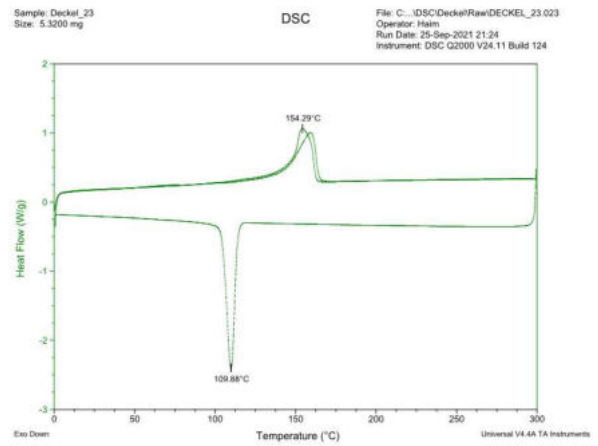


Abbildung 148: Deckel 23 DSC

# Probe 24

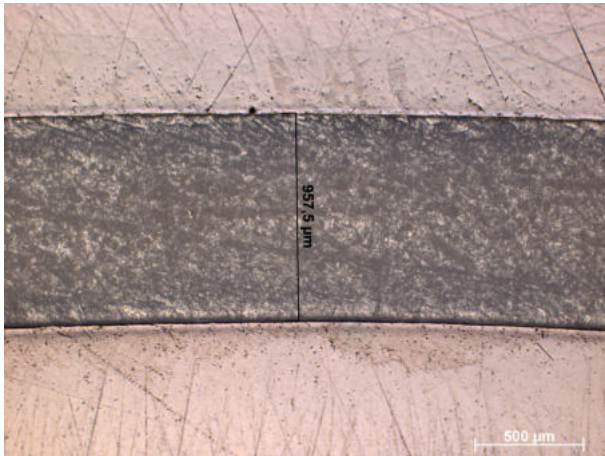


Abbildung 149: Probe 24 Mikroskopie

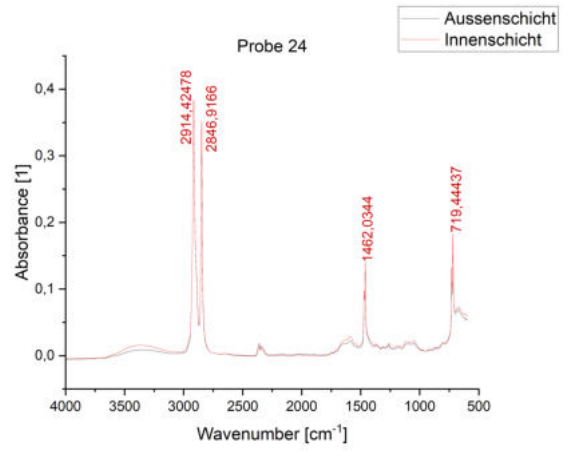


Abbildung 150: Probe 24 FT-IR

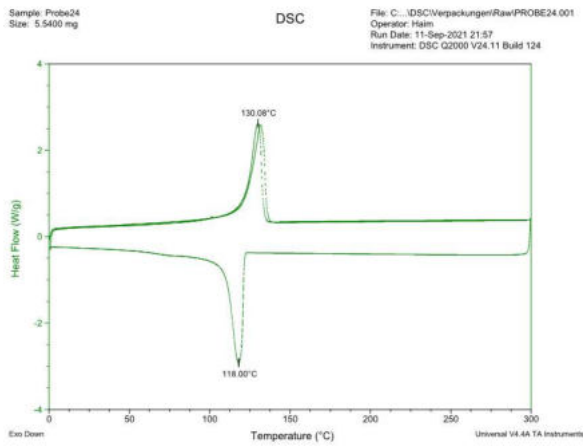


Abbildung 151: Probe 24 DSC

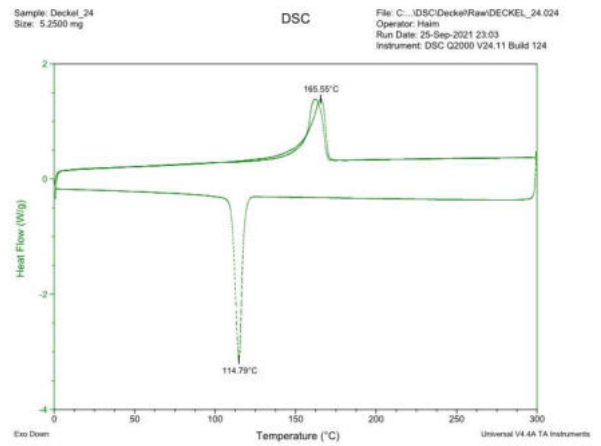


Abbildung 152: Deckel 24 DSC



# Probe 25

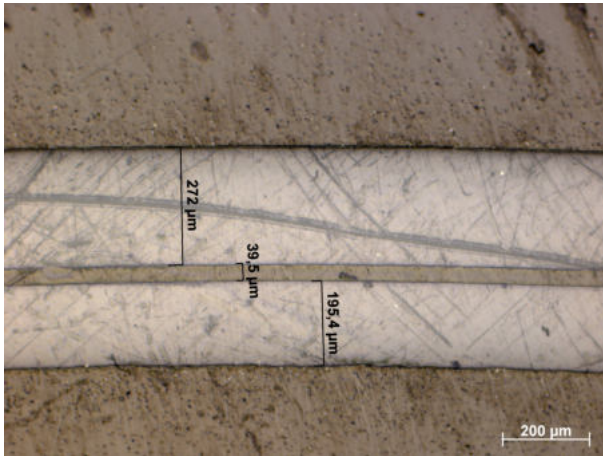


Abbildung 153: Probe 25 Mikroskopie

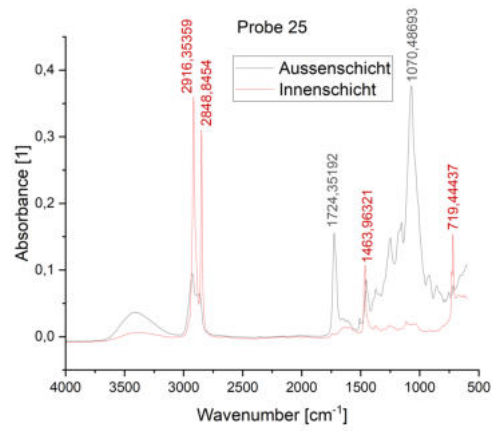


Abbildung 154: Probe 25 FT-IR

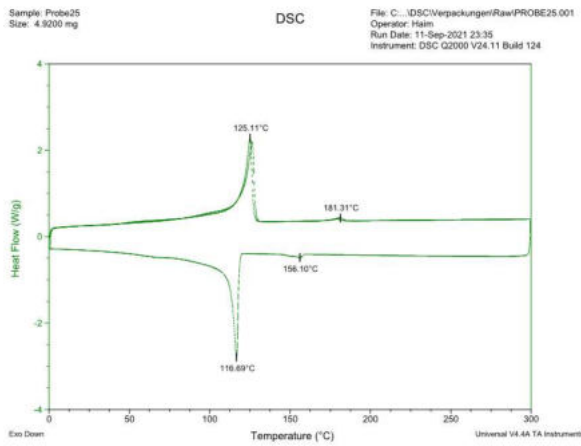


Abbildung 155: Probe 25 DSC

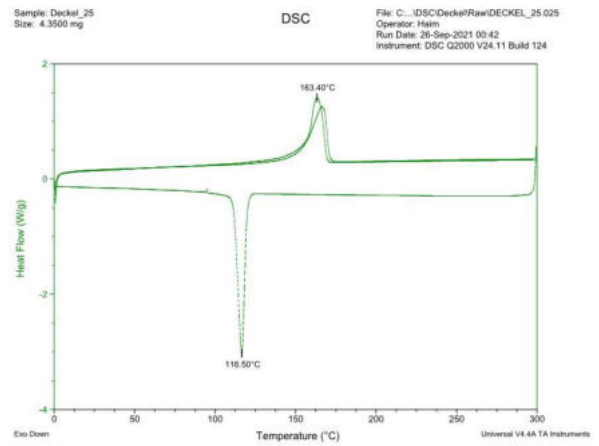


Abbildung 156: Deckel 25 DSC

# Probe 26

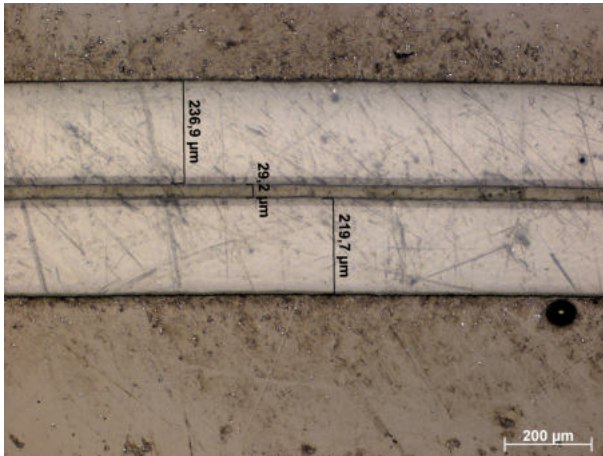


Abbildung 157: Probe 26 Mikroskopie

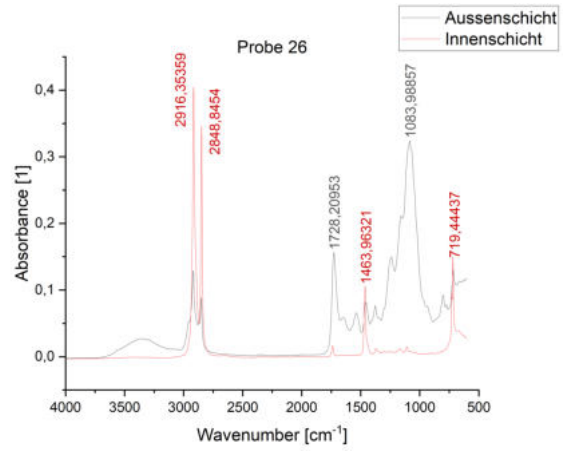


Abbildung 158: Probe 26 FT-IR

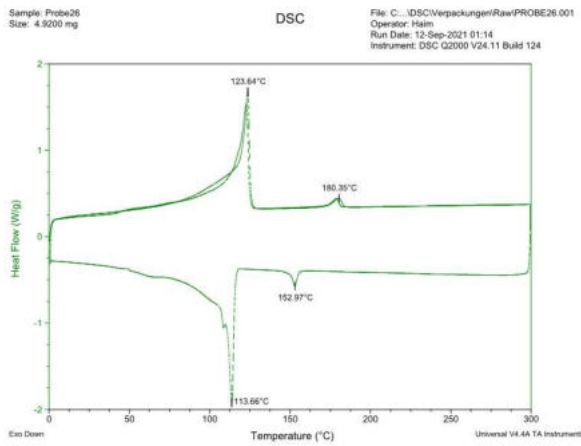


Abbildung 159: Probe 26 DSC

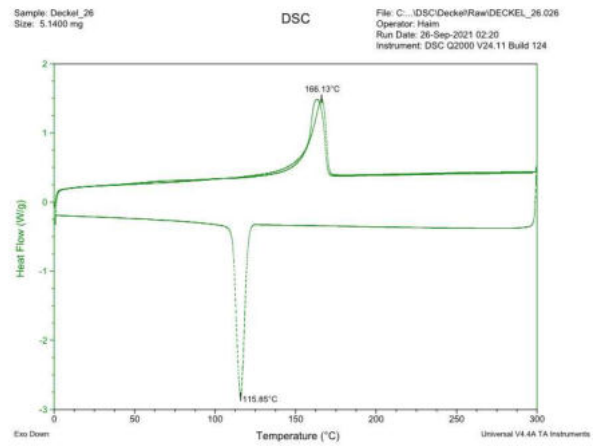


Abbildung 160: Deckel 26 DSC

# Probe 27

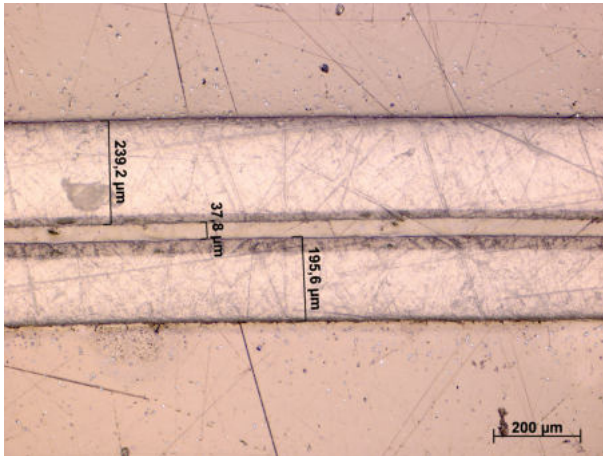


Abbildung 161: Probe 27 Mikroskopie

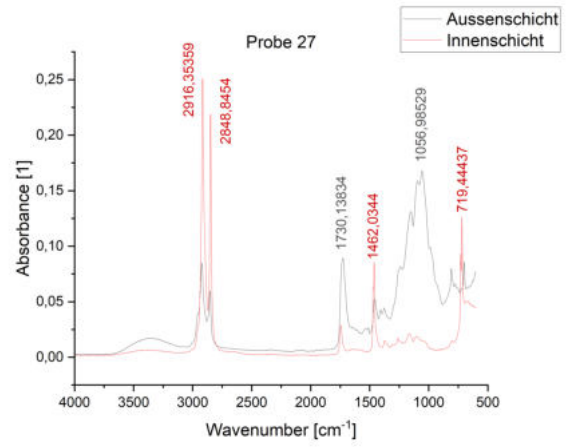


Abbildung 162: Probe 27 FT-IR

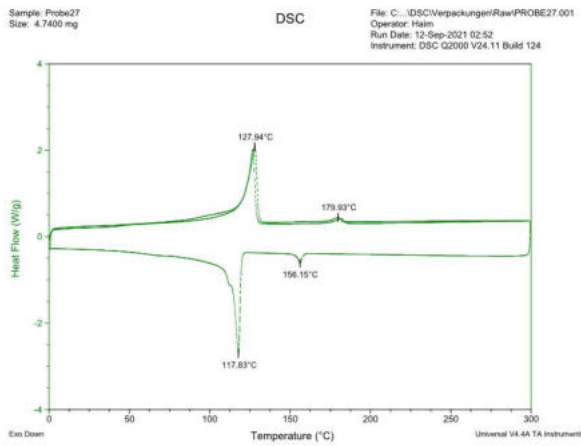


Abbildung 163: Probe 27 DSC

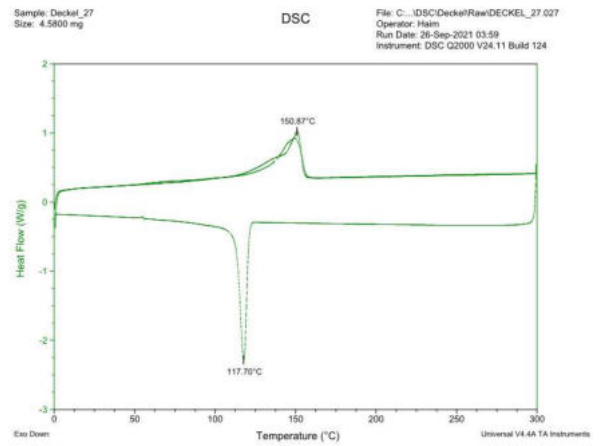


Abbildung 164: Deckel 27 DSC

# Probe 28

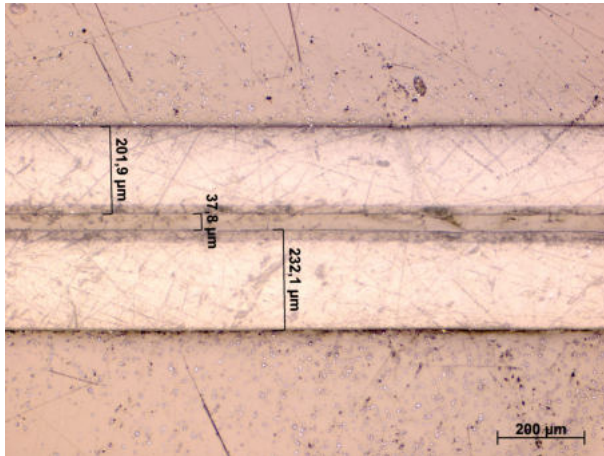


Abbildung 165: Probe 28 Mikroskopie

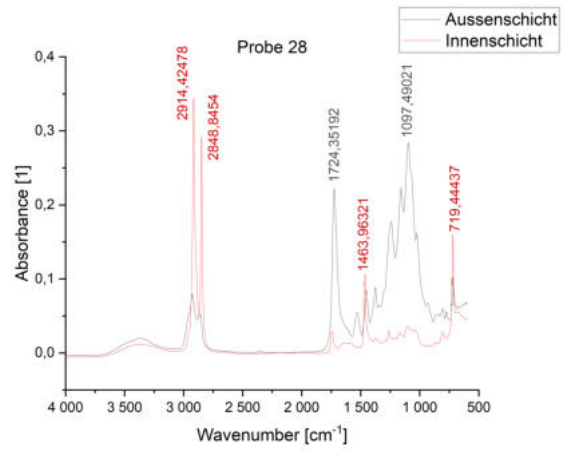


Abbildung 166: Probe 28 FT-IR

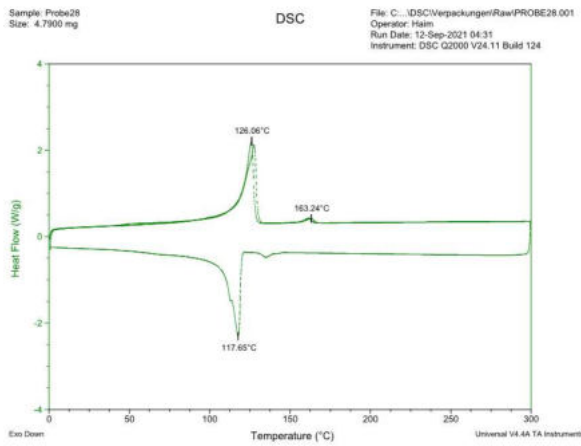


Abbildung 167: Probe 28 DSC

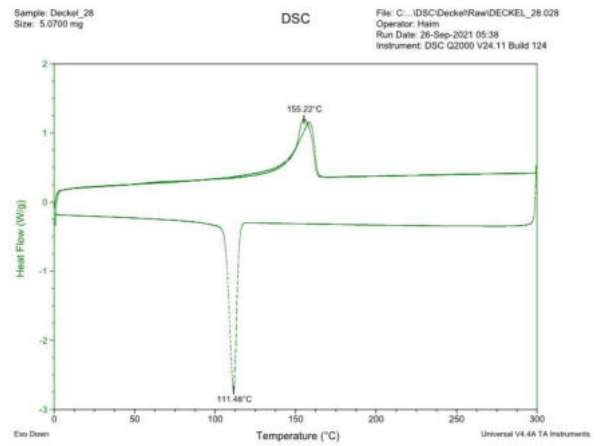


Abbildung 168: Deckel 28 DSC

# Probe 29

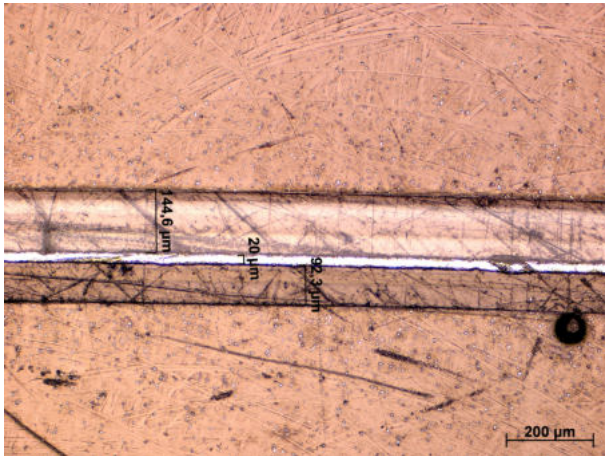


Abbildung 169: Probe 29 Mikroskopie

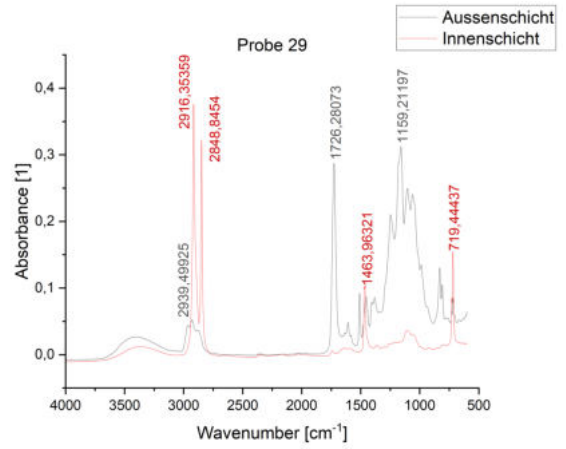


Abbildung 170: Probe 29 FT-IR

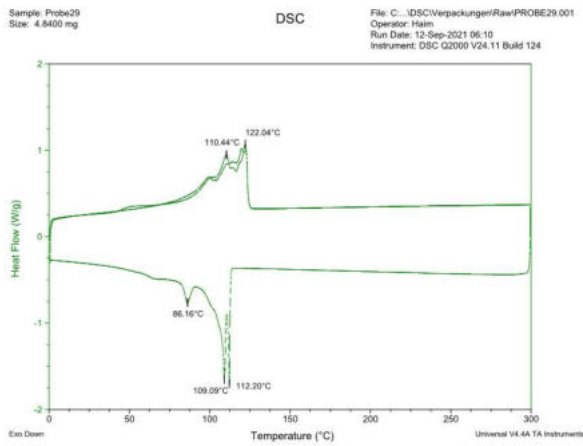


Abbildung 171: Probe 29 DSC

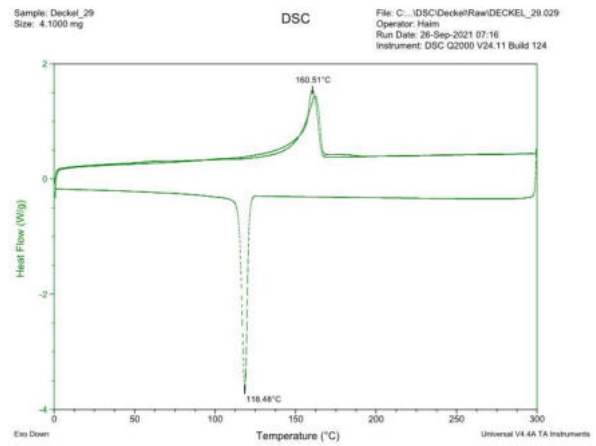


Abbildung 172: Deckel 29 DSC

# Probe 30

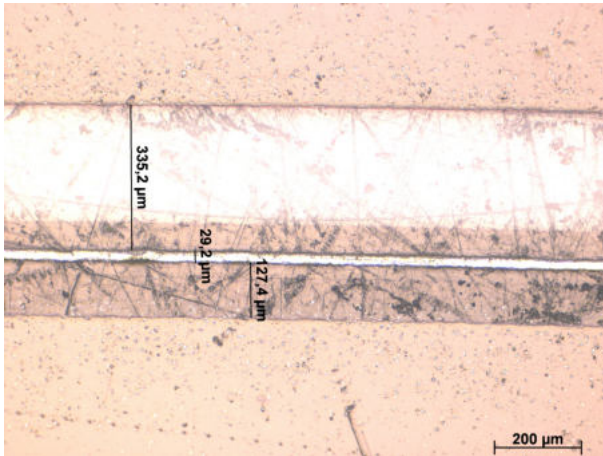


Abbildung 173: Probe 30 Mikroskopie

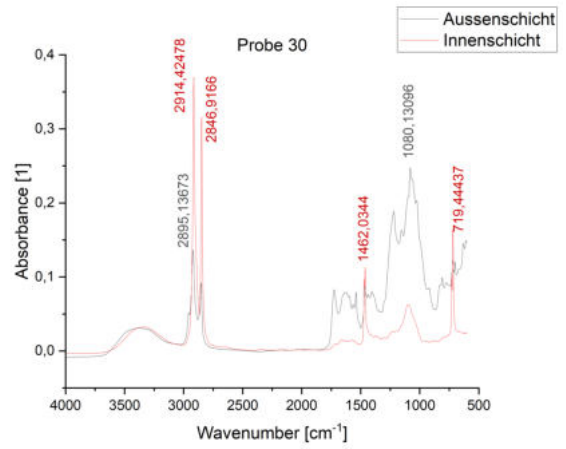


Abbildung 174: Probe 30 FT-IR

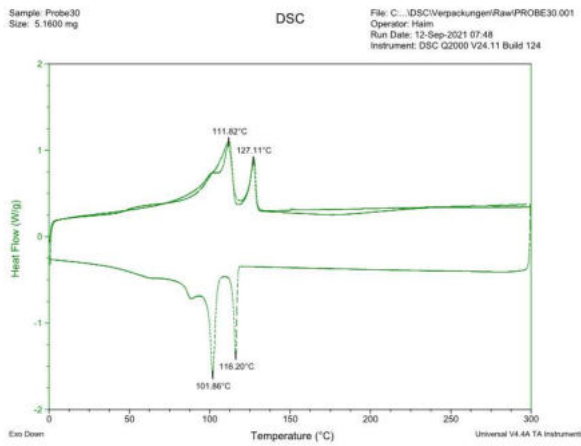


Abbildung 175: Probe 30 DSC

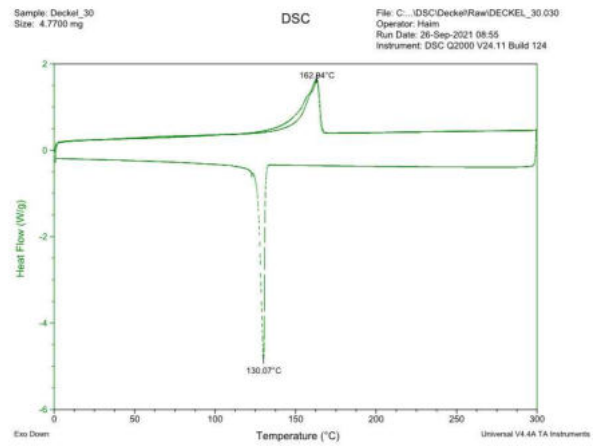


Abbildung 176: Deckel 30 DSC

# Probe 31

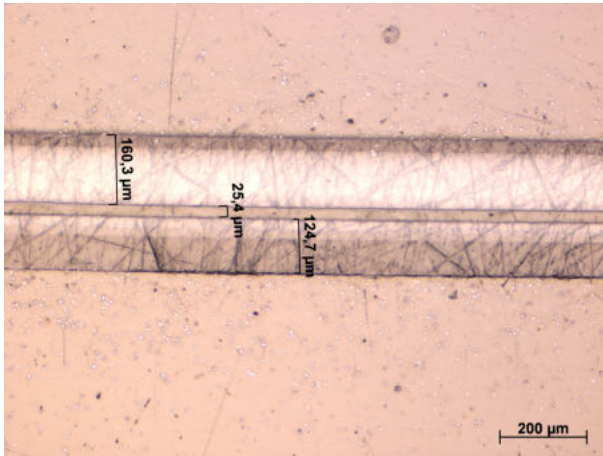


Abbildung 177: Probe 31 Mikroskopie

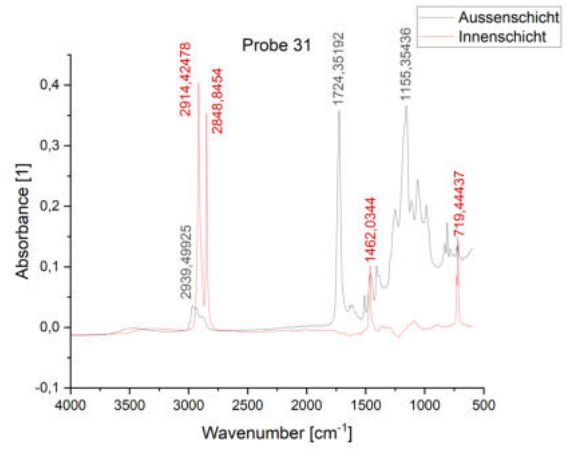


Abbildung 178: Probe 31 FT-IR

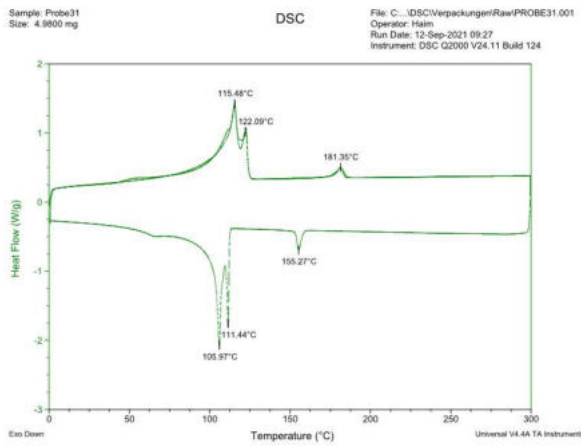


Abbildung 179: Probe 31 DSC

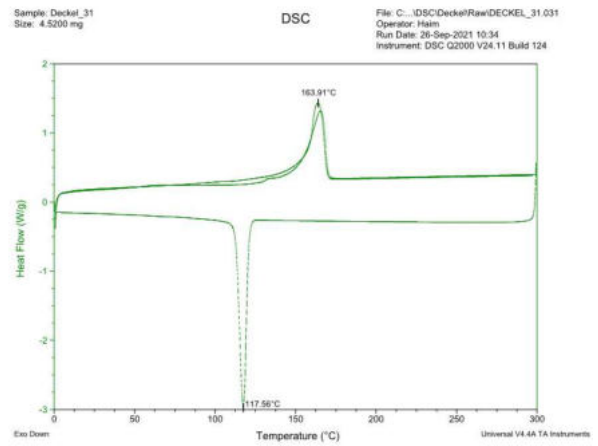


Abbildung 180: Deckel 31 DSC

# Probe 32

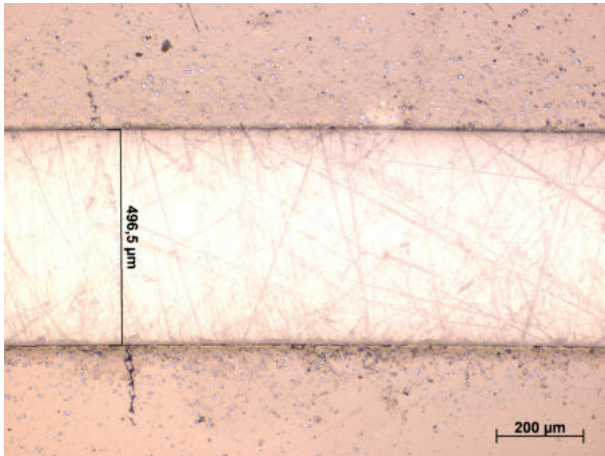


Abbildung 181: Probe 32 Mikroskopie

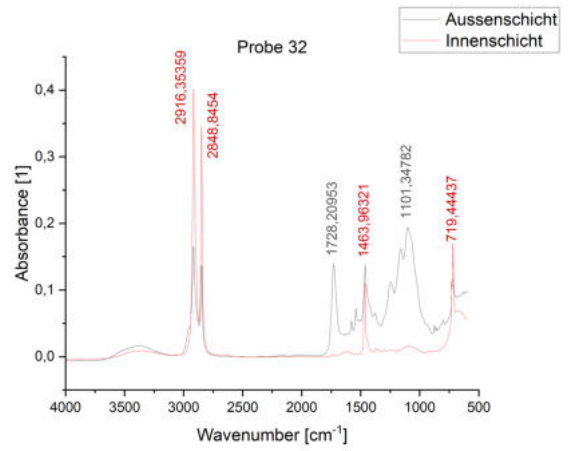


Abbildung 182: Probe 32 FT-IR

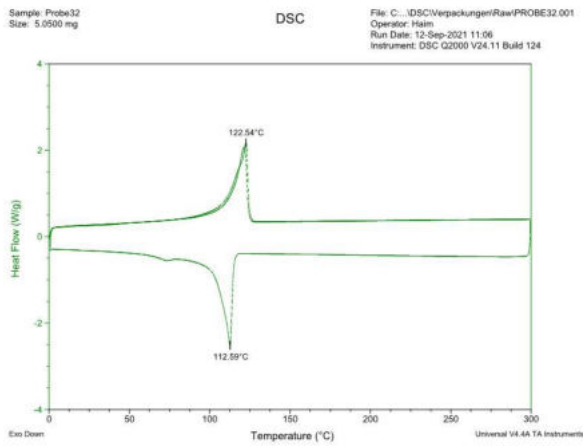


Abbildung 183: Probe 32 DSC

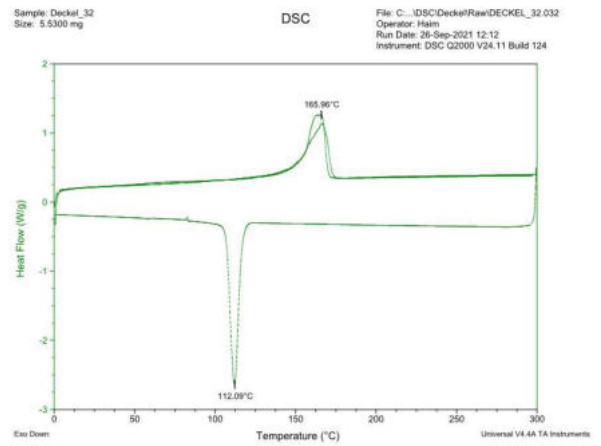


Abbildung 184: Deckel 32 DSC



# Probe 33

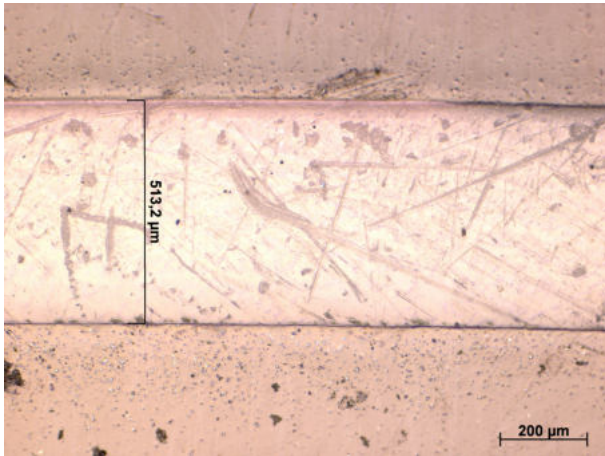


Abbildung 185: Probe 33 Mikroskopie

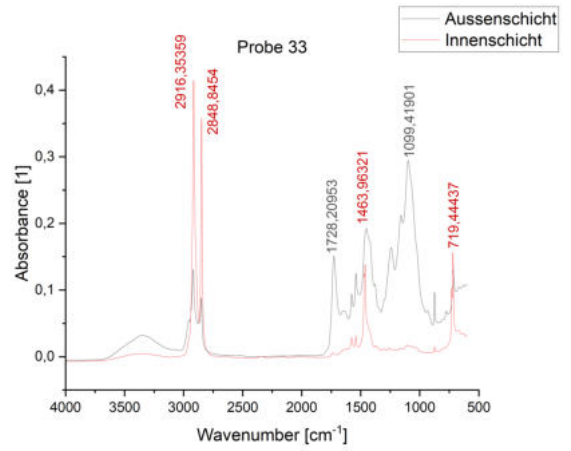


Abbildung 186: Probe 33 FT-IR

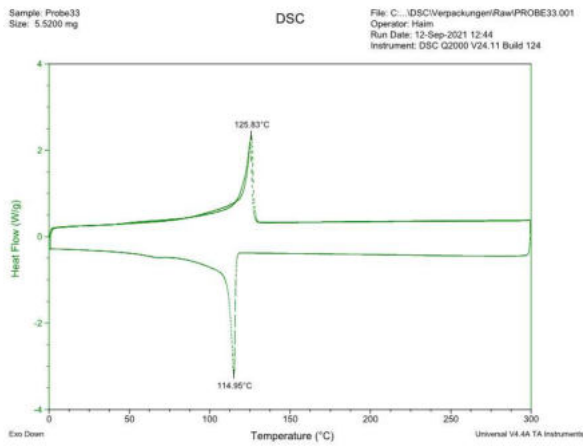


Abbildung 187: Probe 33 DSC

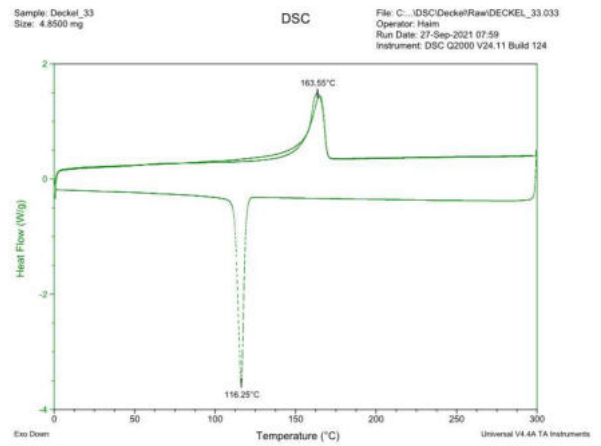


Abbildung 188: Deckel 33 DSC

# Probe 34

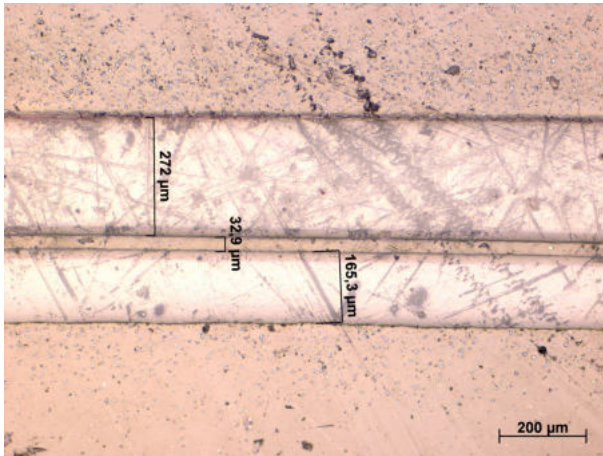


Abbildung 189: Probe 34 Mikroskopie

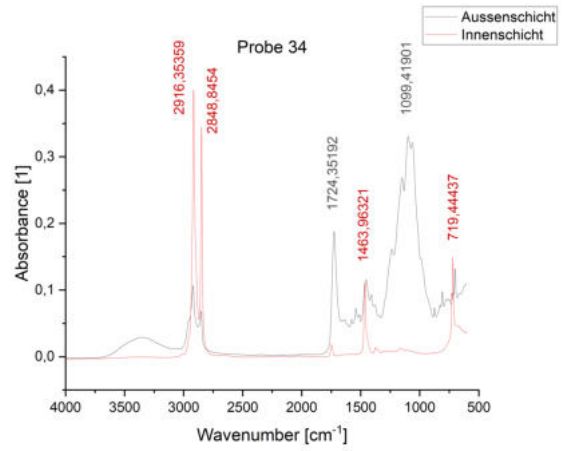


Abbildung 190: Probe 34 FT-IR

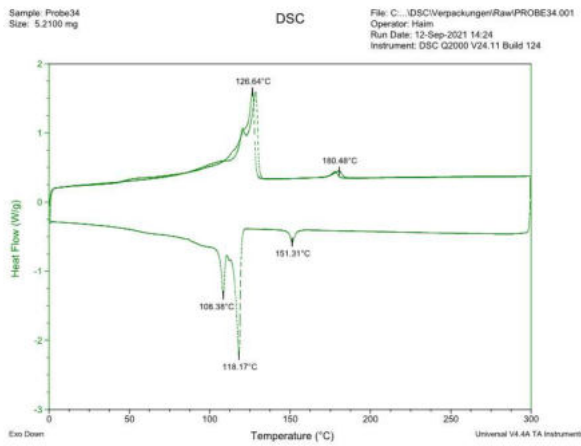


Abbildung 191: Probe 34 DSC

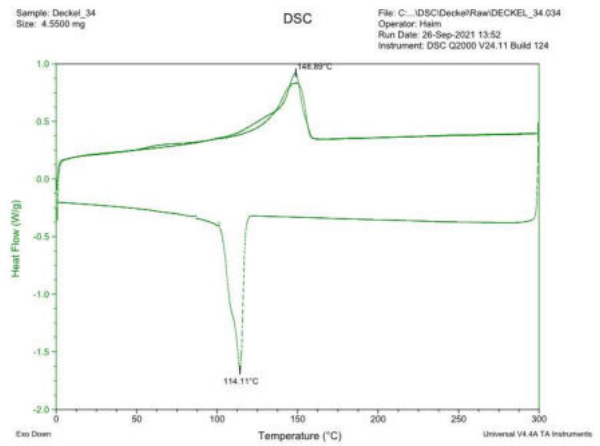


Abbildung 192: Deckel 34 DSC

# Probe 35

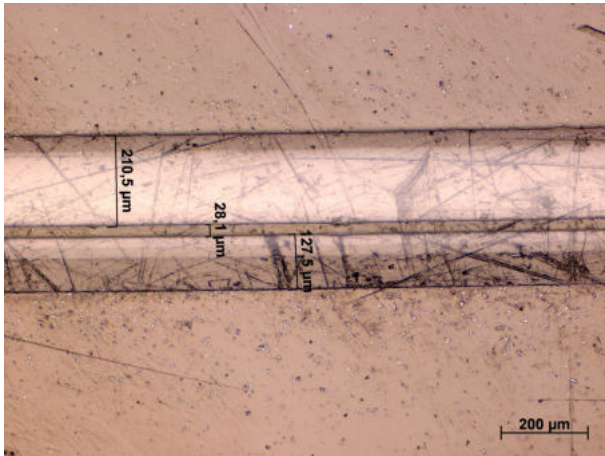


Abbildung 193: Probe 35 Mikroskopie

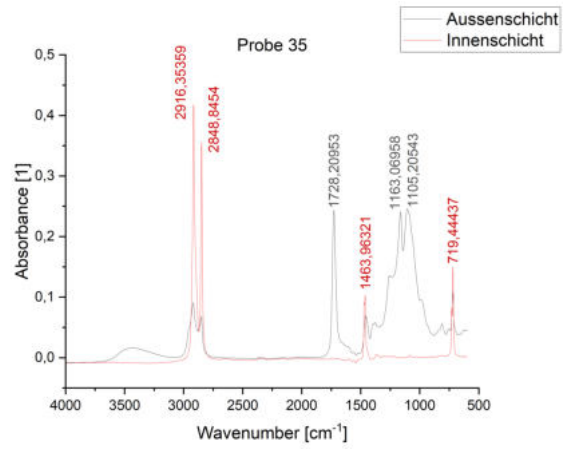


Abbildung 194: Probe 35 FT-IR

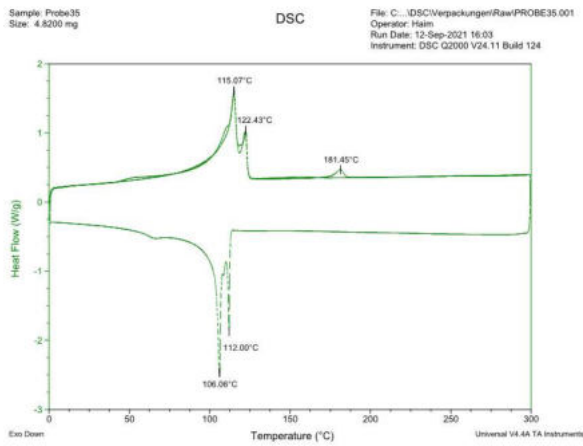


Abbildung 195: Probe 35 DSC

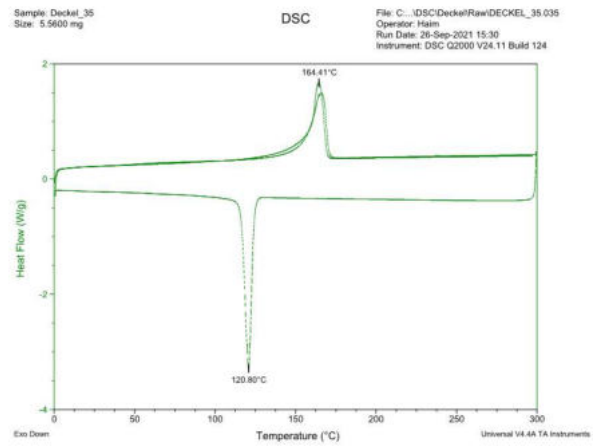


Abbildung 196: Deckel 35 DSC

# Probe 36

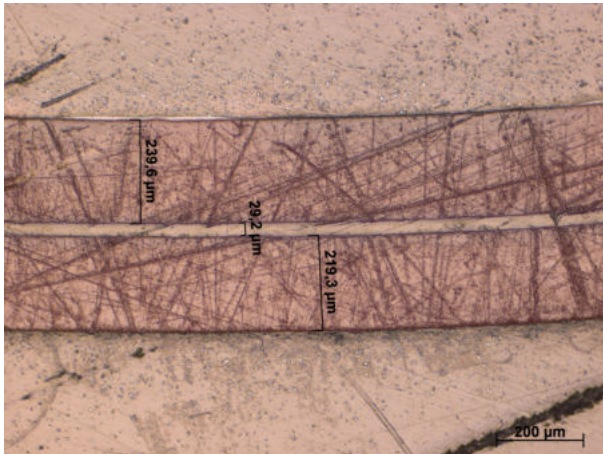


Abbildung 197: Probe 36 Mikroskopie

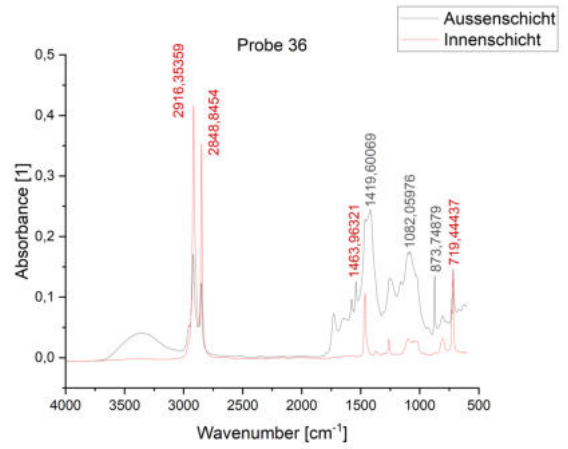


Abbildung 198: Probe 36 FT-IR

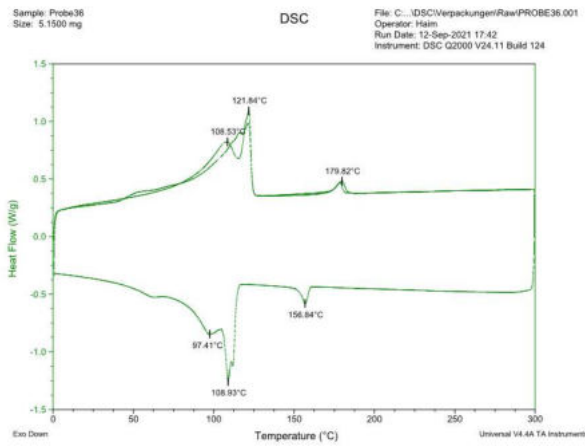


Abbildung 199: Probe 36 DSC

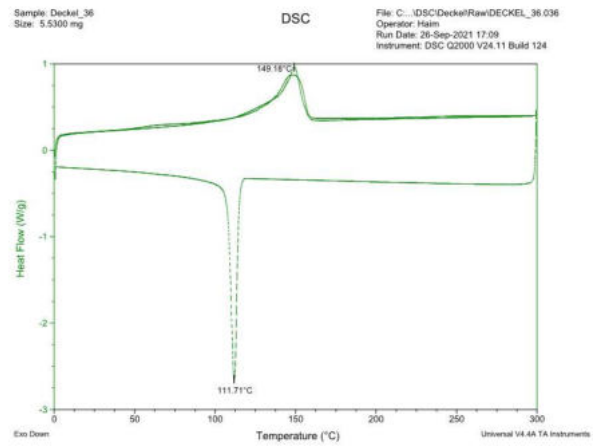


Abbildung 200: Deckel 36 DSC

# Probe 37

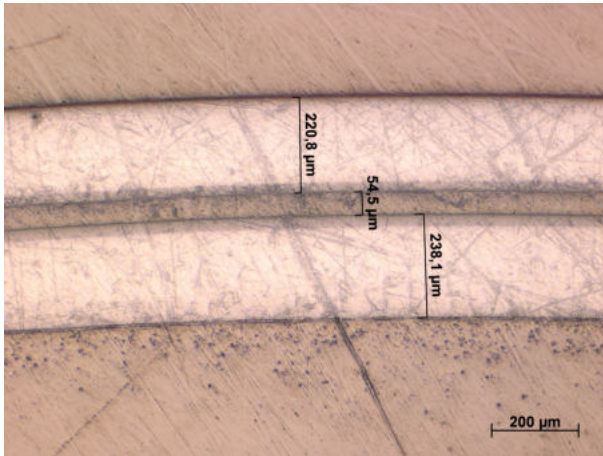


Abbildung 201: Probe 37 Mikroskopie

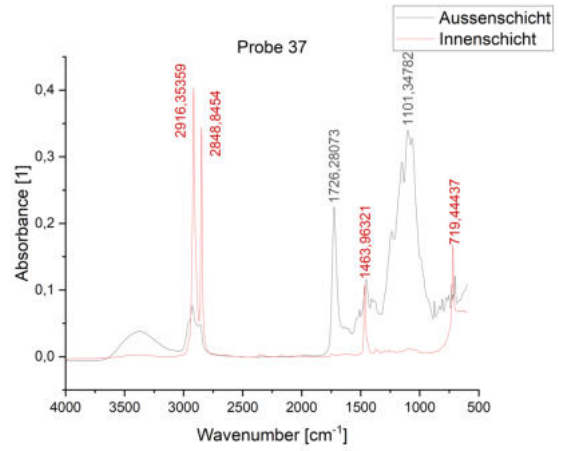


Abbildung 202: Probe 37 FT-IR

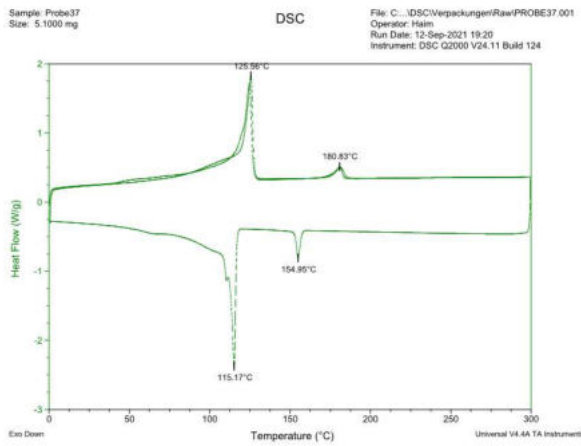


Abbildung 203: Probe 37 DSC

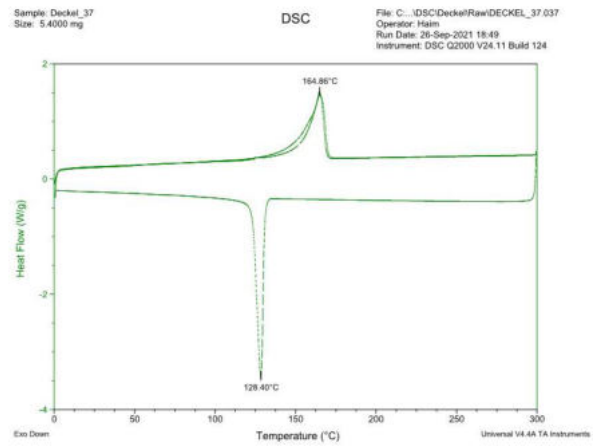


Abbildung 204: Deckel 37 DSC

# Probe 38

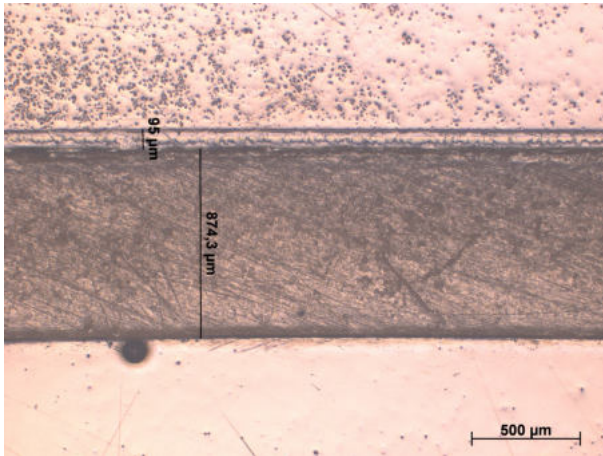


Abbildung 205: Probe 38 Mikroskopie

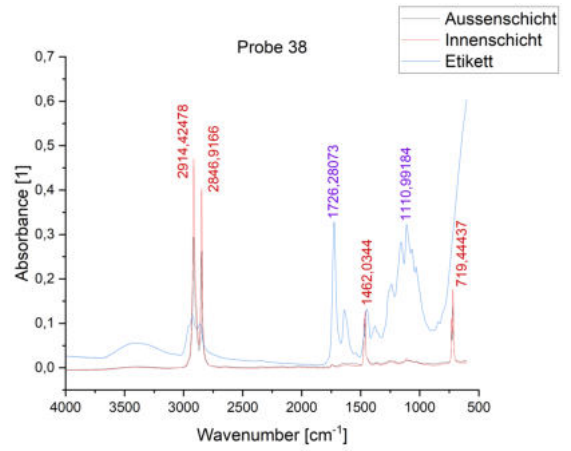


Abbildung 206: Probe 38 FT-IR

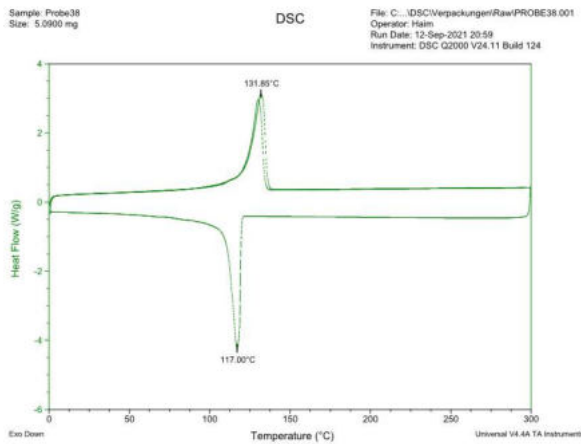


Abbildung 207: Probe 38 DSC

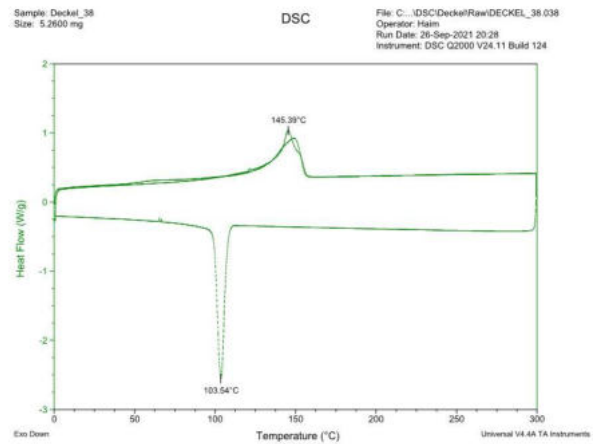


Abbildung 208: Deckel 38 DSC

# Probe 39

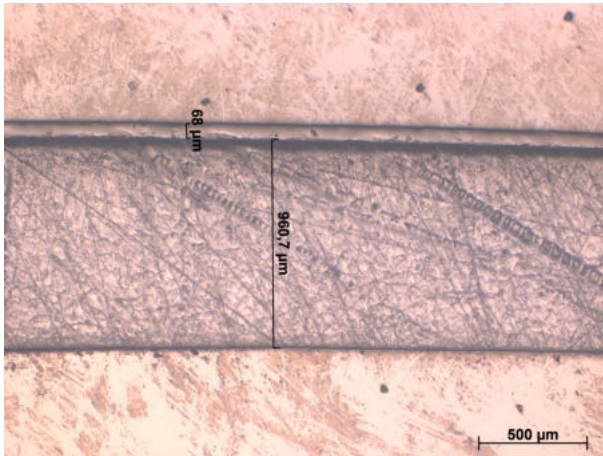


Abbildung 209: Probe 39 Mikroskopie

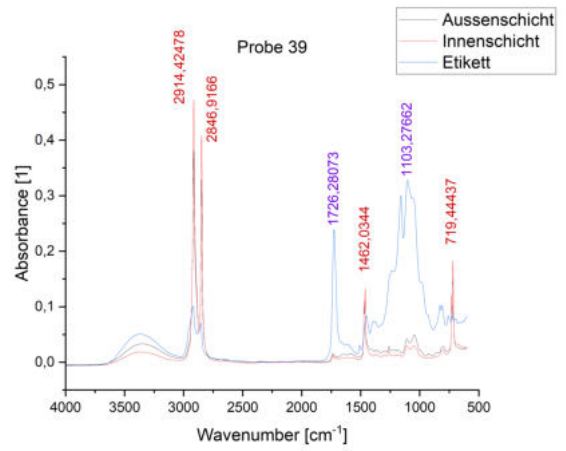


Abbildung 210: Probe 39 FT-IR

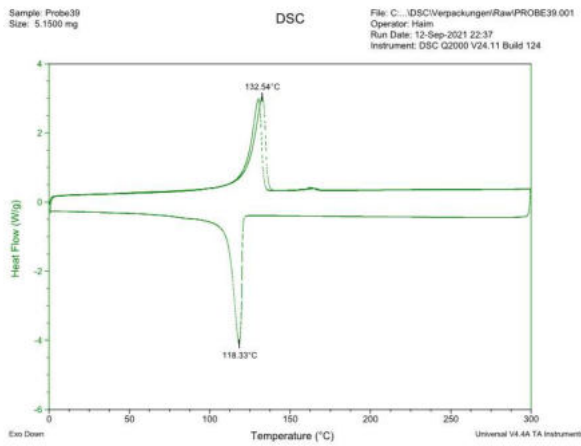


Abbildung 211: Probe 39 DSC

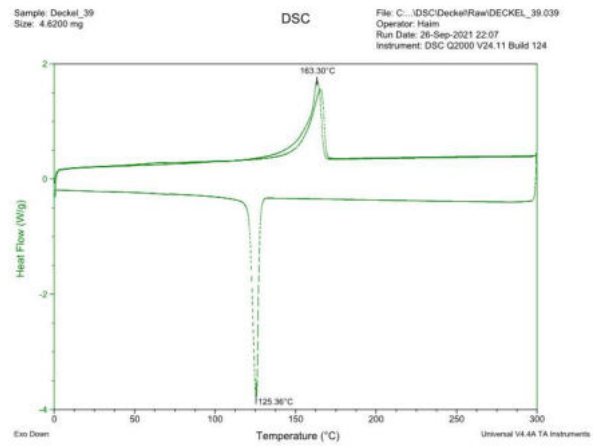


Abbildung 212: Deckel 39 DSC

# Probe 40

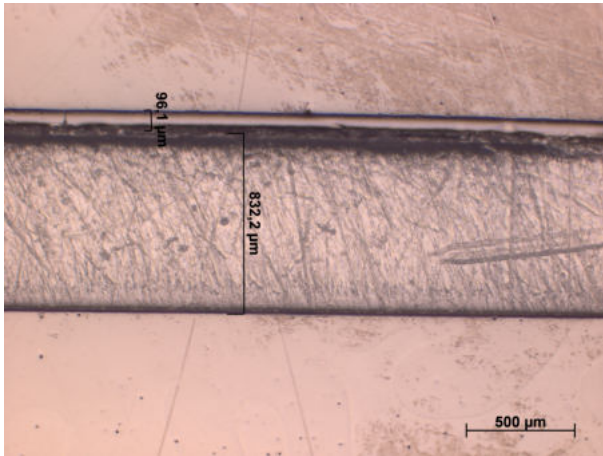


Abbildung 213: Probe 40 Mikroskopie

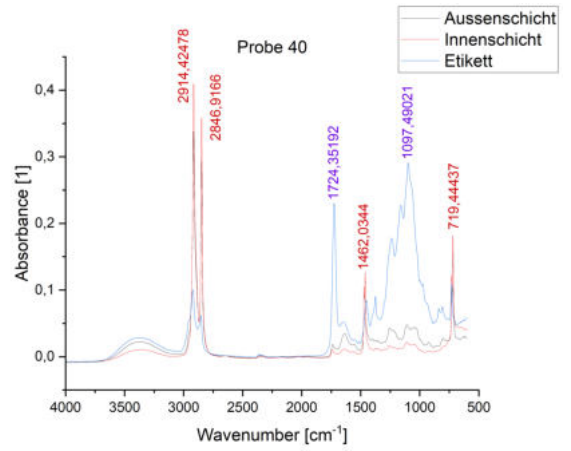


Abbildung 214: Probe 40 FT-IR

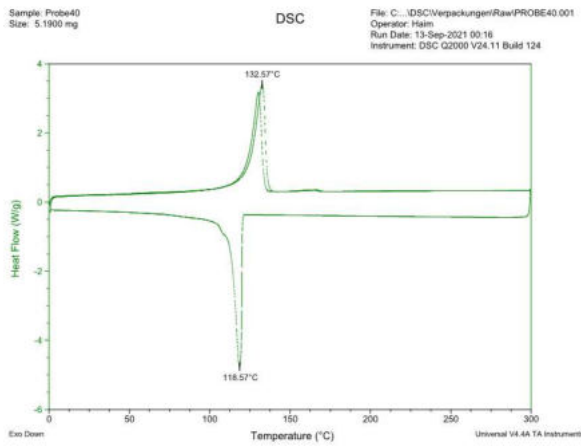


Abbildung 215: Probe 40 DSC

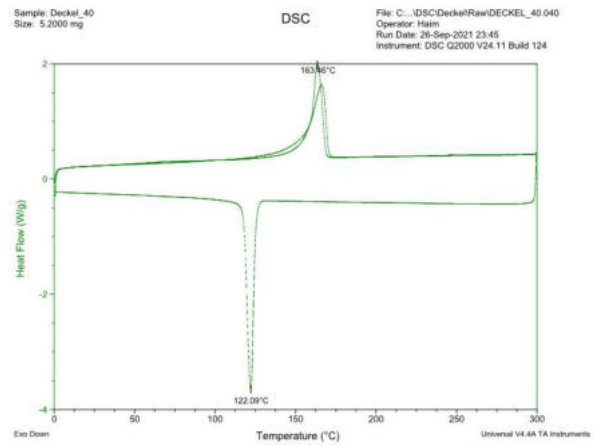


Abbildung 216: Deckel 40 DSC



## Probe 41

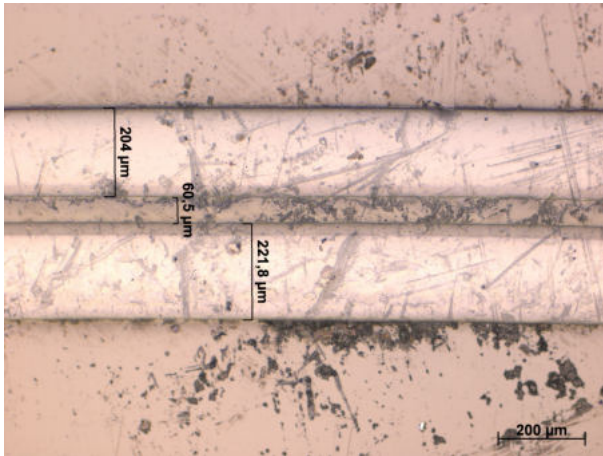


Abbildung 217: Probe 41 Mikroskopie

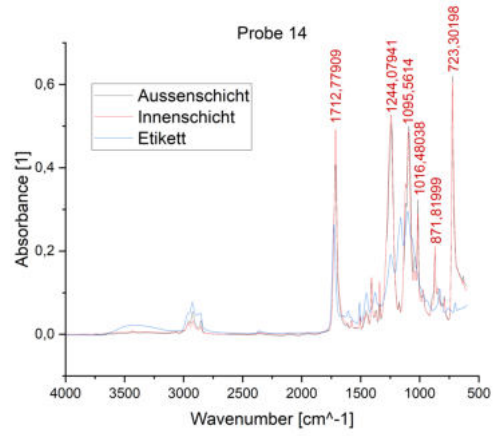


Abbildung 218: Probe 41 FT-IR

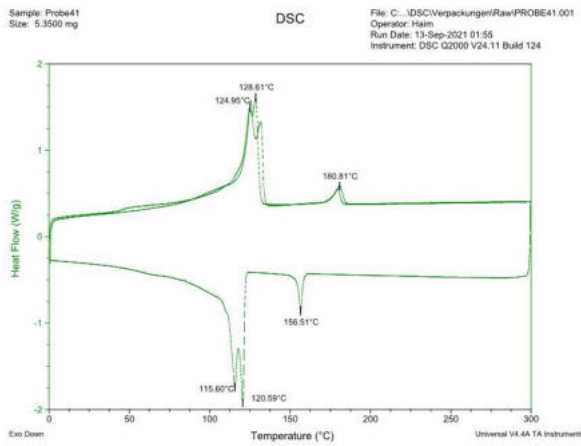


Abbildung 219: Probe 41 DSC

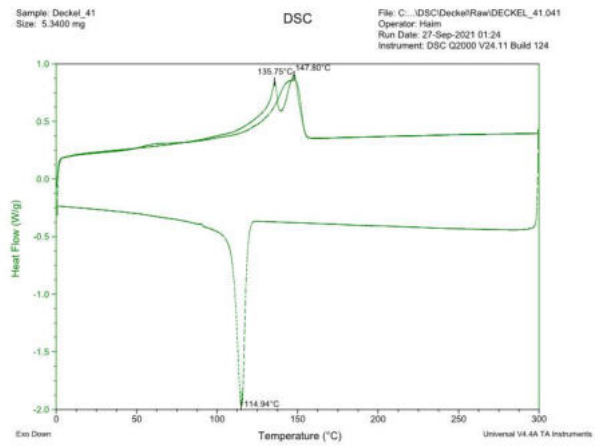


Abbildung 220: Deckel 41 DSC

# Probe 42

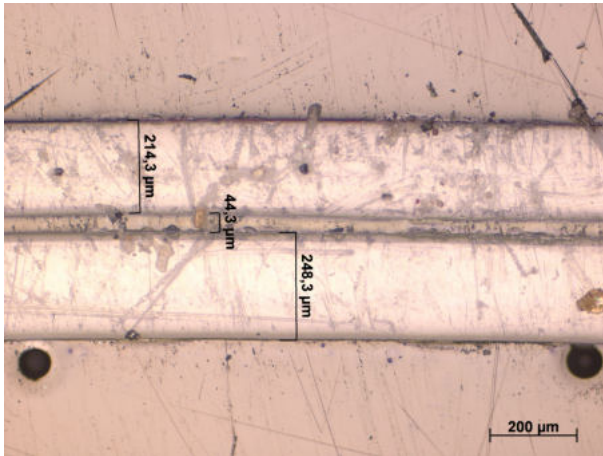


Abbildung 221: Probe 42 Mikroskopie

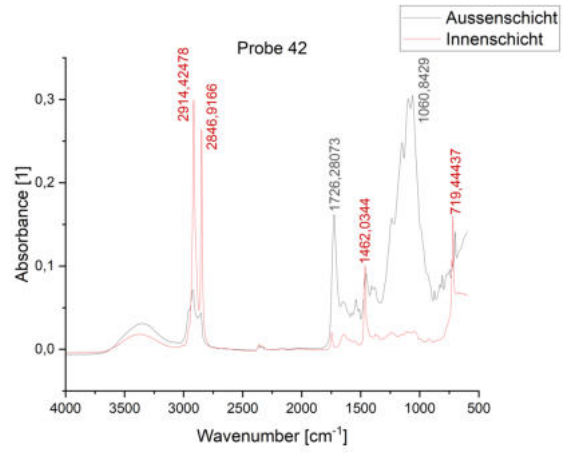


Abbildung 222: Probe 42 FT-IR

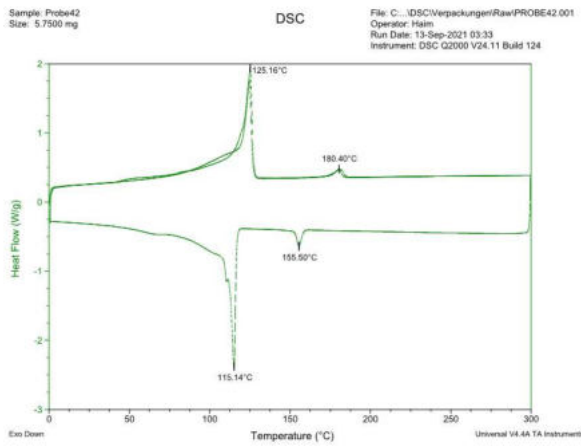


Abbildung 223: Probe 42 DSC

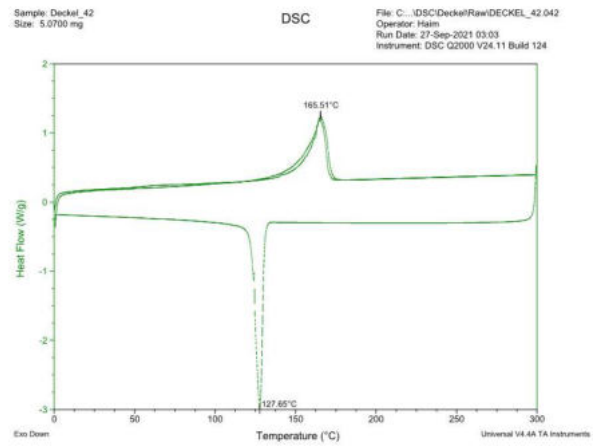


Abbildung 224: Deckel 42 DSC

# Probe 43

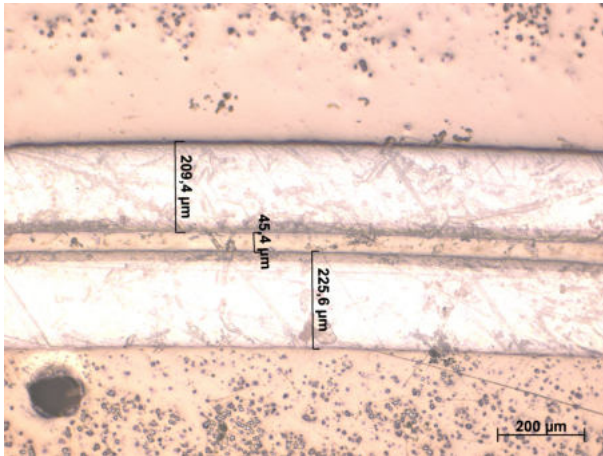


Abbildung 225: Probe 43 Mikroskopie

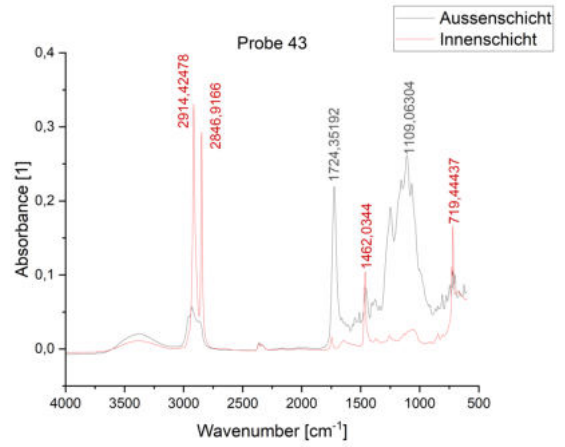


Abbildung 226: Probe 43 FT-IR

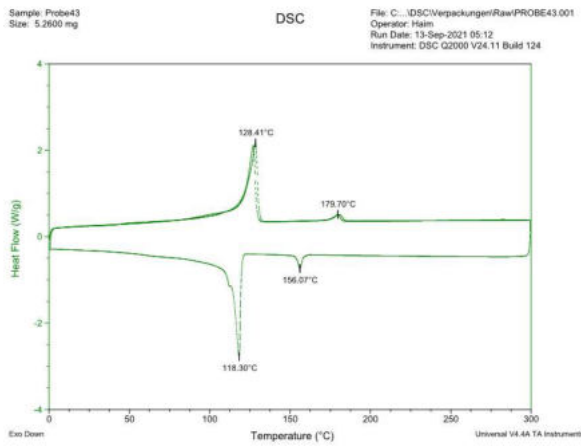


Abbildung 227: Probe 43 DSC

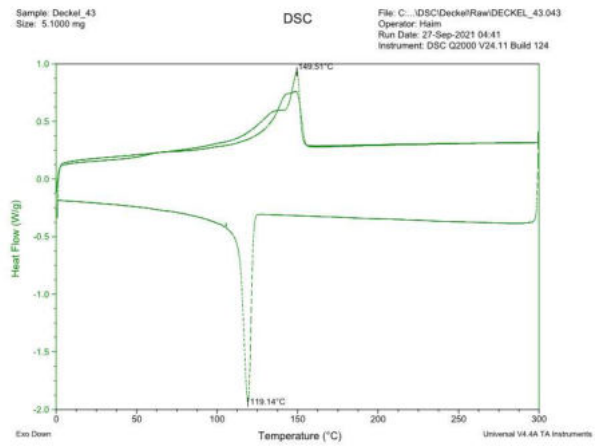


Abbildung 228: Deckel 43 DSC

# Probe 44

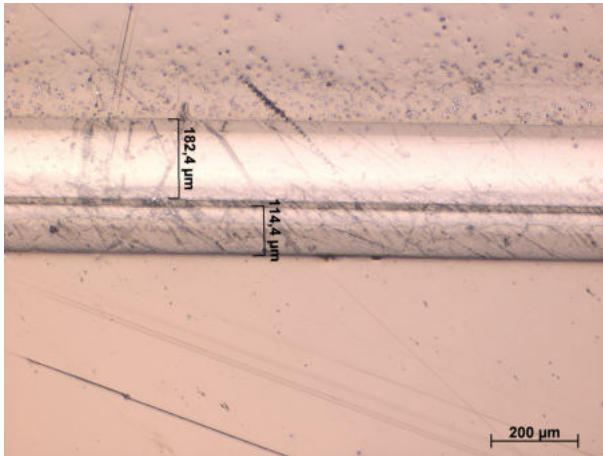


Abbildung 229: Probe 44 Mikroskopie

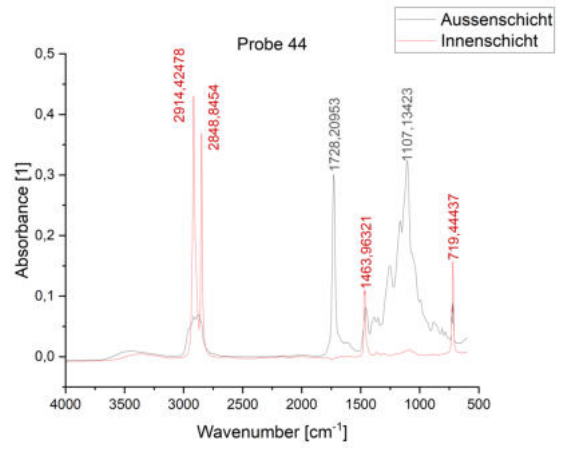


Abbildung 230: Probe 44 FT-IR

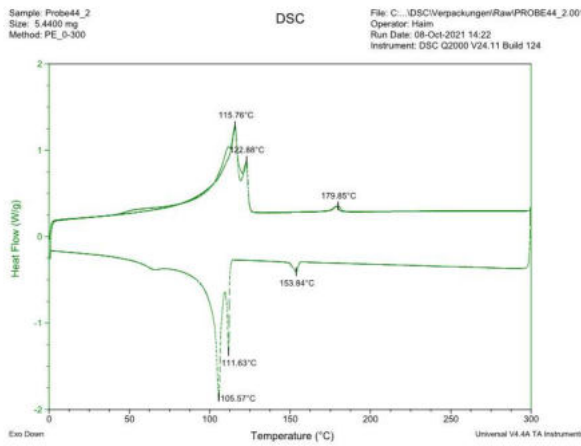


Abbildung 231: Probe 44 DSC

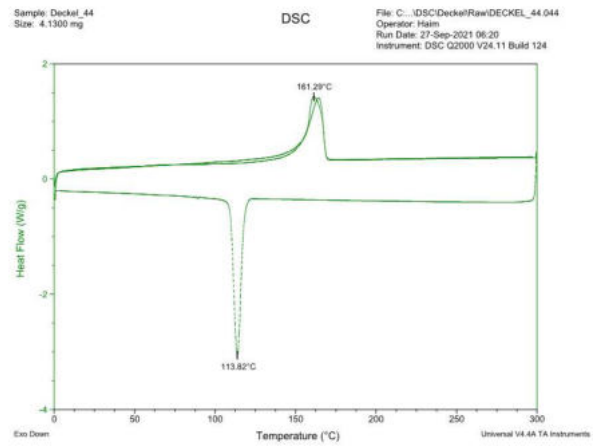


Abbildung 232: Deckel 44 DSC

# Probe 45

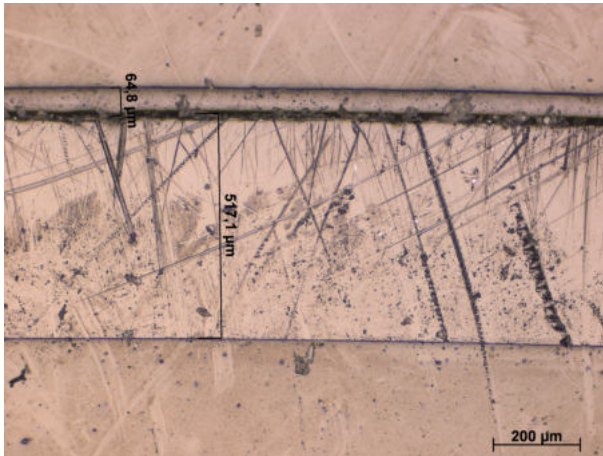


Abbildung 233: Probe 45 Mikroskopie

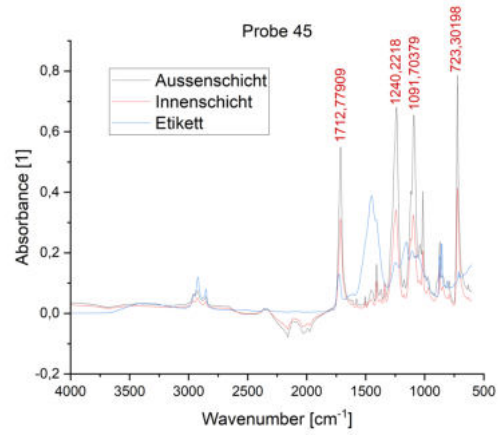


Abbildung 234: Probe 45 FT-IR

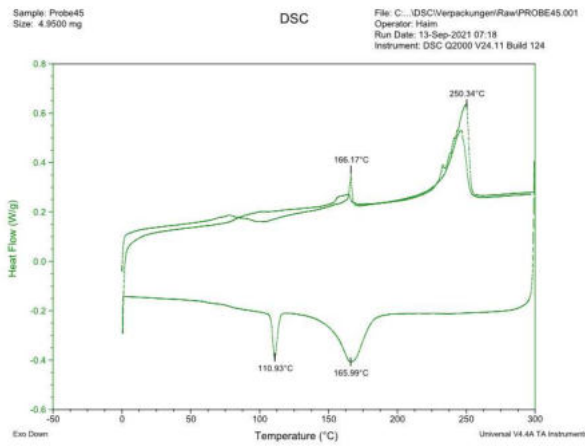


Abbildung 235: Probe 45 DSC

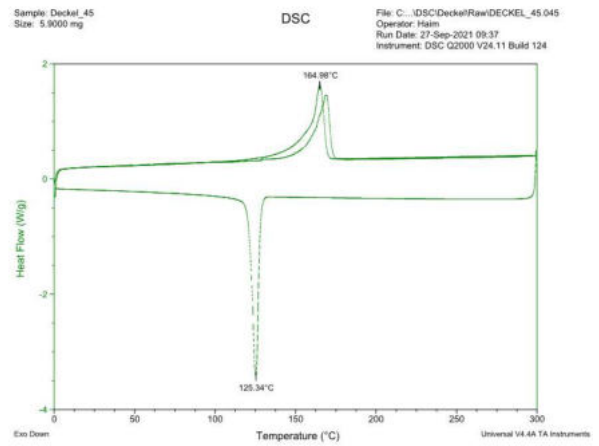


Abbildung 236: Deckel 45 DSC

# Probe 46

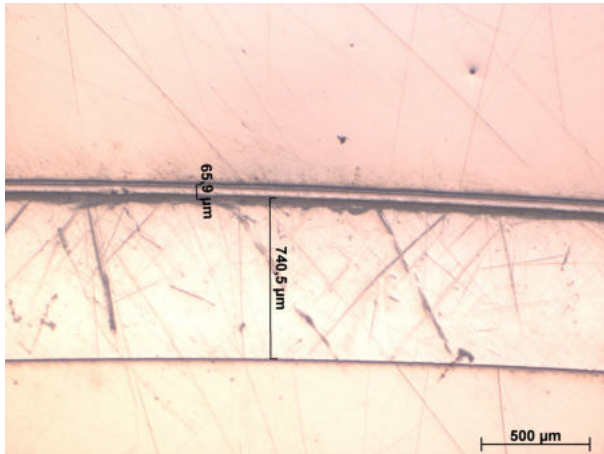


Abbildung 237: Probe 46 Mikroskopie

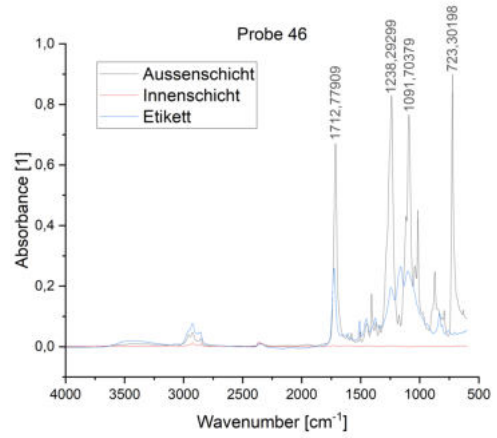


Abbildung 238: Probe 46 FT-IR

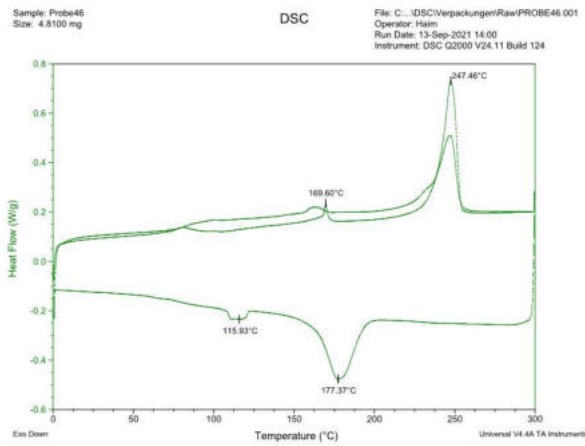


Abbildung 239: Probe 46 DSC

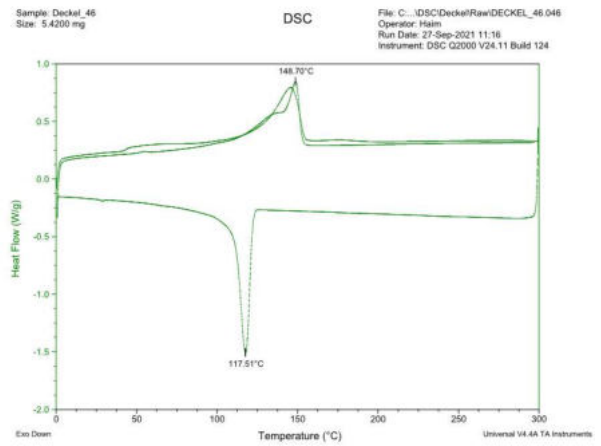


Abbildung 240: Deckel 46 DSC

# Probe 47

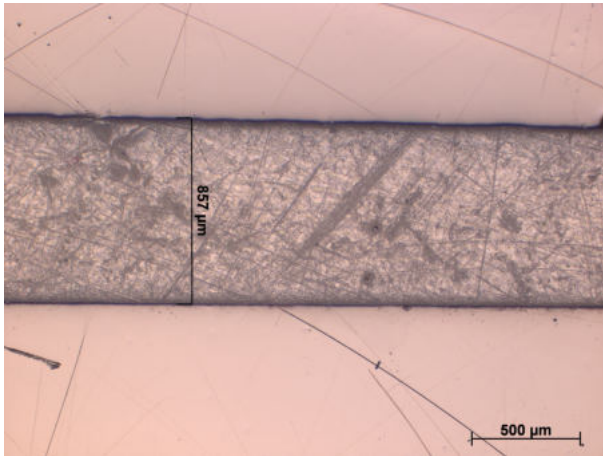


Abbildung 241: Probe 47 Mikroskopie

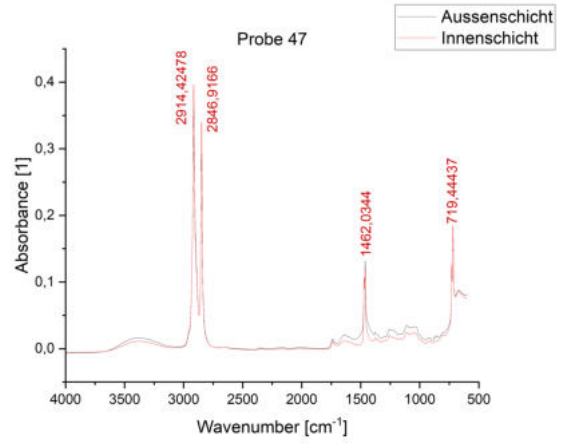


Abbildung 242: Probe 47 FT-IR

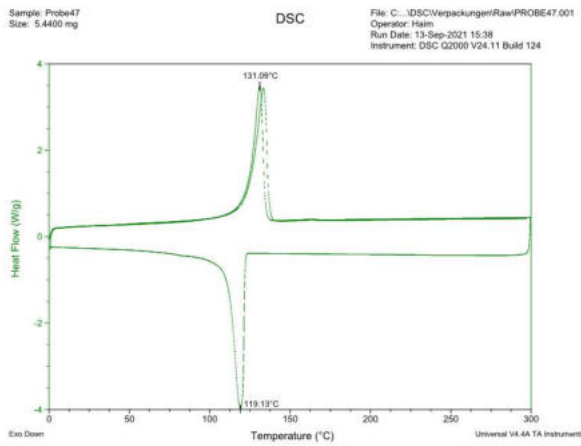


Abbildung 243: Probe 47 DSC

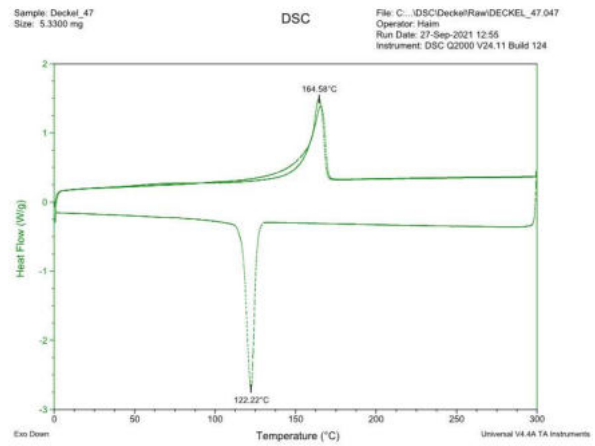


Abbildung 244: Deckel 47 DSC

# Probe 48

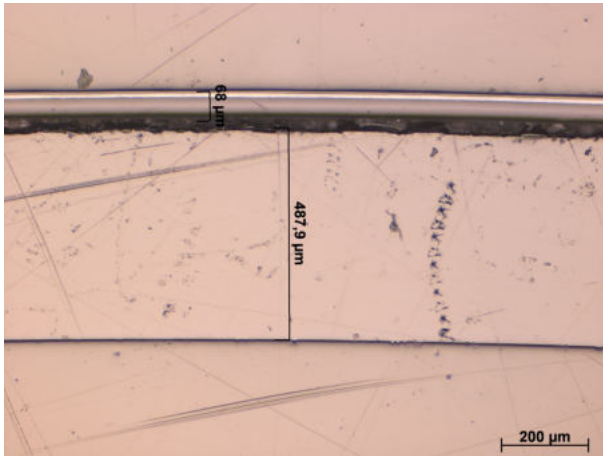


Abbildung 245: Probe 48 Mikroskopie

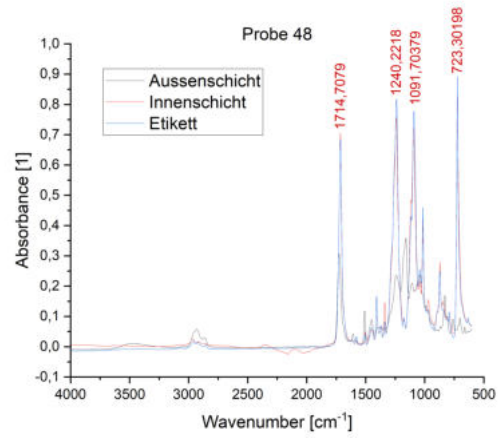


Abbildung 246: Probe 48 FT-IR

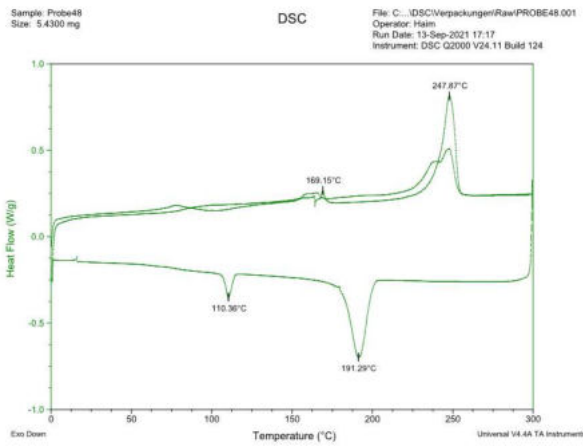


Abbildung 247: Probe 48 DSC

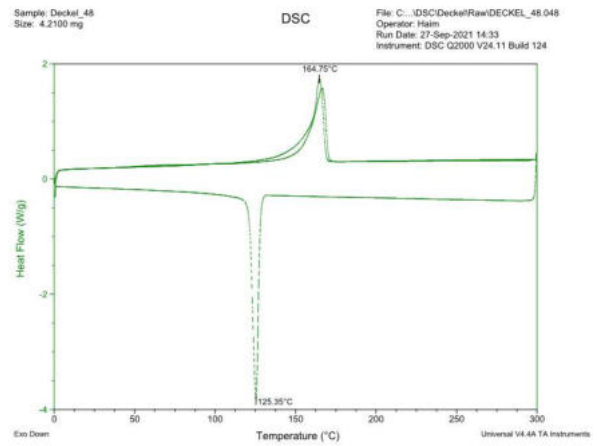


Abbildung 248: Deckel 48 DSC



# Probe 49

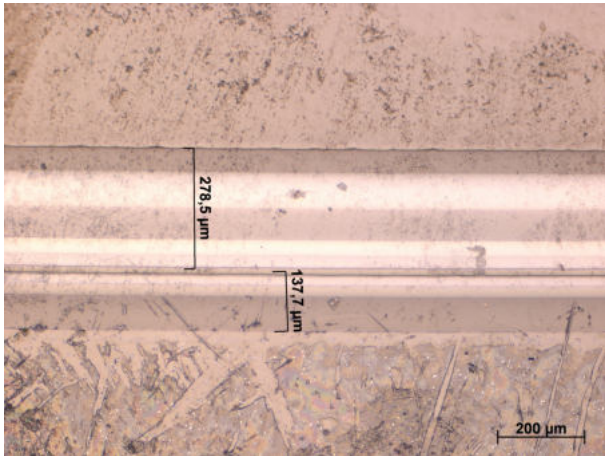


Abbildung 249: Probe 49 Mikroskopie

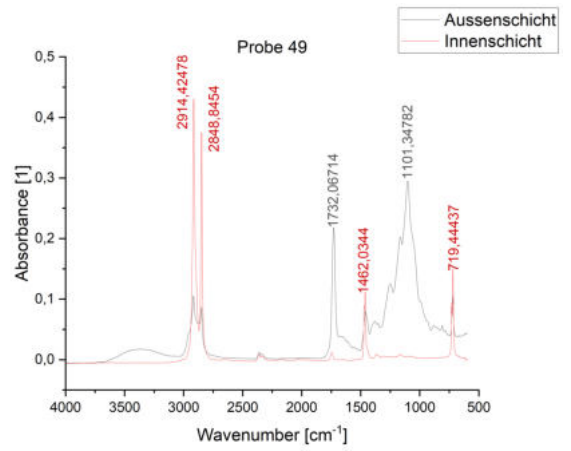


Abbildung 250: Probe 49 FT-IR

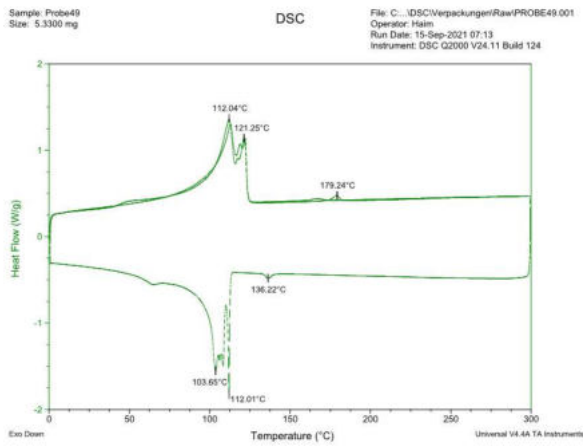


Abbildung 251: Probe 49 DSC

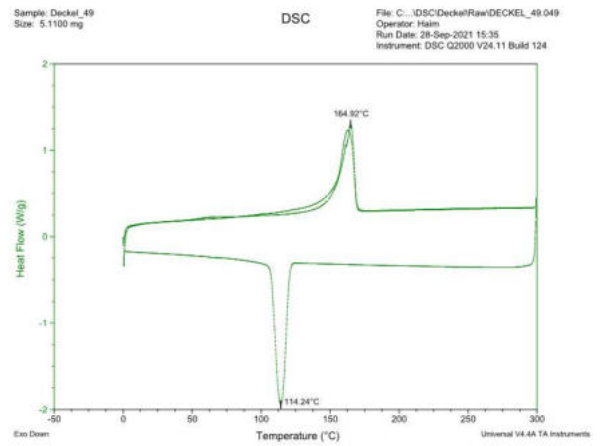


Abbildung 252: Deckel 49 DSC

# Probe 50

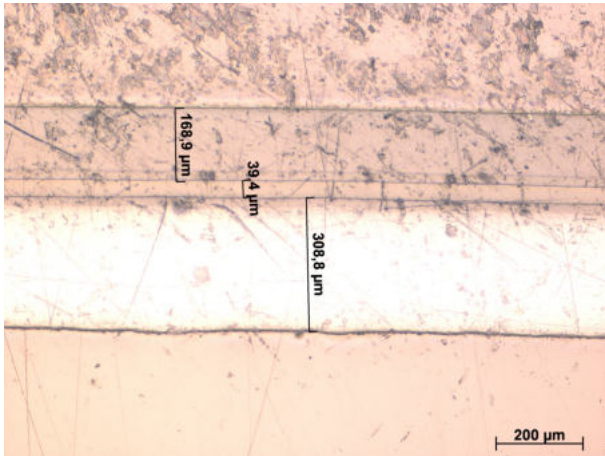


Abbildung 253: Probe 50 Mikroskopie

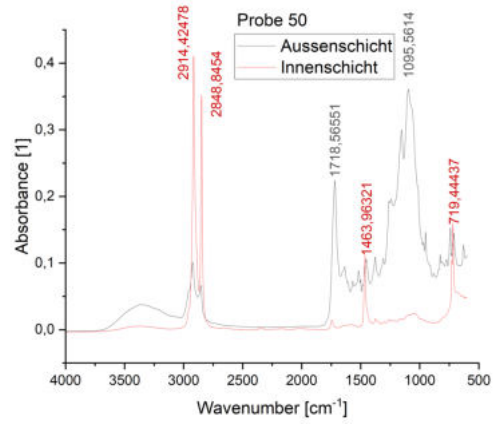


Abbildung 254: Probe 50 FT-IR

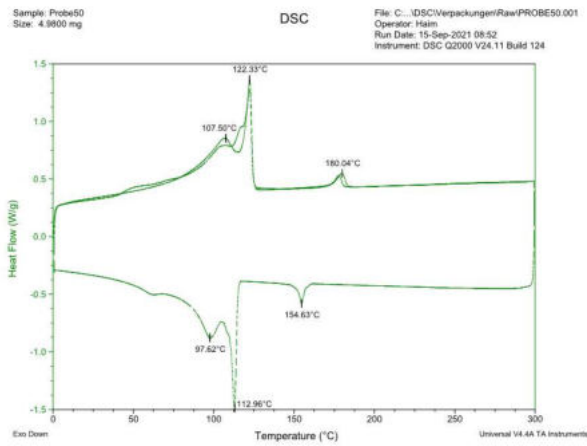


Abbildung 255: Probe 50 DSC

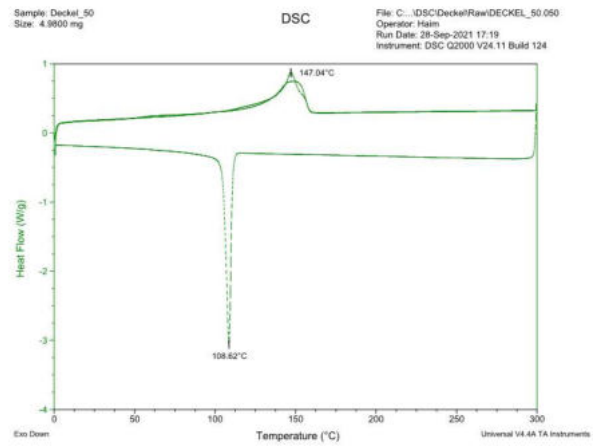


Abbildung 256: Deckel 50 DSC

# Probe 51

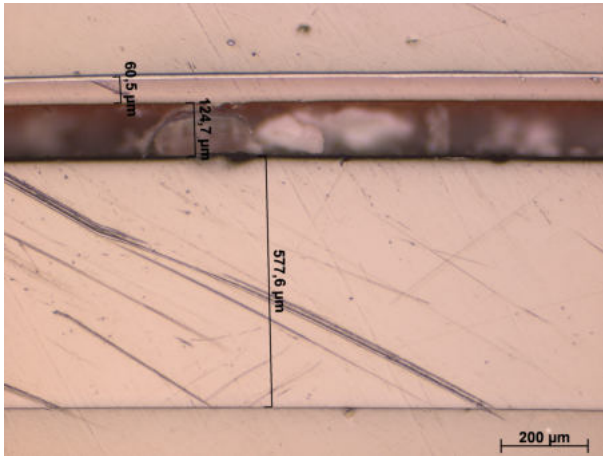


Abbildung 257: Probe 51 Mikroskopie

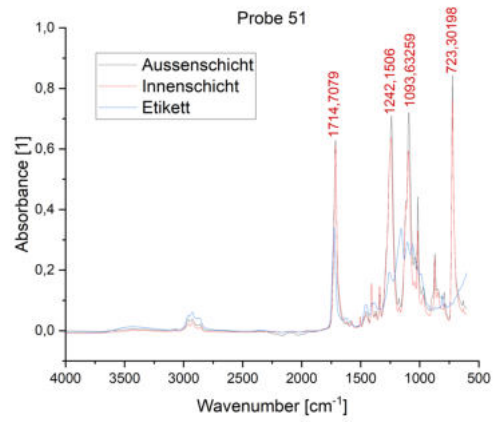


Abbildung 258: Probe 51 FT-IR

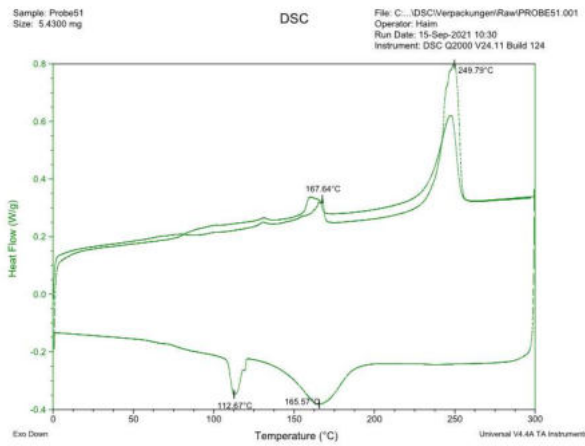


Abbildung 259: Probe 51 DSC

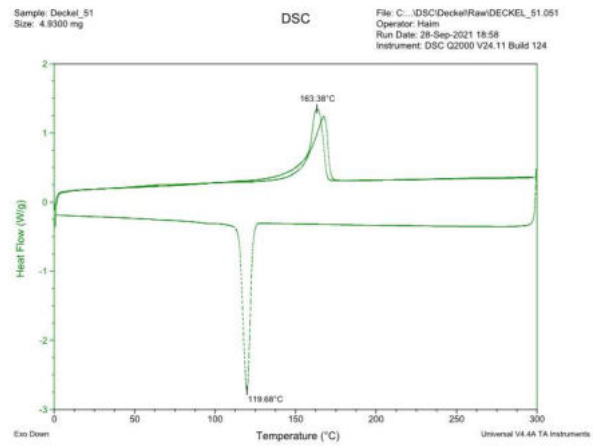


Abbildung 260: Deckel 51 DSC

# Probe 52

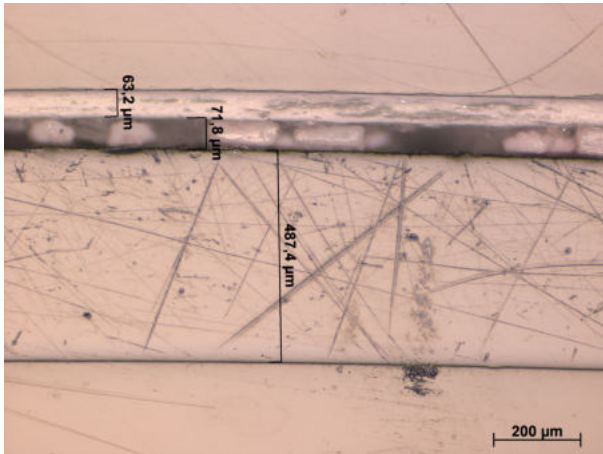


Abbildung 261: Probe 52 Mikroskopie

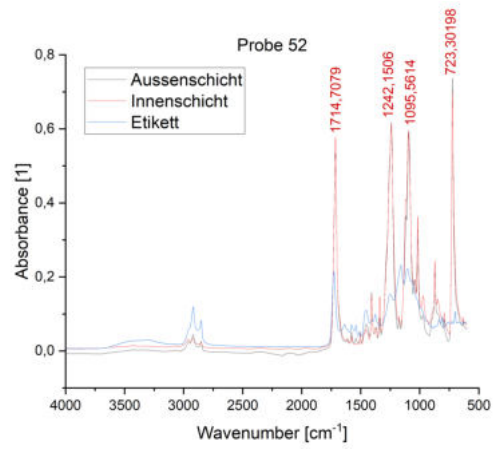


Abbildung 262: Probe 52 FT-IR

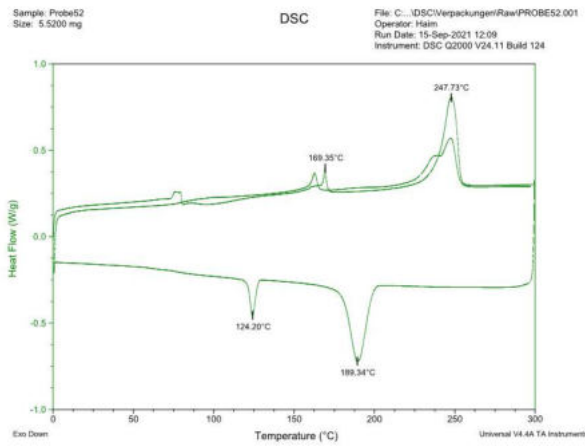


Abbildung 263: Probe 52 DSC

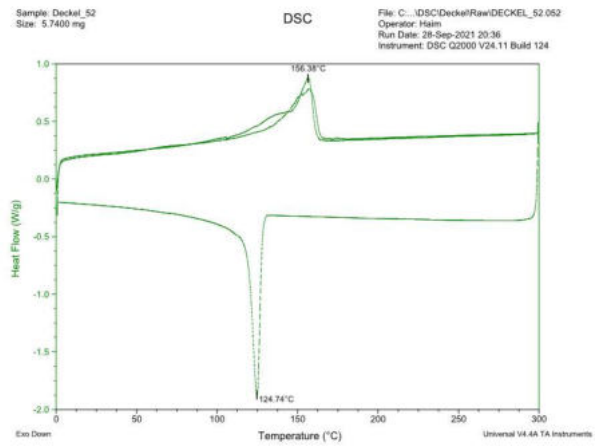


Abbildung 264: Deckel 52 DSC

# Probe 53

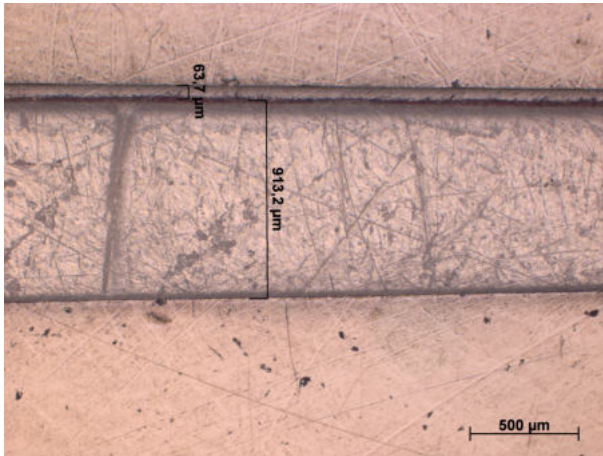


Abbildung 265: Probe 53 Mikroskopie

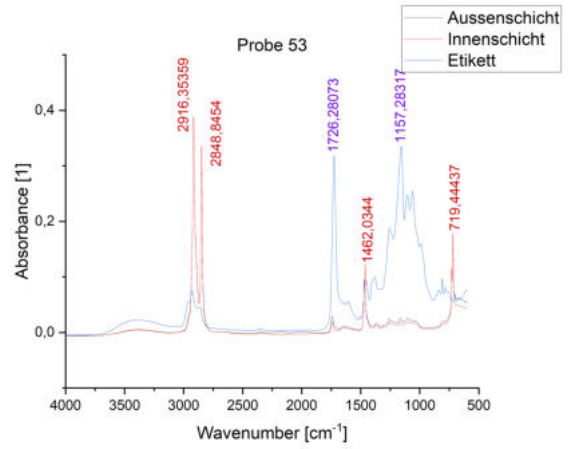


Abbildung 266: Probe 53 FT-IR

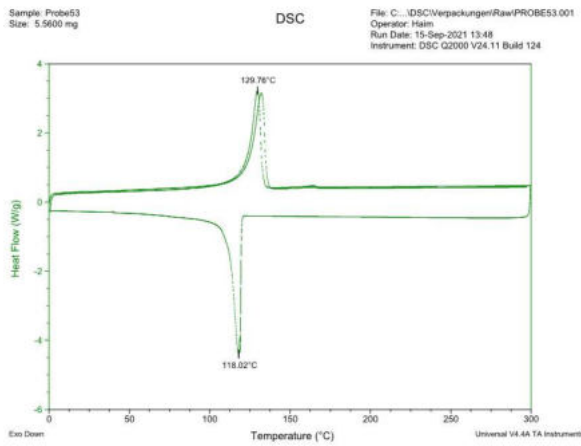


Abbildung 267: Probe 53 DSC

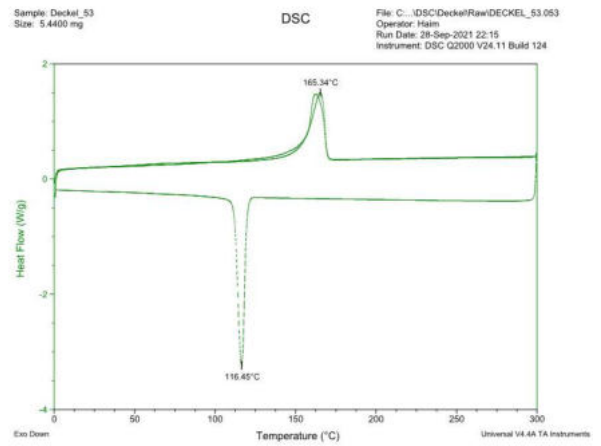


Abbildung 268: Deckel 53 DSC

# Probe 54

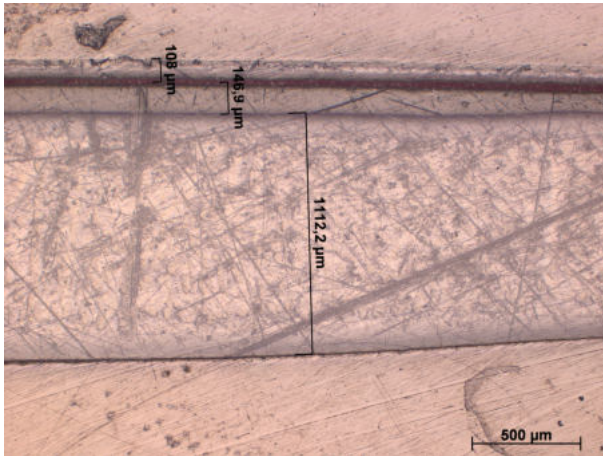


Abbildung 269: Probe 54 Mikroskopie

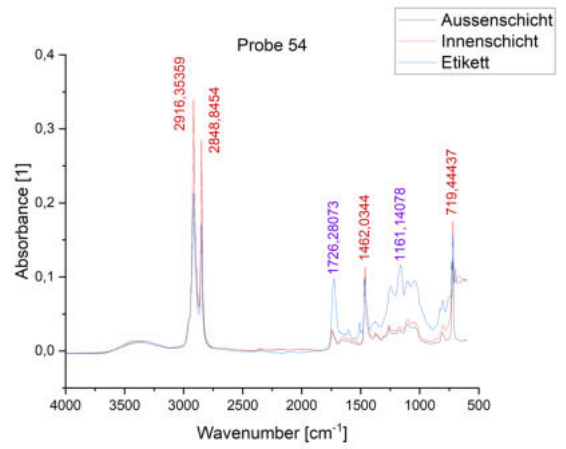


Abbildung 270: Probe 54 FT-IR

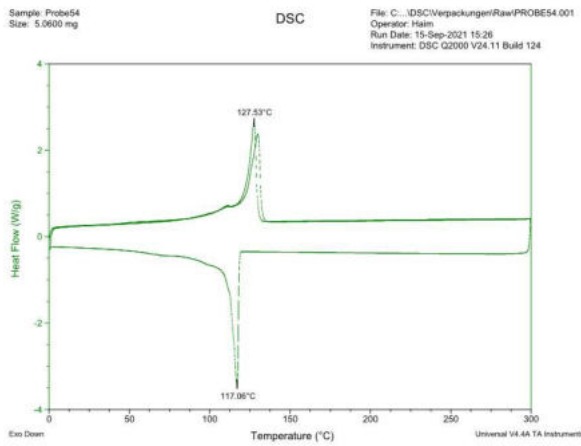


Abbildung 271: Probe 54 DSC

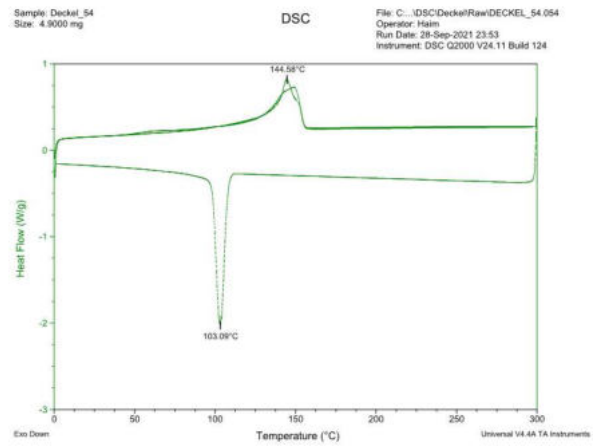


Abbildung 272: Deckel 54 DSC

# Probe 55

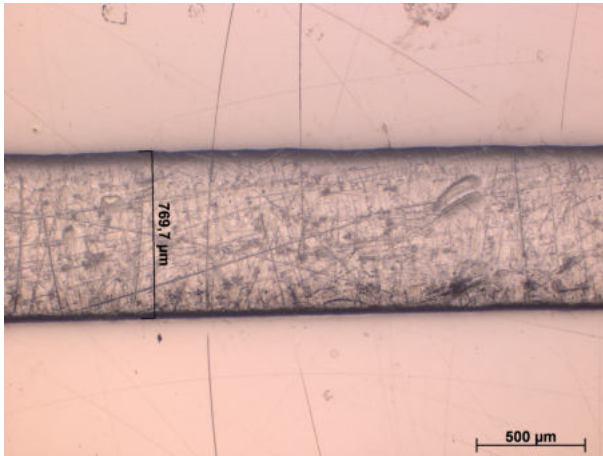


Abbildung 273: Probe 55 Mikroskopie

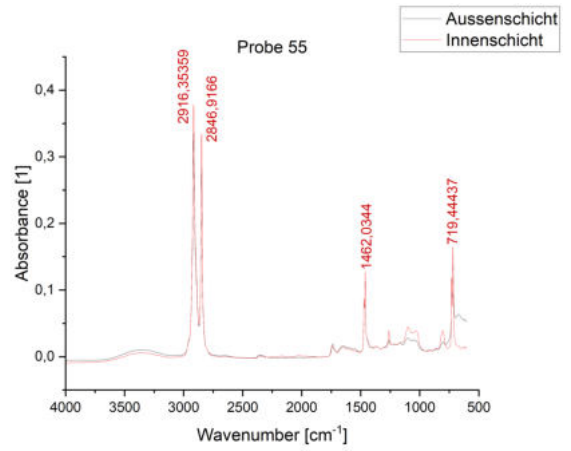


Abbildung 274: Probe 55 FT-IR

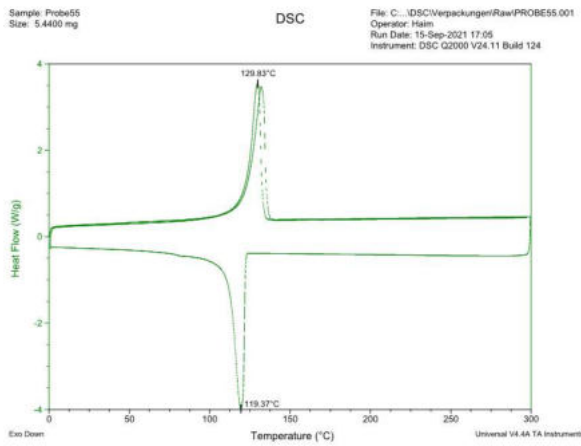


Abbildung 275: Probe 55 DSC

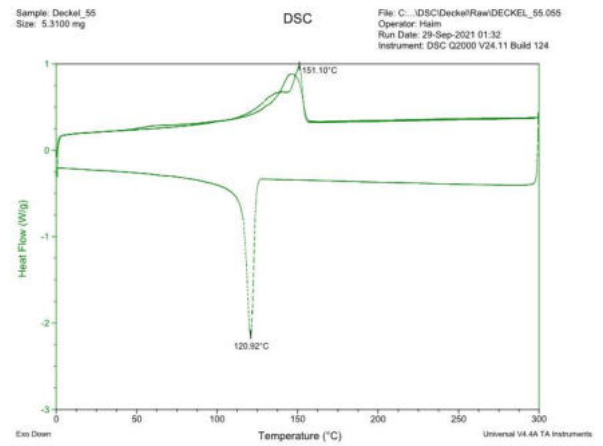


Abbildung 276: Deckel 55 DSC

# Probe 56

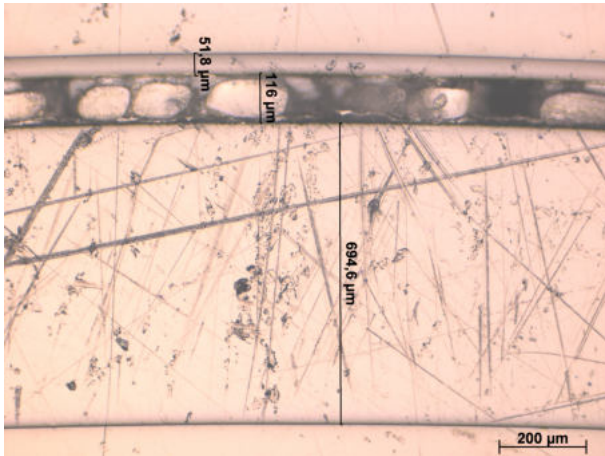


Abbildung 277: Probe 56 Mikroskopie

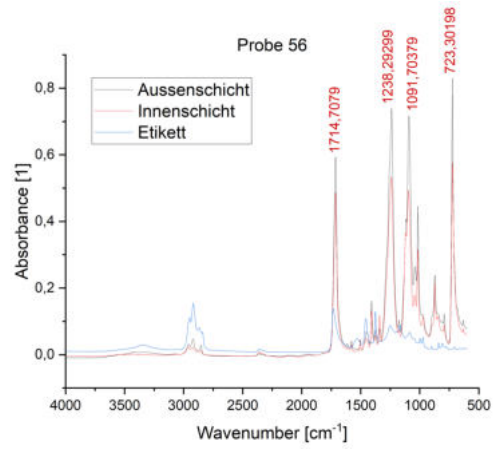


Abbildung 278: Probe 56 FT-IR

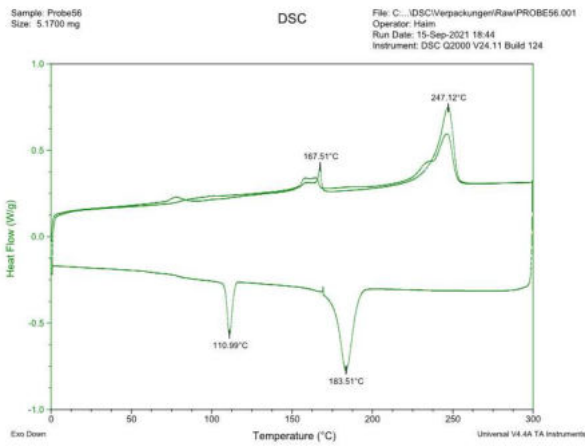


Abbildung 279: Probe 56 DSC

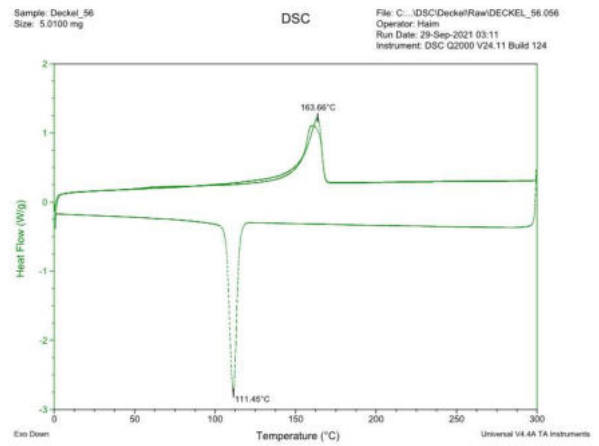


Abbildung 280: Deckel 56 DSC



# Probe 57

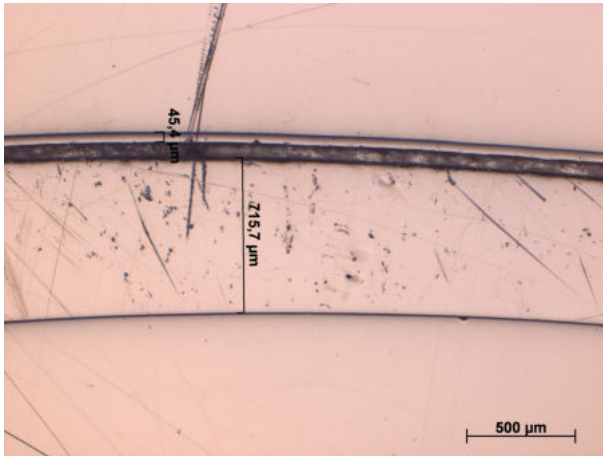


Abbildung 281: Probe 57 Mikroskopie

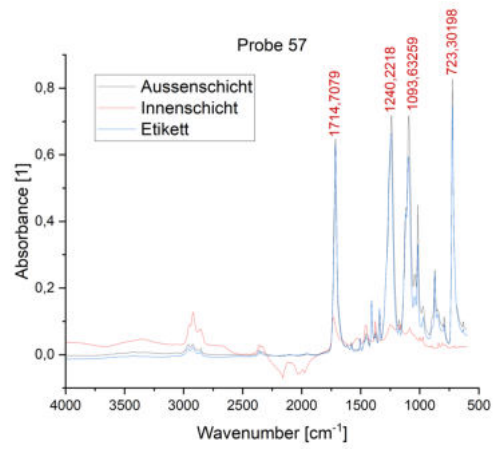


Abbildung 282: Probe 57 FT-IR

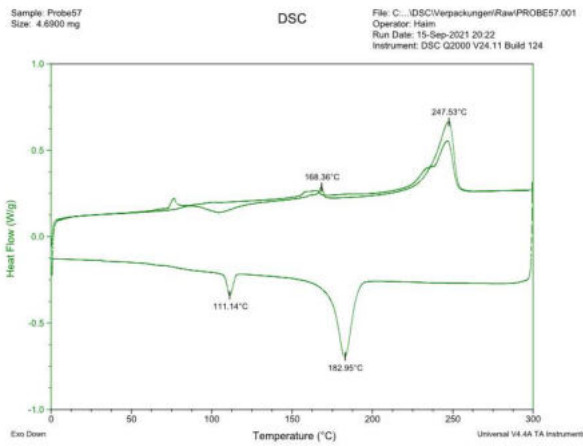


Abbildung 283: Probe 57 DSC

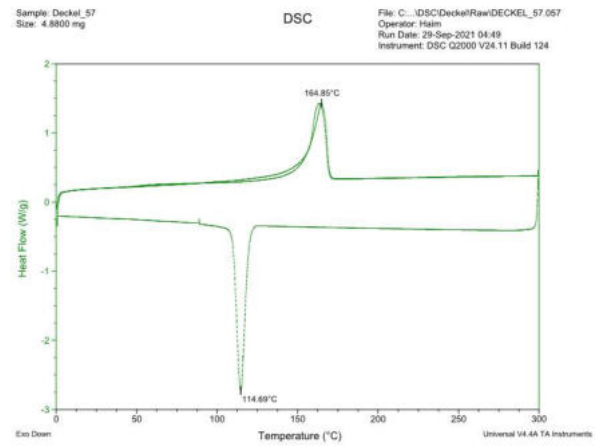


Abbildung 284: Deckel 57 DSC

# Probe 58

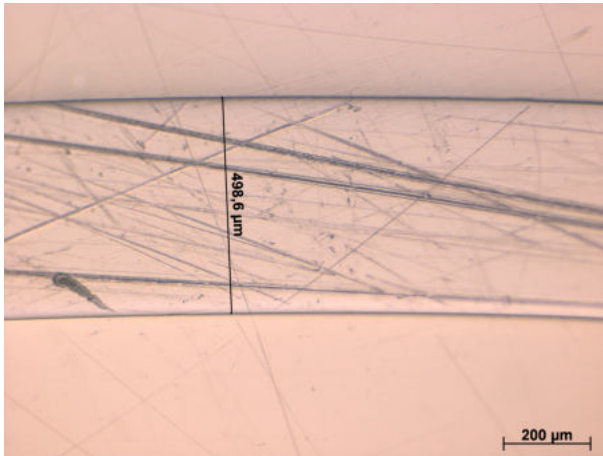


Abbildung 285: Probe 58 Mikroskopie

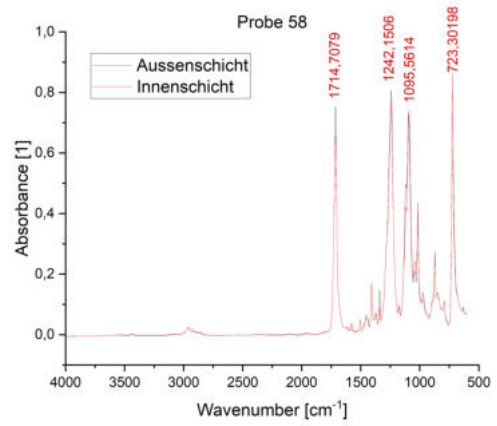


Abbildung 286: Probe 58 FT-IR

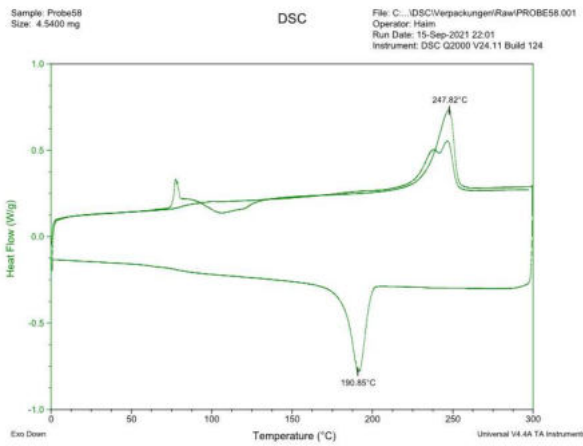


Abbildung 287: Probe 58 DSC

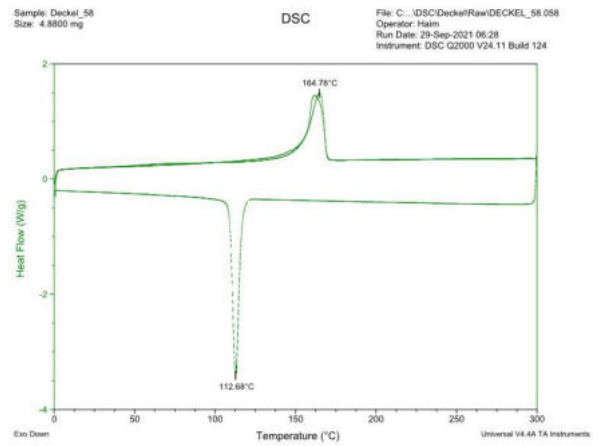


Abbildung 288: Deckel 58 DSC

# Probe 59

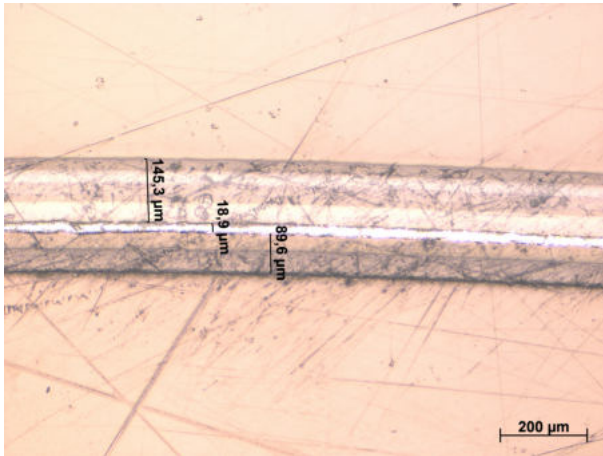


Abbildung 289: Probe 59 Mikroskopie

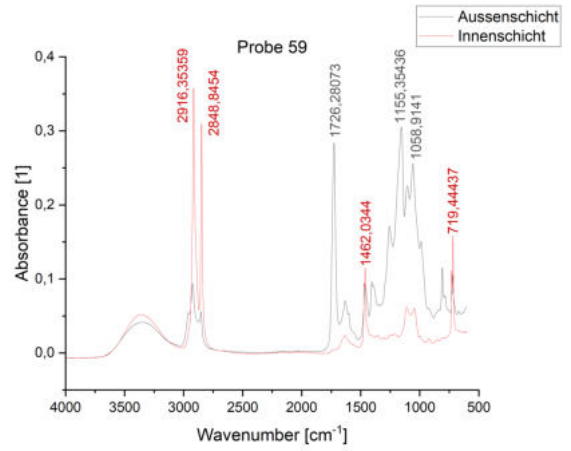


Abbildung 290: Probe 59 FT-IR

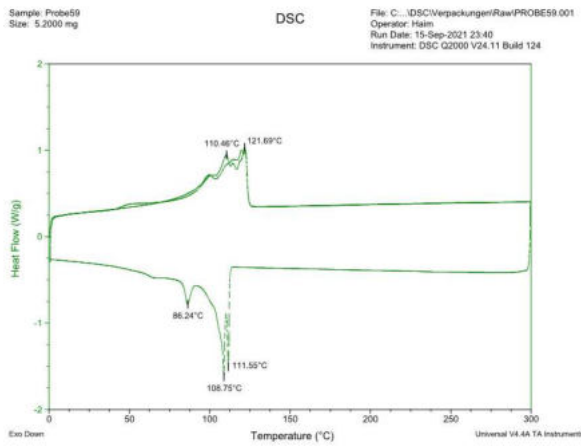


Abbildung 291: Probe 59 DSC

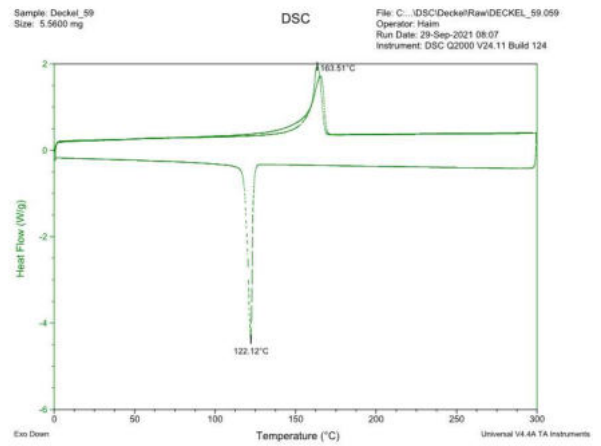


Abbildung 292: Deckel 59 DSC

# Probe 60

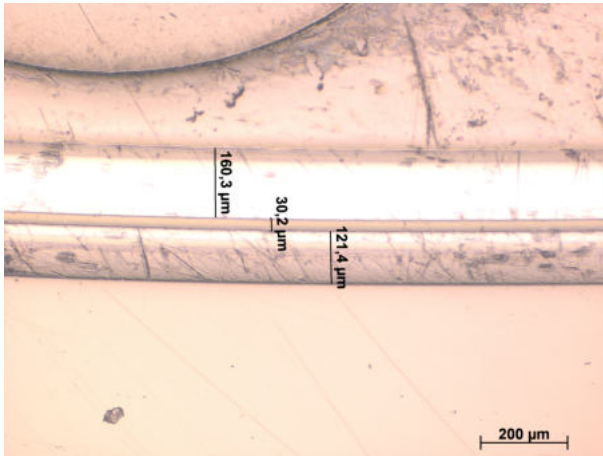


Abbildung 293: Probe 60 Mikroskopie

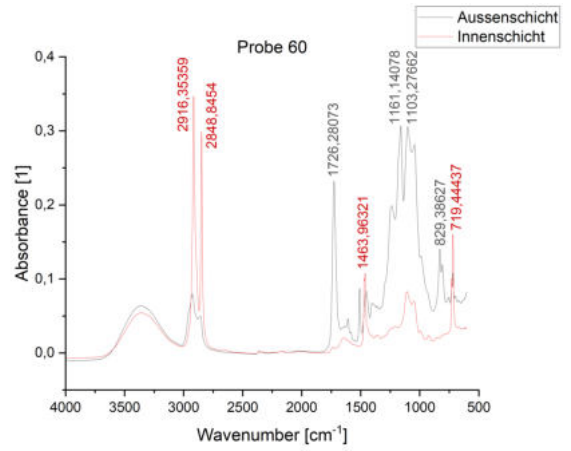


Abbildung 294: Probe 60 FT-IR

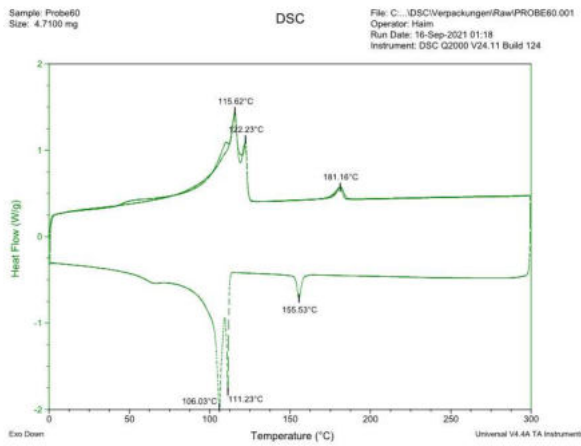


Abbildung 295: Probe 60 DSC

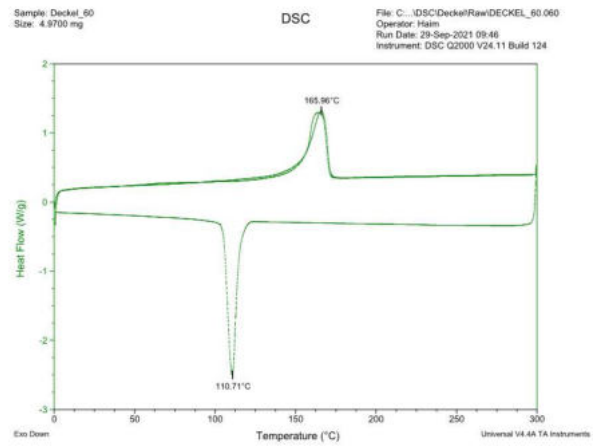


Abbildung 296: Deckel 60 DSC

## Daten: Probe 1 - 30

Probennummer	Marke	Produkt	Behälter		
			Verpackungsart	Transparent	Etikett
1	Korres	Conditioner	Tube	Nein	Nein
2	The Body Shop	Hautcreme	Tube	Nein	Nein
3	Balea	Hautcreme	Tube	Nein	Nein
4	Ombia	Duschgel	Flasche	Ja	Ja
5	Athlete Performance	Hautcreme	Tube	Nein	Nein
6	Paradontax	Zahnpasta	Tube	Nein	Nein
7	The Body Shop	Hautcreme	Tube	Nein	Ja
8	Mentadent	Zahnpasta	Tube	Nein	Nein
9	Pantene Pro-V	Conditioner	Tube	Nein	Nein
10	head shoulders	Shampoo	Flasche	Nein	Ja
11	Original Florex Schafmilch	Duschgel	Flasche	Nein	Ja
12	Love beauty and planet	Duschgel	Flasche	Ja	Ja
13	Bodysoul	Duschgel	Tube	Ja	Nein
14	BI CARE	Duschgel	Flasche	Nein	Ja
15	natur Schön	Shampoo	Flasche	Ja	Ja
16	Natura es Tonica	Conditioner	Flasche	Nein	Ja
17	Ombia	Duschgel	Flasche	Nein	Ja
18	NIVEA MEN	Duschgel	Flasche	Nein	Ja
19	alverde	Shampoo	Flasche	Nein	Ja
20	GLEM vital	Shampoo	Flasche	Nein	Ja
21	adidas	Duschgel	Flasche	Ja	Ja
22	Pantene Pro-V	Shampoo	Flasche	Nein	Ja
23	Barnängen	Hautcreme	Flasche	Nein	Ja
24	coconut li	Shampoo	Flasche	Nein	Ja
25	KIEHL'S	Duschgel	Tube	Nein	Nein
26	Avène	Duschgel	Tube	Nein	Nein
27	alverde	Hautcreme	Tube	Nein	Nein
28	KIEHL'S	Hautcreme	Tube	Nein	Nein
29	SENSODYNE	Zahnpasta	Tube	Nein	Nein
30	elmex	Zahnpasta	Tube	Nein	Nein

## Daten: Probe 1 - 30

Proben- nummer	Behälter				
	Produktions- verfahren	Kennzeichnung		Einbettproben mit Etikett	Anzahl der Schichten exkl. Etikett
		Material- bezeichnung	Recycling Code		
1	Extrudiert	KA	KA	Nein	1
2	Extrudiert	KA	07 Other	Nein	1
3	Extrudiert	KA	KA	Nein	5
4	Extrudiert	HDPE	02 HDPE	Nein	1
5	Extrudiert	KA	KA	Nein	1
6	Laminiert	KA	07 Other	Nein	5
7	Extrudiert	LDPE	04 LDPE	Ja	1
8	Laminiert	Other	07 Other	Nein	5
9	Laminiert	PE	PE	Nein	5
10	Extrudiert	HDPE	02 HDPE	Ja	1
11	Extrudiert	PET	01 PET	Nein	1
12	Extrudiert	PET	01 PET	Ja	1
13	Extrudiert	LDPE	04 LDPE	Ja	2
14	Extrudiert	PET	01 PET	Ja	1
15	Extrudiert	PET	01 PET	Ja	1
16	Extrudiert	HDPE	02 HDPE	Ja	1
17	Extrudiert	HDPE	02 HDPE	Ja	1
18	Extrudiert	HDPE	02 HDPE	Ja	1
19	Extrudiert	KA	KA	Ja	1
20	Extrudiert	PP	05 PP	Ja	1
21	Extrudiert	PP	05 PP	Ja	1
22	Extrudiert	HDPE	02 HDPE	Ja	1
23	Extrudiert	KA	02 HDPE	Nein	1
24	Extrudiert	HDPE	02 HDPE	Nein	1
25	Extrudiert	Other	07 Other	Nein	3
26	Extrudiert	LDPE	04 LDPE	Nein	3
27	Extrudiert	KA	KA	Nein	3
28	Extrudiert	Other	07 Other	Nein	3
29	Laminiert	KA	KA	Nein	3
30	Laminiert	KA	KA	Nein	3

## Daten: Probe 1 - 30

Proben- nummer	Behälter						
	Schichtdicke [ $\mu\text{m}$ ]						
	Etikett	1 (Außen- schicht)	2	3	4	5 (Innen- schicht)	Summe
1	-	500					500
2	-	510.9					510.9
3	-	49.1	154.9	28.4	50.7	78.8	361.9
4	-	572.1					572.1
5	-	530.5					530.5
6	-	29.4	131.1	24	45.3	70.4	300.2
7	90.8	398.7					398.7
8	-	37.2	65.6	76.1	15.7	107.9	302.5
9	-	42.1	166.5	27	48.6	80.1	364.3
10	63.7	965					965
11	-	548.3					548.3
12	78.3	614.2					614.2
13	-	104.8	532.3				637.1
14	66.4	429.7					429.7
15	77.2	678.4					678.4
16	60.5	936.7					936.7
17	106.6	801.5					801.5
18	49.7	668.1					668.1
19	46.4	339					339
20	48.1	348.3					348.3
21	68	991.5					991.5
22	105.8	798.8					798.8
23	-	889.4					889.4
24	-	957.5					957.5
25	-	272	39.5	195.4			506.9
26	-	236.9	29.2	219.7			485.8
27	-	239.2	37.8	195.6			472.6
28	-	201.9	37.8	232.1			471.8
29	-	144.6	20	92.3			256.9
30	-	335.2	29.2	127.4			491.8

## Daten: Probe 1 - 30

Proben- nummer	Behälter			
	Ausgestanzte Probe			
	Fläche [mm <sup>2</sup> ]	Volumen [mm <sup>3</sup> ]	Gewicht [mg]	Dichte [mg/mm <sup>3</sup> ]
1	113.0973355	0.113097336	11.19	98.94132296
2	113.0973355	0.226194671	11.87	52.47692151
3	113.0973355	0.339292007	8.3	24.46270422
4	113.0973355	0.452389342	14	30.94679449
5	113.0973355	0.565486678	11.98	21.18529131
6	113.0973355	0.678584013	7.22	10.63980268
7	113.0973355	0.791681349	9.04	11.4187356
8	113.0973355	0.904778684	6.66	7.360916118
9	113.0973355	1.01787602	8.18	8.036342188
10	113.0973355	1.130973355	15.31	13.5370121
11	113.0973355	1.244070691	20.54	16.51031581
12	113.0973355	1.357168026	16.31	12.01767186
13	113.0973355	1.470265362	14.3	9.726135411
14	113.0973355	1.583362697	11.37	7.180919456
15	113.0973355	1.696460033	18.02	10.62211879
16	113.0973355	1.809557368	22.96	12.68818574
17	113.0973355	1.922654704	16.39	8.524671625
18	113.0973355	2.03575204	14.33	7.039167699
19	113.0973355	2.148849375	17.56	8.171815207
20	113.0973355	2.261946711	13.96	6.171675015
21	113.0973355	2.375044046	20.99	8.837730835
22	113.0973355	2.488141382	16.29	6.547055614
23	113.0973355	2.601238717	17.72	6.81213911
24	113.0973355	2.714336053	22.6	8.326161375
25	113.0973355	2.827433388	11.43	4.042535555
26	113.0973355	2.940530724	10.8	3.672806379
27	113.0973355	3.053628059	10.65	3.487654617
28	113.0973355	3.166725395	10.66	3.36625336
29	113.0973355	3.27982273	6.22	1.896443958
30	113.0973355	3.392920066	11.96	3.524987258



## Daten: Probe 1 - 30

Proben- nummer	Behälter			
	DSC-Analyse			
	Behälter [mg]	Probe [mg]	Peaks [°C]	Auswertung
1	20.08	5.15	125	PE Blend
2	20.42	5.11	123	PE Blend
3	20.27	5.06	115/122/180	PE Blend/EVOH
4	20.35	5.05	130	HDPE
5	20.11	5.11	110/124	PE Blend
6	20.48	5.1	116/122/178	PE Blend/EVOH
7	20.64	5.18	114/126	PE Blend
8	20.47	4.98	105/122/127/171	PE Blend/EVOH
9	20.32	5.04	115/122/181	PE Blend/EVOH
10	20.19	4.93	129	HDPE
11	20.4	5.15	250	PET
12	20.28	5.23	164/252	PP/PET
13	20.12	5.14	111/124	PE Blend
14	20.47	5.33	169/245	PP/PET
15	20.4	5.31	168/249	PP/PET
16	20.21	5.29	130	HDPE
17	20.31	4.95	132	HDPE
18	20.47	4.87	133	HDPE
19	20.61	4.72	133	HDPE
20	20.49	5.23	127/142	PE Blend
21	20.32	5.38	145	PP-Copolymer
22	20.41	5.27	132	HDPE
23	20.4	5.32	129	HDPE
24	20.34	5.54	130	HDPE
25	20.36	4.92	125/181	PE Blend/EVOH
26	20.38	4.92	123/180	PE Blend/EVOH
27	20.28	4.74	128/179	PE Blend/EVOH
28	20.18	4.79	126/163	PE Blend/EVOH
29	20.47	4.84	110/122	PE Blend
30	20.19	5.16	110/127	PE Blend

## Daten: Probe 1 - 30

Proben- nummer	Behälter		
	FT-IR Analyse		
	Außenschicht	Innenschicht	Etikett
1	Lack	PE	-
2	Lack	PE	-
3	Lack	PE	-
4	Lack	PE	-
5	Lack	PE	-
6	Lack	PE	-
7	PET?	PE	Lack
8	Lack	PE	-
9	Lack	PE	-
10	PE	PE	Lack
11	-	-	-
12	PET	PET	Lack
13	Lack	PE	-
14	PET	PET	Lack
15	PET	PET	Lack
16	PE	PE	Lack
17	PE	PE	Lack
18	PE	PE	Lack
19	PE	PE	Lack
20	PP	PP	Lack
21	PP	PP	Lack
22	PE	PE	Lack
23	PE	PE	Lack
24	PE	PE	KA
25	Lack	PE	-
26	Lack	PE	-
27	Lack	PE	-
28	Lack	PE	-
29	Lack	PE	-
30	Lack	PE	-

## Daten: Probe 1 - 30

Proben- nummer	Verschluss		
	Verschlussart	Materialbezeichnung	Recycling Code
1	Flip Flop	PP	05 PP
2	Flip Flop	KA	KA
3	Flip Flop	PP	05 PP
4	Flip Flop	PP	05 PP
5	Flip Flop	KA	KA
6	Zylindrisch	KA	KA
7	Zylindrisch	KA	KA
8	Zylindrisch	KA	05 PP
9	Flip Flop	PP	05 PP
10	Flip Flop	KA	KA
11	Disc Top	KA	KA
12	Disc Top	PP	05 PP
13	Flip Flop	KA	KA
14	Pumpkopf	KA	KA
15	Pumpkopf	KA	KA
16	Disc Top	KA	KA
17	Flip Flop	PP	05 PP
18	Flip Flop	PP	05 PP
19	Flip Flop	PP	05 PP
20	Flip Flop	PP	05 PP
21	Flip Flop	PP	05 PP
22	Flip Flop	PP	05 PP
23	Flip Flop	KA	KA
24	Disc Top	KA	KA
25	Zylindrisch	KA	KA
26	Zylindrisch	KA	KA
27	Flip Flop	KA	KA
28	Flip Flop	KA	KA
29	Zylindrisch	KA	KA
30	Zylindrisch	KA	KA

## Daten: Probe 1 - 30

Proben- nummer	Verschluss			
	DSC-Analyse			
	Tiegel [mg]	Probe [mg]	Peaks [°C]	Auswertung
1	20.5	4.71	147	PP-Copolymer
2	20.6	4.66	165	PP
3	20.38	4.55	145	PP-Copolymer
4	20.37	4.4	164	PP
5	20.63	5.26	147	PP-Copolymer
6	20.2	4.2	163	PP
7	20.46	4.96	146/161	PP-Copolymer
8	20.42	4.33	164	PP
9	20.26	5.32	164	PP
10	20.16	4.91	146	PP-Copolymer
11	20.28	4.98	162	PP
12	20.57	4.89	165	PP
13	20.13	4.46	148	PP-Copolymer
14	20.29	4.38	164	PP
15	20.53	4.95	163	PP
16	20.25	5.86	160	PP
17	20.17	5.03	163	PP
18	20.57	5.07	163	PP
19	20.55	4.36	147	PP-Copolymer
20	20.49	5.53	162	PP
21	20.41	4.67	165	PP
22	20.5	4.62	153	PP-Copolymer
23	20.27	5.32	154	PP-Copolymer
24	20.39	5.25	165	PP
25	20.34	4.35	163	PP
26	20.45	5.14	166	PP
27	20.36	4.58	150	PP-Copolymer
28	20.43	5.07	155	PP-Copolymer
29	20.51	4.1	160	PP
30	20.24	4.77	162	PP

## Daten: Probe 31 - 60

Probennummer	Marke	Produkt	Behälter		
			Verpackungsart	Transparent	Etikett
31	blend-a-med	Zahnpasta	Tube	Nein	Nein
32	BULLDOG	Duschgel	Tube	Nein	Nein
33	Kind Natured	Duschgel	Tube	Nein	Nein
34	Weleda	Duschgel	Tube	Nein	Nein
35	lavera	Duschgel	Tube	Nein	Nein
36	Wella	Shampoo	Tube	Nein	Nein
37	Tetesept	Duschgel	Tube	Nein	Nein
38	Ombia	Shampoo	Flasche	Nein	Ja
39	NIVEA	Hautcreme	Flasche	Nein	Ja
40	NIVEA MEN	Duschgel	Flasche	Nein	Ja
41	Belea	Duschgel	Tube	Nein	Nein
42	Tetesept	Duschgel	Tube	Nein	Nein
43	Belea	Shampoo	Tube	Nein	Nein
44	dentofit	Zahnpasta	Tube	Nein	Nein
45	HASK	Shampoo	Flasche	Ja	Ja
46	Neutrogena	Hautcreme	Flasche	Nein	Ja
47	Seinz.	Shampoo	Flasche	Nein	Nein
48	NIVEA	Duschgel	Flasche	Ja	Ja
49	Kneipp	Hautcreme	Tube	Nein	Nein
50	al DO VANDINI	Duschgel	Tube	Nein	Nein
51	Garnier	Shampoo	Flasche	Ja	Ja
52	Lush	Shampoo	Flasche	Ja	Ja
53	Eucerin	Hautcreme	Flasche	Nein	Ja
54	ziaja	Hautcreme	Flasche	Nein	Ja
55	head shoulders	Shampoo	Flasche	Nein	Ja
56	Rituals	Conditioner	Flasche	Nein	Ja
57	Rituals	Shampoo	Flasche	Nein	Ja
58	Sentido	Duschgel	Flasche	Ja	Ja
59	SENSODYNE	Zahnpasta	Tube	Nein	Nein
60	Oral-B	Zahnpasta	Tube	Nein	Nein

## Daten: Probe 31 - 60

Proben- nummer	Behälter				
	Produktions- verfahren	Kennzeichnung		Einbettproben mit Etikett	Anzahl der Schichten exkl. Etikett
		Material- bezeichnung	Recycling Code		
31	Laminiert	C/PE	90C/LDPE	Nein	3
32	Extrudiert	Other	07 Other	Nein	1
33	Extrudiert	KA	KA	Nein	1
34	Extrudiert	KA	KA	Nein	3
35	Laminiert	KA	KA	Nein	3
36	Laminiert	KA	KA	Nein	3
37	Extrudiert	KA	KA	Nein	3
38	Extrudiert	KA	KA	Ja	1
39	Extrudiert	HDPE	02 HDPE	Ja	1
40	Extrudiert	HDPE	02 HDPE	Ja	1
41	Extrudiert	KA	KA	Nein	3
42	Extrudiert	KA	KA	Nein	3
43	Extrudiert	KA	KA	Nein	3
44	Laminiert	KA	KA	Nein	3
45	Extrudiert	PET	01 PET	Ja	1
46	Extrudiert	PET	01 PET	Ja	1
47	Extrudiert	HDPE	02 HDPE	Nein	1
48	Extrudiert	PET	01 PET	Ja	1
49	Laminiert	KA	KA	Nein	3
50	Extrudiert	HDPE	02 HDPE	Nein	3
51	Extrudiert	KA	KA	Ja	1
52	Extrudiert	PET	01 PET	Ja	1
53	Extrudiert	KA	KA	Ja	1
54	Extrudiert	KA	KA	Ja	1
55	Extrudiert	HDPE	02 HDPE	Nein	1
56	Extrudiert	KA	KA	Ja	1
57	Extrudiert	KA	KA	Nein	1
58	Extrudiert	KA	KA	Ja	1
59	Laminiert	KA	KA	Nein	3
60	Laminiert	KA	KA	Nein	3

## Daten: Probe 31 - 60

Proben- nummer	Behälter						
	Schichtdicke [ $\mu\text{m}$ ]						
	Etikett	1 (Außenschicht)	2	3	4	5 (Innenschicht)	Summe
31	-	160.3	25.4	124.7			310.4
32	-	496.5					496.5
33	-	513.2					513.2
34	-	272	32.9	165.3			470.2
35	-	210.5	28.1	127.5			366.1
36	-	239.6	29.2	219.3			488.1
37	-	220.8	54.5	238.1			513.4
38	95	874.3					874.3
39	68	960.7					960.7
40	96.1	832.2					832.2
41	-	204	60.5	221.8			486.3
42	-	214.3	44.3	248.3			506.9
43	-	209.4	45.4	225.6			480.4
44	-	182.4	114.4				296.8
45	64.8	517.1					517.1
46	65.9	740.5					740.5
47	-	857					857
48	68	487.9					487.9
49	-	278.5	137.7				416.2
50	-	168.9	39.3	308.8			517
51	60.5	577.6					577.6
52	63.2	487.4					487.4
53	63.7	913.2					913.2
54	108	1112.2					1112.2
55	-	769.7					769.7
56	51.8	694.6					694.6
57	45.4	715.7					715.7
58	-	496.6					496.6
59	-	145.3	18.9	89.6			253.8
60	-	160.3	30.2	121.4			151.6

## Daten: Probe 31 - 60

Proben- nummer	Behälter			
	Ausgestanzte Probe			
	Fläche [mm <sup>2</sup> ]	Volumen [mm <sup>3</sup> ]	Gewicht [mg]	Dichte [mg/mm <sup>3</sup> ]
31	113.0973355	35.10541295	7.21	0.205381433
32	113.0973355	56.15282709	10.88	0.193756941
33	113.0973355	58.04155259	11.7	0.201579721
34	113.0973355	53.17836717	10.9	0.204970566
35	113.0973355	41.40493454	8.34	0.201425267
36	113.0973355	55.20280947	11.6	0.210134232
37	113.0973355	58.06417206	12.13	0.208906793
38	113.0973355	98.88100045	19.12	0.193363739
39	113.0973355	108.6526102	17.57	0.161708034
40	113.0973355	94.11960263	18.02	0.191458522
41	113.0973355	54.99923427	11.08	0.20145735
42	113.0973355	57.32903938	11.35	0.197979944
43	113.0973355	54.33195999	10.79	0.198593977
44	113.0973355	33.56728919	7.25	0.215984078
45	113.0973355	58.4826322	18.92	0.32351485
46	113.0973355	83.74857696	30.44	0.363468862
47	113.0973355	96.92441655	21.63	0.223163582
48	113.0973355	55.18019	19.06	0.345413816
49	113.0973355	47.07111105	9.56	0.203096969
50	113.0973355	58.47132247	11.82	0.202150379
51	113.0973355	65.325021	20.54	0.31442776
52	113.0973355	55.12364134	13.27	0.240731557
53	113.0973355	103.2804868	18.81	0.1821254
54	113.0973355	125.7868566	12.77	0.101520941
55	113.0973355	87.05101916	21.83	0.25077248
56	113.0973355	78.55740926	23.03	0.293161399
57	113.0973355	80.94376304	16.72	0.206563166
58	113.0973355	56.16413682	14.65	0.260842609
59	113.0973355	28.70410376	6.15	0.214255078
60	113.0973355	17.14555607	7.58	0.442097064



## Daten: Probe 31 - 60

Proben- nummer	Behälter			
	DSC-Analyse			
	Tiegel [mg]	Probe [mg]	Peaks [°C]	Auswertung
31	20.24	4.98	115/122/181	PE Blend/EVOH
32	20.52	5.05	123	PE Blend
33	20.31	5.52	125	PE Blend
34	20.39	5.21	125/180	PE Blend /EVOH
35	20.42	4.82	115/122/181	PE Blend/EVOH
36	20.39	5.15	108/121/179	PE Blend/EVOH
37	20.23	5.1	125/180	PE Blend/EVOH
38	20.39	5.09	132	HDPE
39	20.25	5.15	132	HDPE
40	20.33	5.19	133	HDPE
41	20.29	5.35	124/128/180	PE Blend/EVOH
42	20.52	5.75	125/180	PE Blend/EVOH
43	20.07	5.26	128/179	PE Blend/EVOH
44	20.58	4.83	115/122/179	PE Blend/EVOH
45	20.64	4.95	166/260	PP/PET
46	20.19	4.81	169/247	PP/PET
47	20.27	5.44	131	HDPE
48	20.36	5.43	169/247	PP/PET
49	20.38	5.33	112/121/179	PE Blend/EVOH
50	20.61	4.98	107/122/180	PE Blend/EVOH
51	20.55	5.43	167/249	PP/PET
52	20.24	5.52	169/247	PP/PET
53	20.42	5.56	129	HDPE
54	20.38	5.06	127	HDPE
55	20.73	5.44	129	HDPE
56	20.39	5.17	167/247	PP/PET
57	20.63	4.69	168/247	PP/PET
58	20.35	4.54	247	PET
59	20.36	5.2	110/121	PE Blend
60	20.17	4.71	115/122/181	PE Blend/EVOH

## Daten: Probe 31 - 60

Proben- nummer	Behälter		
	FT-IR Analyse		
	Außenschicht	Innenschicht	Etikett
31	Lack	PE	-
32	Lack 2	PE	-
33	Lack 2	PE	-
34	Lack 2	PE	-
35	Lack 2	PE	-
36	Lack 2	PE	-
37	Lack	PE	-
38	PE	PE	Lack
39	PE	PE	Lack
40	PE	PE	Lack
41	PET	PET	Lack
42	Lack	PE	-
43	Lack	PE	-
44	Lack	PE	-
45	PET	PET	Lack
46	PET	PET	PET
47	PE	PE	-
48	PET	PET	Lack
49	Lack	PE	-
50	Lack	PE	-
51	PET	PET	Lack
52	PET	PET	Lack
53	PE	PE	Lack
54	PE	PE	Lack 2
55	PE	PE	KA
56	PET	PET	Lack
57	PET	PET	PET
58	PET	PET	KA
59	Lack	PE	-
60	Lack	PE	-

## Daten: Probe 31 - 60

Proben- nummer	Deckel		
	Verschlussart	Materialbezeichnung	Recycling Code
31	Zylindrisch	KA	KA
32	Flip Flop	KA	KA
33	Flip Flop	KA	KA
34	Flip Flop	KA	KA
35	Flip Flop	PP	05 PP
36	Flip Flop	KA	KA
37	Flip Flop	KA	KA
38	Flip Flop	PP	05 PP
39	Pumpkopf	PP	05 PP
40	Flip Flop	PP	05 PP
41	Flip Flop	PP	05 PP
42	Flip Flop	KA	KA
43	Flip Flop	KA	KA
44	Zylindrisch	PP	05 PP
45	Disc Top	KA	KA
46	Pumpkopf	KA	KA
47	Flip Flop	PP	05 PP
48	Flip Flop	PP	05 PP
49	Flip Flop	PP	05 PP
50	Flip Flop	KA	KA
51	Pumpkopf	KA	KA
52	Flip Flop	KA	KA
53	Flip Flop	PP	05 PP
54	Flip Flop	PP	05 PP
55	Flip Flop	KA	KA
56	Flip Flop	KA	KA
57	Flip Flop	KA	KA
58	Zylindrisch	KA	KA
59	Zylindrisch	KA	KA
60	Konisch	KA	KA

## Daten: Probe 31 - 60

Proben- nummer	Deckel			
	DSC-Analyse			
	Tiegel [mg]	Probe [mg]	Peaks [°C]	Auswertung
31	20.43	4.52	163	PP
32	20.51	5.53	165	PP
33	20.37	4.85	163	PP
34	20.3	4.55	148	PP-Copolymer
35	20.7	5.56	164	PP
36	20.55	5.53	149	PP-Copolymer
37	20.39	5.4	164	PP
38	20.4	5.26	145	PP-Copolymer
39	20.6	4.62	163	PP
40	20.1	5.2	163	PP
41	20.14	5.34	135/147	PP-Copolymer
42	20.03	5.07	165	PP
43	20.36	5.1	150	PP-Copolymer
44	20.16	4.13	161	PP
45	20.39	5.9	164	PP
46	20.51	5.42	148	PP-Copolymer
47	20.37	5.33	165	PP
48	20.43	4.21	164	PP
49	20.07	5.11	164	PP
50	20.61	4.98	147	PP-Copolymer
51	20.15	4.93	163	PP
52	20.5	5.74	156	PP-Copolymer
53	20.59	5.44	165	PP
54	20.49	4.9	144	PP-Copolymer
55	20.73	5.31	151	PP-Copolymer
56	20.27	5.01	163	PP
57	20.33	4.88	164	PP
58	20.22	4.88	164	PP
59	20.62	5.56	163	PP
60	20.44	4.97	165	PP

## Abkürzungsverzeichnis

PET	Polyethylenterephthalat
PE	Polyethylen
HD-PE	High Density Polyethylen
LD-PE	Low Density Polyethylen
PP	Polypropylen
EVOH	Ethylen-Vinyl-Alkohol
APET	amorphes Polyethylenterephthalat
CPET	kristallines Polyethylenterephthalat
IR	Infrarot
FT-IR	Fourier-Transformations-Spektroskopie
DSC	Differential Scanning Calorimetry
ATR	Abgeschwächte Totalreflexion
DWDK	Dynamische Wärmestrom-Differenzkalorimetrie
DLDK	Dynamische Leistungs-Differenzkalorimetrie
MFI	Melt Flow Index
MVR	Melt Volume Rate

# Abbildungsverzeichnis

1	Anzahl der Flaschen und Tuben unter den erfassten Produkten . . . . .	3
2	PET Recycling Kennzeichnung [2] . . . . .	4
3	Materialien der erfassten Produkte . . . . .	4
4	Materialien der Stichprobe . . . . .	5
5	Extruder [4] . . . . .	6
6	Beschichtungslaminierung [6] . . . . .	7
7	Trockenlaminierungsverfahren [6] . . . . .	8
8	Blasformen [30] . . . . .	9
9	Coextrusionsdüse [4] . . . . .	10
10	Schichtaufbau von Verpackungen [12] . . . . .	12
11	Mehrschichtflaschen [8] . . . . .	14
12	Polyethylen [15] . . . . .	15
13	Polyethylen [16] . . . . .	16
14	EVOH [19] . . . . .	19
15	Polypropylen - Ataktisch [34] . . . . .	20
16	Polypropylen - Syndiotaktisch [34] . . . . .	20
17	Polypropylen - Isotaktisch [34] . . . . .	20
18	Polyethylenterephthalat [16] . . . . .	22
19	FT-IR Aufbau [21] . . . . .	25
20	Reflexionsspektroskopie [23] . . . . .	26
21	Prinzipien der DSC-Analyse [25] . . . . .	29
22	Probenhalterung . . . . .	32
23	Gussform . . . . .	32
24	30 Probenkörper á zwei Proben . . . . .	34
25	Prüfkörper . . . . .	36
26	Probenkörper 5A und 5B [35] . . . . .	38
27	Probenkörper Typ 1 [37] . . . . .	39
28	Extrusionsplastometer [33] . . . . .	41
29	Platte - Platte Rheometer [26] . . . . .	42
30	Spannungs-Dehnungs-Diagramm [27] . . . . .	44
31	Prinzip der Kerbschlagzugmaschine [28] . . . . .	45
32	FT-IR - Probe 54 . . . . .	46
33	FT-IR - Probe 20 . . . . .	46
34	FT-IR - Probe 7 . . . . .	47
35	FT-IR - Probe 1 . . . . .	48
36	FT-IR - Probe 47 . . . . .	49
37	Probe 19 . . . . .	55

38	Probe 54 . . . . .	55
39	Probe 1 . . . . .	56
40	Probe 2 . . . . .	56
41	Probe 1 Innenfläche . . . . .	56
42	Probe 1 Außenfläche . . . . .	56
43	Probe 44 . . . . .	57
44	Probe 49 . . . . .	57
45	Probe 25 . . . . .	57
46	Probe 29 . . . . .	58
47	Probe 30 . . . . .	58
48	Probe 3 . . . . .	58
49	Probe 8 . . . . .	58
50	Probe 1 . . . . .	59
51	Probe 9 . . . . .	59
52	MFI Ergebnisse bei 220 °C . . . . .	62
53	MFI Ergebnisse bei 275 °C . . . . .	63
54	Rheologie Ergebnisse . . . . .	64
55	E-Modul . . . . .	65
56	Bruchdehnung . . . . .	66
57	Ergebnisse Schlagzugversuch . . . . .	68

# Tabellenverzeichnis

1	Kompatibilität von Kunststoffen [31] . . . . .	13
2	Schmelz- und Glasübergangstemperaturen [4, 16, 37] . . . . .	15
3	Schleifprogramm für die Bearbeitung der Probenhalteroberfläche . . . . .	33
4	Fertigungsphasen der Presse . . . . .	37
5	Abmessungen des Zug - Probenkörpers . . . . .	38
6	Abmessungen des Schlagzug - Probenkörpers . . . . .	39
7	FT-IR Spektren [24] . . . . .	50
8	Ergebnisse der DSC-Analyse, Probe 1 - 30 [4, 16, 37] . . . . .	53
9	Ergebnisse der DSC-Analyse, Probe 30 - 60 [4, 16, 37] . . . . .	54

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar  
The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.



## Literatur

- [1] H. Martens, D. Goldmann, *Recyclingtechnik*, Springer Fachmedien Wiesbaden, 2. Auflage, 2016
- [2] "Polyethylenterephthalat (PET)", Global 2000, online, [www.global2000.at/plastikarten](http://www.global2000.at/plastikarten) (Zugegriffen: 15.03.2022)
- [3] M. Kaßmann, *Grundlagen Der Verpackung : Leitfaden Für Die Fächerübergreifende Verpackungsausbildung*, Beuth, 3. Auflage, 2020,
- [4] S. E.M. Selke, J. D. Culter, R. A Auras, M. Rabnawaz, "7 - Extrusion, Film and Sheet"- *Plastics Packaging*, Hanser, 2021
- [5] J. R. Wagner Jr., E. M. Mount III, H. F. Giles Jr., *Extrusion: The Definitive Processing Guide and Handbook*, William Andrew Pub., 2. Auflage, 2013
- [6] A. Emblem, H. Emblem, "14 Plastics Manufacturing Processes for Packaging Materials- *Packaging Technology - Fundamentals, Materials and Processes*, Woodhead Pub., 2012
- [7] S. E.M. Selke, J. D. Culter, R. A Auras, M. Rabnawaz, "8 - Converting, Lamination and Coating"- *Plastics Packaging*, Hanser, 2021
- [8] S. E.M. Selke, J. D. Culter, R. A Auras, M. Rabnawaz, "12 - Blow Molding and Bottles"- *Plastics Packaging*, Hanser, 2021
- [9] G. Bleisch, *Lexikon Verpackungstechnik*, Behr, 2.Auflage, 2014
- [10] S. E.M. Selke, J. D. Culter, R. A Auras, M. Rabnawaz, "11 Injection Molding, Closures, Rotational Molding, Compression Molding, and Tubes" - *Plastics Packaging*, Hanser, 2021
- [11] T. Dunn, "5 - Extrusion Lamination and Coating"- *Manufacturing Flexible Packaging*, William Andrew Pub., 2014
- [12] J. R. Wagner Jr., *Multilayer Flexible Packaging*, Elsevier, 2. Auflage, 2016
- [13] E. Baur, T. A. Osswald, N. Rudolph, *Handbook Plastic: The resource of Plastics Engineers*, Hanser, 5. Ausgabe, 2019
- [14] A. Emblem, H. Emblem, "13 - Plastics properties for packaging materials. *Packaging Technology - Fundamentals, Materials and Processes*, Woodhead Pub., 2012
- [15] "Pe - Polyethylen", online, [zitpro.ru/pe-polyethylen/](http://zitpro.ru/pe-polyethylen/) (Zugegriffen: 15.03.2022)
- [16] H. Domininghaus, P. Elsner, P. Eyerer, T. Hirth, *Kunststoffe: Eigenschaften Und Anwendungen*, Springer-Verlag, 7.Auflage, 2008

- [17] W. Grellmann, S. Seidler, *Kunststoffprüfung*, Hanser, 2. Auflage, 2011
- [18] A. Emblem, H. Emblem, "12 - Basics of polymer chemistry for packaging materials-  
*Packaging Technology - Fundamentals, Materials and Processes*, Woodhead Pub., 2012
- [19] B. A. Morris. "4 - Commonly Used Resins and Substrates In Flexible Packaging *The Science and Technology of Flexible Packaging*, Elsevier, 2017
- [20] A. Frick, C. Stern, *Einführung Kunststoffprüfung: Prüfmethode Und Anwendungen*, Hanser, 2017
- [21] "Prinzip eines FT-IR-Spektrometers", online, [roempp.thieme.de/lexicon/RD-09-01400](http://roempp.thieme.de/lexicon/RD-09-01400) (Zugegriffen: 15.03.2022)
- [22] A. Frick, C. Stern, *Praktische Kunststoffprüfung*, Hanser, 2011
- [23] "Grafische Darstellung einer Einfach-Reflexions-ATR", online, [qd-europe.com/de/de/produkt/abgeschwaechte-totalreflexion-atr-grundsatzliches-bandenverzerrung-und-bandenverschiebung/](http://qd-europe.com/de/de/produkt/abgeschwaechte-totalreflexion-atr-grundsatzliches-bandenverzerrung-und-bandenverschiebung/) (Zugegriffen: 15.03.2022)
- [24] A. Mieth, E. Hoekstra, C. Simoneau, *Guidance for the identification of polymers in multilayer films used in food contact materials*, The Publications Office of the European Union, 2016
- [25] G. W. Ehrenstein, *Thermische Analyse: Brandprüfung, Wärme- und Temperaturleitfähigkeit, DSC, DMA, TMA*, Hanser, 2020
- [26] B. Frommeyer, B. Koslowski, "Ergänzung zum Versuch Viskosität: Nicht-Newton'sche Flüssigkeiten", 2016, online, [www.uni-ulm.de/fileadmin/website\\_uni\\_ulm/nawi.inst.110/Grundpraktikum/Versuchsanleitungen/V05\\_Thixotropie](http://www.uni-ulm.de/fileadmin/website_uni_ulm/nawi.inst.110/Grundpraktikum/Versuchsanleitungen/V05_Thixotropie) (Zugegriffen: 15.03.2022)
- [27] "Typische Spannungs-Dehnungs-Kurven und zugehörige Kenngrößen im Zugversuch", online, [wiki.polymerservice-merseburg.de/index.php/Zugfestigkeit](http://wiki.polymerservice-merseburg.de/index.php/Zugfestigkeit) (Zugegriffen: 15.03.2022)
- [28] "Aufbau Konventioneller Schlagzugversuch", online, [www.polymerservice-merseburg.de/kunststoffpruefung/mechanische-pruefungen/schlagpruefung/schlagzugversuch-und-kerbschlagzugversuch.html](http://www.polymerservice-merseburg.de/kunststoffpruefung/mechanische-pruefungen/schlagpruefung/schlagzugversuch-und-kerbschlagzugversuch.html) (Zugegriffen: 15.03.2022)
- [29] A.V. Shenoy, S. Chattopadhyay, V. M. Nadkarni, "From melt flow index to rheogram", *Rheologica acta*, 1983-01, Vol. 22 (1), p.90-101
- [30] N. Petchwattana, "Modification of poly(lactic acid) by blending with poly(methyl methacrylate-co-ethyl acrylate) for extrusion blow molding application", *Journal of Engineering Science and Technology*, 12(10):2766-2777

- [31] M. Niaounakis, *Recycling of Flexible Plastic Packaging*, Elsevier, 2020
- [32] A. Merrington, "9 - Recycling of Plastics *Applied Plastics Engineering Handbook*, Elsevier, 2. Auflage, 2017
- [33] "Melt Flow Index", online, [www.czm.tu-clausthal.de/seal/analytik/melt-flow-index/](http://www.czm.tu-clausthal.de/seal/analytik/melt-flow-index/) (Zugegriffen: 13.12.2021)
- [34] F. Kunkel, *Zum Deformationsverhalten von spritzgegossenen Bauteilen aus talkumgefüllten Thermoplasten unter dynamischer Beanspruchung*, univ. Diss., Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg, 2017
- [35] DIN EN ISO 527-2, *Kunststoffe - Bestimmung der Zugeigenschaften - Teil 2: Prüfbedingungen für Form- und Extrusionsmassen, Deutsche Fassung EN ISO 527-2:201*, Beuth Verlag, 2012
- [36] DIN EN ISO 8256, *Kunststoffe - Bestimmung der Schlagzugzähigkeit, Deutsche Fassung EN ISO 8256:2004*, Beuth Verlag, 2004
- [37] arm alysis, "Schmelzpunkt EVOH Barrierschicht mittels Dynamischer Differenzkalorimetrie (DSC) bestimmen", online, [www.arm-alysis.de/schmelzpunkt-evoh-barrierschicht-mittels-dynamischer-differenzkalorimetrie-dsc-bestimmen/](http://www.arm-alysis.de/schmelzpunkt-evoh-barrierschicht-mittels-dynamischer-differenzkalorimetrie-dsc-bestimmen/) (Zugegriffen: 15.03.2022)
- [38] "Der Elastizitätsmodul", 2001, online, [dodo.fb06.fh-muenchen.de/lab\\_didaktik/pdf/web-e-modul.pdf](http://dodo.fb06.fh-muenchen.de/lab_didaktik/pdf/web-e-modul.pdf) (Zugegriffen: 15.03.2022)
- [39] T. Schröder, *Rheologie Der Kunststoffe : Theorie Und Praxis*, Hanser, 2018
- [40] T. Dunn, "27 - Overprint Varnishes and Coatings. *Manufacturing Flexible Packaging*, Elsevier, 2015
- [41] X. Hong-Sheng, L. Zhong-Ming, S.Y Yang, P. Ji-Lin, Y. Wei, Y. Ming-Bo, "Rheological Behavior Comparison between PET/HDPE and PC/HDPE Microfibrillar Blends", *Polymer Engineering and Science*, 2005-09, Vol. 45 (9), p.1231-1238
- [42] L. Delva, C. Deceur, N. Van Damme, K. Ragaert, "Compatibilization of PET-PE Blends for the Recycling of Multilayer Packaging Foils", *AIP conference proceedings*, 2019-01-22, Vol. 2055 (1)
- [43] W. Yunbing, M. A Hillmyer, "Polyethylene-poly(L-lactide) Diblock Copolymers: Synthesis and Compatibilization of Poly(L-lactide)/polyethylene Blends", *Journal of Polymer Science, Part A, Polymer chemistry*, 2001-08-15, Vol. 39 (16), p.2755-2766.

- [44] F. P. La Mantia, "Basic Concepts on the Recycling of Homogeneous and Heterogeneous Plastics", 1996, online, [https://proyectaryproducir.com.ar/public\\_html/Seminarios\\_Posgrado/Material\\_de\\_referencia/Basic\\_Concepts\\_on\\_the\\_Recycling%20of%20Plastics.pdf](https://proyectaryproducir.com.ar/public_html/Seminarios_Posgrado/Material_de_referencia/Basic_Concepts_on_the_Recycling%20of%20Plastics.pdf) (Zugegriffen: 15.03.2022)
- [45] C.P Papadopoulou, N.K Kalfoglou, "Comparison of Compatibilizer Effectiveness for PET/PP Blends: Their Mechanical, Thermal and Morphology Characterization", *Polymer*. 41. 2543-2555, 2000, 10.1016/S0032-3861(99)00442-5.
- [46] N. Rudolph, R. Kiesel, C. Aumnate, *Einführung Kunststoffrecycling: ökonomische, ökologische Und Technische Aspekte Der Kunststoffabfallverwertung*, Hanser, 2020