

Nanocellulose – Ein möglicher Zuschlagstoff für die Methylcellulose zur Herabsetzung der Viskosität und Klebkraftsteigerung bei der Lindenholzverklebung

Kevin Kohler, Karolina Soppa, Thomas Geiger, Franziska Grüneberger

Einleitung

Es wurde untersucht, ob es mit dem Zuschlagstoff Nanocellulose möglich ist, bei gleichbleibender oder erhöhter Klebkraft die Viskosität der Methylcellulose herunterzusetzen. Geprüft wurden die Auswirkungen des Zuschlagstoffes auf Verarbeitbarkeit und Klebkraft. Zudem wurde getestet, welche Mischsysteme sich am besten für eine homogene Vermischung der beiden Komponenten eignen und welche Auswirkung dies auf die Klebkraft hat.

Materialien

Klebstoffgemische und Testkörper

Als Ausgangspunkt für das Referenzklebstoff und alle Gemische wurde eine Methylcellulose MC A4C von DOW® Chemicals verwendet. Als Zuschlagstoff wurde eine mikrofibrillierte Nanocellulose (MFC) 1.5% wt% (Masuko Grinder und Microfluidizer 10 Compasses) von der EMPA zur Verfügung gestellt. Weiter wurden zwei sauer aufgeschlossene nanokristalline Cellulosen (NCC) als Zuschlagstoffe verwendet. Das Produkt NCC™ CelluForce Ultra™ stammt von der Firma CelluForce®. Das zweite Produkt, NCC Maine Freeze Dried, wurde im Maine University Process Development Center entwickelt. Als Testkörper dienen jeweils zwei kleine Holzleisten aus Lindenholz mit den Massen 100 x 10 x 3 mm.

Methoden

Alle Tests wurden bei konstantem Raumklima 22°C ± 2°C und rF 50% ± 3% durchgeführt. Für alle Versuche wurde deion. H₂O verwendet.

Zubereitung der Methylcellulose-Nanocellulose-Gemische

Als Grundlage für alle Gemische diente eine MC A4C angesetzt in deion. H₂O mit dem warm/kalt Rezept (Tab. 2) und einer 24h Quellung im Kühlschrank. Diese Variante ergab eine klare und klumpenfreie Lösung. Die nanokristallinen Cellulosen NCC Ultra™ und NCC Maine wurden beide in 60°C warmen deion. H₂O und 60°C warmen Wasserbad während 15 min unter ständigem Rühren bei 750 U/min MR suspendiert. Die MFC ist nur als Suspension erhältlich und musste nicht angesetzt werden. Die entsprechenden Zuschlagstoffe wurden der MC 2.25 wt.% immer im Verhältnis 1:1 beigemischt (Konzentration der Gemische 2.25 wt.%) und mit verschiedenen Verfahren gemischt (Tab. 1). Die Lagerung der Gemische erfolgte im Kühlschrank bei 4°C.

Klebstoff Applikation

Die Klebstoffgemische wurden alle innerhalb von max. 2h nach dem Mischen aufgetragen. Das Auftragen von 10 µL Klebmedium pro Probe erfolgte mit einer Pipet-Lite LTS Pipette L-10XLS+. Geklebt wurde eine Fläche von 1 cm² parallel zur Faser. Pro Serie wurden jeweils 10 Proben angefertigt, mit je 190 g beschwert und während 7 Tagen getrocknet (Abb. 2 und Abb. 3).

Prüfmethode

Die Bestimmung der Max. Zug-Scherkraft wurde mit einer Zwick 1120 (Zwick GmbH & Co. – Testgeschwindigkeit 50 mm/min) durchgeführt. Die Resultate wurden in N gemessen und als Mittelwerte sowie Standardabweichung präsentiert. Die Zug-Scherkraft-Tests wurden alle von der gleichen Person durchgeführt.

Ergebnisse und Diskussion

Die Zug-Scherkrafttests (Abb. 1) zeigen, dass im Vergleich zur reinen MC 2.25 wt.% (H) mit MC-NCC Gemischen 2.25 wt.% die gleiche oder doppelte Klebkraft erreicht werden konnte. Dabei konnte die Viskosität der MC augenscheinlich um einen Drittel bis max. zur Hälfte reduziert werden. Obwohl sich die Viskosität bei MC-MFC Gemischen 2.25 wt.% ebenfalls reduzieren liess, war die Klebkraft nur leicht verbessert oder schlechter. Weiter wurde geprüft, welcher Einfluss das Mischsystem auf das Verringern der Standardabweichung einschliesslich der gleichbleibenden oder verbesserten Klebkraft hat. Die reine MC 2.25 wt.% verbessert sich um 25 N, wenn sie vor der Anwendung nochmal mit dem MR gerührt wurde. Eine Zunahme der Klebkraft bei steigender U/min des Rührsystems ist bei MFC Gemischen nur mit STM klar ersichtlich. Im Gegensatz zum MFC Gemisch (H) 86.3 N konnte mit dem Gemisch (STM) 197.8 N bei gleicher Standardabweichung die Klebkraft mehr als verdoppelt werden. Die MC-NCC Gemische (H) zeigen regelmässig Resultate zwischen 199 - 203 N. Im Vergleich dazu wird bei gleicher Standardabweichung die Klebkraft mit den MC-NCC Gemischen (STM) auf 214.4 N respektive 229.6 N nur gering verbessert. Aufgrund der Agglomeration der Kristalle wird empfohlen besonders Gemische mit NCC immer sofort nach dem Rühren anzuwenden. MR, UG und 3WZ haben bei gleichbleibender Standardabweichung eine schlechtere Klebkraft als die von Hand geschüttelten Gemische. UG und 3WZ sind ausserdem teure Geräte und somit für die Anwendung in der Praxis eher ungeeignet. In naher Zukunft wird noch der Speedmixer getestet, die Viskosität der Mischungen gemessen und die MC-NCC an anderen Holzarten getestet.

Tabelle 1: Mischgeräte und Verfahren zur Herstellung der Klebstoffgemische

Gerät / Hersteller	Max. U/min	Verfahren	Aufsatz	Mischen	Bemerkungen
Von Hand geschüttelt (H)	-	Schütteln	-	3 – 4 mal geschüttelt	-
Magnetrührer (MR) Heidolph MR 2002	1250	Rühren	Rührfisch	15min 500 U/min	-
Dispergierer (DG) Disperlux® red 150 D	9000	Rühren	Dissolverscheibe 40mm	5min 9000 U/min (Werte wurden empirisch ermittelt)	Im Eisbad wegen hohen U/min. Zentrifugieren zum Entlüften des Gemisches 2x 8min 40000 U/min
Stabmixer (STM) Bamix® Swissline	12000 – 13000 17000 – 18000	Rühren	Whisk 40mm	5min 12000 – 13000 U/min (Werte wurden empirisch ermittelt)	Im Eisbad wegen hohen U/min. Zentrifugieren zum Entlüften des Gemisches 2x 8min 40000 U/min
Ultraschall Gerät (UG) Hielscher UIP2000hdT	-	Schall	Schallsonde	30sec Amplitude 50% (Werte mit Hilfe von Markus Vaihinger, HAFL ermittelt)	Im Eisbad wegen hohen Temperaturen beim Beschallen. Zentrifugieren zum Entlüften des Gemisches 2x 8min 40000 U/min
3-Walzenstuhl (3WZ) EXAKT 80E	-	Reiben	3 Walzen	Durchgang 1 120µm/100µm Durchgang 2 60µm/30µm 100 U/min (Werte mit Hilfe von Michael Hausmann, ETH ermittelt)	Abstand zwischen der ersten und mittleren Walze sowie der mittleren und dritten Walze

Tabelle 2: Übersicht der Rezepte zur Herstellung MC A4C 2.25 wt.%

Mischgerät	U/min	Dauer	Temperatur Deion. H ₂ O	Rezeptquelle
MR	600	10 min Einstreuen 30 min Abkühlen	70°C – 80°C warm Wasserbad 70°C	Léchenne, M. (2015). <i>Coller avec des éthers de cellulose</i> (Bachelor Thesis). S.86. Hochschule der Künste, Bern.
MR	500	2 min Dispergieren 13 min Abkühlen	1/3 80 – 90°C 2/3 0 – 5°C	Döll, M. (1998). Methylcellulosen und die Verklebung von Holz. In: <i>Restaura, Zeitschrift für Konservierung und Restaurierung</i> (Vol. 5, S. 332–336). München: Callwey Verlag.
MR	500	15 min	0 – 5°C	Feller, R. L., Wilt, M. (1990). <i>Evaluation of Cellulose Ethers for Conservation</i> (Research in Conservation, Ed. 3). S.108. The Getty Conservation Institute.
MR	750	15 min	0 – 5°C	Feller, R. L., Wilt, M. (1990) U/min abgeändert
DG	9000	15 min	0 – 5°C	Feller, R. L., Wilt, M. (1990) Mischsystem verändert
STM	12000 – 13000	5 min	0 – 5°C	Feller, R. L., Wilt, M. (1990) Mischsystem verändert

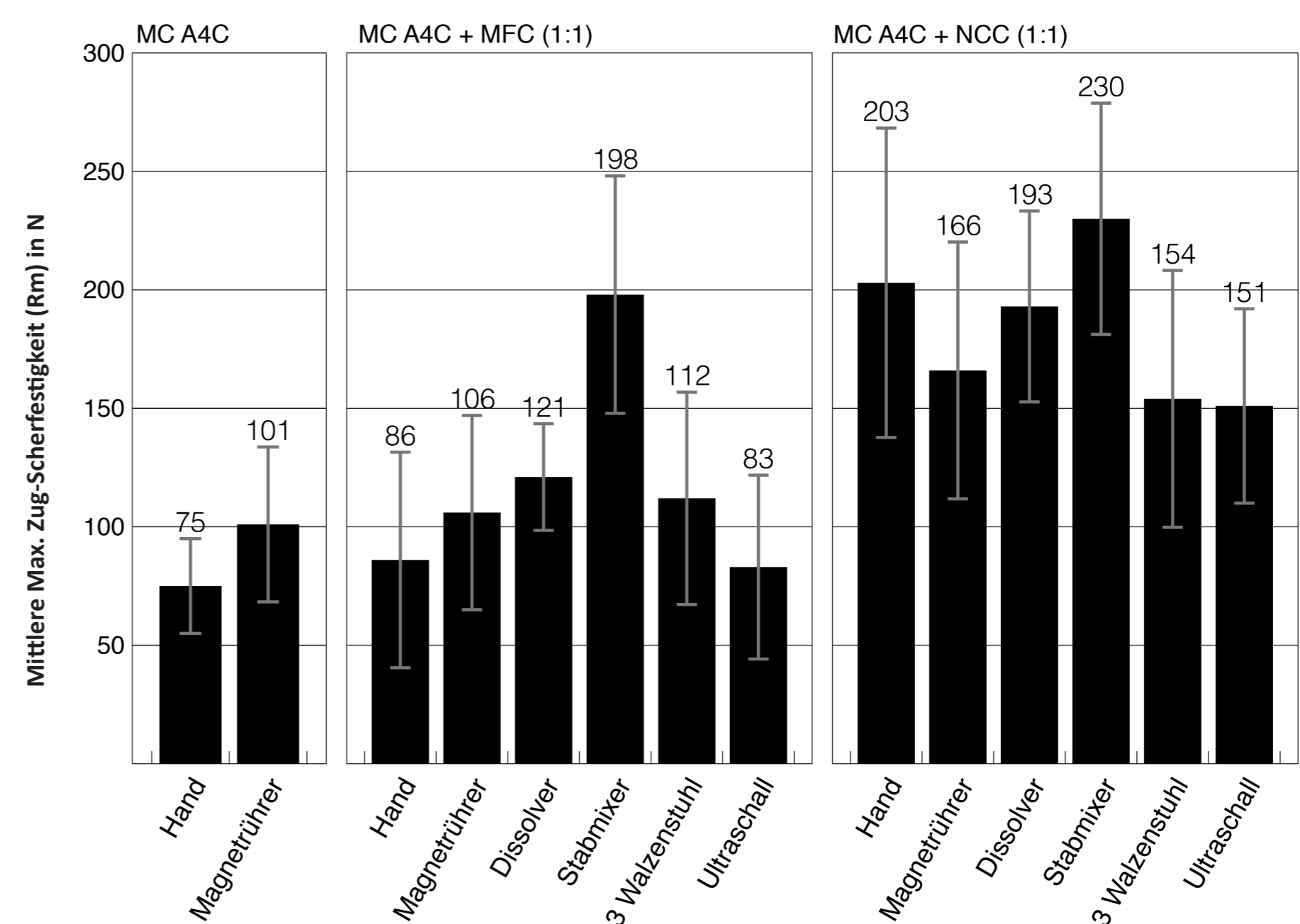


Abb. 1: Klebkraft der verschiedenen Testmedien im Vergleich (Konzentration der Gemische 2.25 wt.%).

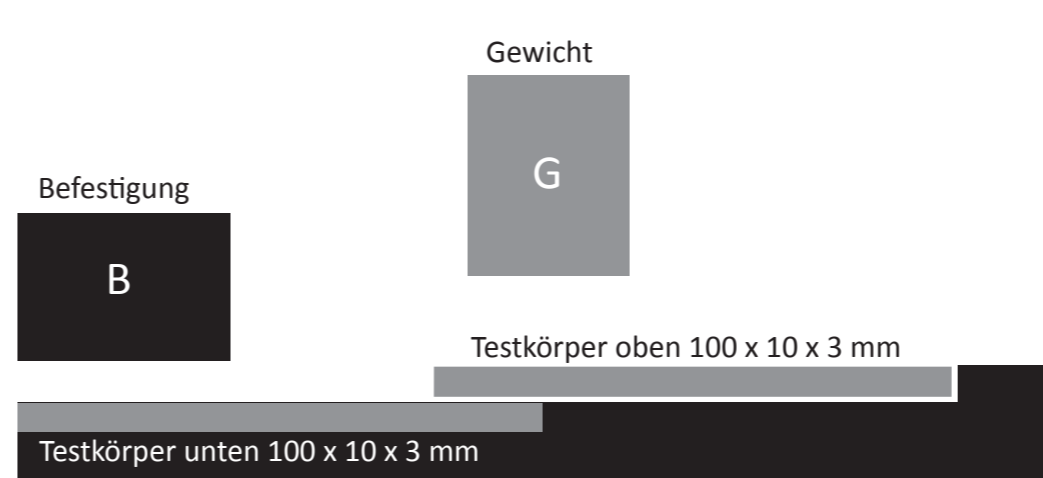


Abb. 2: Grafischer Querschnitt des Versuchsaufbaus mit 2 Testkörpern die auf 1 cm² verklebt werden.

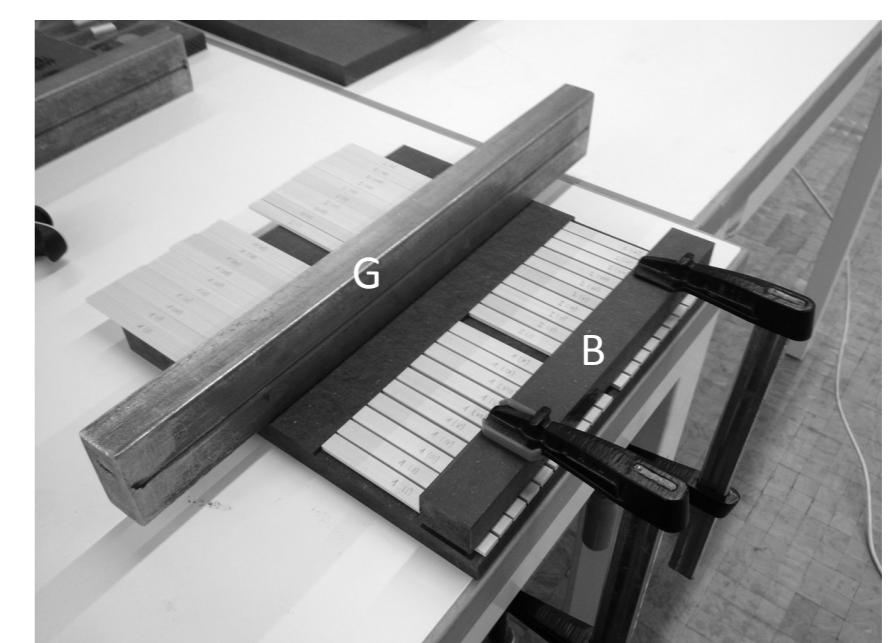


Abb. 3: Gesamtansicht des Versuchsaufbaus vor dem Verkleben mit jeweils 2 Serien à 10 Proben und Gewicht zum Beschweren.

Dank

Peter Wittwer (PEWI Modellbau, Bern), Adriane Morard, Fam. Kohler, Brigitte Lienert-Pärlü (Hochschule der Künste, HKB, Bern), Dozierende und Studierende, Atelier Gemälde und Skulptur (HKB), Manon Léchenne (HKB), Martin Schulz (Världskultur Museerna, Stockholm), Michael Hausmann (ETH Zürich), Markus Vaihinger (Hochschule für Agrar-, Forst und Lebensmittelwissenschaften, HAFL)

Kontakt

kevin.kohler@students.bfh.ch
karolina.soppa@hkb.bfh.ch