#### ARNE SCHMIDT

Verdrucken von Nanocellulosefasern in konventionellen direkten Druckverfahren auf Karton und anschließendes Prägen von Kapillarstrukturen mit Hilfe von 3D-gedruckten Prägeformen

Verdrucken von Nanocellulosefasern in konventionellen direkten Druckverfahren auf Karton und anschließendes Prägen von Kapillarstrukturen mit Hilfe von 3D-gedruckten Prägeformen



#### Über den Autor

Arne Schmidt wurde 1994 in Hildesheim geboren und absolvierte vor dem Studium eine Ausbildung zum Medientechnologen Druck. Nach einer Weiterbildung zum Industriemeister Printmedien und anschließendem Studium an der HTWK Leipzig erlangte er einen Masterabschluss in Druck- und Verpackungstechnik. Er arbeitet jetzt in der Entwicklung bei einem Druckmaschinenhersteller.

#### Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie. Detaillierte bibliografische Daten sind im Internet unter http://dnb.de abrufbar.



Der Text dieses Werks ist unter der Creative-Commons-Lizenz CC BY 4.0 DE veröffentlicht. Den Vertragstext der Lizenz finden Sie unter https://creativecommons.org/ licenses/by/4.0/. Die Abbildungen sind von dieser Lizenz ausgenommen, hier liegt das Urheberrecht beim jeweiligen Rechteinhaber.



Die Online-Version dieser Publikation ist abrufbar unter http://doi.org/10.33968/9783966270632-00

© 2024 Arne Schmidt

Herausgeber Projektgruppe Open-Access-Hochschulverlag Hochschule für Technik, Wirtschaft und Kultur Leipzig Karl-Liebknecht-Str. 132 04277 Leipzig, Deutschland

ISBN (Hardcover) 978-3-96627-064-9 ISBN (PDF) 978-3-96627-063-2

### Kurzfassung

Die vorliegende Arbeit ist eine Untersuchung, inwieweit die Herstellung eines kartonbasierter POCT mit Kapillaren zum Transport von Flüssigkeiten mit Hilfe von Nanocellulose und additiv gefertigten Prägewerkzeugen möglich ist. Die Nanocellulose wurde von RISE aus Schweden zur Verfügung gestellt. Rheologische Untersuchungen ergaben, dass diese mit Hilfe eines Bingham-Modells beschrieben werden können und einer Fließgrenze unterliegen.

Die Nanocellulose wurde mit Hilfe der konventionellen direkten Druckverfahren Flexo-, Tief- und Siebdruck auf verschiedene Kartonsorten aufgetragen. Der Flexound Tiefdruck erwies sich aufgrund einer Saffman-Taylor-Instabilität als ungeeignet zur Erzeugung von homogenen Schichten. Verschiedene Untersuchungen zeigten, dass mit Hilfe des Siebdrucks unter Verwendung eines Siebs mit sehr hoher Nassfarbschichtdicke die besten Ergebnisse erzielt werden konnten.

Die Nutzung von offenen Kapillaren in POCT erfordert einen möglichst geringen Kontaktwinkel. Durch das Applizieren von Nanocellulose konnte sowohl der Kontaktwinkel des Kartons auf einen geeigneten Wert reduziert werden als auch das Penetrationsverhalten insofern verändert werden, dass die Penetration einer aufgetragenen Flüssigkeit zunächst in der Nanocellulose stattfindet. Die Penetration in den Karton selbst wurde durch die Nanocellulose stark verzögert. Die Funktionalität von offenen Kapillaren konnte im Rahmen dieser Arbeit aufgrund von mangelnder Herstellgenauigkeit der additiven Fertigung und begrenzter Kartonauswahl nicht erreicht werden. Allerdings konnten mit Hilfe einer Folienkaschierung funktionelle geschlossene Kapillaren erzeugt werden, welche einen Flüssigkeitstransport durch Kapillarkräfte über eine Distanz von 25 mm ohne Penetration in den Karton ermöglichen. Dies zeigt, dass die Herstellung und Nutzung von kartonbasierten POCT theo retisch möglich ist.

### Abstract

The present work is an investigation into the potential of fabricating a cardboard-based POCT with capillaries for transporting fluids using nanocellulose and additive manufactured embossing tools. The nanocellulose was provided by RISE from Sweden. Rheological studies showed that they can be described using a Bingham model and are subject to a yield point.

The nanocellulose was applied to various types of cardboard using the conventional direct printing processes of flexographic, gravure and screen printing. Flexo and gravure printing proved unsuitable for producing homogeneous layers due to a Saffman-Taylor instability. Various investigations showed that screen printing using a screen with a very high wet ink film thickness produced the best results.

The use of open capillaries in POCT requires the lowest possible contact angle. By applying nanocellulose, it was possible to reduce the contact angle of the cardboard to a suitable value and to change the penetration behavior in that the penetration of an applied liquid first takes place in the nanocellulose. Penetration into the cardboard itself was greatly delayed by the nanocellulose. The functionality of open capillaries could not be achieved in this work due to lack of manufacturing accuracy of additive manufacturing and limited cardboard selection. However, functional closed capillaries could be created using film lamination, allowing fluid transport by capillary forces over a distance of 25 mm without penetration into the cardboard. This shows that the production and use of cardboard-based POCT is theoretically possible.

## 1 Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis	X
Tabellenverzeichnis	XIV
Abkürzungsverzeichnis	XV
Symbolverzeichnis	XVI
1 Einleitung	19
2 Ziele	23
3 Theoretische Grundlagen	25
3.1 Nanomaterial	
3.2 Cellulose	
3.3 Nanocellulose	
3.3.1 Cellulose Nanofibrillen (CNF)	
3.3.2 Cellulose Nanokristalle (CNC)	
3.3.3 Carboxymethyl-Cellulose (CMC)	
3.4 Rheologie	
3.4.1 Eigenschaften von Suspensionen mit Nanopartikeln	
3.4.2 Bingham-Fluide	
3.5 Druckverfahren	
3.5.1 Siebdruck	
3.5.2 Tiefdruck	
3.5.3 Flexodruck	
3.6 Prägen	
3.7 Microfluidic Devices und Kapillaren	
3.7.1 Geschlossene Kapillaren	40
3.7.2 Offene Kapillaren	
3.8 Ultraschallmessung des Penetrationsverhaltens	42
4 Materialien	45
4.1 Nanocellulose	
4.2 Druckformen	
4.3 Bedruckstoff	46
5 Rheologische Untersuchungen der Nanocellulose	49
5.1 Vorgehensweise.	
5.1.1 Viskositätsmessung	
5.1.2 Erfassung der Strukturerholung	
5.2 Ergebnisse	

5.2.1 Viskosität	
5.2.2 Strukturerholung	
5.2.3 Vergleich mit konventionellen Druckverfahren	
6 Explorative Studie	
6.1 Druckversuche	
6.1.1 Siebdruck	
6.1.2 Flexo- und Tiefdruck	
6.2 Vorgehensweise der Auswertung	
6.3 Ergebnisse und Diskussion der Druckversuche	
6.3.1 Visuelle Homogenität der Oberfläche	
6.3.2 Einfluss auf Bedruckstoff	62
6.3.3 Rauheit	63
6.3.4 Kontaktwinkel	
6.3.5 Wasserfestigkeit	
6.3.6 Penetrationsverhalten	66
6.4 Prägewerkzeuge und -versuche	73
6.5 Ergebnisse und Diskussion der Prägeversuche	
6.6 Erkenntnisse der explorativen Studie	
7 Weiterentwickelte Studie	
7.1 Vorgehensweise	
7.2 Ergebnisse	
7.2.1 Siebdruck	
7.2.2 Vollprägung	
7.2.3 Reliefprägung	
7.3 Erkenntnisse der weiterentwickelten Studie	
7.4 Empfehlungen für weitere Studien	
8 Zusammenfassung und Ausblick	95
Literaturverzeichnis	XCVII
Anhang A Bedingungen für spontanen Kapillarfluss in Kapillaren	
Anhang B Dynamische Viskosität im Bereich von $\gamma = 0,01 \text{ s}^{-1}$ bis $\gamma = 1000 \text{ s}^{-1}$	
Anhang C Wasserfestigkeit nach ISO 18935	
Anhang D Prägewerkzeuge der explorativen Studie	
D.1 Weitere Abbildungen zu Prägewerkzeugen	
D.2 Abmessungen der gedruckten Prägewerkzeuge	
D.3 Fließbedingung ε	
Anhang E Erreichte Prägetiefen der explorativen Studie	
E.1 Prägungen auf unbedrucktem Karton	
E.2 Prägungen auf bedruckten Karton	
Anhang F Rankingergebnis.	
Anhang G Prägewerkzeuge der weiterentwickelten Studie	
G.1 Vergrößerte Darstellung der Abmessungen	

G.2	Querschnittslinien Prägewerkzeug vs. 3D-Daten	.115
G.3	Querschnittslinien Prägewerkzeug vs. Prägung	.118

# Abbildungsverzeichnis

Abb. 1	Verschiedene COVID-19 Antigen Schnelltests aus Kunststoff [65]
Abb. 2	Lateral Flow Test mit mehreren Kunststoffschichten (a) und als geprägte Struktur
	in Karton (b) [6]20
Abb. 3	Einteilung von Nanomaterialien nach ISO 80004-1 [9]
Abb. 4	Klassifizierung von Nanoobjekten nach ISO 80004-1 [9]26
Abb. 5	Anhydro-Cellobiose (AHC) als kleinste Einheit einer Glucankette mit einer Länge
	von etwa 1 nm [12, S. 50]
Abb. 6	Klassifizierung von Cellulose Nanomaterial (CNM) nach TAPPI WI 3021 [14]28
Abb. 7	Schematische Darstellung der Hochdruckhomogenisation zur Herstellung von
	CNF [13, S. 14]
Abb. 8	Schematische Darstellung von amorphen und kristallinen Bereichen von
	Cellulose (a) und Cellulose Nanokristallen nach Hydrolyse (b) [13, S. 12]30
Abb. 9	Links: Anisotrope Partikel im ungescherten Zustand ohne erkennbare
	Orientierung, Rechts: Unter Scherbelastung zeigen anisotrope Partikel eine
	entsprechende Orientierung [25, S. 21]
Abb. 10	) Links: Schubspannung über Schergeschwindigkeit, $\eta_{B}$ lässt sich aus der Steigung
	und $\tau_{_0}$ aus dem Achsenabschnitt der Ordinate bestimmen.
	Rechts: Dynamische Viskosität η über Schergeschwindigkeit, die Viskosität
	nähert sich mit steigender Schergeschwindigkeit $\eta_{B}$ an. [27, S. 35]33
Abb. 11	Doppelt logarithmische Darstellung von Schubspannung und
	Schergeschwindigkeit. Links der gestrichelten Linie liegt der linear-
	elastische Bereich, rechts davon der viskose Fließbereich. Die Fließgrenze $\tau 0$
	entspricht dem letzten Wert, der mit $\alpha$ = 0,05 noch nicht signifkant von der
	Ausgleichsgeraden abweicht. In Anlehnung an [28, S. 103]
Abb. 12	2 Schematische Darstellung des Siebdruckverfahrens mit flacher Druckform In
	Anlehnung an [32, S. 123]
Abb. 13	Schematische Darstellung des Tiefdruckverfahrens [30, S. 49]
Abb. 14	Schematische Darstellung des Flexodruckverfahrens [30, S. 48]
Abb. 15	Schematische Darstellung einer Vollprägung mit Bemaßung, in Anlehnung an
	[35, S. 451]
Abb. 16	Schematische Darstellung einer Reliefpragung mit Bemaßung, in Anlehnung an
	[35, S. 451]
Abb. 17	Veranderung des Kanalquerschnitts eines Rechteckprofils (links) mit
	Abrundungen am Boden (rechts), in Anlehnung an [42, S. 64]
Abb. 18	Schematische Darstellung des Messprinzips der Ultraschallmessung des
	Penetrationsverhaltens von Flussigkeit in Faserwerkstoffen, in Anlehnung an
41.1	[50, 5, 31]
ADD. 19	y Typischer Kurvenverlauf einer Ultraschallmessung des Penetrationsverhaltens,
	1n Anlennung an [50, S. 33]44

Abb. 20	Nanocellulose in drei Konzentrationen, zur Verfügung gestellt von RISE
	Schweden, Links: CNF <sub>0.5</sub> , Mitte: CNF <sub>1</sub> , Rechts: CNF <sub>2</sub> 45
Abb. 21	Viskosität und Schubspannung über Schergeschwindigkeit. Vergleich der drei
	Fluide $CNF_{0.5}$ , $CNF_1$ und $CNF_2$ im Bereich der Schergeschwindigkeit von 0,01
	bis 5 s <sup>-1</sup> . Alle drei Fluide zeigen ein nicht-newtonisches Verhalten ähnlich
	eines Bingham-Fluids51
Abb. 22	Relative Strukturerholung einen Zeitraum von 60 s im Sprungversuch.
	Die waagerechte rote Linie zeigt 100 % als Wert der vollständigen
	Strukturerholung
Abb. 23	Vergleich der Viskosität ŋ, mit der Viskosität typischer Druckfarben des
	Tiefdrucks (links außen), des Flexodrucks (links) und des Siebdrucks (rechts)
	im Bereich der Schergeschwindigkeit von 0 bis 50 s <sup>-1</sup> . Es zeigt sich, dass die
	Viskosität n, zu hoch für Flexo- und Tiefdruck sind, jedoch in den Bereich des
	Siebdrucks passen
Abb. 24	Aufbauen von CNF, an Flut- und Druckrakel während des Siebdrucks
Abb. 25	CNF, im Tiefdruck, Links: Aufbauen am Rakel und fehlender Kontakt zur
	Rasterwalze, Rechts: ungleichmäßiges Einfärben der Rasterwalze durch
	einseitigen Kontakt des Druckfluids
Abb. 26	Temperaturabhängigkeit der Oberflächenspannung von menschlichem Blut [58].
Abb. 27	Visuell inhomogene Oberflächen der mit 140T Sieb bedruckten B4 Proben,
	Links: CNF, doppelt bedruckt, mitte: CNF, doppelt bedruckt, rechts: CNF
	einfach bedruckt
	Aufgenommen mit einer Sony Alpha 6000 Systemkamera
Abb. 28	Visuell inhomogene Oberflächen der mit 21-140 Sieb bedruckten Proben,
	Links: B4 CNF,, Mitte: B7 CNF,, Rechts: B8 CNF,
	Aufgenommen mit einer Sony Alpha 6000 Systemkamera
Abb. 29	Fingerbildung aufgrund von Saffman-Taylor-Instabilität im Flexodruck (links)
	und Tiefdruck (rechts). Bei beiden Drucken wurde die Rasterwalze 402-421 mit
	60 L/cm eingesetzt.
	Aufgenommen mit einem Nanofocus µsurf Custom Konfokalmikroskop bei
	10-facher Vergrößerung61
Abb. 30	Materialdicke der mit dem 21-140 Sieb bedruckten Proben aller drei
	Kartonsorten
	Die Säulen stellen arithmetische Mittelwerte aus drei Messungen dar62
Abb. 31	Planlage einer bedruckten Probe während des Prägevorgangs.
	Der Höhenunterschied zwischen Patrize und Gegenplatte beträgt etwa 20 mm
	(siehe roter Pfeil im Bild)63
Abb. 32	Rauheitswerte $S_a$ (oben) und $S_z$ (unten) aller bedruckten Proben. Die
	waagerechte rote Linie spiegelt den Rauheitswert der jeweils unbedruckten
	Kartonprobe wider
Abb. 33	Ausgewählte Rauheitswerte der im Flexo- und Tiefdruck (TD) bedruckten
	B4 Proben. Die waagerechte rote Linie spiegelt den Rauheitswert der
	unbedruckten B4 Probe wider

Abb. 34	Verteilung aller Messwerte der Kontaktwinkelmessung in °. Die drei oberen
	Ausreißer sind von oben nach unten die unbedruckten Kartonsorten B7, B8
	und B4. Der Median beträgt 36,9°65
Abb. 35	Intensitätsverlauf der Ultraschallpenetrationsmessung der unbedruckten
	Proben aller drei Kartonsorten B4, B7 und B866
Abb. 36	Unbedruckte Proben der drei Kartonsorten B4, B7 und B8 (v.l.n.r.) nach 30 s
	Messung
	Die seitliche Penetration und das Quellen von B4 sind links gut zu erkennen
	während B7 und B8 keine sichtbaren Spuren seitlicher Penetration aufweisen.
	Die Proben sind 50 mm breit
Abb. 37	Die bedruckten Proben von B4 zeigen eine geringere seitliche Penetration als die
	unbedruckten Proben. Links: B4 unbedruckt, Mitte: Bedruckt mit 21-140 CNF <sub>1</sub> ,
	Rechts: Bedruckt mit 140T CNF <sub>0.5</sub> .
	Auch diese Proben weisen eine Breite von 50 mm auf
Abb. 38	Intensitätsverlauf über 30 s der mit dem 140T Sieb bedruckten B4 Proben.
	Doppelt bedruckte Proben werden aus Gründen der Übersichtlichkeit nicht
	gezeigt
Abb. 39	Intensitätsverlauf über 5 s der mit dem 140T bedruckten B8 Proben.
	Die mit steigender Konzentration der NC nach links verschobenen Maxima
	sind deutlich zu erkennen
Abb. 40	Intensitätsverlauf über 5 s der mit dem 140T Sieb bedruckten B7 Proben. Es sind
	Schwankungen um das Maximum zu Beginn der Messung zu erkennen70
Abb. 41	Exemplarischer Intensitätsverlauf von B4 unbedruckt und B4 $\text{CNF}_1$ 21-140
	Zu Beginn der Messung ist ein erstes Maximum und ein Minimum zu
	erkennen
Abb. 42	Zeitlicher Intensitätsverlauf der Proben B4 21-140. Das Minimum liegt auf der
	Zeitachse früher mit steigender NCth und ist darüber hinaus tiefer72
Abb. 43	Zeitlicher Intensitätsverlauf der Proben B8 21-140. Die Kurve von $\mathrm{CNF}_{\scriptscriptstyle 0,5}$ weist
	starke Ähnlichkeit mit der unbedruckten Probe auf während $\mathrm{CNF}_1$ und $\mathrm{CNF}_2$
	keine Benetzungsphase zeigen
Abb. 44	Die sechs größten Mittelwerte von $t_{_{95}}$ zeigen, dass diese ausschließlich bei
	Karton B4 vorliegen. Zum Verlgeich ist rechts außen der Mittelwert von $t_{_{95}}$ des
	unbedruckten Kartons B4 zu sehen. Die hier gezeigten $t_{_{95}}$ Werte des 21-140
	Siebs sind signifikant größer als die des 140T Siebs
Abb. 45	Layout des Prägewerkzeugs mit Bemaßung. Eine vergrößerte Darstellung
	befindet sich in Anhang D.1. Screenshot aus Autodesk Fusion 36074
Abb. 46	Prägelinie mit h = 400 $\mu$ m und b = 500 $\mu$ m. Links zeigt sich ein flacherer Anstieg
	der Flanke als rechts, da sich diese Seite beim Druck auf der Unterseite
	betand. Breite der linken Flanke 360 μm, Breite der rechten Flanke 215 μm.
	Weiterhin sind Deformationen nach Gebrauch an der Prägelinie zu sehen.
	Aufgenommen mit Nanofocus µsurf Custom Konfokalmikroskop75
Abb. 47	Querschnittsprofile der 3D-Daten (schwarz) und des tatsächlichen
	Prägewerkzeugs im Vergleich. Dargestellt ist exemplarisch die 250 µm breite
	Prägelinie

Abb. 48	Einzelmessung der Verformung über Krafteintrag eines 3D-gedruckten
	Prägewerkzeugs mit 6 mm Durchmesser. Die lineare Steigung lässt auf eine
	elastische Verformung schließen
Abb. 49	Querschnittsprofile des Prägewerkzeugs (grau) und der Prägung (schwarz) im
	Vergleich.
	Analog zu <i>Abb. 47</i> wird exemplarisch die 250 µm breite Prägelinie dargestellt
Abb. 50	Verbessertes Layout des Prägewerkzeugs mit Bemaßung. Es wurden sechs
	verschiedene Kanal-breiten von 100 µm bis 600 µm angelegt. Screenshot aus
	Autodesk Fusion 360. Vergrößerung in Anhang G.1
Abb. 51	Die visuelle Homogenität der einfach bedruckten Proben (links) konnte durch
	daszweifache Bedrucken deutlich verbessert werden (rechts)
Abb. 52	Vergleich der Materialdicke zwischen einfach und zweifach bedruckten Proben
	sowie Luft- und Heißlufttrocknung
Abb. 53	Vergleich der Kontaktwinkel der aus der weiterentwickelten Studie
	produzierten Proben. Die Kontaktwinkel zeigen bis auf die einfach bedruckte
	hitzegetrocknete Probe (1x H) keinen signifikanten Unterschied
Abb. 54	Zeitlicher Intensitätsverlauf von 0 bis 5 s der Penetrationsmessung der in der
	weiterentwickelten Studie produzierten Proben. Das Minimum zu Beginn
	der Messung liegt bei den hitzegetrockneten Proben (Kennzeichung H, graue
	Linien) näher an der Ordinate
Abb. 55	Vergleich des Querschnitts der 200 µm breiten Prägelinie von CAD-Daten
	(schwarz) und des tatsächlich produzierten Prägewerkzeugs (grau). Eine
	vollständige Übersicht aller Prägelinien des neuen Prägewerkzeugs befindet
	sich in Anhang G.2
Abb. 56	Querschnittslinie der 300 µm breiten Prägelinie des Prägewerkzeugs (grau) und
	der Prägung (schwarz) im Vergleich. Die Vergleiche der anderen Prägelinien
	befinden sich in Anhang G.3
Abb. 57	Mit Hilfe der Folienkaschierung verschlossene Kapillare mit 600 µm Kanalbreite.
	Der Hohlraum der Kapillare unter der Kaschierfolie ist deutlich zu erkennen.
	Aufgenommen mit Nanofocus µsurf Custom Konfokalmikroskop bei 10-facher
	Vergrößerung
Abb. 58	Erreichte Fließgeschwindigkeiten der sechs Kapillaren. Bei der kleinsten
	Kapillare konnte kein Kapillarfluss festgestellt werden. Die deutlich geringe
	Schwankung des 300 μm breiten Kanals ist auf eine geringe Messwertanzahl
	zurückzuführen und unterliegt dem Zufall
Abb. 59	Oberflächenrisse der Prägungen von den Prägelinien mit den Breiten 100 $\mu$ m
	(links), 500 $\mu m$ (mitte) und 600 $\mu m$ (rechts). Die Risse sind links und in der
	Mitte jeweils unten links zu erkennen, rechts sehr gut sichtbar parallel zum
	Kanal. Aufgenommen mit Nanofocus µsurf Custom Konfokalmikroskop90
Abb. 60	Oberflächenrisse in der Reliefprägung der 250 µm breiten Prägelinie bei 18 kN
	Prägekraft.
	Aufgenommen mit Nanofocus µsurf Custom Konfokalmikroskop91

## Tabellenverzeichnis

Tab. 1	Gegenüberstellung der Eigenschaften von CNC und CNF, in Anlehnung an [13, S.		
	90]		
Tab. 2	Eingesetzte Siebdruckformen mit Grundeigenschaften und abgeleiteten		
	Eigenschaften		
Tab. 3	Eingesetzte Rasterwalzen für Tief- und Flexodruck		
Tab. 4	Eingesetzte Kartonsorten und ihre Eigenschaften		
Tab. 5	Ermittelte Werte für Fließgrenze $\tau_{_0}$ und binghamsche Grenzviskosität $\eta_{_{\rm B}}51$		
Tab. 6	Experimentell erfasste und berechnete Werte von $\eta_{_1}$ aller drei Fluide im Vergleich.		
Tab. 7	Kennzahlen aus der Penetrationsmessung der unbedruckten Proben67		
Tab. 8	Kanalbreiten in µm und Grenzwerte für spontanen Kapillarfluss des		
	Prägewerkzeugs		
Tab. 9	Top fünf des Rankings. Die Probe B4 21-140 $\text{CNF}_1$ hat mit Abstand die meisten		
	Punkte erreicht		
Tab. 1(	<b>D</b> Verhältnis $\varepsilon$ der CAD-Daten für alle sechs Prägelinien. Abhängig von $\theta$ ist bei		
	allen Prägelinien theoretisch ein spontaner Kapillarfluss möglich82		
<b>Tab. 1</b>	l Restfeuchte von einfach und zweifach bedruckten B4 21-140 CNF1 Proben im		
	Vergleich zwischen Hitze- und Lufttrocknung. Gezeigt sind Arithmetische		
	Mittelwerte und Standardabweichungen84		
Tab. 12	2 Verhältnis ε der sechs Prägelinien des neuen Prägewerkzeugs. Die		
	Fließbedingung von cos $\theta$ = 0,939 für einen Kontaktwinkel $\theta$ = 20° erlaubt bei		
	allen Kanälen spontanen Kapillarfluss bei idealer Abformgenauigkeit der		
	Prägung		

# Abkürzungsverzeichnis

AHC	Anhydro-Cellobiose
AHG	Anhydro-β-D-Glucose
CAGR	Compound Annual Growth Rate (Jährliche Wachstumsrate)
CNC	Cellulose Nanokristalle
CNF	Cellulose Nanofibrillen
CNF <sub>05</sub>	CNF in Wasser mit Konzentration 0,5 wt%
CNF <sub>1</sub>	CNF in Wasser mit Konzentration 1,0 wt%
CNF <sub>2</sub>	CNF in Wasser mit Konzentration 2,0 wt%
CNM	Cellulose Nanomaterial
CMC	Carboxymethyl Cellulose
CMF	Cellulose Mikrofibrillen
DLP	Digital Light Processing
DP	Degree of Polymerisation (Polymerisationsgrad)
DS	Degree of Substitution (Substitutionsgrad)
fps	Frames per Second (Bilder pro Sekunde)
Н	Hitzetrocknung
HPH	High Pressure Homogenization (Hochdruckhomogenisierung)
LODP	Level-Off Degree of Polymerisation
MD	Microfluidic Devices
NC	Nanocellulose
OFS	Oberflächenspannung
POCT	Point-of-Care Test
RISE	Research Institutes Sweden AB
TD	Tiefdruck
μPAD	Paper-based Microfluidic Analytical Device
μTAS	Micro Total Analysis System

# Symbolverzeichnis

Symbol	Einheit	Beschreibung	
A <sub>30</sub>	-	Absorbierte Menge nach 30 s	
b	μm	Kapillarbreite	
d	μm	Drahtdicke	
D <sub>o</sub>	μm	Ausgangsdicke eines noch nicht geprägten Werkstücks	
D <sub>G</sub>	μm	Gesamtdicke eines geprägten Werkstücks	
D <sub>p</sub>	μm	Prägetiefe	
ΔD	μm	Betrag der Änderung von $D_0$ bei Reliefprägung	
f	-	Anteil der benetzten Fläche im Kapillarquerschnitt	
h	μm	Reliefhöhe eines Prägewerkzeugs	
I <sub>o</sub>	%	Ausgangswert des Messsignals der Penetrationsmessung	
l	μm	Zurückgelegte Distanz in einer Kapillare	
L	m	Länge	
n	cm⁻¹	Feinheit	
NC <sub>th</sub>	μm	Theoretische NC-Schichtdicke auf Bedruckstoff	
Re	-	Reynoldszahl	
r	-	Korrelationskoeffizient	
R	μm	Radius	
<i>R</i> <sup>2</sup>	-	Bestimmtheitsmaß	
S <sub>60</sub>	%	Relative Strukturerholung nach 60s	
S <sub>a</sub>	μm	Mittlere arithmetische Höhe der Rauheit	
S <sub>f</sub>	μm	Nicht benetzte Länge eines Kapillarquerschnitts	
S <sub>w</sub>	μm	Benetzte Länge eines Kapillarquerschnitts	
S <sub>z</sub>	μm	Maximale Höhe der Rauheit	
$\Delta S_{z}$	μm	Differenz S <sub>z</sub> zur unbedruckten Probe	
SD <sub>th</sub>	μm	Theoretische Nassfarbschichtdicke	
t <sub>s</sub>	s	Siebdurchgangszeit	
t <sub>max</sub>	s	Zeit bis zum Erreichen des Maximums	
$\Delta t_{max}$	s	Differenz von t <sub>max</sub> zur unbedruckten Probe	
t <sub>min</sub>	s	Zeit bis zum Erreichen des Minimums	
t <sub>95</sub>	s	Zeit bis zum Erreichen von 95% des Maximums	
V <sub>th</sub>	cm <sup>3</sup> /m <sup>2</sup>	Theoretisches Farbvolumen	
V <sub>s</sub>	μm/s	Siebdurchgangsgeschwindigkeit	

V <sub>R</sub>	mm/s	Rakelgeschwindigkeit	
V	mm/s	Strömungsgeschwindigkeit	
w	μm	Maschenweite	
W	-	Maß für Benetzung	
α		Signifikanzniveau	
٤	-	Verhältnis zwischen Sf und Sw	
ψ	wt%	Feststoffgehalt von CNF	
γ	S <sup>-1</sup>	Schergeschwindigkeit	
γmax	S <sup>-1</sup>	Maximale Schergeschwindigkeit des Versuchs	
η	Pa∙s	Dynamische Viskosität	
η <sub>в</sub>	Pa∙s	Binghamsche Grenzviskosität	
η	Pa∙s	Dynamische Viskosität bei Schergeschwindigkeit 1 s-1	
σ	mN/m	Oberflächenspannung	
θ	0	Kontaktwinkel	
θ*	0	Cassie-Kontaktwinkel	
ν	m²/s	Kinematsiche Viskosität	
t	Ра	Schubspannung	

## 1 Einleitung

Die Diagnostik in der Medizin ist von aufwendigen Verfahren, zuverlässigen Analysen und Tests geprägt, welche in zentralisierten Laboren effizient, kostengünstig und in großer Stückzahl durchgeführt werden [1, S. 4]. Diese haben jedoch den Nachteil, dass zur Sicherstellung einer zeiteffizienten Diagnostik ein leistungsstarkes Logistiksystem notwendig ist [1, S. 4]. Demgegenüber steht die patientennahe Labordiagnostik, welche ohne Umwege in direkter Nähe des Patienten stattfindet oder sogar vom Patienten selbst durchgeführt werden kann. Tests in der patientennahen Labordiagnostik werden auch als Point-of-Care-Tests (POCT) bezeichnet [1, S. 4]. POCT liefern in der Regel schneller ein Ergebnis als herkömmliche Labortests, nicht nur aufgrund der fehlenden Transportwege, sondern auch aufgrund der Möglichkeit, Ergebnisse ohne Probenvorbereitung zu erhalten [2]. Typischerweise werden Schnelltests auf Basis von Körperflüssigkeiten wie Blut oder Speichel durchgeführt, um z.B. Blutzuckerwerte zu bestimmen [1, S. 7]. Es existieren auch Tests, welche einen Nachweis über das Vorhandensein von Viren wie z.B. HIV, Influenza oder auch Malaria liefern. Ein Beispiel dafür sind Antigen-Schnelltests, welche durch die COVID-19 Pandemie weltweit verstärkt eingesetzt wurden. Inzwischen sind POCT ein integraler Bestandteil von weltweiten Krankheitsbekämpfungsprogrammen [3]. Aufgrund der Pandemie wurden täglich Millionen von Antigentests durchgeführt, sei es von Fachpersonal oder von Patienten selbst [3]. Die COVID-19 Pandemie hatte eine enorme Auswirkung auf die Entwicklung des POCT-Marktes. 2022 wurden über eine Milliarde COVID-19 Antigentests verwendet [3], was dazu beitrug, dass der POCT-Markt auf ein Volumen von 40,61 Mrd. USD gewachsen ist [4]. Im gleichen Jahr waren Nachweise von Infektionskrankheiten mit einem Anteil von 24,4 % des Marktvolumens der größte Teil des POCT-Marktes [4]. Von 2023 bis 2030 wird eine CAGR (Compound Annual Growth Rate) von 6,5 % erwartet [4]. Auch zum Nachweis von Malaria existiert diese Art der Tests bereits seit einiger Zeit. 2022 wurden etwa 412 Millionen Malaria POCT durchgeführt [3].



Abb. 1 Verschiedene COVID-19 Antigen Schnelltests aus Kunststoff [65]

Über die Hälfte der herkömmlichen Single Use POCT bestehen zum Großteil aus Kunststoff (*siehe Abb. 1*) [3]. Da diese meist als infektiöser Abfall behandelt werden, enden sie in der Regel in der Verbrennung [3]. Länder der Dritten Welt verfügen in der Regel nicht über ausreichende Kapazitäten zur Verbrennung, so dass die benutzten POCT deponiert werden. Aufgrund der enormen Menge von durchgeführten Tests während der COVID-19 Pandemie kam das Problem der Entsorgung in den Fokus der Öffentlichkeit, so dass jetzt verstärkt an verschiedenen Lösungen für nachhaltigere POCT gearbeitet wird [3]. Einer dieser Ansätze ist es, vermehrt faserbasierte Materialien wie Karton oder Papier als Basis für einen POCT zu nutzen. Derzeit werden bereits etwa 12 % der POCT aus Papier hergestellt [3]. Diese sind biologisch abbaubar und in Bezug auf die Deponierung unkritisch [5].

Im Rahmen eines Projektes in Zusammenarbeit zwischen der Hochschule für Wissenschaft, Technik und Kultur Leipzig (HTWK) und den Research Institutes Sweden AB (RISE) wird untersucht, ob ein sogenannter Lateral Flow Test auf Basis von Karton mit Hilfe einer Prägung hergestellt werden kann [6]. Herkömmliche Tests bestehen aus verschiedenen Kunststoffschichten, welche gestanzt und durch Laminieren verbunden werden (siehe Abb. 2a). Der Einsatz von Karton erfordert eine Beschichtung, die dafür sorgt, dass die Testflüssigkeit nicht in die saugfähige Oberfläche eindringt. Zu diesem Zweck soll eine Beschichtung aus Nanocellulose aufgebracht werden, welche die Interaktion zwischen Karton und Flüssigkeit für eine ausreichende Zeitspanne verhindert bzw. minimiert [6]. Gleichzeitig soll die hydrophile Nanocellulose dafür sorgen, dass eine ausreichende Benetzung der Oberfläche stattfindet (siehe Abb. 2b). Im Rahmen der Masterarbeit soll die Möglichkeit dieser Beschichtung mit Hilfe von konventionellen direkten Druckverfahren analysiert werden.



Abb. 2 Lateral Flow Test mit mehreren Kunststoffschichten (a) und als geprägte Struktur in Karton (b) [6]

Nanocellulose ist ein aus Holz hergestelltes Nanomaterial, welches von der Verwendung als Zusatzstoff in Papieren und Polymeren bis hin zum 3D-Druck von Implantaten für den menschlichen Körper eingesetzt werden kann und darüber hinaus eine Vielzahl weiterer Einsatzmöglichkeiten bietet [7]. Gleichzeitig ist durch den biologischen Ursprung und die ausgezeichnete Verfügbarkeit eine kostengünstige Massenproduktion möglich [7]. Das Marktvolumen für Nanocellulose lag 2021 bei 345,61 Mio. USD [8]. Es wird ein CAGR von 17,4 % von 2023 bis 2030 erwartet, so dass für 2030 ein Marktvolumen von etwa 1,4 Mrd. USD prognostiziert wurde [8]. Durch die Kombination von zwei Technologien, welche sich beide in starkem Wachstum befinden, besteht ein enormes Potenzial für die Herstellung von vollständig faserbasierten und damit biologisch abbaubaren POCT zur Anwendung für den Nachweis von Infektionskrankheiten.

### 2 Ziele

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit sollen Nanocellulosefasern auf die Verdruckbarkeit in konventionellen direkten Druckverfahren untersucht werden. Dazu sollen zunächst die rheologischen Eigenschaften untersucht werden, um eine Aussage über die Kompatibilität der Nanocellulose mit den jeweiligen Druckverfahren zu treffen *(siehe Kapitel 5)*. Zusätzlich soll ein geeignetes Modell ermittelt werden, welches die rheologischen Eigenschaften der Fluide hinreichend genau beschreibt. Im nächsten Schritt soll die Nanocellulose in den Druckverfahren Sieb-, Flexo- und Tiefdruck verdruckt und anschließend die Verdruckbarkeit bewertet werden. Außerdem sollen die Druckergebnisse in geeigneter Form untersucht werden, um später eine Auswahl optimaler Parameter im Hinblick auf die Anwendung eines POCT aus

Karton mit einer Beschichtung aus Nanocellulose zu ermitteln. Die Durchführung der Druckversuche soll in zwei Phasen erfolgen. Die erste Phase soll eine explorative Untersuchung mit einer Vielzahl von Parametern umfassen, sodass eine möglichst große Vielfalt an Ergebnissen zur Bewertung und zur Auswahl einer geeigneten Kombination zur Verfügung stehen (*siehe Kapitel 6*). In der zweiten Phase soll die aus der ersten Phase ermittelte optimale Parameterkombination verwendet werden, um eine weiterentwickelte Version der Studie durchzuführen (*siehe Kapitel 7*). Dabei sollen weitere Verbesserungen der Parameterkombination angestrebt werden, auch im Hinblick auf die folgende Prägung von Kapillarstrukturen.

Die Prägung der Kapillarstrukturen soll mit Hilfe von 3D-gedruckten Prägewerkzeugen erfolgen. Die Dimensionierung von offenen Kapillaren unterliegt gewissen Einschränkungen, welche im Rahmen der Arbeit erfasst und dargestellt werden sollen. Für die Prägung sollen zunächst Versuche als Vollprägung ausgeführt werden, weil diese die Komplexität der Parameter geringhalten. Zur Optimierung der Prägetiefe sollen verschiedene Prägewerkzeuge produziert werden und auch hier eine optimale Kombination von Parametern hinsichtlich des Werkzeugs ermittelt werden. Die Kapillarstrukturen sollen nach dem Prägevorgang mit Hilfe eines Fließtests auf ihre Funktionalität hin untersucht werden. Weil eine erste Anwendung des Endproduktes mit menschlichem Blut stattfinden wird, soll weiterhin eine geeignete Testflüssigkeit zur Durchführung dieses Tests entwickelt werden. Ein Verschließen der Kapillaren soll zuletzt Aufschluss darüber geben, ob ein wesentlicher Unterschied zwischen offenen und geschlossenen Kapillarstrukturen besteht, welche mit Hilfe einer Prägung erzeugt worden sind.

Um im Kontext der vorliegenden Arbeit relevante Grundlagen aufzuzeigen, wurde zu verschiedenen Themen, die unter anderem das Verdrucken von Nanocellulose sowie die Herstellung von offenen Kapillarstrukturen in faserhaltigen Bedruckstoffen betreffen, eine Recherche durchgeführt. Die Ergebnisse dieser werden im folgenden *Kapitel 3* vorgestellt.

## 3 Theoretische Grundlagen

Im Folgenden werden die für die vorliegende Arbeit relevanten Grundlagen erläutert. Dazu werden zunächst verschiedene Begriffe im Zusammenhang mit Nanomaterialien eingeführt und definiert. Anschließend werden die Eigenschaften von Cellulose sowie die Herstellung und Eigenschaften von Nanocellulose vorgestellt. Außerdem werden einige Sachverhalte der Rheologie kurz dargelegt. Weiterhin werden die verwendeten konventionellen, direkten Druckverfahren Siebdruck, Tiefdruck und Flexodruck vorgestellt. Als Verfahren der Druckweiterverarbeitung wird außerdem das Prägen erläutert. Darüber hinaus ist der Aufbau und die Funktionalität von *Microfluidic Devices (MD)* relevant für die vorliegende Arbeit. Es werden verschiedene Geometrien von Kapillaren und deren Eigenschaften vorgestellt. Den Schluss des Kapitels bildet die Ultraschallmessung der Penetration von Wasser in Karton.

#### 3.1 Nanomaterial

Aufgrund der zentralen Relevanz des Begriffs Nanocellulose in dieser Arbeit ist es erforderlich, einige Begriffe im Zusammenhang mit Nanomaterial zu definieren. In den nachfolgenden Erläuterungen beschreibt die Vorsilbe Nano Objekte im Maßstab von etwa 1 nm bis 100 nm [9, S. 10]. Nanomaterial wird nach ISO 80004-1 in Nanoobjekte und nanostrukturiertes Material unterteilt *(siehe Abb. 3)*. Nanoobjekte bezeichnen Objekte, bei denen sich ein oder mehrere Außenmaße im Nanomaßstab befinden [9, S. 6]. Nanostrukturiertes Material hingegen beschreibt eine Oberfläche oder die innere Struktur eines Objektes im Nanomaßstab [9, S. 6]. Diese werden nur dann als nanostrukturiert bezeichnet, wenn die Oberfläche keine inhärent nanoskalierten Eigenschaften aufweist, sondern gezielt dahingehend verändert wurde [9, S. 7]. Die äußeren Maße eines nanostrukturierten Materials sind nicht notwendigerweise im Nanomaßstab.



Abb. 3 Einteilung von Nanomaterialien nach ISO 80004-1 [9]

Nanoobjekte können anhand ihrer Dimensionen in drei verschiedene Klassen eingeteilt werden. Sind bei dreidimensionaler Betrachtung eines Objektes drei der Außenmaße im Nanomaßstab, so wird dieses Objekt als Nanopartikel bezeichnet (*siehe Abb. 4a*). Befinden sich lediglich zwei von drei Außenmaßen im Nanomaßstab, so liegt eine Nanofaser vor (*siehe Abb. 4b*). Nanoplättchen beschreiben Nanoobjekte, welche nur eines der drei Außenmaße im Nanomaßstab aufweisen (*siehe Abb. 4c*) [9, S. 7].



Abb. 4 Klassifizierung von Nanoobjekten nach ISO 80004-1 [9]

### 3.2 Cellulose

Cellulose gilt als nahezu unerschöpflicher Biorohstoff mit bemerkenswerten chemischen und physikalischen Eigenschaften, welche den Einsatz in verschiedensten Materialien und Produkten ermöglichen [10]. Weltweit werden jährlich etwa 1,5 Billionen Tonnen dieses Biorohstoffs produziert [11]. Der Großteil wird aus Holzschliff gewonnen und in der Papier- und Kartonproduktion eingesetzt [11].

Auf struktureller Ebene ist Cellulose ein Polysaccharid, bestehend aus Anhydro- $\beta$ -D-Glucose-Einheiten (*AHG-Einheiten*) [10], [12, S. 50]. In einer Kette sind mehrere AHG-Einheiten alternierend um 180° gedreht und durch eine kovalente Bindung sowie zwei Wasserstoffbrückenbindungen miteinander zu einer Glucankette verbunden [12, S. 50]. Die intramolekularen Wasserstoffbrückenbindungen hindern die Moleküle daran, sich in sich zu verdrehen, was zu einer erhöhten Steifigkeit der Molekülkette beiträgt [13, S. 5]. Die kleinste Einheit einer sich wiederholenden Glucankette ist Anhydro-Cellobiose (*AHC*) (siehe Abb. 5) [12, S. 50].



Abb. 5 Anhydro-Cellobiose (AHC) als kleinste Einheit einer Glucankette mit einer Länge von etwa 1 nm [12, S. 50]

Cellulosefasern bestehen aus mehreren aneinander gelagerten Glucanketten, welche durch intermolekulare Wasserstoffbrückenbindungen miteinander verbunden sind [12, S. 51]. Dadurch, dass jede AHG-Einheit drei Hydroxylgruppen besitzt, hat die Kette die Fähigkeit, in Abhängigkeit der Anzahl der AHG-Einheiten eine große Anzahl von Wasserstoffbrückenbindungen zu benachbarten Molekülen auszubilden [10]. Gleichzeitig sorgen die Hydroxylgruppen für ein inhärent hydrophiles Verhalten der Cellulose [14].

Die Länge der Molekülketten kann durch den Polymerisationsgrad (*Degree of Polymerisation, DP*) beschrieben werden, welcher die durchschnittliche Anzahl der AHG-Einheiten in den Molekülketten angibt [12, S. 54]. Je nach Herkunft der Cellulose kann der DP stark variieren. Cellulosen, welche aus Holz extrahiert werden, weisen einen DP von bis zu 10.000 auf, während Cellulosen aus Baumwolle einen DP von bis zu 15.000 aufweisen können [10]. Je größer der DP ist, desto mehr intermolekulare Wasserstoffbrückenbindungen können zwischen den Molekülketten ausgebildet werden.

Des Weiteren besteht Cellulose aus kristallinen und amorphen Bereichen [15]. Die Verteilung und die Anordnung dieser Bereiche hängt vom Rohstoff der Cellulose und der Verarbeitung des Rohstoffes ab [15]. Es wurde festgestellt, dass Wasserstoffbrückenbindungen ausschließlich zwischen kristallinen Bereichen einzelner Molekülketten ausgebildet werden [16]. Die Hydroxylgruppen in amorphen Bereichen sind nicht durch Wasserstoffbrückenbindungen belegt und bieten somit eine Möglichkeit zur Reaktion bzw. Modifikation [16]. Durch chemische Nachbehandlung von Cellulose ist es möglich, den Grad der Kristallinität zu verändern [17].

#### 3.3 Nanocellulose

Der Begriff Nanocellulose (*NC*) umfasst eine Reihe von verschiedenen Cellulose Nanomaterialien (*CNM*). CNM bestehen überwiegend aus Cellulose und weisen entweder eine äußere Abmessung im Nanomaßstab auf oder bezeichnen ein Material mit Innen- oder Oberflächenstruktur im Nanobereich [18]. Analog zu der in *Abschnitt 3.1* beschriebenen Einteilung nach ISO 80004-1 ist auch hier eine Klassifizierung von CNM nach gleicher Terminologie in Anlehnung an ISO/TS 20477 möglich [18]. Diese Einteilung wird im TAPPI Standard WI 3021 aufgegriffen und ist in *Abb. 6* zu sehen [14].

Die Begriffe Cellulose Mikrofibrillen (*CMF*) und Cellulose Nanofibrillen (*CNF*) werden in der Literatur gelegentlich synonym verwendet, beschreiben jedoch zwei verschiedene Kategorien von Nanoobjekten mit unterschiedlichen Eigenschaften [10], [13, S. 11], [14]. Beide zählen nach ISO 80004-1 zu den Nanofasern (*siehe Abschnitt 3.1*).



Abb. 6 Klassifizierung von Cellulose Nanomaterial (CNM) nach TAPPI WI 3021 [14]

CMF enthalten mehrere Aggregate elementarer Nanocellulosefibrillen, während CNF nur aus einem dieser Aggregate in gestreckter Form bestehen [13, S. 11]. CNF weisen darüber hinaus kleinere Dimensionen als CMF auf *(siehe Abb. 6)*. Es existieren verschiedene Verfahren, um CNF aus CMF zu extrahieren [13, S. 13]. *Cellulose Mikrokristalle* befinden sich im Gegensatz zu *Cellulose Nanokristallen (CNC)* nicht im Nanomaßstab, sondern im Mikromaßstab.

#### 3.3.1 Cellulose Nanofibrillen (CNF)

CNF neigen dazu, aufgrund der höheren spezifischen Oberfläche im Vergleich zu Cellulosefasern, in Wasser bereits bei niedrigen Konzentrationen ein Gel zu bilden [13, S. 11]. Die theoretische spezifische Oberfläche von CNF beträgt etwa 50 bis 100 m²/g [13, S. 87]. Durch die hohe Anzahl von Hydroxylgruppen an der Oberfläche kann so eine hohe Anzahl von Wasserstoffbrückenbindungen mit den umliegenden Wassermolekülen eingegangen werden. Dies führt dazu, dass die Viskosität der Flüssigkeit steigt. Die gängigste Form der Herstellung von CNF ist die mechanische Delamination von Zellstoff mit Hilfe von Hochdruckhomogenisation (*HPH*). Diese kann ohne oder mit chemischer bzw. enzymatischer Vorbehandlung erfolgen [13, S. 11]. Im HPH-Verfahren wird in Wasser enthaltener Zellstoff unter hohem Druck von 50 bis 2000 MPa durch eine Öffnung gepresst [13, S. 13]. Diese weist je nach Viskosität der Flüssigkeit einen Durchmesser zwischen 5 und 20  $\mu$ m auf. In *Abb. 7* ist zu sehen, dass der Druck von der rechten Seite anliegt. Auf der linken Seite des Ventils herrscht der Umgebungsdruck [13, S. 14]. Aufgrund des Druckunterschieds zwischen beiden Seiten wird eine hohe Strömungsgeschwindigkeit erzielt [19]. Dadurch steigt in der Verengung der dynamische Druck der Flüssigkeit, während der statische Druck unterhalb des Dampfdrucks fällt [19]. Dies führt dazu, dass das Wasser in den gasförmigen Zustand übergeht. Es bilden sich Wasserdampfblasen, welche nach Verlassen der Verengung unter Normaldruck wieder kollabieren. Durch die Bildung und das Kollabieren der Blasen entstehen Kavitationen und Schockwellen [19], welche die Zerkleinerung der Fibrillenstruktur der Cellulose zur Folge haben [13, S. 14].



Abb. 7 Schematische Darstellung der Hochdruckhomogenisation zur Herstellung von CNF [13, S. 14]

Einer der Nachteile dieses Verfahrens liegt in dem hohen Energieverbrauch. Dieser kann durch eine chemische Vorbehandlung wie z.B. Hydrolyse reduziert werden [13, S. 14]. Weiterhin ist die Zerkleinerung der Zellstofffasern oft nicht ausreichend und die Verengung verstopft aufgrund von zu großen Fasern. Dies kann durch weitere mechanische Vorbehandlungen wie z.B. Mahlen oder Kryozerkleinern behoben werden [13, S. 14], was jedoch den Energieverbrauch durch einen weiteren Verarbeitungsschritt erneut steigert. Des Weiteren wird die kristalline Struktur der CNF durch dieses Verfahren beschädigt. Es existieren weitere Verfahren, um CNF aus Zellstoff zu extrahieren, die an dieser Stelle nicht näher betrachtet werden. Die Länge der CNF befindet sich meist im Mikrometerbereich [10], [13, S. 90], was aufgrund der Länge von AHC *(siehe Abschnitt 3.2)* einen DP von größer 1000 impliziert. Durch die mechanische Zerkleinerung von Cellulosematerialien sinkt der DP geringfügig [13, S. 87].

#### 3.3.2 Cellulose Nanokristalle (CNC)

Wie bereits in *Abschnitt 3.2* erwähnt, bestehen Cellulosefasern aus amorphen und kristallinen Bereichen (*siehe Abb. 8*). Durch ein Aufbrechen der Fasern an amorphen Bereichen entstehen CNC mit länglicher, stangenartiger Struktur [13, S. 12]. Dies wird unter anderem durch Hydrolyse mit hochkonzentrierten Säuren erreicht [10].



Abb. 8 Schematische Darstellung von amorphen und kristallinen Bereichen von Cellulose(a) und Cellulose Nanokristallen nach Hydrolyse (b) [13, S. 12]

Während der Hydrolyse reduziert sich der DP bis zu einem bestimmten Punkt erheblich, welcher je nach Herkunft der Cellulose und Länge der ursprünglichen Fasern einen spezifischen Wert besitzt [10]. Dieser Wert wird *Level-Off-DP (LODP)* genannt. Beispielsweise besitzt CNC aus Baumwolle einen LODP von 250, während Zellstoff aus Holz einen LODP von 140 – 200 erreicht [10]. Die resultierenden CNC weisen eine höhere Kristallinität als CNF auf, da die amorphen Bereiche weitestgehend eliminiert wurden [13, S. 90]. Aufgrund der höheren Kristallinität weisen CNC eine geringere Flexibilität als CNF auf [13, S. 11]. In der folgenden *Tab. 1* werden die zuvor beschriebenen Eigenschaften von CNF und CNC gegenübergestellt.

Eigenschaft	CNC	CNF
Länge in nm	100-500	≥1000
Durchmesser in nm	5-30	10-40
Kristallinität in %	72-80	50-65
Amorphizität in %	20-28	35-50
Spezifisches Gewicht in g/cm <sup>3</sup>	1,57-1,59	1,54-1,56
Spezifisches Volumen in cm <sup>3</sup> /g	0,63-0,64	0,64-0,65
Viskosität in Pa·s	ca. 1	ca. 10

Tab. 1 Gegenüberstellung der Eigenschaften von CNC und CNF, in Anlehnung an [13, S. 90]

#### 3.3.3 Carboxymethyl-Cellulose (CMC)

Eine mögliche Modifikation von NC ist die sogenannte *Carboxymethyl-Cellulose* (*CMC*). Es handelt sich um ein vielversprechendes Cellulose-Derivat und wird unter anderem in der Lebensmittel- und Kosmetikindustrie als Verdickungsmittel eingesetzt [20], [21]. Die Carboxymethylisation erfolgt durch die Behandlung von Cellulose mit Hilfe von Natriumhydroxid, wodurch die Cellulose zu Alkalicellulose umgewandelt wird [22]. Anschließend wird diese mit Chloressigsäure behandelt [22]. Während des Herstellprozesses werden die Hydroxylgruppen der AHG-Einheiten in den Celluloseketten graduell durch Carboxylgruppen ersetzt [23]. Der Grad der Substitution (Degree of Substitution, DS) kann theoretisch maximal 3 erreichen, weil jede AHG-Einheit über drei Hydroxylgruppen verfügt [24]. Im Herstellprozess spielen Zeit und Temperatur eine entscheidende Rolle um

Im Herstellprozess spielen Zeit und Temperatur eine entscheidende Rolle um den DS zu bestimmen, welcher die Eigenschaften des Endproduktes maßgeblich beeinflusst [21], [22]. Der DS von typischen CMC-Produkten variiert zwischen 0,4 und 1,5 [22]. Eine der Eigenschaften, die durch den DS beeinflusst werden, ist die Wasserlöslichkeit. Bei einem DS unter 0,4 ist CMC nicht wasserlöslich [21], bei DS > 0,6 zeigt CMC eine hohe Wasserlöslichkeit [24]. Liegt der DS unter 0,2 so bleibt der faserartige Charakter der Cellulose erhalten und das Material ist nicht wasserlöslich [24].

#### 3.4 Rheologie

In der vorliegenden Arbeit werden die Grundlagen der Rheologie vorausgesetzt. Erläutert werden nur über die allgemeinen Grundlagen hinausgehende Sachverhalte. Dazu zählen zum einen die Eigenschaften von Suspensionen mit Nanopartikeln sowie zum anderen das Fließverhalten von Bingham-Fluiden. Diese sind im Kontext der verwendeten NC relevant für die weiteren Erläuterungen.

#### 3.4.1 Eigenschaften von Suspensionen mit Nanopartikeln

CNF in Wasser bildet eine Suspension mit anisotropen Partikeln. Das Verhalten der Viskosität bei Scherung hängt von der Form, Konzentration und Seitenverhältnisse der Partikel in der Flüssigkeit ab [25, S. 22]. Es ist davon auszugehen, dass die Partikel im Ruhezustand ungeordnet in der Flüssigkeit verteilt sind (*siehe Abb. 9 links*). Durch eine Scherbewegung kann es zur Orientierung dieser kommen (*siehe Abb. 9 rechts*) [25, S. 21]. Dadurch kann das Fluid scherverdünnende Eigenschaften aufweisen [26].



Abb. 9 Links: Anisotrope Partikel im ungescherten Zustand ohne erkennbare Orientierung, Rechts: Unter Scherbelastung zeigen anisotrope Partikel eine entsprechende Orientierung [25, S. 21]

#### 3.4.2 Bingham-Fluide

Bingham-Fluide besitzen eine Fließgrenze  $\tau_0$ , welche eine mindest-Schubspannung beschreibt, die notwendig ist, um eine Verformung des Fluids zu erreichen. Unterhalb dieser Fließgrenze findet keine Deformation des Fluids statt [27, S. 34]. Die Ursachen für eine Fließgrenze liegen in der Regel bei intermolekularen Wechselwirkungen, welche ein Netzwerk innerhalb des Fluids aufbauen [28, S. 57]. Bei geringen Scherbelastungen liegt so eine festkörperartige Struktur vor. Fließgrenzen sind jedoch keine Stoffkonstanten, sondern sind von der Methode der Bestimmung sowie der Messmethode abhängig [28, S. 56], [29, S. 86]. Bei Betrachtung der nachfolgenden *Gl. 3-1* und *Gl. 3-2* zeigt sich, dass die Viskosität von Bingham-Fluiden bei sehr kleiner Scherbelastung gegen unendlich geht. Bei sehr großer Scherbelastung nähert sich die dynamische Viskosität der binghamschen Grenzviskosität  $\eta_B$  an, welche zum Vergleich von Fluiden herangezogen werden kann [27, S. 34].

$$\lim_{\gamma \to 0} \eta = \infty \tag{3-1}$$

$$\lim_{\gamma \to \infty} \eta = \eta_B \tag{3-2}$$

In der folgenden *Abb. 10* wird der typische Verlauf der Viskositäts- und Schubspannungskurve eines Bingham-Fluids gezeigt. Es zeigt sich, dass  $\eta_B$  sowohl aus der Steigung der Schubspannung als auch aus dem Grenzwert der Viskosität abgeleitet werden kann [27, S. 35], [29, S. 49].



**Abb. 10** Links: Schubspannung über Schergeschwindigkeit,  $\eta_B$  lässt sich aus der Steigung und  $\tau_0$  aus dem Achsenabschnitt der Ordinate bestimmen. Rechts: Dynamische Viskosität  $\eta$  über Schergeschwindigkeit, die Viskosität nähert sich mit steigender Schergeschwindigkeit  $\eta_B$  an. [27, S. 35]

Die Fließgrenze  $\tau_0$  kann aus dem Schnittpunkt der Schubspannung mit der Ordinate bestimmt werden (*siehe Abb. 10*). Eine genauere Methode zur Bestimmung der Fließgrenze ist die Bestimmung des Grenzpunktes zwischen dem linear-elastischen und viskosen Fließbereich [28, S. 103]. Dazu wird mit Hilfe eines Viskosimeters eine konstant steigende Schubspannung vorgegeben und die Schergeschwindigkeit  $\gamma$ erfasst. Durch doppelt logarithmische Darstellung ergibt sich ein Verlauf mit Knick, wie in *Abb. 11* zu sehen. Anschließend wird eine Ausgleichsgerade im linear-elastischen Bereich erzeugt. Der letzte Wert von  $\tau$ , der zum Signifikanzniveau  $\alpha = 0,05$ noch nicht signifikant von der Ausgleichsgerade hin zum viskosen Bereich abweicht, wird als  $\tau_0$  angenommen [28, S. 104].



 Abb. 11 Doppelt logarithmische Darstellung von Schubspannung und Schergeschwindigkeit. Links der gestrichelten Linie liegt der linear-elastische Bereich, rechts davon der viskose Fließbereich. Die Fließgrenze τ0 entspricht dem letzten Wert, der mit α = 0,05 noch nicht signifkant von der Ausgleichsgeraden abweicht. In Anlehnung an [28, S. 103]

Um die Viskosität eines Fluids bei einer bestimmten Schergeschwindigkeit vorherzusagen, kann mit Hilfe des Bingham-Modells eine Berechnung vorgenommen werden. Dazu wird die folgende *Gl. 3-3* herangezogen und die bestimmten Werte von  $\eta_{\rm B}$ und  $\tau_0$  eingesetzt [27, S. 34]. Auch die Schubspannung  $\tau$  kann mit Hilfe von *Gl. 3-4* bestimmt werden [27, S. 34], [29, S. 49].

$$\eta = \frac{\tau_0}{\gamma} + \eta_B \tag{3-3}$$

 $\tau = \tau_0 + \eta_B \cdot \gamma \tag{3-4}$ 

#### 3.5 Druckverfahren

Weil in der vorliegenden Arbeit mit den konventionellen direkten Druckverfahren Sieb-, Tief- und Flexodruck gearbeitet wird, ist es notwendig, eine kurze Einführung in diese Technologien sowie einige verfahrensspezifische Besonderheiten zu geben. Nachfolgend werden diese drei Druckverfahren vorgestellt. Zusätzlich werden jeweils die rheologischen Eigenschaften der hierbei typischerweise verwendeten Druckfarben angesprochen.

#### 3.5.1 Siebdruck

Das Siebdruckverfahren ist ein direktes Durchdruckverfahren, bei dem eine Schablone als Druckform zum Einsatz kommt [30, S. 57]. Diese Schablone besteht in der Regel aus einem auf ein Aluminiumrahmen gespanntes Siebgewebe, welches durch den Einsatz von UV-lichtempfindlichen Kopierschichten strukturiert wird [30, S. 57]. Nicht-druckende Bereiche werden durch die Kopierschicht fest verschlossen während druckende Bereiche nach einer UV-Belichtung wieder ausgewaschen werden und danach farbdurchlässig sind [31, S. 504].

Während des Druckprozesses wird die Druckfarbe auf das Sieb aufgetragen und mit Hilfe einer Flutrakel verteilt [32, S. 123]. Anschließend wird das Sieb über dem Bedruckstoff abgesenkt. Der verbleibende Abstand zwischen Sieb und Bedruckstoff wird Siebabsprung genannt *(siehe Abb. 12)* [32, S. 123]. Die Druckrakel wird horizontal über die Druckform bewegt, drückt diese herunter und die Farbe hindurch auf den Bedruckstoff [30, S. 59].



Abb. 12 Schematische Darstellung des Siebdruckverfahrens mit flacher Druckform In Anlehnung an [32, S. 123]

Die Vorteile des Siebdrucks liegen in der enorm hohen Farbschichtdicke, welche mit Hilfe der Siebdruckformen übertragen werden kann. Diese beträgt je nach Sieb bis zu 100  $\mu$ m [30, S. 59]. Von der zu erreichenden Farbschichtdicke und der Siebfeinheit ist die Viskosität  $\eta$  der eingesetzten Druckfarben abhängig [30, S. 145]. Diese beträgt je nach Anwendung zwischen 0,5 und 50 Pa·s [33]. Im Zusammenhang zu den rheologischen Eigenschaften der Druckfarbe werden die folgenden Gleichungen genutzt, um die Schergeschwindigkeit während des Druckprozesses sowie allgemeine Kenngrößen des Siebdrucks zu berechnen [25, S. 27]. Dazu wird zunächst anhand der Siebkenngrößen Drahtdicke *d* und Feinheit *n* die Maschenweite *w*, welche in *Gl.* 3-5 dargestellt wird, berechnet [34].

$$w = \frac{10^4 - n \cdot d}{n} \tag{3-5}$$

Durch die Addition von Drahtdicke d und Maschenweite w kann die Teilung t berechnet werden [34]. Diese wird benötigt, um die prozentual offene Siebfläche  $a_0$  anhand von *Gl.* 3-6 zu berechnen [32, S. 77].

$$a_0 = \frac{w^2}{t^2} \cdot 100\% \tag{3-6}$$

Mit Hilfe der Gewebedicke D in µm, welche ebenfalls zu den Siebkenngrößen gehört, kann das theoretische Farbvolumen  $V_{th}$  in cm<sup>3</sup>/m<sup>2</sup> berechnet werden [32, S. 77]. Dieses entspricht betragsmäßig der theoretischen Nassfarbschichtdicke  $SD_{th}$  in µm [32, S. 78]. Die Berechnung erfolgt an Hand der folgenden *Gl. 3-7* [34].

$$V_{th} = \frac{a_0}{100\%} \cdot D$$
(3-7)

Anschließend wird mit Hilfe von *Gl. 3-8* die Zeit  $t_s$ , welche die Druckfarbe benötigt, um die Öffnung der Druckform zu passieren, berechnet [25, S. 27]. Diese ist abhängig von der Rakelgeschwindigkeit  $v_p$  und der Maschenweite w.

$$t_s = \frac{w}{v_R} \tag{3-8}$$

Die Geschwindigkeit  $v_s$ , mit welcher die Druckfarbe durch ein Sieb gedrückt wird, hängt von der Siebdurchgangszeit  $t_s$  ab und wird mit Hilfe von *Gl. 3-9* berechnet [25, S. 27].

$$v_s = \frac{SD_{1h}}{t_s} \tag{3-9}$$

Durch Zusammensetzung der zuvor beschriebenen Gleichungen kann eine Abschätzung der Schergeschwindigkeit y mit Hilfe der folgenden *Gl. 3-10* erfolgen [25, S. 27].

$$\gamma = \frac{v_s}{\frac{1}{2} \cdot w} \tag{3-10}$$

Die Schergeschwindigkeit hängt somit von der Rakelgeschwindigkeit  $v_{R}$  und dem eingesetzten Siebgewebe ab. Je nach Parametern können im Druckprozess Schergeschwindigkeiten von 100 s<sup>-1</sup> bis mehreren 1000 s<sup>-1</sup> erreicht werden [25, S. 28].

#### 3.5.2 Tiefdruck

Im Rakeltiefdruck erfolgt die Farbübertragung durch Befüllung und Entleerung von Näpfchen auf einer zylindrischen Druckform [33]. Druckende Bereiche liegen tiefer als nicht-druckende Bereiche [31, S. 475]. Das Befüllen der Näpfchen erfolgt durch Tauchen der Druckform in eine Farbwanne sowie das anschließende entfernen überschüssiger Farbe mit Hilfe einer Stahlrakel [30, S. 49]. Die anschließende Entleerung erfolgt durch hohen Anpressdruck der Druckform zum Bedruckstoff *(siehe Abb. 13)* [30, S. 49].


Abb. 13 Schematische Darstellung des Tiefdruckverfahrens [30, S. 49]

Je nach Herstellverfahren der Druckform sind die Näpfchen flächen- und oder tiefenvariabel, wodurch Farbverläufe im Druckbild dargestellt werden können [30, S. 376]. Damit die Farbübertragung, wie in *Abb. 13* gezeigt, stattfinden kann, ist eine niedrigviskose Druckfarbe erforderlich. Typische Viskositäten im Tiefdruck liegen zwischen 0,01 und 0,2 Pa·s [30, S. 142].

### 3.5.3 Flexodruck

Der Flexodruck ist ein direktes Hochdruckverfahren mit flexibler Druckform [31, S. 459]. Druckende Bereiche liegen höher als nicht-druckende Bereiche und werden mit Hilfe einer Rasterwalze eingefärbt [30, S. 48]. Während eine Tiefdruckform durch unterschiedliche Näpfchengeometrie strukturiert ist, unterliegen im Flexodruck sämtliche Näpfchen der Rasterwalze derselben Geometrie [30, S. 48]. Die Befüllung und Entleerung der Näpfchen der Rasterwalze erfolgt analog zum Tiefdruck, jedoch wird der Inhalt der Näpfchen nicht auf den Bedruckstoff, sondern auf die Druckform übertragen. Anschließend erfolgt durch Farbspaltung die Übertragung auf den Bedruckstoff (*siehe Abb. 14*) [30, S. 48].



Abb. 14 Schematische Darstellung des Flexodruckverfahrens [30, S. 48]

Auch in diesem Druckverfahren sind Druckfarben mit geringen Viskositäten erforderlich, jedoch liegen diese typischerweise im Bereich von 0,05 bis 0,5 Pa·s und sind somit geringfügig hochviskoser als Tiefdruckfarben [30, S. 144].

### 3.6 Prägen

Das Prägen gehört nach der Normenreihe DIN 8580 zu dem Druckumformen. Hierbei wird mit Hilfe von Prägewerkzeugen unter dem Einfluss von Druck, Temperatur und Zeit eine Struktur in ein Werkstück geprägt [35, S. 449]. Vollprägen beschreibt die partielle Verdichtung von Bedruckstoff mit Hilfe einer Patrize und einem flachen Gegenstück [35, S. 450]. Das Werkstück wird lokal komprimiert, sodass die Gesamtdicke  $D_{g}$  sich gegenüber der Ausgangsdicke  $D_{g}$  nicht ändert (*siehe Abb. 15*). Nur in lokal komprimierten Bereichen des Werkstücks wird  $D_{g}$  um den Betrag der Prägetiefe  $D_{g}$  gegenüber  $D_{g}$  reduziert.



Abb. 15 Schematische Darstellung einer Vollprägung mit Bemaßung, in Anlehnung an [35, S. 451]

Relief- bzw. Hohlprägen beschreibt das Erzeugen von zweiseitigen dreidimensionalen Verformungen eines Werkstücks mit Hilfe von Patrize und Matrize [35, S. 451]. Dabei wird das Werkstück durch gleichzeitige Verdichtung und Dehnung ausgeformt und  $D_o$  um den Betrag  $\Delta D$  erhöht (*siehe Abb. 16*). Auf der Seite der Patrize wird die Prägetiefe  $D_p$  angegeben. Durch die stärkere Belastung des Werkstückes kann es beim Reliefprägen von Karton eher zu Rissen und Beschädigungen der Oberfläche kommen.



Abb. 16 Schematische Darstellung einer Reliefprägung mit Bemaßung, in Anlehnung an [35, S. 451]

Das Werkstück unterliegt während des Druckumformens elastischer und plastischer Verformung, woraus ein gewisser Anteil von Rückschwellung nach dem Entfernen des Prägewerkzeugs resultiert [36, S. 140]. Papier und Karton können je nach Materialzusammensetzung auf etwa 50 % der Ausgangsdicke  $D_o$  komprimiert werden [37, S. 140]. Ein typischer Wert für die Rückschwellung liegt bei etwa 20 % [36, S. 140]. Aufgrund dessen ist der Betrag der Prägetiefe  $D_p$  in der Regel geringer als der Betrag der Reliefhöhe *h* des Prägewerkzeugs.

### 3.7 Microfluidic Devices und Kapillaren

Die sogenannten *Microfluidic Devices (MD)* bezeichnen Apparaturen, mit welchen kleinste Mengen von Fluiden in Kanälen von einigen zehn bis einigen hundert Mikrometern Durchmessern transportiert werden können, um diese zu manipulieren oder zu analysieren [38], [39]. Typische Forschungsgebiete sind hierbei die biologische und chemische Analyse von Fluiden sowie die Kühlung von integrierten Schaltkreisen [40]. Durch das Nutzen von kleinsten Mengen an Fluiden sowie kleineren Dimensionen zur Analyse dieser besteht ein enormes Potenzial zur Kostenreduzierung gegenüber herkömmlichen Analysegeräten [40]. Meist sind MD günstig in der Herstellung und können so als Einwegprodukt gestaltet werden, was das Risiko einer Kreuz-Kontamination zwischen einzelnen Tests reduziert [40]. Zur Herstellung kommen, je nach Material, verschiedenste Verfahren zum Einsatz, darunter Siebdruck, Heißprägen, Fotolithografie oder 3D-Druck [41]. Typische MD werden auch als *Lab on a Chip* [41] oder *Microfluidic Analy*sis *Chip* bezeichnet [40]. Die Bezeichnung *Micro Total Analysis System (\muTAS*) bezeichnet einen Chip mit der Fähigkeit, biomedizinische Analysen ohne externe Eingriffe durchzuführen [40]. Diese können vor allem als POCT ortsunabhängig eingesetzt werden [40], [41]. Weiterhin wird der Begriff *Paper-based Microfluidic Analytical Device (\muPAD)* für papierbasierte MD verwendet [41]. Hier wird ein Fluid mit Hilfe der Kapillarkräfte von saugfähigem Papier transportiert. Für die Steuerung der Richtung werden Teile des hydrophilen Papiers mit hydrophoben Bereichen versehen. So entsteht eine Struktur, welche den Kapillarfluss innerhalb des Papiers begrenzt [41]. Die Herstelltechniken zur Hydrophobierung des Papiers reichen von Fotolithografie bis hin zu Flexo- und Siebdruck [41].

Unabhängig von der Art des MD liegen Kapillaren für den Transport von Fluiden vor, in welchen laminare Strömungsverhältnisse auftreten [38], [41], [42, S. 29]. Der Vorteil laminarer Strömung in MD liegt in der hohen Präzision, mit welcher Fluide manipuliert werden können [43]. Eine laminare Strömung liegt vor, wenn die Reynoldszahl *Re* kleiner 2300 ist [44, S. 99]. Ist *Re* größer, so liegt in der Regel eine turbulente Strömung vor. Die meisten MD sind so dimensioniert, dass die charakteristische Längen *L* sehr klein sind. Dies ergibt in der Regel eine Reynoldszahl von < 1, sodass eine laminare Strömung vorliegt [43]. Das bedeutet, dass die viskosen Kräfte vorherrschend sind und die Strömungsgeschwindigkeit v vom Gleichgewicht zwischen Oberflächenspannung und des viskosen Widerstandes des Fluids abhängt [41]. Außerdem bedeutet dies, dass die Trägheit des Fluids in MD vernachlässigt werden kann [42, S. 29]. Die Berechnung von Re erfolgt anhand der folgenden *Gl. 3-11* mit Hilfe der kinematischen Viskosität v.

$$Re = \frac{v \cdot L}{v} \tag{3-11}$$

Einige MD transportieren Flüssigkeiten mit Hilfe von externen Pumpen [39], andere nutzen passive Mechanismen wie Kapillarität und Oberflächenspannung [45]. Letz-teres wird vor allem bei  $\mu$ PADs ausgenutzt [42, S. 14]. Spontaner Kapillarfluss in Kanälen eines MD hängt wesentlich vom Kontaktwinkel einer Flüssigkeit und der Geometrie des Kanals ab [42, S. 4], [46]. Nachfolgend werden die Voraussetzungen für spontanen Kapillarfluss in verschiedenen Geometrien offener und geschlossener Kapillaren vorgestellt. Im Rahmen dieser Arbeit kommen keine externen Pumpen für MD zum Einsatz, daher werden diese nicht näher betrachtet.

### 3.7.1 Geschlossene Kapillaren

Geschlossene Kapillaren bezeichnen Tunnel, welche einen Eingang und einen Ausgang besitzen und ansonsten von allen Seiten verschlossen sind. Mit Hilfe der *Washburn-Gleichung* kann die Distanz *l*, welche eine Flüssigkeit in einer zylindrischen Kapillare über die Zeit *t* zurücklegt, berechnet werden [42, S. 29]. Die Berechnung erfolgt anhand der folgenden *Gl. 3-12*.

$$l = \sqrt{\frac{\sigma \cdot \cos(\theta) \cdot R \cdot t}{2 \cdot \eta}}$$
(3-12)

Für die Berechnung wird die Oberflächenspannung  $\sigma$  sowie die Viskosität  $\eta$  der Flüssigkeit benötigt. Außerdem wird der Radius *R* der Kapillare und der Kontaktwinkel  $\theta$ zur Berechnung benötigt. Aus der *Washburn-Gleichung* lässt sich mit Hilfe von *Re* die Strömungsgeschwindigkeit  $\nu$  ableiten. Da jedoch nicht alle Kapillaren zylindrisch sind, gilt diese Gleichung nicht für alle Formen von Kapillaren [47]. Abhängig von der Kanalgeometrie lassen sich unterschiedliche Variationen der *Washburn-Gleichung* für geschlossene Kapillaren ableiten, welche an dieser Stelle nicht näher betrachtet werden [42, S. 30], [47], [48].

Um eine Vorhersage darüber zu treffen, ob es in einer geschlossenen Kapillare zu spontanem Kapillarfluss kommt oder nicht, lässt sich der Kontaktwinkel heranziehen [46]. Solange die Oberfläche des Kanals hydrophile Eigenschaften aufweist und eine Benetzung stattfindet, das heißt der Kontaktwinkel  $\theta < 90^{\circ}$  ist, kann spontaner Kapillarfluss in der Kapillare stattfinden [46]. Da MD oft durch das Ätzen von Kanälen und das anschließende Verschließen mit Hilfe einer Folie oder einem anderen Material hergestellt werden, kommt es häufig vor, dass die Wände einer Kapillare unterschiedliche Kontaktwinkel aufweisen [42, S. 23]. Um eine Vorhersage über das Auftreten von spontanem Kapillarfluss in einer Kapillare mit mehr als einer Oberfläche zu treffen, kann der *Cassie-Kontaktwinkel*  $\theta^*$  eingesetzt werden [42, S. 27], [46]. Dieser wird mit Hilfe der einzelnen Kontaktwinkel  $\theta$  sowie des Anteils der jeweiligen Fläche *f* im Kanal berechnet und wird in *Gl. 3-13* dargestellt. Hier gilt ebenfalls: solange  $\theta^* < 90^{\circ}$  ist, ist davon auszugehen, dass spontaner Kapillarfluss auftritt [46]. Diese Bedingung ist ebenfalls für offene Kapillaren anwendbar.

$$\cos(\theta^*) = \sum_{i} (\cos(\theta_i) f_i)$$
(3-13)

#### 3.7.2 Offene Kapillaren

Als offene Kapillaren werden solche bezeichnet, die nicht vollständig geschlossen sind und über ihre gesamte Länge einen Kontakt zur Luft besitzen [42, S. 17]. Der Vorteil von offenen Systemen liegt in der Zugänglichkeit der Kapillaren [42, S. 3]. Weiterhin ist durch die offene Struktur kein transparentes Material zur Beobachtung notwendig. Ein weiterer Vorteil liegt in der Vermeidung von Luftblasen, was bei geschlossenen Kapillarsystemen oft zu Problemen führt [42, S. 3]. Rechteckige Kanäle sind aufgrund der Einfachheit der Fertigung die am häufigsten vorkommende Geometrie in MD [42, S. 5]. Generell unterliegen offene Kanäle komplexeren Bedingungen für spontanen Kapillarfluss als geschlossene Kapillaren [42, S. 28], [49]. Die Komplexität wird zudem durch eventuelle Verdunstung, welche aufgrund des Kontakts der Flüssigkeit mit der Luft vorliegen kann, erhöht [49]. Die von *J. Berthier* [42] ermittelte universelle Bedingung für spontanen Kapillarfluss wird in *Gl. 3-14*  dargestellt. Das Verhältnis  $\varepsilon$  zwischen benetzter Länge  $S_{\omega}$  und offener Länge  $S_{f}$  des Umfangs einer Kapillare muss für spontanen Kapillarfluss kleiner sein als der Kosinus des Kontaktwinkels  $\theta$  [42, S. 20].

$$\varepsilon = \frac{s_f}{s_w} < \cos \theta \tag{3-14}$$

Gleiches gilt bei einer offenen Kapillare aus mehreren Materialien analog zu geschlossenen Kapillaren mit dem *Cassie-Kontaktwinkel*  $\theta^*$ . Darüber hinaus lässt sich die Bedingung der geschlossenen Kapillaren, welche in *Abschnitt* 3.7.1 bereits erläutert wurde, ebenfalls für offene Kapillaren anwenden [46]. Aus den beiden genannten Bedingungen lassen sich spezielle Bedingungen für verschiedene Kanalgeometrien ableiten, welche in *Anhang A* aufgezeigt werden [42, S. 28]. Tatsächlich hergestellte Kanäle in MD entsprechen jedoch nicht immer der Modellvorstellung. Die scharfen Kanten, welche an den verschiedenen Kanalgeometrien in *Anhang A* gezeigt werden, sind in Realität meist abgerundet und behindern so den Kapillarfluss [42, S. 63]. Dies resultiert darin, dass ein kleinerer Kontaktwinkel benötigt wird, um die Bedingung des spontanen Kapillarflusses zu erfüllen [42, S. 65].

Aus der in *Anhang A* dargestellten Gleichung für die Bedingung in einem rechteckigen Kanal wird durch das Hinzufügen eines Radius am Boden des Rechtecks die folgende *Gl. 3-15 (siehe Abb. 17)* [42, S. 65].



Abb. 17 Veränderung des Kanalquerschnitts eines Rechteckprofils (links) mit Abrundungen am Boden (rechts), in Anlehnung an [42, S. 64]

### 3.8 Ultraschallmessung des Penetrationsverhaltens

Bei der Bestimmung des Penetrationsverhaltens mit Hilfe von Ultraschall wird der zeitliche Verlauf der Benetzung und des Eindringens von Flüssigkeit in Karton bestimmt [36, S. 269]. Dazu wird eine Probe mit doppelseitigem Klebeband auf einen Träger fixiert, sehr schnell in eine Flüssigkeit getaucht und die zeitliche Änderung der Intensität eines Ultraschallsignals, welches die Probe durchquert, erfasst [50, S. 30], [51]. Als Testflüssigkeit wird in der Regel Wasser verwendet [50, S. 30]. In *Abb. 18* ist zu sehen, dass die Probe zwischen Ultraschallsender und -empfänger in einem Flüssigkeitsbehälter platziert wird.



Abb. 18 Schematische Darstellung des Messprinzips der Ultraschallmessung des Penetrationsverhaltens von Flüssigkeit in Faserwerkstoffen, in Anlehnung an [50, S. 31]

Die Ultraschallmessung selbst ist nur begrenzt aussagefähig [52, S. 109]. Die Zuordnung von Materialeigenschaften zu bestimmten Kurvenverläufen stellt meist eine Herausforderung dar und ist nur in Einzelfällen möglich [52, S. 112]. Lokale Unregelmäßigkeiten wie Luftblasen im Strich oder Partikel an der Oberfläche können den Verlauf der Kurve beeinflussen [52, S. 112]. Allerdings können Ergebnisse der Messungen für vergleichende Untersuchungen herangezogen werden [36, S. 269]. Anhand des zeitlichen Verlaufs der Intensität des Messsignals lassen sich verschiedene Werte ableiten. In *Abb. 19* ist ein typischer Verlauf einer Intensitätskurve zu sehen.



Abb. 19 Typischer Kurvenverlauf einer Ultraschallmessung des Penetrationsverhaltens, in Anlehnung an [50, S. 33]

Zu Beginn der Messung steigt die Intensität bis zu einem Maximum, was auf Benetzungsvorgänge zwischen Flüssigkeit und Probenoberfläche zurückzuführen ist [52, S. 109], da die in den Poren der Oberfläche eingelagerte Luft zunächst verdrängt wird [50, S. 32]. Die Dauer des Benetzungsvorgangs bzw. die Zeit bis zum Maximum  $t_{max}$  hängt von der Rauheit der Probenoberfläche ab [52, S. 109]. Je rauer diese Oberfläche ist, desto geringer ist der Anfangswert des Messsignals [52, S. 109]. Bei sehr guter Benetzung entfällt die Benetzungsphase und die Intensität des Messsignals beginnt sofort zu sinken. Weiterhin kann hier als Kenngröße das Maß der Benetzungsphase W aus dem Flächeninhalt über der Kurve errechnet werden.

In der auf die Benetzungsphase folgende Penetrationsphase dringt die Flüssigkeit in das Fasergefüge der Probe ein, was dazu führt, dass der Verlauf der Intensitätskurve nach  $t_{max}$  sinkt [50, S. 32]. Dadurch, dass die Lufteinschlüsse im Fasergefüge aufgrund der komplexen Struktur nicht verdrängt werden können, sondern in immer kleiner werdende Bläschen zerteilt werden, kommt es zur *Rayleigh-Streuung*. Aufgrund dessen sinkt die Intensität am Empfänger [51]. Die Geschwindigkeit, mit der die Kurve nach dem Scheitelpunkt der Kurve sinkt, lässt sich bewerten. Zu diesem Zweck kann die Zeit  $t_{95}$  bis zum Erreichen von 95 % des Maximums beim Sinkvorgang erfasst werden [51]. Zusätzlich kann der Absorptionswert  $A_{30}$  nach 30 s Messdauer bestimmt und zu Vergleichszwecken herangezogen werden [51]. Dieser wird anhand des Flächeninhalts über der Kurve bis zum entsprechenden Zeitpunkt berechnet.

# 4 Materialien

Die verwendeten Materialien wurden zum Großteil durch die *HTWK Leipzig* zur Verfügung gestellt. Die in *Abschnitt 4.1* beschriebene Nanocellulose wurde von dem schwedischen Unternehmen *RISE* zur Verfügung gestellt.

## 4.1 Nanocellulose

Bei der NC handelt es sich um CNF in Wasser. Es wurden drei verschiedene Konzentrationen in unterschiedlichen Mengen zur Verfügung gestellt: 1 L 0,5 wt%, 1 L 1,0 wt% und 0,25 L 2,0 wt% (*siehe Abb. 20*). Im weiteren Verlauf der Arbeit werden die verschiedenen Fluide als  $CNF_{0,5}$ ,  $CNF_1$  und  $CNF_2$  referenziert. Alle CNF wurden mit einer Carboxymethylisation vorbehandelt wobei ein DS von 0,1 bis 0,2 erreicht wurde [53]. Damit war die Substanz nicht wasserlöslich und besaß einen faserigen Charakter (*siehe Abschnitt 3.3.3*). Die CNF bestehen aus 20 und mehr Celluloselosemolekülketten, wobei der DP unbekannt war [53]. Nach Angaben des Herstellers waren die zu erwartenden Dimensionen der Partikel weit gestreut. Es war mit Durchmessern zwischen dem einstelligen Nanometerbereich bis hin zum Mikrometerbereich und mit Längen zwischen 200 nm und 1 mm zu rechnen [53].



**Abb. 20** Nanocellulose in drei Konzentrationen, zur Verfügung gestellt von RISE Schweden Links: CNF<sub>0.5</sub> Mitte: CNF<sub>1</sub>, Rechts: CNF<sub>2</sub>

## 4.2 Druckformen

Für den Siebdruck wurden zunächst zwei bereits vorhandene Siebe mit unterschiedlichen Gewebeeigenschaften ausgewählt. Es handelte sich um zwei PET-Siebe mit den Bezeichnungen 140T und 21-140. Die Grundeigenschaften sowie die daraus abgeleiteten Eigenschaften wie das theoretische Farbvolumen  $V_{th}$  und die theoretische Nassschichtdicke  $SD_{th}$  sind in Tab. 2 gelistet.

Druckform	d in µm	n in cm-1	w in µm	V <sub>th</sub> in cm <sup>3</sup> /m <sup>2</sup>	SD <sub>th</sub> in µm
140 T	34	140	37,4	15	15
21-140	160	21	316,2	112	112

Tab. 2 Eingesetzte Siebdruckformen mit Grundeigenschaften und abgeleiteten Eigenschaften

Die Druckformen wurden ausgewählt, um zwei Extreme der Schichtdicke abzubilden. Während das Sieb 21-140 eine  $SD_{th}$  von 112 µm aufweist, weist das 140T Sieb lediglich eine  $SD_{th}$  von 10 µm auf. Somit konnten die unterschiedlichen Schichtdicken und ihre Eigenschaften untersucht werden.

Die im Flexodruck eingesetzten Rasterwalzen wurden gleichermaßen im Tiefdruck als Druckform eingesetzt. In der nachfolgenden *Tab. 3* sind relevante Kennwerte der Rasterwalzen dargestellt. Hier wurde analog zum Siebdruck eine Rasterwalze mit hohem und eine mit niedrigem Schöpfvolumen ausgewählt.

Tab. 3 Eingesetzte Rasterwalzen für Tief- und Flexodruck

Rasterwalze	Linien pro cm	Übertrag in ml/m²	
402-421	60	28	
402-410	140	10	

### 4.3 Bedruckstoff

Für Druck- und Prägeversuche wurden drei verschiedene Kartonsorten eingesetzt, welche regelmäßig an der *HTWK* für Prägungen zum Einsatz kommen und in ausreichender Menge vorhanden waren. Bei allen drei Sorten handelte es sich um Primärfaserkarton. Auf den Einsatz von Karton mit Sekundärfasern wurde verzichtet, da das Endprodukt unter Umständen durch Fremdstoffe aus dem Recyclingprozess negativ beeinflusst werden könnte. Die Eigenschaften der eingesetzten Sorten sind in *Tab. 4* dargestellt und werden im weiteren Verlauf der Arbeit nach interner Nummerierung der HTWK referenziert.

Nr.	Bezeichnung	Oberfläche	Flächenbezogene Masse (g/m²)	Dicke (µm)	Kompressibilität (%)
B4	Incada Exel	gestrichen	325	529	62,0
B7	Performa Bright	gestrichen	320	550	61,3
B8	Trayforma	ungestri- chen	350	452	unbekannt

Tab. 4 Eingesetzte Kartonsorten und ihre Eigenschaften

Die gestrichenen Kartonsorten wurden ausgewählt, weil vermutet wurde, dass die hydrophile NC bei ungestrichenem Karton dafür sorgt, dass Flüssigkeit leichter in das Fasergefüge dringt. Karton B4 besitzt das größte Volumen und erlaubt so eine möglichst große Prägetiefe, was der Erzeugung von Kapillarstrukturen begünstigen sollte. Zum Vergleich wurde der Karton B7 ausgewählt. Dieser besitzt sehr ähnliche Eigenschaften wie B4, wird jedoch von einem anderen Hersteller produziert. B8 wurde als ungestrichene Alternative ausgewählt, um festzustellen, inwieweit der fehlende Strich die Kapillarfunktion beeinflusst.

# 5 Rheologische Untersuchungen der Nanocellulose

Nachfolgend wird zunächst die Vorgehensweise während der rheologischen Untersuchungen zu Viskosität und Strukturerholung der Fluide beschrieben. Im Anschluss werden die Ergebnisse vorgestellt und ausgewertet, da diese für den weiteren Verlauf der Arbeit relevant sind.

### 5.1 Vorgehensweise

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde NC in konventionellen direkten Druckverfahren verdruckt, daher wurde diese wie eine neuartige Druckfarbe behandelt und entsprechend rheologisch untersucht. Die drei Fluide wurden mit Hilfe eines *Anton Paar MCR 102e* Rotationsviskosimeters analysiert. Alle nachfolgend beschriebenen Versuche wurden bei 23 °C und 55 % rel. Luftfeuchte sowie mit Hilfe eines *CP50-1* Kegels bei Kegel-Platte Geometrie durchgeführt.

### 5.1.1 Viskositätsmessung

Aufgrund der Struktur der Fluide war davon auszugehen, dass diese ein scherverdünnendes Verhalten aufweisen. Daher wurde zunächst eine Abschätzung über die zu erwartenden Schergeschwindigkeiten in den in Abschnitt 3.5 erläuterten Druckverfahren getroffen. Weil alle Versuche im Labormaßstab mit geringen Druckgeschwindigkeiten durchgeführt wurden, konnten diese berechnet bzw. geschätzt und als Anhaltspunkt für die rheologischen Untersuchungen genutzt werden. Im Siebdruck wurde mit einer Rakelgeschwindigkeit von  $v_p = 100$  mm/s gearbeitet (siehe Abschnitt 6.1.1), was anhand der in Abschnitt 3.5.1 beschriebenen Gl. 3-5 bis Gl. 3-10 und den Siebkenngrößen aus Tab. 3 eine maximale Schergeschwindigkeit von  $\gamma$  = 539 s-1 ergab. Für den Tiefdruck gilt, dass während des Rakelvorgangs die größten Schergeschwindigkeiten zu erwarten sind [54, S. 64]. Diese Annahme wurde auch für den Flexodruck übernommen. Weil an der für den Tief- und Flexodruck eingesetzten IGT-Labordruckmaschine mit einer maximalen Geschwindigkeit von 1,5 m/s gedruckt wurde, lagen die für die Druckversuche zu erwartenden Schergeschwindigkeiten in einer ähnlichen Größenordnung wie die des Siebdrucks [54, S. 137]. Um einen möglichst großen Bereich von Ruhe bis Scherung im Druckprozess der durchgeführten Druckversuche abzudecken, wurden Viskositätsmessungen mit konstant steigenden Schergeschwindigkeiten im Verlauf von  $\gamma = 1$  bis 103 s-1 mit je 100 Messpunkten durchgeführt. Des Weiteren wurden Detailmessungen in Bereichen mit niedrigen Schergeschwindigkeiten von  $\gamma = 0.01$  s-1 bis 5 s-1 mit ebenfalls 100 Messpunkten durchgeführt. Alle Messungen wurden mit einer Temperierungsphase von 30 s, einer Vorrührphase unter 1 s-1 für 10 s sowie einer anschließenden Ruhephase von 30 s ausgeführt, um externe Einflüsse durch Auftrage- und Trimmvorgang weitestgehend auszuschließen. Außerdem wurde zur Bestimmung einer möglichen Fließgrenze ein konstanter Verlauf der Schubspannung von  $\tau = 1$  Pa bis  $\tau = 100$  Pa mit 400 Messpunkten durchgeführt und  $\gamma$  erfasst. Die Messungen zur Fließgrenze wurden mit einer Temperierungsphase von 30 s sowie ohne Vorrühren ausgeführt.

Weil in der Literatur Angaben über die Viskosität von Nanocellulose bei  $\gamma = 1 \text{ s}^{-1} \text{ zu}$ finden sind, wurde die Viskosität  $\eta_i$  zum Vergleich der Viskosität der Fluide herangezogen. Weiterhin wurde das Bingham-Modell angewendet, um die Flüssigkeiten zu beschreiben (*siehe Abschnitt 3.4.2*). Zum Vergleich der Fluide untereinander wurde  $\eta_B$  sowie  $\tau_o$  verwendet.

### 5.1.2 Erfassung der Strukturerholung

Vor allem Siebdruckfarben besitzen oft einen thixotropen Charakter [32, S. 131]. Daher wurden zur Analyse der Strukturerholung Sprungversuche durchgeführt. Dazu wurden die Fluide nach einer anfänglichen Temperierungsphase von 15 s zunächst für 180 s mit  $\gamma = 0.5$  s<sup>-1</sup>, anschließend für 30 s mit  $\gamma = 100$  s<sup>-1</sup> geschert. In den folgenden 240 s wurden die Fluide erneut mit  $\gamma = 0.5$  s<sup>-1</sup> geschert und die Strukturerholung beobachtet. Da im Druckprozess unter Laborbedingungen eine gewisse Wartezeit zwischen Druck und Trocknung zu erwarten war, wurden die ersten 60 s der Strukturerholung bewertet. Zum Vergleich der drei Fluide wurde die relative Strukturerholung  $S_{60}$  nach 60 s herangezogen. Liegt  $S_{60}$  bei 100 %, wird das Fluid als thixotrop eingestuft. Ist der Wert geringer, so liegt für den Anwendungsfall kein thixotropes Verhalten vor, sondern lediglich eine partielle Strukturerholung [28, S. 201].

## 5.2 Ergebnisse

Im Folgenden werden die Ergebnisse der rheologischen Untersuchung vorgestellt. Zunächst wird die Viskosität sowie die Übereinstimmung mit dem in *Abschnitt 3.4.2* beschriebenen Bingham Fluidmodell, anschließend die Strukturerholung diskutiert. Der Abschnitt schließt mit einem Vergleich zu typischen Druckfarben der angewendeten Druckverfahren.

### 5.2.1 Viskosität

Durch die grafische Darstellung der Schubspannung  $\tau$  und Viskosität  $\eta$  über der Schergeschwindigkeit  $\gamma$  zeigte sich, dass alle drei Fluide einen nicht-newtonischen Verlauf aufweisen (*siehe Abb. 21*). Ein ähnlicher Verlauf wurde bereits durch Nassiri et. al. [55] nachgewiesen und mit Hilfe eines Bingham-Modells modelliert (*siehe Abschnitt 3.4.2*). Aufgrund der Ähnlichkeit des Verlaufs der Viskosität wurden die drei vorliegenden Fluide als Bingham-Fluid eingestuft.



**Abb. 21** Viskosität und Schubspannung über Schergeschwindigkeit. Vergleich der dreiFluide  $CNF_{0.5}$ ,  $CNF_1$  und  $CNF_2$  im Bereich der Schergeschwindigkeit von 0,01 bis $5 s^{-1}$ . Alle drei Fluide zeigen ein nicht-newtonisches Verhalten ähnlich eines Bingham-Fluids

Weil die Schubspannung bei höheren Schergeschwindigkeit ungewöhnliche Verläufe zeigte (*siehe Anhang 2*), wurden zur Ermittlung der Fließgrenze  $\tau_o$  der in *Abschnitt 3.4.2* beschriebene Versuch sowie die Methode zur Bestimmung der Grenze zwischen linear-elastischem und viskosen Fließverhalten mit  $\alpha = 0,05$  auf Basis der Daten des Versuchs mit  $\gamma_{max} = 5 \text{ s}^{-1}$  durchgeführt.  $\eta_B$  wurde anhand der Steigung der Schubspannungsfunktion derselben Messung berechnet. In *Tab. 5* sind die Werte von  $\tau_o$  und  $\eta_B$  zu sehen.

Tab. 5	Ermittelte	Werte für	Fließgrenze $\tau_{_0}$ und binghamsche Grenzviskosität $\eta_{_B}$
	CNE	- (D-)	·· (D)

CNF	τ <sub>0</sub> (Pa)	η <sub>в</sub> (Pa·s)
0,5	18,7973	0,0174
1	27,8266	3,6036
2	55,2596	2.5622

Es zeigte sich, dass die Berechnung von  $\eta_B$  nicht ideal ist, da  $\eta$  bei höheren Werten von  $\gamma$  nicht den gemessenen Werten des Versuchs mit  $\gamma_{max} = 1000 \text{ s}^{-1}$  entsprach. Die Abweichung betraf vor allem  $\text{CNF}_1$  und  $\text{CNF}_2$  während  $\text{CNF}_{0,5}$  große Ähnlichkeit zwischen gemessenen und berechneten Werten aufwies. Dies ist auf die inkonsistenten Werte der Verläufe der Schubspannung zurückzuführen (*siehe Abb. 21*). Auch das Bestimmen von  $\tau_0$  anhand des Ordinatenschnittpunktes führte so zu stark unterschiedlichen Werten. Insgesamt wurde das Bingham-Modell mit den ermittelten Parametern aus *Tab. 5* jedoch als ausreichend für die Anwendung im Kontext dieser Arbeit erachtet. Nach *Kargazadeh et. al.* [13, S. 90] liegt die Viskosität  $\eta_1$  von CNF in Wasser bei einer

Schergeschwindigkeit von  $\gamma = 1 \text{ s}^{-1}$  typischerweise um 10 Pa·s *(siehe Tab. 1)*. Diese Angabe konnte anhand der von *RISE* zur Verfügung gestellten NC nachgewiesen werden, wie in der nachfolgenden *Tab. 6* zu sehen ist. Sowohl die gemessenen als auch die mit Hilfe von *Gl. 3* berechneten Werte von  $\eta_1$  lagen in der gleichen Größenordnung.

Tab. 6 Experimentell erfasste und berechnete Werte von  $\eta_1$  aller drei Fluide im Vergleich

CNF	$\eta_1(Pa \cdot s)$ gemessen	η <sub>1</sub> (Pa·s) berechnet
0,5	11,8	18,8
1	43,4	31,4
2	29,8	57,8

#### 5.2.2 Strukturerholung

Wie in *Abb. 22* zu sehen ist, zeigte  $CNF_1$  ein thixotropes Verhalten mit vollständiger Strukturerholung.  $CNF_{0,5}$  und  $CNF_2$  zeigten kein anwendungsbezogenes thixotropes Verhalten, sondern lediglich eine partielle Strukturerholung mit  $S_{60}(CNF_{0,5}) = 85,34\%$ und  $S_{60}(CNF_2) = 89,66\%$ .



Abb. 22 Relative Strukturerholung einen Zeitraum von 60 s im Sprungversuch. Die waagerechte rote Linie zeigt 100 % als Wert der vollständigen Strukturerholung

Auch nach längerer Erholungszeit von 240 s zeigten sich kaum veränderte Werte von  $\eta$ . Ob bei  $\text{CNF}_{0.5}$  und  $\text{CNF}_2$  eine vollständige Strukturerholung nach einem längeren Zeitraum erfahren, ist unbekannt. Empirische Versuche ohne Erfassung von konkreten Messwerten zeigten, dass nach 24 h der visuelle Eindruck einer vollständigen Strukturerholung vorliegt.

### 5.2.3 Vergleich mit konventionellen Druckverfahren

Weil Angaben zur Viskosität von Druckfarben in der Literatur meist nur einen Wert oder einen Bereich darstellen und eventuelle scherverdünnende Eigenschaften außer Acht gelassen werden, war es problematisch, diese mit den Ergebnissen aus *Abschnitt 5.2.1* zu vergleichen. Trotzdem sollte in diesem Abschnitt ein Vergleich angestrengt werden. Analog zu den Angaben in der Literatur über NC wurde auch hier  $\eta_1$  zum Vergleich herangezogen. In der nachfolgenden *Abb. 23* sind die in *Abschnitt 3.5* beschriebenen typischen Werte von Viskositäten in Sieb-, Tief- und Flexodruck zu sehen im Vergleich mit den gemessenen Werten von  $\eta_1$  zu sehen. Es ist davon auszugehen, dass die Viskosität der drei Fluide für den Siebdruck optimal und für Flexo- und Tiefdruck zu hoch ist. In *Abschnitt 6.1.1* und *6.1.2* werden die Einflüsse der Fließgrenze auf den Druckprozess im Sieb-, Flexo- und Tiefdruck beschrieben.



# 6 Explorative Studie

Im Folgenden wird bezogen auf die ersten Druck- und Prägeversuche erläutert, welche Untersuchungen im Vorfeld explorativ durchgeführt wurden, um einen Eindruck über die Grenzen der zuvor erläuterten Verfahren zu erhalten. In *Abschnitt 6.1* dieses Kapitels werden die durchgeführten Druckversuche in allen drei Druckverfahren beschrieben. Der *Abschnitt 6.2* beinhaltet die Vorgehensweise und der *Abschnitt 6.3* die Ergebnisse sowie eine Auswertung der Versuche hinsichtlich verschiedener Kriterien. Weiterhin wurden verschiedene Prägewerkzeuge entwickelt, produziert und getestet, was in den Abschnitten 6.4 bis 6.5 erläutert wird. Darüber hinaus wurden die geprägten Proben auf die Funktionalität Kapillaren untersucht. Ziel war es, aus der Studie Erkenntnisse zu erlangen, welche genutzt werden konnten, um eine optimale Kombination von Bedruckstoff, Druckverfahren und Druckeinstellungen zu ermitteln (*siehe Kapitel 2*). Dies bildet den Schluss des Kapitels.

### 6.1 Druckversuche

Die drei Fluide wurden in den konventionellen direkten Druckverfahren Sieb-, Flexo- und Tiefdruck verdruckt. Nachfolgend werden die verwendeten Hilfsmittel sowie die Einstellungen der jeweiligen Druckmaschinen beschrieben.

### 6.1.1 Siebdruck

Im Siebdruckverfahren wurden mit Hilfe einer *ESC-AT PAB 45* Siebdruckmaschine Proben aller drei Kartonsorten mit beiden Sieben (*siehe Abschnitt 4.2*) bedruckt. Die Kartonproben wurden im Format 125 x 180 mm als Breitbahnbogen geschnitten. Weichere Rakel sorgen in der Regel für einen höheren Farbauftrag [56], daher wurde eine Rakel im Rechteckprofil mit einer Härte von 65° Shore A verwendet um den Fluidauftrag zu maximieren. Da diese während des Druckprozesses einer starken Durchbiegung unterlag, wurde der Anstellwinkel auf 80° eingestellt. Aufgrund der enorm hohen  $SD_{th}$  des 21-140 Siebs wurden Abrisse während der vertikalen Bewegung des Siebs festgestellt. Daher wurde die Rakelgeschwindigkeit auf 100 mm/s eingestellt und der Siebabsprung auf den Minimalwert reduziert. Durch eine Unterkonstruktion zum Ausgleich des verbleibenden Siebabsprungs konnten die Abrisse schließlich vermieden werden, sodass der Druckvorgang ohne Siebabsprung und mit geringer Geschwindigkeit durchgeführt wurde.

Zur Bewertung der gedruckten Schichtdicke im Siebdruck wurde zusätzlich die theoretische NC-Schichtdicke  $NC_{th}$  verwendet. Diese wurde anhand der folgenden *Gl. 6-1* berechnet und bezieht sich auf die theoretische Nassfarbschichtdicke  $SD_{th}$  und den Feststoffgehalt des verwendeten Fluids  $\psi$ .

$$NC_{th} = \frac{SD_{th} \cdot \psi}{100\%} \tag{6-1}$$

Aufgrund der in *Abschnitt 5.2.1* gezeigten Fließgrenze von  $\text{CNF}_1$  und  $\text{CNF}_2$  floss das Fluid nicht wie eine typische Siebdruckfarbe von der Rakel ab, sondern verblieb dort nach jedem Druckvorgang (*siehe Abb. 24*). Dies führte dazu, dass bei Start des nächsten Druckvorgangs kein Fluidübertrag erfolgte, weil die Druckform nicht geflutet wurde. Durch ein Abziehen mit Hilfe eines Spachtels konnte dies jedoch behoben werden. Das Abziehen war bei  $\text{CNF}_1$  je nach Menge auf dem Sieb alle zwei bis drei Drucke notwendig, bei  $\text{CNF}_2$  nach jedem Druck.  $\text{CNF}_{0.5}$  verursachte bei der Verarbeitung im Siebdruck keine derartigen Probleme. Die beschriebene Sachlage hat die Verarbeitungszeit während der Probenherstellung deutlich erhöht.



Abb. 24 Aufbauen von CNF, an Flut- und Druckrakel während des Siebdrucks

### 6.1.2 Flexo- und Tiefdruck

Die Flexo- und Tiefdruckversuche wurden mit Hilfe einer *IGT-Labordruckmaschine* ausgeführt. Diese konnte aufgrund einer variablen Druckwerkskonstruktion sowohl für Flexo- als auch Tiefdruck verwendet werden. Während der Druckversuche wurden Proben aller drei Kartonsorten im Format 400 x 50 mm mit beiden in *Tab. 4* beschriebenen Rasterwalzen bedruckt. Es wurden Drucke mit 0,2 m/s, 0,5 m/s und 1 m/s durchgeführt und die Ergebnisse verglichen. Zusätzlich wurde die Anzahl der Umdrehungen von Rasterwalze und Druckzylinder bzw. Druckformzylinder variiert. Die Anpresskraft zwischen Rasterwalze und Druckformzylinder bzw. Druckzylinder wurde für alle Versuche auf 200 N eingestellt. Für den Flexodruck wurde die Kraft zwischen Druckform- und Druckzylinder auf 300 N eingestellt. Diese Anpresskräfte wurden während der Versuche nicht verändert.

Während der rotativen Verarbeitung im Flexo- und Tiefdruck zeigte sich ein ähnliches Bild wie im Siebdruck. Bei den Fluiden  $CNF_1$  und  $CNF_2$  konnte aufgrund der Fließgrenze nach wenigen Umdrehungen an der Rakel oberhalb der Rasterwalze ein Aufbauen festgestellt werden (*siehe Abb. 25 links*), sodass die Näpfchen dieser nicht oder nur teilweise befüllt wurden *(siehe Abb. 25 rechts)*. Hier war ein konstantes Drücken des Fluids in den Rakelspalt mit Hilfe eines Spachtels erforderlich, damit die Rasterwalze vollständig benetzt werden konnte. Weiterhin kam es während des Druckprozesses aufgrund von Lufteinschlüssen zur Schaumbildung innerhalb des Fluids. Zusätzlich ergab sich aufgrund von Fliehkräften während des Druckprozesses ein Ausschleudern überschüssiger NC am Rand der Rasterwalze, was zu Verunreinigungen des Bedruckstoffes und der Umgebung geführt hat. Dies wurde bei allen drei Fluiden festgestellt.



Abb. 25 CNF<sub>1</sub> im Tiefdruck, Links: Aufbauen am Rakel und fehlender Kontakt zur Rasterwalze, Rechts: ungleichmäßiges Einfärben der Rasterwalze durch einseitigen Kontakt des Druckfluids

## 6.2 Vorgehensweise der Auswertung

Die Auswertung der gedruckten Proben im folgenden *Abschnitt 6.3* wurde anhand der in diesem Abschnitt beschriebenen Vorgehensweise durchgeführt. Weil davon auszugehen ist, dass unterschiedliche Oberflächen den Kontaktwinkel lokal beeinflussen, wurde die Homogenität der gedruckten Fläche visuell bewertet. Dazu wurden vor allem unerwünschte Strukturen und Fehlstellen in der Oberfläche untersucht. Während der Druckversuche wurde bereits eine Veränderung der Eigenschaften des Bedruckstoffes festgestellt. Daher wurde der Einfluss von CNF auf den Bedruckstoff analysiert. Dazu wurde die Materialdicke mit Hilfe eines *FRANK* Dickenmessgerätes und die Restfeuchte mit Hilfe eines *Sartorius MA30* Restfeuchtemessgerätes analysiert.

Im Anschluss wurde mit Hilfe eines *Keyence VR 3000 G2* 3D-Profilometers die Rauheit der gedruckten Proben optisch analysiert. Das Vorgehen wurde nach internen Vorgaben der *HTWK Leipzig* zur Rauheitsmessung von Papier durchgeführt. Dazu wurden Bilder einer Messfläche von 12 mm x 9 mm und einer Vergrößerung von Faktor 25 angefertigt. Die anschließende Erfassung der mittleren Höhe der Flächenrauheit  $S_z$  sowie die mittlere arithmetischen Höhe  $S_a$  erfolgte unter Anwendung eines Gaußfilters. Hier wurde eine Endeffekt-Korrektur angewendet, ein S-Tiefpassfilter von 200 µm und ein L-Hochpassfilter von 10 mm angewendet.

Zur Durchführung von Kontaktwinkelmessungen und Fließtests wurde mit an der *HTWK Leipzig* verfügbaren Mitteln eine Testflüssigkeit entwickelt, welche im Wesentlichen die Eigenschaften menschlichen Blutes aufweist, da dies einer erste mögliche Anwendung des Endproduktes als POCT entspricht. Weil für die Bewegung von Flüssigkeiten in offenen Kapillaren der Kontaktwinkel kritisch ist (*siehe Abschnitt 3.7.2*), wurde die Oberflächenspannung (*OFS*) priorisiert. Zusätzlich wurde angestrebt, die Viskosität möglichst nahe an der natürlichen Vorlage zu halten. Die OFS von menschlichem Blut ist temperaturabhängig und steigt linear mit sinkender Temperatur (*siehe Abb. 26*) [57].



Abb. 26 Temperaturabhängigkeit der Oberflächenspannung von menschlichem Blut [58]

Für die Ausführung eines Tests wird das Blut bei Raumtemperatur auf ein Objekt getropft, wodurch die Temperatur des Blutes dadurch folglich unter die menschliche Körpertemperatur fällt und sich langsam der Umgebungstemperatur angleicht. Daher sollte die Testflüssigkeit eine OFS besitzen, welche zwischen Raum- und Körpertemperatur auftritt. Blut ist aufgrund der darin enthaltenen Erythrozyten strukturviskos und thixotrop, wodurch die Viskosität von der Schergeschwindigkeit abhängig ist [58]. Bei den meisten Menschen liegt die Viskosität des Blutes zwischen 3,5 und 5,5 mPa·s, wobei hier die Schergeschwindigkeit nicht angegeben ist [58].

Der Aufwand der Herstellung einer Testflüssigkeit mit allen genannten Eigenschaften übersteigt für den Anwendungsfall dieser Arbeit den Nutzen. Für die Betrachtung der Fließfähigkeit in Kapillaren ist eine Übereinstimmung von OFS und Viskosität ausreichend. Es wurde eine Flüssigkeit aus 57 % destilliertem Wasser und 43 % Ethylenglykol gemischt. Diese besitzt eine Oberflächenspannung von 55 mN/m, eine Viskosität von etwa 4 mPa·s und spiegelt damit die für Kontaktwinkelmessung und Fließtest relevanten Eigenschaften menschlichen Blutes wider. Die Testflüssigkeit ist nicht strukturviskos und nicht thixotrop, da keine Partikel in dieser dispergiert sind.

Der Kontaktwinkel  $\theta$  wurde mit Hilfe der beschriebenen Testflüssigkeit und eines *Krüss Easy Drop* Kontaktwinkelmessgerätes mit manueller Dosierung gemessen. Mit Hilfe der Software *Krüss Drop Shape Analysis* wurde eine zeitabhängige Messung mittels Videoaufzeichnung durchgeführt. Jede Messung wurde über einen Zeitraum von 8 s mit 12,5 fps aufgenommen, so dass 100 Messwerte des Kontaktwinkels pro Messung erfasst wurden. Die ersten zehn Messwerte wurden aufgrund der Bewegung des Tropfens nach der Landung auf dem Substrat von der Berechnung von Mittelwerten ausgeschlossen. Auch die letzten zehn Messungen wurden aufgrund von teilweise inkonsistenten Werten ausgeschlossen, sodass 80 Messpunkte pro Messung verbleiben. Jede Messung wurde dreimal durchgeführt und je ein arithmetischer Mittelwert von  $\theta$  aus allen 240 Messwerten berechnet.

Da während der Kontaktwinkelmessung Tropfen auf den gedruckten Proben beobachtet wurden, wurde zusätzlich eine Prüfung auf Wasserfestigkeit in Anlehnung an ISO 18935 durchgeführt, um die Ergebnisse mit denen der später folgenden Analyse des Penetrationsverhaltens zu vergleichen. Die in ISO 18935 beschriebene *Methode 1* beschreibt einen Test durch Verdunstung von Wassertropfen auf dem Bedruckstoff für 24 h. *Methode 2* erweitert dies um einen Wischprozess nach 1 min [59]. Zur Umsetzung wurde destilliertes Wasser mit Hilfe des *Krüss Easy Drop* auf die Kartonproben getropft und nach ISO 18935 bewertet.

Um das Verhalten des Kartons unter Einfluss von Flüssigkeit zu beurteilen, wie es bei der Anwendung als POCT der Fall ist, wurde das Penetrationsverhalten mit Hilfe eines *Emtec PDA* Ultraschallpenetrationsmessgerätes untersucht. Dazu wurden Messungen bei 1 MHz für Karton und mit einem Messflächendurchmesser von 35 mm durchgeführt [50, S. 30]. Erfasst wurde der Intensitätsverlauf des Messsignals über einen Zeitraum von 30 s nach dem vollständigen Eintauchen der Probe in destilliertes Wasser. Zusätzlich wurde vom Messgerät das Maß für die Benetzung W und der Absorptionswert  $A_{30}$  nach 30 s automatisiert ausgegeben (*siehe Abschnitt 3.8*). Die Werte für  $t_{max}$  und  $t_{95}$  wurden manuell anhand des Kurvenverlaufs aus arithmetischen Mittelwerten von drei Messungen ermittelt.

### 6.3 Ergebnisse und Diskussion der Druckversuche

In den folgenden Abschnitten werden die Ergebnisse der Druckversuche dargestellt. Die Reihenfolge ergibt sich aus dem im vorherigen *Abschnitt 6.2* gezeigten Vorgehen. Weiterhin wurden Untersuchungen hinsichtlich des Aufdeckens von Zusammenhängen zwischen einzelnen Beobachtungen angestrengt.

### 6.3.1 Visuelle Homogenität der Oberfläche

#### 6.3.1.1 Siebdruck - Sieb 140T

Im Siebdruck konnten mit Hilfe des 140T Siebs lediglich durchschnittliche Ergebnisse erzielt werden. Keine der erzeugten Oberflächen ist visuell vollständig geschlossen, selbst bei mehrfachem Bedrucken verbleiben mit bloßem Auge erkennbare unbedruckte Stellen. Nach dem visuellen Kriterium erwies sich die zweifach mit CNF<sub>2</sub> bedruckte B4 Probe als Beste (*siehe Abb. 27 links*). Hier liegt die visuell homogenste Oberfläche mit feiner Struktur und nur kleinen unbedruckten Bereichen vor. Die mit CNF<sub>1</sub> bedruckten Proben weisen eine gröbere Struktur und größere unbedruckte Bereiche auf während die mit  $CNF_{0.5}$  bedruckten Proben eine sehr grobe Struktur und sehr große unbedruckte Bereiche aufweisen (*siehe Abb. 27*).



**Abb. 27**Visuell inhomogene Oberflächen der mit 140T Sieb bedruckten B4 Proben,<br/>Links:  $CNF_2$  doppelt bedruckt, mitte:  $CNF_1$  doppelt bedruckt, rechts:  $CNF_{0,5}$  einfach<br/>bedruckt

Aufgenommen mit einer Sony Alpha 6000 Systemkamera

### 6.3.1.2 Siebdruck - Sieb 21-140

Mit dem gröberen 21-140 Sieb konnten visuell homogenere Flächen als mit dem 140T Sieb erzeugt werden. Die feine Struktur, die bei den 140T Proben allgemein sichtbar war, ist beim 21-140 Sieb nur bei den  $CNF_2$  Proben sichtbar. Teilweise ist hier die Siebstruktur auf dem Bedruckstoff deutlich sichtbar (*siehe Abb. 28*). Die visuell besten Oberflächen konnten auf den gestrichenen Kartonsorten B4 und

B7 mit  $CNF_1$  erzeugt werden. Weil die Schicht mit bloßem Auge auf Karton B8 kaum zu erkennen ist, lassen sich eventuelle Fehler in der Schicht kaum ausmachen (*siehe Abb. 28 rechts*). Die mit  $CNF_{0.5}$  und  $CNF_1$  beschichteten Proben weisen wenige stochastisch verteilte Fehlstellen auf und sind ansonsten visuell homogen.



**Abb. 28** Visuell inhomogene Oberflächen der mit 21-140 Sieb bedruckten Proben, Links: B4 CNF<sub>1</sub>, Mitte: B7 CNF<sub>2</sub>, Rechts: B8 CNF<sub>1</sub> Aufgenommen mit einer *Sony Alpha 6000* Systemkamera

### 6.3.1.3 Flexodruck

Im Flexodruck wurden kleinste Schichtdicken übertragen, welche mit bloßem Auge kaum zu erkennen sind. Da die Übertragung durch das Schöpfvolumen der Rasterwalze limitiert ist und zusätzlich der Fluidspaltungsprozess zwischen Druckform und Bedruckstoff die Schichtdicke reduziert, ist hier nur eine sehr geringe Menge übertragen worden. Es zeigte sich eine grobe Fingerbildung, welche auf eine Grenzflächeninstabilität im Druckspalt zurückzuführen ist [60]. In *Abb. 29 links* ist die Fingerbildung der Fluide im Flexodruck sichtbar, welche aus einer sogenannten *Saffman-Taylor-Instabilität* entstanden ist [60, S. 23]. Diese trat aufgrund der Interaktion von hoch- und niedrigviskosen Fluiden, wie es hier zwischen CNF und Luft der Fall war, bereits zwischen Rasterwalze und Druckform auf [60, S. 23]. Durch die Geschwindigkeit des Druckprozesses lassen sich die Strukturgrößen der Finger zwar beeinflussen, jedoch nicht vermeiden [60, S. 26].

### 6.3.1.4 Tiefdruck

Die zuvor im Flexodruck beobachtete Instabilität trat auch im Tiefdruck auf. Die Rasterwalze interagierte hier als Druckform, weshalb die Fingerbildung zwischen Druckform und Bedruckstoff auftrat. Auch hier handelt es sich um einen strukturierten und einen unstrukturierten Zylinder, sodass die Gegebenheiten im Druckspalt nahezu gleich waren und die Fingerbildung ebenfalls stattfand. In *Abb. 29 rechts* ist die im Tiefdruck auftretende Fingerbildung mit noch gröberen Strukturen als im Flexodruck zu sehen.



**Abb. 29** Fingerbildung aufgrund von Saffman-Taylor-Instabilität im Flexodruck (links) und Tiefdruck (rechts). Bei beiden Drucken wurde die Rasterwalze 402-421 mit 60 L/cm eingesetzt.

Aufgenommen mit einem *Nanofocus µsurf Custom* Konfokalmikroskop bei 10-facher Vergrößerung

### 6.3.2 Einfluss auf Bedruckstoff

Bei der Beschichtung im Siebdruck mit dem 21-140 Sieb konnte festgestellt werden, dass der Karton während des Trocknungsvorgangs quoll und die Dicke des Bedruckstoffes auch nach vollständiger Trocknung deutlich größer als vor dem Bedrucken war. Diese Dickenänderung von ( $68,7 \pm 3,7$ ) µm bei Karton B4 ist aufgrund der theoretischen NC-Schichtdicke  $NC_{th}$  von maximal 2,26 µm nicht auf die NC-Schicht selbst zurückzuführen, sondern auf die hohe Menge an Wasser, welches aufgrund der enorm hohen  $SD_{th}$  der Druckform auf dem Bedruckstoff verbleibt. Wie in *Abb. 30* zu sehen, stieg die Dicke des Kartons B4 am stärksten an. Dies lässt auf eine hohe Saugfähigkeit des Kartons sowie einen darauffolgenden Quellvorgang während des Trocknens schließen. Dieser Effekt wurde ausschließlich bei Proben, welche mit dem 21-140 Sieb bedruckt wurden, festgestellt. *Lavoine et. al.* konnten diesen Effekt mit einer Dickenänderung von bis zu 20 % bereits nachweisen [61].



Abb. 30 Materialdicke der mit dem 21-140 Sieb bedruckten Proben aller drei Kartonsorten Die Säulen stellen arithmetische Mittelwerte aus drei Messungen dar.

Aufgrund der Veränderung der Materialdicke wurde eine Messung der Restfeuchte durchgeführt, um festzustellen, ob die Materialdicke durch permanente Aufnahme von Feuchtigkeit während des Trocknens beeinflusst wurde. Dazu wurde mit Hilfe eines *Sartorius MA30* bei 105 °C und einer Messdauer von 12 min die Restfeuchte bestimmt. Der Karton B4 wurde vom Hersteller mit einer Restfeuchte von  $(8 \pm 1)$  % angegeben. Gemessen wurde für den unbedruckten Karton ein Wert von  $(7,83 \pm 0,28)$  %. Als repräsentative Messung für die Restfeuchte der bedruckten Proben wurde eine mit CNF1 beschichtete Probe gemessen. Es zeigte sich, dass die Restfeuchte auf  $(9,12 \pm 0,02)$  % gestiegen ist, was zu der Annahme passt, dass die Materialdicke aufgrund von Quellprozessen steigt. Das Fasergefüge des Kartons wurde durch das Wasser aufgebrochen und geweitet, was die Dickenänderung erklärt [61]. Ein Teil der Feuchtigkeit verbleibt zusätzlich im Karton.

Als zweiter Effekt wurde die Verschlechterung der Planlage des Kartons durch Feuchtigkeitsaufnahme festgestellt. Nahezu alle 21-140 Proben zeigten eine starke Biegung nach dem Trockenvorgang, was die weitere Verarbeitung im Prägen sowie weitere Analysen erschwerte (*siehe Abb. 31*).



Abb. 31 Planlage einer bedruckten Probe während des Prägevorgangs.
 Der Höhenunterschied zwischen Patrize und Gegenplatte beträgt etwa 20 mm (siehe roter Pfeil im Bild).

#### 6.3.3 Rauheit

#### 6.3.3.1 Siebdruck

Bei Betrachtung von  $S_a$  und  $S_z$  der B4 und B7 Proben wird deutlich, dass beide Werte durch Anwendung des 140T Siebs sinken und durch Anwendung des 21-140 Siebs nahezu konstant blieben bzw. sogar stiegen (*siehe Abb. 32*). Es ist davon auszugehen, dass die Strukturgröße der Druckform einen Einfluss auf die Rauheit der gedruckten CNF-Schicht besitzt. Die Struktur des 140T Siebs ist deutlich feiner als die des 21-140-Siebs, was sich durch die Werte von  $S_a$  und  $S_z$  in *Abb. 32* widerspiegelt.



**Abb. 32** Rauheitswerte S<sub>a</sub> (oben) und S<sub>z</sub> (unten) aller bedruckten Proben. Die waagerechte rote Linie spiegelt den Rauheitswert der jeweils unbedruckten Kartonprobe wider.

Zwischen der relativen Änderung der Rauheit gegenüber dem unbedruckten Zustand  $\Delta S_z$  und  $NC_{th}$  ließ sich eine mittlere Korrelation mit r = 0,64 feststellen. Bei gefilterter Betrachtung der Druckformen zeigte sich keine bzw. nur eine sehr geringe Korrelation zwischen beiden Werten.  $NC_{th}$  nahm nur wenig Einfluss auf die Rauheit der gestrichenen Proben, vielmehr stand die Siebstruktur bei der Rauheit der gestrichenen Proben im Vordergrund.

Karton B8 wies durch das Bedrucken im Siebdruck in fast allen Fällen eine Steigerung der Rauheit auf *(siehe Abb. 32)*. Hier zeigte sich eine mittlere Korrelation zwischen  $\Delta S_z$  und  $NC_{th}$  beim 140T Sieb mit r = 0,60 und eine große Korrelation beim 21-140 Sieb mit r = 0,87. Es ist davon auszugehen, dass eine Steigerung der Rauheit durch größere Mengen NC erfolgte.

Der Betrag der Steigerung war jedoch geringer als bei den gestrichenen Kartonproben. Dies ist darauf zurückzuführen, dass CNF auf der glatten Oberfläche des gestrichenen Kartons einen größeren Effekt auf die Rauheit besaßen, als auf die ohnehin bereits rauere Oberfläche des ungestrichenen Kartons.

### 6.3.3.2 Flexo- und Tiefdruck

Beide erfassten Rauheitskennzahlen sind im Flexo- und Tiefdruck gegenüber den unbedruckten Proben gesunken.  $S_a$  ist bei allen erfassten Proben auf  $(1 \pm 0) \mu m$  gesunken. Die Werte von  $S_z$  sind *Abb.* 33 zu entnehmen. Durch die gegenüber dem Siebdruck deutlich geringere Schichtdicke ist davon auszugehen, dass die Rauheit der gestrichenen Proben durch die Beschichtung ausgeglichen wurde.



Abb. 33 Ausgewählte Rauheitswerte der im Flexo- und Tiefdruck (TD) bedruckten B4 Proben. Die waagerechte rote Linie spiegelt den Rauheitswert der unbedruckten B4 Probe wider.

### 6.3.4 Kontaktwinkel

#### 6.3.4.1 Siebdruck

Wie in *Abschnitt 3.7.2* beschrieben wurde, ist für den Kapillarfluss in offenen Kapillaren der Kontaktwinkel entscheidend. Dieser sollte möglichst klein sein, um mehr Freiheit bei der Dimensionierung der Kanäle zu ermöglichen. In der nachfolgenden *Abb. 34* ist die Verteilung aller durchgeführten Kontaktwinkelmessungen zu sehen. Die drei obenstehenden Ausreißer der Verteilung stellen die Kontaktwinkel der unbedruckten Proben der drei Kartonsorten dar. Bei Karton B7 und B8 kam es im unbedruckten Zustand aufgrund eines Kontaktwinkels von  $\theta > 90^{\circ}$  zur Nicht-Benetzung. Der minimale Wert von  $\theta = 19,3^{\circ}$  konnte bei der Probe B4 21-140 CNF<sub>1</sub> festgestellt werden.



Abb. 34 Verteilung aller Messwerte der Kontaktwinkelmessung in °. Die drei oberen Ausreißer sind von oben nach unten die unbedruckten Kartonsorten B7, B8 und B4. Der Median beträgt 36,9°.

Die in *Abschnitt 6.3.1* beschrieben Fehlstellen der CNF-Schicht führten dazu, dass der Kontaktwinkel des unbedruckten Kartons den der gedruckten CNF-Schicht überlagerte und eine ungleichmäßige Benetzung stattfand. Dies konnte vor allem bei den Proben mit großen unbedruckten Bereichen festgestellt werden, welche bereits in *Abschnitt 6.3.1* als visuell inhomogen herausgestellt wurden.

### 6.3.4.2 Flexo- und Tiefdruck

Aufgrund der Fingerbildung im Flexo- und Tiefdruck (*siehe Abschnitt 6.3.1*) sind große Fehlstellen und Bereiche mit unterschiedlichen Kontaktwinkeln auf der Kartonoberfläche vorhanden. Daher war es nicht möglich, den Kontaktwinkel eingehend zu bestimmen. Dieselbe Problematik lag bei den meisten Proben des 140T Siebs vor. Es wurde daher darauf verzichtet, den Kontaktwinkel der Druckergebnisse von Flexo- und Tiefdruck zu erfassen.

### 6.3.5 Wasserfestigkeit

Die Prüfung auf Wasserfestigkeit in Anlehnung an ISO 18935 wurde im Rahmen der Kontaktwinkelmessung durchgeführt. Es zeigte sich, dass die Proben nach *Methode 1* eine moderate Wasserfestigkeit aufwiesen. Das Wasser wurde bei allen Proben in kürzester Zeit von der Probe absorbiert. Nach *Methode 2* lag keine Wasserfestigkeit bei Abwischen vor, da die CNF-Schicht nahezu vollständig durch die Wischbewegung nach 1 min Trockenzeit entfernt wurde (*siehe Anhang C*). Es ist davon auszugehen, dass die CNF-Schicht durch den Kontakt mit Wasser gelöst wurde. Ohne Abwischen verblieb die Schicht nach dem Trocknen nahezu unverändert auf der Kartonoberfläche.

### 6.3.6 Penetrationsverhalten

Um eine Aussage über die Veränderung des Penetrationsverhaltens durch das Bedrucken mit NC treffen zu können, wurde zunächst das Penetrationsverhalten aller drei Kartonsorten von unbedruckten Proben erfasst. Dabei zeigte sich bei allen drei Kartonsorten ein typischer Verlauf, wie er in Abschnitt 3.8 beschrieben wurde. Die Intensität über Zeit zeigte bei B4 und B7 innerhalb der ersten 15 s einen sehr ähnlichen Verlauf (siehe Abb. 35). Der Verlauf der Kurve der Intensität von B4 fällt jedoch danach deutlich stärker ab, was einen höheren A<sub>30</sub> Wert zur Folge hat (siehe Tab. 7). Karton B8 zeigte hingegen einen deutlich höheren Wert für W. Die Intensitätskurve beginnt bereits bei etwa 80 % und steigt in den ersten 3 s sehr stark an. Dies lässt sich auf den fehlenden Strich und die einhergehende grobe Oberflächenstruktur zurückführen. Die Werte der Rauheitsmessung bestätigen, dass die Oberfläche von B8 eine höhere Rauheit gegenüber den gestrichenen Kartonsorten aufwies (siehe Abschnitt 6.3.3). Da zu Beginn der Messung deutlich mehr Luft an der Oberfläche des Kartons lag, welche zunächst verdrängt wurde, bis die eigentliche Penetration begann, zeigt diese Kurve einen solchen Verlauf. Nach Erreichen des Maximums fällt die Kurve nahezu kontinuierlich bis auf das Niveau des Ausgangswertes zurück.



Abb. 35 Intensitätsverlauf der Ultraschallpenetrationsmessung der unbedruckten Proben aller drei Kartonsorten B4, B7 und B8

Der Wert  $t_{95}$  war bei beiden gestrichenen Kartonsorten sehr ähnlich (*siehe Tab. 7*). Die Zeit bis zum Maximum  $t_{max}$  sowie das Maß für die Benetzung W lagen bei beiden in der gleichen Größenordnung. Die Ähnlichkeit der beiden gestrichenen Kartonsorten B4 und B7 lässt sich auf die generell ähnlichen Eigenschaften beider Kartonsorten zurückführen. Der Wert  $t_{95}$  von B8 war deutlich geringer als bei B4 und B7, da aufgrund des fehlenden Strichs das Wasser schneller in das Fasergefüge eindringen konnte.

Karton	W	t <sub>max</sub>	A <sub>30</sub>	t <sub>95</sub>
B8	9,481	3,002	16,2	9,519
B4	1,982	4,736	17,6	15,432
B7	1,082	3,677	14,1	15,677

Tab. 7 Kennzahlen aus der Penetrationsmessung der unbedruckten Proben

Während der Messung konnte beobachtet werden, dass der Karton B4 einer seitlichen Penetration an den Schnittkanten der Probe gegenüber sehr empfindlich ist. Wie in *Abb. 36* zu sehen, war nach 30 s ein großer Teil der Probe von außen vollgesogen. Karton B7 und B8 zeigten dies in nur äußerst geringem Maße. Dieses Verhalten von Karton B4 beeinflusste möglicherweise den Verlauf der Kurve. Es wurde beobachtet, dass die Schnittkanten nur langsam Wasser aufnahmen und der Quellvorgang erst nach einigen Sekunden begann. Daher ist davon auszugehen, dass der rapide Abfall der Intensitätskurve von B4, wie in *Abb. 35* ab ca. 15 s zu sehen, durch dieses Verhalten herbeigeführt wurde. Weiterhin ist nicht bekannt, inwieweit dieses Verhalten das Messergebnis auf andere Weise beeinflusst hat.



#### Abb. 36 Unbedruckte Proben der drei Kartonsorten B4, B7 und B8 (v.l.n.r.) nach 30 s Messung

Die seitliche Penetration und das Quellen von B4 sind links gut zu erkennen während B7 und B8 keine sichtbaren Spuren seitlicher Penetration aufweisen. Die Proben sind 50 mm breit.

Anhand der Rauheitswerte Sz der unbedruckten Proben von B4, B7 und B8 sowie des Ausgangswerts des Signals IO konnte der in der Literatur beschriebene positive lineare Zusammenhang mit einem Korrelationskoeffizienten von r = 0.96 nachgewiesen werden. Diese Korrelation konnte bei Betrachtung der bedruckten Proben von B4 mit r = 0,79 bestätigt werden. Für die bedruckten Proben von B7 und B8 lag jedoch keine bzw. eine geringe Korrelation vor, was darauf schließen lässt, dass die hydrophilen Eigenschaften von NC die Effekte der Rauheit in der Benetzungsphase überlagerten. Weil die Benetzungsphase durch  $t_{max}$  begrenzt wird, wurde ein möglicher Zusammenhang zwischen  $S_z$  und  $t_{max}$  untersucht. Es zeigte sich, dass bei den Proben von B4 ein linearer positiver Zusammenhang mit r = 0,78 vorlag. Durch die höhere Rauheit dauerte die Benetzungsphase länger an, weshalb die an der Kartonoberfläche eingeschlossene Luft zunächst verdrängt werden musste (siehe Abschnitt 6.3.3). Für B7 lag der gleiche Zusammenhang mit lediglich einer mittleren Korrelation mit r = 0,54 vor. Da sich der Kurvenverlauf der Intensität bei B8 stark von dem Verlauf von B4 und B7 unterscheidet und  $t_{max}$  nur in einem von drei Fällen > 0 s ist, war hier kein Vergleich möglich.

Bei Betrachtung von  $NC_{th}$  gegenüber der absorbierten Menge  $A_{30}$  zeigte sich, dass mit zunehmender Menge an NC eine größere Menge Wasser den Karton penetrierte. Dies ist auf die hydrophilen Eigenschaften von NC zurückzuführen. Bei den Proben von B4 war jedoch aufgrund der seitlichen Penetration das Gegenteil der Fall. Aus bisher nicht geklärten Gründen schien die CNF-Schicht dafür zu sorgen, dass die seitliche Penetration weniger stark voranschritt als bei den unbedruckten Proben (*siehe Abb. 37*). Dies spiegelte sich auch in den Kurvenverläufen der Intensität über Zeit wider. Der Abfall der Intensitätskurve war in der zweiten Hälfte der Beobachtung weniger stark. Dieses Phänomen trat bei allen bedruckten Proben von B4 auf. Wie in *Abschnitt 6.3.2* beschrieben wurde, ist die Materialdicke von B4 durch aufquellen nach dem Trockenprozess gestiegen.



Abb. 37 Die bedruckten Proben von B4 zeigen eine geringere seitliche Penetration als die unbedruckten Proben. Links: B4 unbedruckt, Mitte: Bedruckt mit 21-140 CNF<sub>1</sub>, Rechts: Bedruckt mit 140T CNF<sub>0,5</sub>.
 Auch diese Proben weisen eine Breite von 50 mm auf.

Ausgehend davon, dass das Fasergefüge durch zuvor eindringendes Wasser geöffnet wurde, ist anzunehmen, dass das Absorptionsvermögen des Kartons gestiegen ist [61]. Dies steht jedoch in Widerspruch zu den beschriebenen Effekten der seitlichen Penetration. Auch die Werte von  $A_{_{30}}$  sind bei den B4 Proben im Vergleich zum unbedruckten Karton gesunken. Bei den 21-140 Proben lässt sich dies durch die höhere Restfeuchte nach dem Bedrucken erklären.

#### 6.3.6.1 Siebdruck 140T

Der Kurvenverlauf der Intensität der ersten 15 s konnte bei allen B4 140T Proben nicht maßgeblich gegenüber dem Verlauf der unbedruckten Proben verändert werden *(siehe Abb. 38)*.



Abb. 38 Intensitätsverlauf über 30 s der mit dem 140T Sieb bedruckten B4 Proben.
 Doppelt bedruckte Proben werden aus Gründen der Übersichtlichkeit nicht gezeigt.

Bei Durchführung eines Welch-Tests zum Signifikanzniveau  $\alpha = 0,05$  wurde kein signifikanter Unterschied von  $t_{max}$  gegenüber den unbedruckten Proben von B4 festgestellt. Bei Karton B7 und B8 hingegen konnte unter gleichen Testbedingungen bei allen Proben ein signifikanter Unterschied von  $t_{max}$  festgestellt werden. Durch das Beschichten des Kartons wurde das Maximum in allen Fällen zur Ordinate hin verschoben (*siehe Abb. 39*). Zwischen  $NC_{th}$  und der Änderung von  $t_{max}$  gegenüber dem unbedruckten Zustand  $\Delta t_{max}$  konnte eine Korrelation mit r = 0,76 für B7 und r = 0,87 für B8 festgestellt werden. Dies spricht dafür, dass durch mehr hydrophile NC an der Oberfläche die Benetzungsphase schneller abgeschlossen wurde, während diese Effekte bei Karton B4 durch die höhere Saugfähigkeit des Bedruckstoffes verdeckt wurden.



Abb. 39 Intensitätsverlauf über 5 s der mit dem 140T bedruckten B8 Proben.
 Die mit steigender Konzentration der NC nach links verschobenen Maxima sind deutlich zu erkennen

Wie in *Abb. 40* zu sehen, konnten in den ersten Sekunden der Intensitätskurve von B7 kleinere Schwankungen der Intensität festgestellt werden. Auch B4 wies diese Art der Schwankungen auf. Diese werden auf die in *Abschnitt 6.3.1* gezeigte Inhomogenität der Oberfläche zurückgeführt. Bei B8 konnten diese Schwankungen nicht beobachtet werden.



Abb. 40 Intensitätsverlauf über 5 s der mit dem 140T Sieb bedruckten B7 Proben. Es sind Schwankungen um das Maximum zu Beginn der Messung zu erkennen.

### 6.3.6.2 Siebdruck 21-140

Bei den 21-140 Proben konnten verschiedenste bedeutsame Änderungen des Intensitätsverlaufs festgestellt werden. Bei den gestrichenen Kartonsorten B4 und B7 wurde ein sinusartiger Kurvenverlauf in den ersten Sekunden beobachtet (*siehe Abb.* 41). Nach einer anfänglichen Benetzungsphase und einem ersten Maximum kam es zur Ausbildung eines Minimums sowie eines zweiten Maximums. Danach war der Kurvenverlauf ähnlich zu dem der 140T Proben und flachte langsam bis zum Ende der Messung ab.



**Abb. 41** Exemplarischer Intensitätsverlauf von B4 unbedruckt und B4 CNF<sub>1</sub> 21-140 Zu Beginn der Messung ist ein erstes Maximum und ein Minimum zu erkennen

Die Menge der übertragenen NC war der Grund für die Änderung des Kurvenverlaufs, jedoch sind die genauen Ursachen nicht ergründet. Es ist denkbar, dass das Wasser zunächst die NC-Schicht penetrierte und so eine erste Benetzungs- und Penetrationsphase mit Anstieg, Maximum und Abfall der Kurve erzeugte. Es ist davon auszugehen, dass ab dem Minimum und dem zweiten Anstieg des Intensitätsverlaufs die Benetzungsphase des darunterliegenden Kartons begann und mit dem zweiten Maximum abgeschlossen war. Die so verschobene Penetrationsphase des Kartons lässt darauf schließen, dass aufgrund der zuvor penetrierten CNF-Schicht die Penetration in den Karton verzögert erfolgte. Bei Karton B4 spiegelte sich dies in einem geringeren  $A_{30}$  Wert der bedruckten Proben wider. Diese Annahme wurde durch die Abwischbarkeit der CNF-Schicht nach Kontakt mit Wasser bestätigt (*siehe Abschnitt* 6.3.5), was dafür spricht, dass das Wasser die CNF-Schicht vollständig penetrierte und diese sogar löste.

Bei der Untersuchung von Zusammenhängen von  $NC_{th}$  zeigte sich negativer linearer Zusammenhang mit r = 0,97 zum Intensitätswert des Minimums und r = 0,87 zu  $t_{min}$ für Karton B4. Für Karton B7 zeigte sich ein ähnlicher Zusammenhang mit r = 0,79und r = 0,78. Je höher  $NC_{th}$  auf den gestrichenen Kartonsorten B4 und B7 war, desto tiefer sank die Intensitätskurve bis zum Minimum ab und desto früher wurde  $t_{min}$ erreicht (*siehe Abb. 42*). Dies lässt darauf schließen, dass die CNF-Schicht für die Form und Größe der sinusartigen Schwankung zu Beginn der Messung verantwortlich ist. Begründet werden kann das tiefere Absinken mit einer größeren Menge hydrophilen Materials an der Kartonoberfläche, welches das umgebene Wasser in Teilen bindet. Die hydrophilen Eigenschaften skalieren mit der Menge an hydrophi ler NC auf der Kartonoberfläche.



Abb. 42 Zeitlicher Intensitätsverlauf der Proben B4 21-140. Das Minimum liegt auf der Zeitachse früher mit steigender NCth und ist darüber hinaus tiefer.

Für Karton B8 zeigte sich ein anderes Bild. Die  $\text{CNF}_{0,5}$  Beschichtung hatte hier einen ähnlichen Effekt wie die 140T-Beschichtungen und führte zu einer Verschiebung des Maximums zur Ordinate hin (*siehe Abb. 43*).  $\text{CNF}_1$  und  $\text{CNF}_2$  hingegen sorgten dafür, dass die Benetzungsphase zu Beginn der Messung entfiel und die Intensitätskurve bei  $I_0 = 100$  % begann.  $\text{CNF}_1$  zeigte ein weiteres Maximum bei  $t_{max} = 1,16$  s während  $\text{CNF}_2$  lediglich einen Wendepunkt in der Kurve bei t = 2,2 s zeigte. Es ist davon auszugehen, dass durch die offene Struktur des Fasergefüges bei ungestrichenem Karton die hydrophile NC dafür sorgte, dass das Wasser trotz eventuell eingeschlossener Luft schneller in den Karton penetrierte.



Abb. 43 Zeitlicher Intensitätsverlauf der Proben B8 21-140. Die Kurve von CNF<sub>0,5</sub> weist starke Ähnlichkeit mit der unbedruckten Probe auf während CNF<sub>1</sub> und CNF<sub>2</sub> keine Benetzungsphase zeigen.

Als weitere Kennzahl wurde  $t_{95}$  der bedruckten Proben untereinander verglichen, um die Penetrationsgeschwindigkeit der Proben zu bewerten. In *Abb. 44* sind die sechs größten Mittelwerte von  $t_{95}$  zu sehen. Es zeigte sich, dass der Karton B4 bei den mit Hilfe des 21-140 Siebs bedruckten Proben die geringsten Penetrationsgeschwindigkeiten aufwies. Dies ist für die Anwendung im Kapillarfluss insoweit relevant, als dass die aufgetragene Testflüssigkeit möglichst langsam vom Material
absorbiert werden sollte, damit genügend Zeit zum Durchlaufen der Kapillaren verfügbar ist.



**Abb. 44** Die sechs größten Mittelwerte von  $t_{95}$  zeigen, dass diese ausschließlich bei Karton B4 vorliegen. Zum Verlgeich ist rechts außen der Mittelwert von  $t_{95}$  des unbedruckten Kartons B4 zu sehen. Die hier gezeigten  $t_{95}$  Werte des 21-140 Siebs sind signifikant größer als die des 140T Siebs.

### 6.3.6.3 Flexo- und Tiefdruck

Die im Flexo- und Tiefdruck bedruckten Proben wurden aufgrund der Fingerbildung und der damit einhergehenden geringen Flächendeckung der NC nicht mit Hilfe des *Emtec PDA* untersucht. Weiterhin war aufgrund der Ergebnisse der 140T Proben davon auszugehen, dass nur ein geringer Unterschied des Penetrationsverhaltens gegenüber den unbedruckten Proben festzustellen sein wird.

## 6.4 Prägewerkzeuge und -versuche

In vorhergehenden Forschungsarbeiten an der *HTWK* wurden bereits Prägewerkzeuge im *Direct Light Processing (DLP)* hergestellt [62], [63]. Allerdings wurden dort deutlich größere Strukturen angelegt. Um zu prüfen, ob das Verfahren für die vorliegende Anwendung ebenfalls geeignet ist, wurde es für die Herstellung der nachfolgend beschriebenen Prägewerkzeuge ausgewählt. Das Verfahren besitzt gewisse Nachteile hinsichtlich der Abformgenauigkeit der Prägungen, ist jedoch grundsätzlich für die Herstellung von Prägewerkzeugen geeignet [62]. Die für die Prägeversuche hergestellten Prägewerkzeuge wurden mit Hilfe eines *Anycubic Photon S* DLP-Druckers hergestellt. Zur Herstellung kam *PrimaCreator DLP-Resin white* mit einer Shorehärte von ca. 85 bis 88 Shore D zum Einsatz.

Das Design der Werkzeuge erfolgte mit Hilfe der Software Autodesk Fusion 360. Aufgrund der Herstellgenauigkeit des DLP-Druckers war davon auszugehen, dass halbkreisförmige und V-förmige Reliefstrukturen unzureichend genau abgebildet werden, daher wurden im ersten Schritt trapezförmige Reliefstrukturen entwickelt. Diese wurden in unterschiedlichen Breiten angelegt, um möglichst viele verschiedene Größen von Kanalgeometrien für weitere Tests zur Verfügung zu stellen. Um während des Prägevorgangs Beschädigungen des Kartons weitestgehend zu vermeiden, wurde der Flankenwinkel aller Kanäle auf 15° eingestellt und eine Rundung an der Oberseite des Prägereliefs hinzugefügt. In *Abb. 45.* ist das Layout des Prägewerkzeugs mit Bemaßung zu sehen. Es wurden außerdem Kanäle unterschiedlicher Breite mit kreisförmigen Reservoirs angelegt, um einen Fließversuch durchzuführen zu können (*siehe Abschnitt 6.5*).



Abb. 45 Layout des Prägewerkzeugs mit Bemaßung. Eine vergrößerte Darstellung befindet sich in *Anhang D.1*. Screenshot aus *Autodesk Fusion 360*.

Basierend auf der Kompressibilität von etwa 60 % der verfügbaren Kartonsorten (*siehe Abschnitt 4.3*) wurde bei einer Materialdicke von 550 µm eine maximale Reliefhöhe h von etwa 350 µm festgelegt. Um den optimalen Wert von h des Prägewerkzeugs zu ermitteln, wurden zunächst acht Prägewerkzeuge mit unterschiedlichen Profilhöhen zwischen 150 und 500 µm mit einem Abstand von je 50 µm erzeugt. Die Prägewerkzeuge wurden senkrecht im *Anycubic Photon S* produziert, sodass die in *Abb. 45* unten zu sehenden Kanäle senkrecht zur Haftplatte des DLP-Druckers stehen (*siehe Anhang D.1*). Die Prägewerkzeuge wurden nach Produktion mit Hilfe des *Keyence VR 3000 G2* 3D-Profilometers untersucht und vermessen. Dabei wurde festgestellt, dass die in den CAD-Daten angelegte Profilhöhe des Reliefs bei kleineren Linienbreiten nicht der tatsächlichen Reliefhöhe h entspricht. Diese Änderung ist auf Ungenauigkeiten bei der Herstellung zurückzuführen. Ab einer Linienbreite von < 0,25 mm war diese Verringerung größer als 10 %. In *Anhang D.2* sind die erreichten Werte von h aller Prägelinien der im ersten Schritt erzeugten Prägewerkzeuge zu finden. Auch die Linienbreiten konnten durch den DLP-Drucker nicht exakt umge-

setzt werden. Aufgrund des vertikalen Schichtaufbaus der Prägewerkzeuge wurde bei den Prägelinien, welche parallel zur Haftplatte verlaufen, eine einseitig verlängerte Flanke festgestellt *(siehe Abb. 46)*.



 Abb. 46 Prägelinie mit h = 400 μm und b = 500 μm. Links zeigt sich ein flacherer Anstieg der Flanke als rechts, da sich diese Seite beim Druck auf der Unterseite befand. Breite der linken Flanke 360 μm, Breite der rechten Flanke 215 μm. Weiterhin sind Deformationen nach Gebrauch an der Prägelinie zu sehen. Aufgenommen mit Nanofocus µsurf Custom Konfokalmikroskop

Dies konnte auf die Art und Weise der Herstellung zurückgeführt werden und beeinflusste die Form der damit erzeugten Prägungen. In der nachfolgenden *Abb. 47* ist beispielhaft der Querschnitt von Prägewerkzeug und 3D-Daten einer der Prägelinien im Vergleich dargestellt. Die in *Abb. 46* dargestellte Differenz der Flanken ist hier besonders gut zu sehen. Weiterhin ist zu sehen, dass jede gedruckte Schicht ein Relief für sich verursachte, was sich negativ auf die Herstellgenauigkeit des Prägewerkzeugs auswirkte. Dies ist auf eine zu geringe Auflösung des DLP-Druckers zurückzuführen.



Abb. 47 Querschnittsprofile der 3D-Daten (schwarz) und des tatsächlichen Prägewerkzeugs im Vergleich. Dargestellt ist exemplarisch die 250 µm breite Prägelinie.

Um sicherzustellen, dass die Prägungen, welche mit Hilfe des Prägewerkzeugs hergestellt werden sollten, die Bedingung für spontanen Kapillarfluss erfüllen *(siehe Abschnitt 3.7.2)*, wurde mit Hilfe von *Gl. 14* das Verhältnis  $\varepsilon$  für die drei Prägelinien mit Reservoir berechnet, wie in *Tab. 8* dargestellt. Es ist jedoch festzuhalten, dass diese Werte nur bei einer Abformgenauigkeit von 100 % gelten. Die real hergestellten Prägewerkzeuge und Prägungen weichen von dieser ab. Da der Grenzwert cos  $\theta$ für spontanen Kapillarfluss zwischen 0 und 1 liegt, sind Kapillaren mit  $\varepsilon > 1$  unabhängig des Kontaktwinkels nicht fließfähig. Dies war bei der Prägelinie mit einer Breite von 1 mm mit  $\varepsilon = 1,11$  der Fall. Die beiden anderen Prägelinien erzeugen theoretisch Kanäle, in welchen abhängig von  $\theta$  ein spontaner Kapillarfluss stattfinden kann.

Tab. 8	Kanalbreiten	in µm und	Grenzwerte	für spontanen	Kapillarfluss of	des Prägewerkzer	ugs
--------	--------------	-----------	------------	---------------	------------------	------------------	-----

Linienbreite in µm	3
250	0,29
500	0,10
1000	1,11

## 6.5 Ergebnisse und Diskussion der Prägeversuche

Die Prägeversuche wurden mit Hilfe einer Zwick Roell Z020 Universalprüfmaschine durchgeführt. Dazu wurden zunächst auf unbedrucktem Karton die optimale Prägekraft mit der größtmöglichen Prägetiefe  $D_p$  sowie die optimale Reliefhöhe h der erzeugten Prägewerkzeuge ermittelt. Die Versuche wurden mit Kräften zwischen 3 kN und 18 kN durchgeführt und anschließend mit Hilfe eines Keyence VR 3000 G2 3D-Profilometers untersucht und vermessen. Es zeigte sich, dass die optimale Prägekraft bei 18 kN lag und mit dem Prägewerkzeug mit einer Profilhöhe der CAD-Daten von 400 µm die besten Prägeergebnisse erzielt werden konnten. Die tatsächliche

Reliefhöhe h des Werkzeugs betrug (379 ± 33) µm. Dieses Werkzeug wurde für alle weiteren Prägeversuche mit einer Prägekraft von 18 kN eingesetzt.

Durch Prägeversuche mit diesem Werkzeug auf unbedruckten Proben konnte ermittelt werden, dass Karton B4 und B7 die größten Werte von  $D_p$  mit (115 ± 11) µm und (113 ± 14) µm parallel zur Laufrichtung erreicht konnten. B8 erreichte aufgrund seiner geringeren Kompressibilität lediglich eine  $D_p$  von (77 ± 8) µm. In Anhang E befindet sich eine vollständige Übersicht über die erreichten Prägetiefen auf allen Kartonsorten. Generell kann festgehalten werden, dass Prägelinien parallel zur Laufrichtung eine signifikant größere Prägetiefe als quer zur Laufrichtung ermöglichen. Alle weiteren Erläuterungen im Kontext der Prägetiefe beziehen sich auf die Tiefe parallel zur Laufrichtung. Bei keiner Prägung auf unbedruckten Material konnten Schäden am Fasergefüge oder am Strich des Kartons ausgemacht werden. Die in Abschnitt 6.3.2 beschriebene Materialdickenänderung durch Aufquellen kam der Prägetiefe der bedruckten Proben zu Gute. Bei den B4 21-140 Proben konnte eine D von (140 ± 13) μm erreicht werden. Gegenüber den unbedruckten Proben konnte bei den 140T Proben jedoch keine signifikante Veränderung von D, festgestellt werden. Zusätzlich ist zu vermerken, dass das Prägewerkzeug kompressibel ist. Durch einen Druckversuch ohne Werkstück konnte die Verformung des Werkzeugs erfasst werden (siehe Abb. 48). Bei der angewendeten Prägekraft von 18 kN ist mit einer Verformung des Werkzeugs von etwa 200 µm zu rechnen. Der lineare Anstieg in Abb. 48 spricht für eine rein elastische Verformung. Eine anschließende Untersuchung des Prägewerkzeugs mit Hilfe des Keyence VR 3000 G2 bestätigte diesen Eindruck, da keine sichtbaren Schäden festgestellt werden konnten.



Abb. 48 Einzelmessung der Verformung über Krafteintrag eines 3D-gedruckten Prägewerkzeugs mit 6 mm Durchmesser. Die lineare Steigung lässt auf eine elastische Verformung schließen.

Außerdem konnte bei keiner Prägung, weder visuell noch mit Hilfe von Mikroskopie, eine Beschädigung der CNF-Schicht ausgemacht werden. Es ist davon auszugehen, dass die CNF-Schicht während des Prägevorgangs keinen signifikanten Schaden davonträgt. Allerdings wurde das Prägewerkzeug im Laufe der Versuche abgenutzt, wie bereits in *Abb. 46* zu sehen war. Ob die Beschädigungen des Werkzeugs *D<sub>p</sub>* beeinflussen, ist nicht bekannt. Es wird empfohlen, die Prägewerkzeuge regelmäßig auf Verschleiß zu prüfen und ggf. zu ersetzen.

Mit Hilfe des Nanofocus µsurf Custom Konfokalmikroskops wurden Querschnittslinien der Prägungen erzeugt. Wie bereits in *Abb. 47* zu sehen war, wiesen die Prägewerkzeuge eine mangelhafte Herstellgenauigkeit auf. Auch die Abformgenauigkeit war, wie in der folgenden *Abb. 49* zu sehen, mangelhaft. Außerdem war festzustellen, dass der Karton eine sehr große Rückschwellung erfahren hat. Mit Hilfe der *Zwick Roell Z020 Universalprüfmaschine* konnte bei B4 21-140 eine Eindringtiefe von (553 ± 11) µm festgestellt werden. Abzüglich der Verformung des Werkzeugs von 194 µm (*siehe Abb. 48*) blieb eine Verformung des Kartons von 359 µm. Im Beispiel von *Abb. 49* beträgt  $D_p = 130$  µm, was einer Rückschwellung des Kartons von 64 % entspricht.





Analog zu Abb. 47 wird exemplarisch die 250 µm breite Prägelinie dargestellt.

Aufgrund der Abweichung der Dimensionen des Prägewerkzeugs wurden auch hier die Grenzwerte der Prägungen für einen spontanen Kapillarfluss berechnet. Alle Werte von  $\varepsilon$  lagen betragsmäßig nahe an 1 (*siehe Anhang D.3*), was den Kapillarfluss bei einem minimalen Kontaktwinkel von  $\theta = (19, 0 \pm 2, 3)^{\circ}$  und dem entsprechenden cos  $\theta = 0,9438$  unmöglich machte. Um die Korrektheit der Berechnungen zu prüfen, wurde ein Fließtest mit der in *Abschnitt 6.2* vorgestellten Testflüssigkeit durchgeführt. Dazu wurde mit Hilfe einer Pipette die Anwendung als POCT zu simuliert und unterschiedliche Tropfenvolumina manuell auf eine geprägte Probe abgesetzt. Bewertet wurde anschließend, ob die Kapillaren in der Lage waren, die Flüssigkeit von einem Reservoir ins andere zu transportieren. Es wurde festgestellt, dass auf sämtlichen erzeugten Proben wie erwartet kein Kapillarfluss zustande kam.

Im Anschluss an den Test der offenen Kapillaren wurden diese mit Hilfe von transparentem Klebeband verschlossen, um die Bedingung für spontanen Kapillarfluss, wie in *Abschnitt 3.7* beschrieben und *Anhang A* gezeigt, zu vereinfachen. Dieser war erfolgreich und es konnte festgestellt werden, dass die Kapillarströmung nur bis zum Ende des Klebebands und nicht darüber hinaus erfolgte. Dies bestätigt, dass die Bedingung für spontanen Kapillarfluss im Bereich der offenen Kapillaren nicht eingehalten wurde. Darüber hinaus konnte festgestellt werden, dass der unbeschichtete Karton sofort nach Auftragen der Flüssigkeit zu quellen beginnt. Die beschichteten Proben zeigten während des Kapillarflusses keine Penetration in den Karton.

## 6.6 Erkenntnisse der explorativen Studie

Ziel war es, mit Hilfe der explorativen Studie eine optimale Materialkombination zu ermitteln, mit der die zweite Iteration der Studie durchgeführt werden konnte. Dazu sollten mögliche Materialkombinationen auf ein Minimum reduziert werden. Um eine Auswahl anhand der durchgeführten Untersuchungen zu treffen, wurde ein Ranking auf Basis verschiedener Kriterien entwickelt. Als relevante Kriterien wurde in Bezug auf die Druckergebnisse die Homogenität der Schicht, der Kontaktwinkel  $\theta$  und die Penetrationsgeschwindigkeit  $t_{95}$  ausgewählt. Diese waren für die spätere Anwendung relevant und beeinflussten maßgeblich die Funktionalität der Kapillaren. Außerdem wurde die erreichte Prägetiefe als Kriterium bezogen auf die Prägung ausgewählt.

Die kleinsten Kontaktwinkel und die geringsten Penetrationsgeschwindigkeiten wurden einzeln für die jeweils zehn besten Proben mit 1 bis 10 Rangpunkten bewertet und die Rangpunkte je Probe addiert. Anschließend wurden für die bisher im Ranking erscheinenden Proben 0 bis 3 Rangpunkte für die visuelle Homogenität der Oberfläche vergeben, wobei 3 Punkte die beste Homogenität widerspiegeln. Darüber hinaus wurden die bisherigen Proben nach erreichter Prägetiefe  $D_p$  absteigend sortiert und auch hier 1 bis 10 Rangpunkte für die zehn besten vergeben. Wie *Tab. 9* zu entnehmen ist, hat die Probe B4 21-140 CNF1 die beste Kombination an Eigenschaften für weitere Versuche. Die volle Tabelle mit allen Rängen befindet sich in *Anhang F.* Als weiterer Vorteil der Probe B4 21-140 CNF1 kann die Schwellung des Kartons genutzt werden, da diese eine größere Prägetiefe gegenüber den Proben des 140T Siebs ermöglicht.

Rang	Probe	t95	θ	Homogenität	Prägetiefe	Summe
1	B4 21-140 CNF1 1x	9	10	3	8	30
2	B4 21-140 CNF0,5 1x	10	3	0	10	23
3	B4 21-140 CNF2 1x	8	4	2	9	23
4	B4 140T CNF1 3x	2	7	2	4	15
5	B4 140T CNF2 1x	7	0	2	3	12

**Tab. 9** Top fünf des Rankings. Die Probe B4 21-140 CNF<sub>1</sub> hat mit Abstand die meisten Punkte erreicht.

In Bezug auf das Prägewerkzeug konnten erste Erkenntnisse bezüglich der Konstruktion dieser sowie den Druckeinstellungen des 3D-Druckers festgehalten werden. Die Kanalbreite von 1 mm ist bei gegebenen Dimensionen des Kartons zu groß, um einen spontanen Kapillarfluss zuzulassen. Weiterhin sollte die Druckauflösung erhöht werden, um die Strukturen der Schichten zu verkleinern und so die Wellenstruktur der Kanalböden auszugleichen. Außerdem sollte die Ausrichtung der Prägelinien zur Haftplatte des DLP-Druckers beachtet werden, um die in *Abschnitt 6.4* beschrieben einseitige Veränderung der Reliefstrukturen zu verhindern.

## 7 Weiterentwickelte Studie

Ausgehend von den in *Abschnitt 6.6* beschriebenen Erkenntnissen aus der explorativen Studie wurde ein weiterer Versuch geplant und durchgeführt, um mögliche Verbesserungspotenziale der zuvor ermittelten optimalen Parameter aufzudecken. Nachfolgend wird zunächst die Vorgehensweise der Studie vorgestellt, anschließend die Ergebnisse dieser. Den Schluss des Kapitels bilden Empfehlungen für eine Fortsetzung der Studie, um eine weitere Optimierung der Ergebnisse über die vorliegende Arbeit hinaus zu ermöglichen.

## 7.1 Vorgehensweise

Zunächst wurde ein optimiertes Prägewerkzeug mit sechs Prägelinien mit Breiten zwischen 100  $\mu$ m und 600  $\mu$ m entwickelt (*siehe Abb. 50*). Diese wurde mit den Prägelinien senkrecht zur Haftplatte im *Anycubic Photon S* mit erhöhter Schichtauflösung von 100  $\mu$ m produziert und im Anschluss mit Hilfe des *Keyence VR3000 G2* vermessen. Die Profilhöhe der CAD-Daten von 400  $\mu$ m wurde nicht verändert.



**Abb. 50** Verbessertes Layout des Prägewerkzeugs mit Bemaßung. Es wurden sechs verschiedene Kanal-breiten von 100 μm bis 600 μm angelegt. Screenshot aus *Autodesk Fusion* 360. Vergrößerung in *Anhang G.1* 

Wie in *Tab. 10* zu sehen ist, führten die Abmessungen der Prägewerkzeuge dazu, dass bei allen Prägelinien theoretisch ein spontaner Kapillarfluss bei einem Kontaktwinkel von  $\theta = 20^{\circ}$  möglich war. Zusätzlich wurde der Flankenwinkel der Reliefstrukturen auf 8° reduziert. Dies ist der optimale Flankenwinkel, der bei konven-

tionellen Prägewerkzeugen verwendet wird [35, S. 453]. Auch die Rundung an der Oberseite des Prägereliefs wurde entfernt *(siehe Abb. 47)*. Die Prägekraft von 18 kN wurde für alle folgenden Versuche beibehalten.

Linienbreite in µm	ε (3D-Daten)
100	0,171
200	0,252
300	0,333
400	0,414
500	0,495
600	0,575

**Tab. 10**Verhältnis  $\varepsilon$  der CAD-Daten für alle sechs Prägelinien. Abhängig von  $\theta$  ist bei allenPrägelinien theoretisch ein spontaner Kapillarfluss möglich.

Des Weiteren wurde eine Matrize zu der in *Kapitel 6* verwendeten Patrize konzipiert, um eine Reliefprägung zu ermöglichen. Es handelte sich um eine exakte Spiegelung mit ansonsten gleichen Abmessungen *(siehe Anhang D.1)*. Durch das Nutzen der Reliefprägung wurde erwartet,  $D_p$  weiter zu steigern und die Abformgenauigkeit des Prägewerkzeugs zu verbessern. Die Reliefprägung wurde mit analogen Einstellungen zur Vollprägung durchgeführt.

Bei den Druckversuchen wurde vollständig auf die Druckverfahren Flexo- und Tiefdruck verzichtet. Außerdem wurde im Siebdruck das 140T Sieb nicht erneut eingesetzt. Alle Proben wurden mit Hilfe des 21-140 Siebs sowie  $CNF_1$  beschichtet. Die in *Abschnitt 6.1* beschriebenen Druckeinstellungen wurden nicht verändert. Weiterhin wurden, um die Homogenität der gedruckten CNF-Schicht zu verbessern, Druckversuche mit doppelter Beschichtung und den genannten Einstellungen durchgeführt. Es war davon auszugehen, dass die stochastisch verteilten Löcher bei zwei aufeinanderfolgenden Drucken nicht an der gleichen Position sind, sodass diese bestmöglich geschlossen werden konnten. Darüber hinaus wurde eine zweite Versuchsreihe mit einfach und doppelt beschichteten Proben in einem *MLW WS 50* Trockenofen bei 100 °C für 5 min getrocknet. Die doppelt beschichteten Proben wurden nach jedem Druckgang getrocknet. Diese Versuchsreihe sollte Aufschluss darüber geben, ob die Materialdickenänderung sowie die Restfeuchte durch wärmeinduzierte Trocknung verändert wird.

## 7.2 Ergebnisse

Die erzielten Ergebnisse der weiterentwickelten Studie werden nachfolgend vorgestellt und mit den Ergebnissen der explorativen Studie aus *Kapitel 6* verglichen. Die Reihenfolge der Untersuchungen ist analog zur explorativen Studie *(siehe Abschnitt 6.3)*. Außerdem werden die Ergebnisse des weiterentwickelten Prägewerkzeugs sowie die der Reliefprägung vorgestellt.

#### 7.2.1 Siebdruck

Die visuelle Homogenität konnte durch das doppelte Bedrucken deutlich verbessert werden. Wie erwartet, konnten die stochastisch verteilten Löcher dadurch geschlossen werden. Der visuelle Eindruck zeigte eine vollständig geschlossene Oberfläche *(siehe Abb. 51).* Visuell konnte kein Unterschied zwischen den mit Hitze getrockneten und den luftgetrockneten Proben festgestellt werden.



Abb. 51 Die visuelle Homogenität der einfach bedruckten Proben (links) konnte durch daszweifache Bedrucken deutlich verbessert werden (rechts)

Der Einfluss des Druckvorgangs auf die Dicke des Bedruckstoffes blieb trotz Hitzetrocknung nach wie vor bestehen (*siehe Abb. 52*). Durch Analyse mit Hilfe eines Zweistichproben t-Tests für abhängige Stichproben zum Signifikanzniveau  $\alpha = 0,05$ zeigte sich, dass bei einfachem Bedrucken zwischen Luft- und Hitzetrocknung kein signifikanter Unterschied besteht.



Abb. 52 Vergleich der Materialdicke zwischen einfach und zweifach bedruckten Proben sowie Luft- und Heißlufttrocknung

Der Mittelwert der Dicke der zweifach bedruckten hitzegetrockneten Probe war jedoch um 10,3 µm signifikant geringer als das einfach bedruckte Gegenstück. Da jedoch in *Abschnitt 6.5* eine Rückschwellung von 64 % festgestellt wurde, ist die spätere Verringerung der Prägetiefe zu vernachlässigen.

Analog zu *Abschnitt 6.3.2* wurde ebenfalls mit Hilfe des *Sartorius MA30* die Restfeuchte bestimmt (*siehe Tab. 11*). Es zeigte sich, dass die Restfeuchte der zweifach bedruckten Probe auf (9,08  $\pm$  0,05) % gestiegen ist und sich nicht signifikant von der einfach bedruckten Probe unterscheidet. Die hitzegetrockneten Proben hingegen zeigten

eine Restfeuchte in der Größenordnung der unbedruckten Probe. Es ist davon auszugehen, dass durch die Hitzetrocknung die Restfeuchte auf den Ausgangswert zurück fiel. Weiterhin bestand zwischen der unbedruckten und den hitzegetrockneten Proben kein signifikanter Unterschied der Restfeuchte. Außerdem wurde angenommen, dass sich ein Teil der Restfeuchte in der CNF-Schicht befindet. Auch das Quellen der zweifach bedruckten Probe wurde scheinbar durch die Hitzetrocknung reduziert, da die Materialdicke geringfügig kleiner ist als die luftgetrocknete Variante *(siehe Abb. 52)*. Die Auswirkungen auf die Planlage der Proben bleiben unverändert.

und oftan	aaraabiterentangent	
Druckgänge	Trocknung	Restfeuchte in %
Unbedruckt	_	7,83 ± 0,28
1x	Luft	9,12 ± 0,02
2x	Luft	9,08 ± 0,05
1x	Hitze	7,51 ± 0,05
2x	Hitze	7,72 ± 0,08

Tab. 11Restfeuchte von einfach und zweifach bedruckten B4 21-140 CNF1 Proben im Ver-<br/>gleich zwischen Hitze- und Lufttrocknung. Gezeigt sind Arithmetische Mittelwerte<br/>und Standardabweichungen.

Zur Feststellung inwieweit sich der Kontaktwinkel durch zweifaches Bedrucken oder Hitzetrocknung verändert hat, wurde ein Zweistichproben t-Test für abhängige Stichproben zum Signifikanzniveau  $\alpha = 0,05$  durchgeführt. Es zeigte sich, dass die Hitzetrocknung bei einfachem Bedrucken den Kontaktwinkel signifikant erhöhte (*siehe Abb. 53*). Die Hitzetrocknung der zweifach bedruckten Probe führte zu keiner signifikanten Veränderung des Kontaktwinkels gegenüber der luftgetrockneten Probe. Der Vergleich zwischen einfach und zweifach bedruckten Proben zeigte ebenfalls keinen signifikanten Unterschied.



Abb. 53 Vergleich der Kontaktwinkel der aus der weiterentwickelten Studie produzierten Proben. Die Kontaktwinkel zeigen bis auf die einfach bedruckte hitzegetrocknete Probe (1x H) keinen signifikanten Unterschied

Die Rauheit der zweifach bedruckten Proben unterschied sich bei Durchführung eines Zweistichprobentests für verbundene Stichproben zum Signifikanzniveau a = 0,05 nicht signifikant von den einfach bedruckten Proben. Auch der Ausgangswert des Intensitätssignals  $I_0$  während der Penetrationsmessung unterlag keiner signifikanten Veränderung. Es lag jedoch eine signifikante Veränderung der Lage des Minimums beim Intensitätsverlauf des Messsignals vor. Das Minimum wurde durch zweifaches Bedrucken betragsmäßig kleiner und näher an die Ordinate verschoben. Durch eine größere Menge an CNF auf dem Bedruckstoff ist davon auszugehen, dass die hydrophilen Eigenschaften verstärkt wurden, wodurch die Benetzungsphase weiter verkürzt wurde.

Dieses Verhalten konnte bereits in Abschnitt 6.3.6 festgestellt werden und wurde erneut bestätigt. Durch die Hitzetrocknung wurde  $t_{min}$  gegenüber den luftgetrockneten Proben reduziert, wie Abb. 54 zu entnehmen ist. Dies ist auf die geringere Restfeuchte zurückzuführen, weshalb davon auszugehen ist, dass mehr freie Hydroxylgruppen an den Fasern von NC und Karton vorhanden waren, wodurch die hydrophilen Eigenschaften des Materials durch eine erhöhte Anzahl von Möglichkeiten für Wasserstoffbrückenbindungen weiter gesteigert wurden. Es wurde angenommen, dass die Geschwindigkeit, mit der das Wasser die CNF-Schicht penetrierte, dadurch erhöht wurde. Der Betrag des Minimums wurde durch die Hitzetrocknung jedoch nicht signifikant verändert, da die totale Menge des ins Material aufgenommenen Wassers nicht verändert wurde. Auch  $t_{95}$  hat sich gegenüber den luftgetrockneten Proben nicht signifikant verändert.



Abb. 54 Zeitlicher Intensitätsverlauf von 0 bis 5 s der Penetrationsmessung der in der weiterentwickelten Studie produzierten Proben. Das Minimum zu Beginn der Messung liegt bei den hitzegetrockneten Proben (Kennzeichung H, graue Linien) n\u00e4her an der Ordinate.

### 7.2.2 Vollprägung

Die einseitige Veränderung konnte durch eine senkrechte Positionierung der Prägelinien zur Haftplatte des DLP-Druckers vermieden werden. Die Herstellgenauigkeit des Prägewerkzeugs hat jedoch im Vergleich zur vorherigen Iteration abgenommen. Die nachfolgende *Abb. 55* zeigt beispielhaft die Querschnittslinien der 200 µm breiten Prägelinie von CAD-Daten und Prägewerkzeug im Vergleich. Die geplante Reliefhöhe von 400 µm konnte bei keiner Prägelinie erreicht werden.



**Abb. 55** Vergleich des Querschnitts der 200 μm breiten Prägelinie von CAD-Daten (schwarz) und des tatsächlich produzierten Prägewerkzeugs (grau). Eine vollständige Übersicht aller Prägelinien des neuen Prägewerkzeugs befindet sich in *Anhang G.2*.

Es ist zu erkennen, dass der geplante Flankenwinkel von 8° im DLP-Druck nicht erreicht werden konnte. Auch der obere Bereich des Prägewerkzeugs konnte nicht exakt ausgeformt werden. Weil es trotz erhöhter Druckauflösung zu keiner Verbesserung hinsichtlich der Herstellgenauigkeit der Prägewerkzeuge kam, ist davon auszugehen, dass der *Anycubic Photon S* für die Herstellung von Strukturen dieser Größenordnung nur bedingt geeignet ist. Trotzdem sind alle erzeugten Kanäle bei idealer Abformgenauigkeit und einem Kontaktwinkel von  $\theta = 20^{\circ}$  theoretisch fließfähig, wie *Tab. 12* zu entnehmen ist.

**Tab. 12** Verhältnis <br/>ɛ der sechs Prägelinien des neuen Prägewerkzeugs. Die Fließbedingung<br/>von cos  $\theta$  = 0,939 für einen Kontaktwinkel  $\theta$  = 20° erlaubt bei allen Kanälen sponta-<br/>nen Kapillarfluss bei idealer Abformgenauigkeit der Prägung

Linienbreite in µm	ε (Prägewerkzeug)
100	0,026
200	0,096
300	0,117
400	0,206
500	0,261
600	0,241

Weil die Prägelinien die geplante Reliefhöhe im Druck nicht erreichen konnten, ist auch die Prägetiefe auf einen Wert von  $(131 \pm 14) \mu m$  gesunken. Diese unterscheidet sich jedoch bei Anwendung eines Zweistichproben t-Tests mit  $\alpha = 0,05$  nicht signifikant zu dem in *Abschnitt 6.5* genannten Wert von  $(140 \pm 13) \mu m$ . Wie der nachfolgenden *Abb. 56* zu entnehmen ist, war die Abformgenauigkeit der Prägung, wie bereits in der explorativen Studie gezeigt wurde, auch hier mangelhaft. Keine der erzeugten Prägungen wies einen ausreichend kleinen Wert von  $\varepsilon$  für die Möglichkeit eines spontanen Kapillarflusses auf.



**Abb. 56** Querschnittslinie der 300 μm breiten Prägelinie des Prägewerkzeugs (grau) und der Prägung (schwarz) im Vergleich. Die Vergleiche der anderen Prägelinien befinden sich in Anhang G.3

Analog zu *Abschnitt 6.5* wurde ein Fließtest mit der in *Abschnitt 6.2* beschriebenen Testflüssigkeit durchgeführt. Dieser zeigte gegenüber den in *Abschnitt 6.5* beschriebenen Ergebnissen keinerlei Veränderung, was aufgrund der zuvor beschriebenen Werte der Bedingungen für spontanen Kapillarfluss zu erwarten war. Mit Hilfe eines *Matrix Duo MD-460* Folienkaschiergerätes wurden die Proben mit zwei verschiedenen 50 µm starken OPP-Folien bei 110 °C und mit 0,3 m/min kaschiert, um das Verhalten von geschlossenen Kapillaren zu untersuchen. Zum Einsatz kamen dabei eine glänzende und eine matte Kaschierfolie. Dieses Vorgehen sollte die Reproduzierbarkeit der Untersuchung im Vergleich zu *Abschnitt 6.5* steigern. In der folgenden *Abb. 57* ist eine Querschnittsaufnahme der 600 µm breiten Kapillare zu sehen. Es ist festzustellen, dass die Kaschierfolie die offene Kapillare bedeckt und eine geschlossene Kapillare erzeugt hat.



 Abb. 57 Mit Hilfe der Folienkaschierung verschlossene Kapillare mit 600 μm Kanalbreite. Der Hohlraum der Kapillare unter der Kaschierfolie ist deutlich zu erkennen. Aufgenommen mit *Nanofocus µsurf Custom* Konfokalmikroskop bei 10-facher Vergrößerung.

Die kleinste Kapillare mit 100 µm Breite wies bei keiner der untersuchten Proben spontanen Kapillarfluss auf. Untersucht wurden sowohl einfach als auch doppelt bedruckte Proben. Auffallend ist hier, dass aus bisher nicht geklärten Gründen bei einfach bedruckten Proben mehr Kapillaren fließfähig waren als bei doppelt bedruckten Proben. Dies ist auf Beschädigungen während der manuellen Öffnung der Kaschierfolie zum Flüssigkeitstransport mittels Teppichmesser sowie die geringe Probenanzahl zurückzuführen. Weiterhin ist festzuhalten, dass die Testflüssigkeit bei den einfach bedruckten Proben zum Teil nicht die ganze Kapillare entlang geflossen ist. Es ist aufgrund der luftdichten Kaschierung davon auszugehen, dass die Flüssigkeit die Luft im Innern der Kapillare komprimiert und bei Ausgleich von Luft- und Kapillardruck ein Stillstand eintritt. Auch Fehlstellen in der Beschichtung könnten Ursache für den plötzlichen Stillstand sein (siehe Abschnitt 6.3.1). Während des Flüssigkeitstransportes konnte keine Penetration der Testflüssigkeit in den Karton festgestellt werden. Es ist davon auszugehen, dass die CNF-Schicht maßgeblich dafür verantwortlich ist und als Barriere zwischen Karton und Flüssigkeit interagiert. Zum Vergleich wurden unbedruckte Proben kaschiert und unter gleichen Bedingungen getestet. Diese zeigten eine sofortige Penetration der Flüssigkeit in das Fasergefüge des Kartons und nahezu keinen Kapillarfluss. Dies bestätigt die Erkenntnisse aus Abschnitt 6.5.

Außerdem wurde mit Hilfe einer *Sony Alpha 6000* Systemkamera der Fließversuch aufgezeichnet und die Fließgeschwindigkeit v der Flüssigkeit in den Kapillaren bestimmt. Es konnten keine signifikanten Unterschiede von v zwischen einfach und

doppelt beschichteten Proben festgestellt werden. In der folgenden *Abb. 58* sind die erreichten Fließgeschwindigkeiten der sechs Kanäle zu sehen. Die Geschwindigkeit variierte je nach Kanalbreite. Es konnte weder bei der Fließfähigkeit noch bei der Fließgeschwindigkeit ein signifikanter Unterschied zwischen der glänzenden und der matten Kaschierfolie festgestellt werden. Auch zwischen einfach und doppelt beschichteten Proben konnte kein Unterschied hinsichtlich der Fließgeschwindigkeit beobachtet werden. Die in *Abschnitt 7.2.1* beschriebene Erhöhung der Penetrationsgeschwindigkeit durch Hitzetrocknung scheint keinen negativen Einfluss auf das Ergebnis des Kapillarflusstests zu besitzen.



Abb. 58 Erreichte Fließgeschwindigkeiten der sechs Kapillaren. Bei der kleinsten Kapillare konnte kein Kapillarfluss festgestellt werden. Die deutlich geringe Schwankung des 300 µm breiten Kanals ist auf eine geringe Messwertanzahl zurückzuführen und unterliegt dem Zufall.

Anhand der dynamischen Viskosität der Testflüssigkeit von  $\eta = 4$  mPa·s und der Dichte von  $\rho = 1,04559$  kg/m<sup>3</sup> kann anhand von *Gl. 3-11* die Reynoldszahl berechnet werden. Ausgehend von einer Kapillarflussgeschwindigkeit von  $\nu = 1,5$  mm/s ergibt sich eine Reynoldszahl von *Re* = 0,01. Dies bestätigt sowohl das Vorliegen einer laminaren Strömung in den erzeugten Kapillaren als auch die Angaben aus der Literatur zu laminarer Strömung in MD (*siehe Abschnitt 3.7*). Die *Washburn-Gleichung* ist aufgrund der fehlenden zylindrischen Geometrie der erzeugten Kapillaren in diesem Fall nicht anwendbar.

Darüber hinaus konnten durch die veränderte Geometrie des Prägewerkzeugs Beschädigungen des Kartonstrichs festgestellt werden. Die Prägelinien mit den Breiten 100 µm, 500 µm und 600 µm zeigten deutliche Oberflächenrisse an den Kanten (*siehe Abb. 59*). Dies ist auf die Veränderung des Flankenwinkels zurückzuführen. Es wird empfohlen, die Prägelinien mit 200 µm bis 400 µm Breite für das Erzeugen von Kapillarstrukturen zu nutzen, da diese keine sichtbaren Beschädigungen aufwiesen.



 Abb. 59 Oberflächenrisse der Prägungen von den Prägelinien mit den Breiten 100 μm (links), 500 μm (mitte) und 600 μm (rechts). Die Risse sind links und in der Mitte jeweils unten links zu erkennen, rechts sehr gut sichtbar parallel zum Kanal. Aufgenommen mit Nanofocus μsurf Custom Konfokalmikroskop.

#### 7.2.3 Reliefprägung

Die Matrize für die Reliefprägung wurde mit Hilfe des Keyence VR3000 G2 3D-Profilometers untersucht. Es zeigte sich, dass die Tiefe der Reliefstrukturen geringer und inhomogener als erwartet ausfiel. Das führte dazu, dass die Patrize während des Prägevorgangs nicht vollständig in die Matrize eintauchen konnte. Während die Reliefstrukturen der Patrize eine Höhe von  $(379 \pm 33) \mu m$  aufwiesen, betrug die Tiefe der Matrize lediglich  $(310 \pm 62) \mu m$ . Bei Durchführung der Reliefprägung mit einer Prägekraft von 18 kN ergab sich eine  $D_p$  von  $(189 \pm 29) \mu m$ . Die höhere Schwankung gegenüber der Vollprägung lässt sich durch die hohe Schwankung der Relieftiefe der Matrize erklären. Weiterhin hat die Reliefprägung zu erheblichen Beschädigungen der Kartonoberfläche durch Risse geführt (*siehe Abb. 60*). Die Beschädigungen traten bereits bei geringeren Prägekräften ab etwa 8 kN auf. Eine geringere Prägekraft zur Vermeidung der Beschädigungen hatte im Vergleich zur Vollprägung noch geringere Prägetiefen zur Folge, was den Einsatz einer Matrize redundant machte.



**Abb. 60** Oberflächenrisse in der Reliefprägung der 250 μm breiten Prägelinie bei 18 kN Prägekraft.

Aufgenommen mit Nanofocus µsurf Custom Konfokalmikroskop

Auch hier konnte anhand von *Gl. 14* ausgehend von  $\theta = 20^{\circ}$  bei keiner der erzeugten Kapillaren eine ausreichend kleiner Wert von  $\varepsilon$  für das Auftreten von spontanem Kapillarfluss erreicht werden. Während der Durchführung des Fließtests konnte beobachtet werden, dass die Testflüssigkeit aufgrund der Kapillarstruktur der Risse sehr schnell in das Fasergefüge des Kartons penetriert und nicht in den geprägten Strukturen verblieb. Anhand der beschriebenen Beobachtungen war festzustellen, dass Beschädigungen der Kartonoberfläche zu einer erheblichen Beeinträchtigung der Funktionalität der geprägten Kapillarstrukturen führten. Die Proben der Reliefprägung wurden nicht mit Hilfe der Kaschierfolie verschlossen, da davon auszugehen war, dass das Applizieren mit Druck und Hitze das ausgebildete Relief beschädigt und so die Kanaltiefe reduziert. Außerdem wurde aufgrund der Ergebnisse des Fließtests der offenen Kapillaren auf ein Verschließen mit Hilfe von Klebeband verzichtet.

## 7.3 Erkenntnisse der weiterentwickelten Studie

Auf Basis des in *Abschnitt 6.6* vorgestellten Rankings wurde die Probe B4 21-140  $\text{CNF}_1$ als beste Probe ausgewählt. Diese konnte im Rahmen der weiterentwickelten Studie genutzt werden, um eine weitere Verbesserung der Eigenschaften von CNF-beschichteten Proben zu erwirken. Durch das doppelte Beschichten der Proben konnten die in *Abschnitt 6.3.1* bemängelten Fehlstellen in der CNF-Schicht nahezu vollständig verschlossen werden, was die Homogenität der Probe enorm gesteigert hat. Der Kontaktwinkel wurde gegenüber der einfachen Beschichtung nicht signifikant verändert. Aus diesem Grund wird empfohlen, weitere Tests nur noch mit zweifacher Beschichtung auszuführen.

Weil davon auszugehen ist, dass bei industrieller Produktion von CNF-beschichteten POCT eine Nachbehandlung der gedruckten Schicht erfolgt, um die Trocknungsund Verarbeitungszeit zu reduzieren, wurde der Einfluss einer Hitzetrocknung auf

die Proben untersucht. Es wurde festgestellt, dass der Kontaktwinkel bei doppelter Beschichtung und Hitzebehandlung nach jedem Druckgang keine signifikante Veränderung erfährt. Da der Kontaktwinkel bei einfacher Beschichtung und Hitzebehandlung signifikant größer ist, wird auch unter diesem Gesichtspunkt die zweifache Beschichtung empfohlen. Weiterhin konnte festgestellt werden, dass aufgrund des Hitzeeinflusses das Penetrationsverhalten verändert wurde. Die Zeit bis zum Minimum t<sub>min</sub> zu Beginn der Messung ist durch die Hitzebehandlung signifikant kleiner geworden, während sich der Betrag des Minimums selbst nicht signifikant verändert hat. Es ist anzunehmen, dass die CNF-Schicht aufgrund der Hitzebehandlung schneller von Wasser penetriert wird. Allerdings wurde  $t_{os}$  nicht wesentlich beeinflusst. Daher ist zu vermuten, dass die Funktionalität der Kapillaren durch den kleineren Wert von  $t_{min}$  nicht beeinflusst wird. Als weiterer Einfluss der Hitzetrocknung konnte die Veränderung der Materialdicke festgestellt werden. Die B4 Proben weisen nach wie vor eine Steigerung der Materialdicke auf, jedoch ist diese aufgrund der Hitzebehandlung signifikant kleiner als ohne. Weil die Verringerung der Materialdicke lediglich etwa 10 µm beträgt und eine Rückschwellung von 64 % bei Karton B4 festgestellt wurde, ist die daraus resultierende Änderung der Prägetiefe zu vernachlässigen.

Hinsichtlich des Prägewerkzeugs konnte festgestellt werden, dass das Auflösungsvermögen des *Anycubic Photon S* nur bedingt für die Herstellung von Werkzeugen mit Strukturgrößen im Mikrometerbereich geeignet ist. Die Herstellgenauigkeit im 3D-Druck der angelegten CAD-Daten ist generell mangelhaft ausgefallen, sodass der Flankenwinkel von 8° nicht umgesetzt werden konnte. Außerdem konnte festgestellt werden, dass die Reliefprägung mit der ausgewählten Materialkombination keine relevanten Ergebnisse erzielt hat. Die in hohem Maße auftretende Rissbildung bei hoher Prägekraft führte dazu, dass diese reduziert werden musste. Bei ausreichend geringer Prägekraft, mit welcher die Rissbildung vermieden werden konnte, wurde jedoch eine geringere Prägetiefe als bei der Vollprägung festgestellt. Daher wird empfohlen, auf den weiteren Einsatz der Reliefprägung mit den vorhandenen Materialien zu verzichten.

Es konnte weiterhin festgestellt werden, dass mit Hilfe der ausgewählten Materialkombination kein spontaner Kapillarfluss in offenen Kapillaren erzeugt wurde. Dies ist auf die mangelhafte Herstellgenauigkeit der Prägewerkzeuge zurückzuführen. Weiterhin ist anzunehmen, dass der hohe Betrag der Rückschwellung von Karton B4 einen Einfluss auf die Qualität der Prägung hatte. Im nachfolgenden *Abschnitt 7.4* werden Empfehlungen zur Verbesserung gegeben und alternative Vorgehensweisen zur Erzeugung von offenen Kapillarstrukturen in Karton vorgeschlagen.

Die mit Hilfe der beschriebenen Werkzeuge und Materialien erzeugten Kapillaren sind jedoch in geschlossener Form fähig, einen Flüssigkeitstransport über eine Distanz von 25 mm zu realisieren. Durch das Verschließen der Kapillaren mittels Kaschierfolie konnte gezeigt werden, dass die Flüssigkeit während des Transportes aufgrund der CNF-Schicht nicht in den Karton penetriert.

## 7.4 Empfehlungen für weitere Studien

Hinsichtlich der Prägewerkzeuge wird empfohlen, weitere alternative Herstellmethoden zu analysieren. Dazu könnten auch subtraktive Fertigungsverfahren zum Einsatz kommen. Die Genauigkeit der an der *HTWK Leipzig* vorhandenen DLP-Drucker lässt keine exakten Ergebnisse zu. In anderen wissenschaftlichen Arbeiten wurde das Polyjet-Verfahren eingesetzt, jedoch wurden auch hier mangelhafte Ergebnisse hinsichtlich der Herstellgenauigkeit von Prägewerkzeugen erzielt [63, S. 63]. Auch der SLA-Druck wurde bereits in Rahmen eines Forschungsprojektes zum Einsatz bei Prägewerkzeugen eingehend untersucht [62]. Weiterhin ist der Einsatz von Niederhaltern in Prägewerkzeugen möglich, jedoch im Größenbereich der zu erzeugenden Kapillaren und im Kontext der mangelhaften Herstellgenauigkeit bisher untersuchter Verfahren und vorhandener Geräte eine Herausforderung.

Auch die begrenzte Auswahl der vorhandenen Bedruckstoffe bietet Verbesserungspotenzial. Durch den Einsatz von Kartonsorten mit höheren flächenbezogenen Massen und Volumina lässt sich die Prägetiefe vermutlich weiter steigern, was dem Kapillarfluss zu Gute kommen würde. Womöglich bietet ein Faltschachtelkarton mit hoher flächenbezogener Masse wünschenswerte Eigenschaften für die Prägung von Kapillarstrukturen. Empfohlen werden Prägeversuche auf gestrichenem Karton mit 450 g/m<sup>2</sup> und mehr. Auch die Rückschwellung des Kartons sollte beachtet werden und möglichst gering ausfallen. Eine weitere Möglichkeit zur Verbesserung des Prägeergebnisses ist das Befeuchten des Kartons. Dies reduziert den Kraftbedarf zur Prägung und vermindert auftretende Beschädigungen an den Prägelinien [64]. Dies könnte vor allem bei der Durchführung einer Reliefprägung eingesetzt werden, um die dort auftretenden erheblichen Beschädigungen zu verringern. Allerdings sind hier mögliche Wechselwirkungen mit der CNF-Schicht zu beachten, da diese keine vollständige Wasserfestigkeit zeigt und bei Kontakt mit Wasser abwischbar ist. Es ist anzunehmen, dass durch eine Befeuchtung zur Prägung eine Beschädigung der CNF-Schicht während des Prägevorgangs auftritt.

Alternative Methoden zum Umformen und Trennen von Karton können ebenfalls zur Erzeugung von Kapillarstrukturen in Betracht gezogen werden. Trennverfahren wie z.B. Ritzen könnten genutzt werden, um V-förmige Kapillaren zu erzeugen. Dies würde jedoch bedeuten, dass die CNF-Beschichtung nach Erzeugung der Kapillarstrukturen zu erfolgen hat, da sonst die zuvor gedruckte Schicht durch das Trennverfahren entfernt wird. Hier ist zu untersuchen, inwieweit Kapillaren durch Druckverfahren beschichtet werden können und ob diese durch das Auftragen einer CNF-Schicht wieder verschlossen werden. Es ist außerdem zu vermuten, dass die Öffnung des Fasergefüges durch ein Trennverfahren zu einer erheblichen Quellung des Materials bei Beschichtung führt.

## 8 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit konnten die rheologischen Eigenschaften von NC-Fluiden grundlegend analysiert werden. Die vorhandenen Fluide mit drei unterschiedlichen Konzentrationen besitzen eine Fließgrenze und konnten mit Hilfe eines Bingham-Modells hinreichend genau beschrieben werden. Die Fließgrenze trat während des Druckprozesses als Störfaktor auf, weil insbesondere beim Siebdruck das Druckfluid auf der Druckform zwischen Einzeldrucken ruht. Das Scheren des Fluids führte zu einer teilweisen Strukturerholung nach 60 s.

Der Druckprozess wurde im Flexo-, Tief- und Siebdruck mit allen drei Fluiden auf verschiedenen Kartonsorten durchgeführt, hinsichtlich verschiedener Parameter untersucht und die Ergebnisse verglichen. Dabei konnte beobachtet werden, dass die getrocknete CNF-Schicht unter Einfluss von Wasser abwischbar ist und somit nur eine teilweise Wasserfestigkeit aufweist. Dies ist jedoch für die Anwendung als POCT irrelevant, weil davon auszugehen ist, dass das Auftragen der Testflüssigkeit exakt dosiert erfolgt und kein Abwischen überschüssiger Flüssigkeit notwendig ist. Im Flexo- und Tiefdruck konnte eine Saffman-Taylor-Instabilität festgestellt werden, welche das Druckergebnis negativ beeinflusste und die Herstellung von homogenen Schichten nahezu unmöglich machte. Die im Siebdruck mit Hilfe des 21-140 Siebs hergestellten Proben wiesen sowohl hinsichtlich der Homogenität der Oberfläche als auch des Kontaktwinkels die besten Eigenschaften zur Herstellung von Kapillaren auf. Auch das Penetrationsverhalten dieser Proben konnte zeigen, dass die Penetration von Flüssigkeit in den Karton durch die CNF-Schicht verzögert wurde, was der Funktionalität später erzeugter Kapillaren zu Gute kam. Die besten Ergebnisse im Siebdruck wurden durch zweifaches Verdrucken von CNF, auf dem gestrichenen Karton B4 mit dem 21-140 Sieb erzielt. Auch der Einfluss von Hitzetrocknung auf die Proben wurde untersucht. Es konnte festgestellt werden, dass die Penetrationsgeschwindigkeit aufgrund der Hitzetrocknung geringfügig erhöht wurde. Dies schien jedoch keinen negativen Einfluss auf die Funktionalität der Kapillaren zu besitzen. Das Erzeugen der Kapillarstrukturen wurde mit Hilfe eines im DLP-Druck erzeugten Prägewerkzeuges als Vollprägung ausgeführt. Die Reliefhöhe wurde anhand der Kompressibilität der eingesetzten Kartonsorten bestimmt und betrug 400 µm. Auf-

grund einer hohen Rückschwellung des Kartons B4 konnten Prägetiefen von lediglich (131  $\pm$  14) µm bei den hitzegetrockneten doppelt bedruckten Proben erzeugt werden. Die geplante Breite der Kapillaren betrug 100 µm bis 600 µm. Diese wurde jedoch aufgrund von mangelhafter Herstell- und Abformgenauigkeit des Prägewerkzeugs stark vergrößert.

Im Hinblick auf eine erste Anwendung des finalen Produktes als Bluttest wurde eine Testflüssigkeit entwickelt, welche die Oberflächenspannung und Viskosität von menschlichem Blut aufweist. Die Testflüssigkeit weist keinerlei strukturviskose oder thixotrope Eigenschaften auf, ist jedoch für Testzwecke ausreichend nahe an der natürlichen Vorlage. Bei Durchführung von Kapillarflusstests konnte keinerlei spontaner Kapillarfluss in offenen Kapillaren beobachtet werden. Durch das Verschließen der offenen Kapillaren mit Hilfe einer Folienkaschierung konnten geschlossene Kapillaren erzeugt werden, welche einen Flüssigkeitstransport über eine Distanz von 25 mm ohne Penetration der Flüssigkeit in den Karton mit einer Fließgeschwindigkeit von bis zu 2,2 mm/s realisieren. Die vorliegenden Ergebnisse zeigen, dass es möglich ist, kartonbasierte POCT mit geprägten Kapillarstrukturen zu erzeugen und zu nutzen.

Um kartonbasierte POCT mit offenen Kapillaren zu erzeugen, sind weitere Versuche notwendig. Es konnte gezeigt werden, dass die Abformgenauigkeit und Rückschwellung des Kartons maßgeblich für die Qualität bei der Herstellung von geprägten Kapillaren ist. Es wird empfohlen, andere gestrichene Kartonsorten mit deutlich höherer flächenbezogener Masse zu untersuchen, um eine höhere Prägetiefe zu ermöglichen. Außerdem sollte untersucht werden, welcher Karton die geringste Rückschwellung besitzt, um die Abformgenauigkeit der Prägung zu verbessern. Darüber hinaus sollte evaluiert werden, welches Verfahren zur additiven Fertigung von Prägewerkzeugen mit Strukturen im Mikrometerbereich am besten geeignet ist. Möglicherweise ist die Beschaffung eines DLP-Druckers mit höherer Auflösung zur Erzeugung von Strukturen dieser Größenordnung notwendig. Es wird angenommen, dass eine verbesserte Herstellgenauigkeit eine verbesserte Abformgenauigkeit zur Folge hat. Aktuelle Nachfolgemodelle des eingesetzten DLP-Druckers zeigen eine weitaus verbesserte Druckauflösung und könnten in der Lage sein, die Anforderungen an die Prägewerkzeuge zu erfüllen.

## Literaturverzeichnis

- P. Luppa und R. Junker, Hrsg., POCT Patientennahe Labordiagnostik, 3. Auflage. Berlin [Heidelberg]: Springer, 2017.
- [2] M. Kankaanpää u. a., "Comparison of the use of comprehensive point-of-care test panel to conventional laboratory process in emergency department", *BMC Emerg Med*, Bd. 18, Nr. 1, S. 43, Dez. 2018, doi: 10.1186/s12873-018-0198-x.
- [3] A. E. Ongaro u. a., "Engineering a sustainable future for point-of-care diagnostics and single-use microfluidic devices", *Lab Chip*, Bd. 22, Nr. 17, S. 3122–3137, Aug. 2022, doi: 10.1039/ D2LC00380E.
- [4] o.A., "Point Of Care Diagnostics Market Size, Trends Report, 2030". Zugegriffen: 5. Mai 2023.
  [Online]. Verfügbar unter: https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/point-of-care-poc-diagnostics-industry
- [5] Smurfit Kappa Deutschland GmbH, "Papier und Pappe Die perfekte biologisch abbaubare Verpackung". Zugegriffen: 5. Mai 2023. [Online]. Verfügbar unter: https://www.smurfitkappa.com/ de/sustainability/better-planet-packaging/eco-friendly-packaging/biodegradable-packaging
- [6] HTWK Leipzig, "Internal Draft Project Idea of Functional Embossing for Biomedical Applications". 24. Oktober 2022.
- [7] J. Burbiel, "Nanocellulose", Europäische Sicherheit & Technik, Nr. 04/14, S. 70, April 2014.
- [8] o.A., "Nanocellulose Market Size, Share, Trends, Opportunities & Forecast", Verified Market Research. Zugegriffen: 4. Mai 2023. [Online]. Verfügbar unter: https://www.verifiedmarketresearch.com/product/nanocellulose-market/
- [9] DIN e.V., Hrsg., "DIN EN ISO 80004-1 Nanotechnologien Fachwörterverzeichnis Teil 1: Kernbegriffe und Definitionen". Beuth Verlag, Oktober 2021.
- [10] Y. Habibi, "Key advances in the chemical modification of nanocelluloses", Chem. Soc. Rev., Bd. 43, Nr. 5, S. 1519–1542, 2014, doi: 10.1039/C3CS60204D.
- [11] D. Klemm, B. Heublein, H.-P. Fink, und A. Bohn, "Cellulose: Fascinating Biopolymer and Sustainable Raw Material", Angew. Chem. Int. Ed., Bd. 44, Nr. 22, S. 3358–3393, Mai 2005, doi: 10.1002/anie.200460587.
- [12] A. Wagenführ, F. Scholz, und R. Emmler, Hrsg., Taschenbuch der Holztechnik, 2., Aktualisierte Aufl. München: Fachbuchverl. Leipzig im Carl-Hanser-Verl, 2012.
- [13] H. Kargarzadeh, I. Ahmad, S. Thomas, und A. Dufresne, Hrsg., *Handbook of nanocellulose and cellulose nanocomposites*, 1. Aufl. Weinheim: Wiley-VCH, 2017.
- [14] H. Kargarzadeh u. a., "Advances in cellulose nanomaterials", Cellulose, Bd. 25, Nr. 4, S. 2151–2189, Apr. 2018, doi: 10.1007/s10570-018-1723-5.
- [15] D. Ciolacu, F. Ciolacu, und V. Popa, "Amorphous cellulose Structure and characterization", Cellulose Chemistry and Technology, Bd. 45, S. 13–21, Jan. 2011.
- [16] D. V. Parikh, D. P. Thibodeaux, und B. Condon, "X-ray Crystallinity of Bleached and Crosslinked Cottons", *Textile Research Journal*, Bd. 77, Nr. 8, S. 612–616, Aug. 2007, doi: 10.1177/0040517507081982.

- [17] M. Jonoobi u. a., "Different preparation methods and properties of nanostructured cellulose from various natural resources and residues: a review", *Cellulose*, Bd. 22, Nr. 2, S. 935–969, Apr. 2015, doi: 10.1007/s10570-015-0551-0.
- [18] International Organisation for Standardization, Hrsg., "ISO/TS 20477:2017 Nanotechnologies -Standard Terms and their definition for cellulose nanomaterial". Beuth Verlag, August 2017.
- [19] R. H. Müller, C. Jacobs, und O. Kayser, "Nanosuspensions as particulate drug formulations in therapy", *Advanced Drug Delivery Reviews*, Bd. 47, Nr. 1, S. 3–19, März 2001, doi: 10.1016/S0169-409X(00)00118-6.
- [20] A. Casaburi, Ú. Montoya Rojo, P. Cerrutti, A. Vázquez, und M. L. Foresti, "Carboxymethyl cellulose with tailored degree of substitution obtained from bacterial cellulose", *Food Hydrocolloids*, Bd. 75, S. 147–156, Feb. 2018, doi: 10.1016/j.foodhyd.2017.09.002.
- [21] Md. S. Rahman u. a., "Recent Developments of Carboxymethyl Cellulose", Polymers, Bd. 13, Nr. 8, S. 1345, Apr. 2021, doi: 10.3390/polym13081345.
- [22] T. Heinze und A. Koschella, "Carboxymethyl Ethers of Cellulose and Starch A Review", Macromol. Symp., Bd. 223, Nr. 1, S. 13–40, März 2005, doi: 10.1002/masy.200550502.
- [23] T. Heinze und K. Pfeiffer, "Studies on the synthesis and characterization of carboxymethylcellulose", Angew. Makromol. Chem., Bd. 266, Nr. 1, S. 37–45, Mai 1999, doi: 10.1002/(SICI)1522-95 05(19990501)266:1<37::AID-APMC37>3.0.CO;2-Z.
- [24] H. Almlöf, B. Kreutz, K. Jardeby, und U. Germgård, "The influence of extended mercerization on some properties of carboxymethyl cellulose (CMC)", *Holzforschung*, Bd. 66, Nr. 1, Jan. 2012, doi: 10.1515/HF.2011.131.
- [25] K. Reinhardt, Zusammenhänge zwischen rheologischen Eigenschaften und der Abscheidbarkeit keramischer Suspensionen. in Schriftenreihe Kompetenzen in Keramik, no. Band 46. Stuttgart: Fraunhofer Verlag, 2019.
- [26] A. K. Rana und V. K. Thakur, "Impact of physico-chemical properties of nanocellulose on rheology of aqueous suspensions and its utility in multiple fields: A review", *Vinyl Additive Technology*, Bd. 29, Nr. 4, S. 617–648, Juli 2023, doi: 10.1002/vnl.22006.
- [27] G. Meichsner, T. Mezger, und J. Schröder, *Lackeigenschaften messen und steuern*. Hannover: Vincentz Network, 2016.
- [28] T. G. Mezger, Das Rheologie Handbuch: Für Anwender von Rotations- und Oszillations-Rheometern. Hannover: Vincentz Network, 2016.
- [29] T. Mezger, Angewandte Rheologie: mit Joe Flow auf der Rheologie-Straße, 5. Auflage. Graz: Anton Paar GmbH, 2020.
- [30] H. Kipphan, Handbuch der Printmedien Technologien und Produktionsverfahren. Berlin, Heidelberg: Springer, 2000.
- [31] H. Teschner, Druck- und Medientechnik: Informationen gestalten, produzieren, verarbeiten, 13. Aufl. Konstanz: Christiani, 2010.
- [32] H. G. Scheer, Siebdruck-Handbuch. Lübeck: Dräger + Wullenvewer, 2007.
- [33] U. Herzau-Gerhardt, "Vorlesung Grundlagen der Drucktechnik Druckprozesse". HTWK Leipzig, 2018.
- [34] H. Zellmer, "Vorlesung Modul 4600 Sieb- und Digitaldruck Druckformherstellung Siebdruck Teil 2 - Rahmen und Gewebe". HTWK Leipzig, 2020.
- [35] D. Liebau und I. Heinze, Industrielle Buchbinderei, 3. Aufl. Itzehoe: Verl. Beruf + Schule, 2010.

- [36] J. Blechschmidt, Hrsg., Papierverarbeitungstechnik. München: Fachbuchverl. Leipzig im Carl-Hanser-Verl, 2013.
- [37] J. Blechschmidt, Hrsg., Taschenbuch der Papiertechnik, 2. Aufl. München: Fachbuchverl. Leipzig im Carl-Hanser-Verl, 2013.
- [38] G. M. Whitesides, "The origins and the future of microfluidics", Nature, Bd. 442, Nr. 7101, S. 368–373, Juli 2006, doi: 10.1038/nature05058.
- [39] S. Berry und J. Kedzierski, "New Methods to Transport Fluids in Micro-Sized Devices", Lincoln Laboratory Journal, Bd. 17, Nr. 2, 2008, [Online]. Verfügbar unter: https://www.ll.mit.edu/sites/ default/files/publication/doc/new-methods-transport-fluids-micro-berry-ja-14484.pdf
- [40] S. K. Tiwari, S. Bhat, und K. K. Mahato, "Design and Fabrication of Low-cost Microfluidic Channel for Biomedical Application", *Sci Rep*, Bd. 10, Nr. 1, S. 9215, Juni 2020, doi: 10.1038/ s41598-020-65995-x.
- [41] Z. Hao, H. Chen, X. Shi, W. Tan, und G. Zhu, "Fabrication for paper-based microfluidic analytical devices and saliva analysis application", *Microfluid Nanofluid*, Bd. 25, Nr. 10, S. 80, Okt. 2021, doi: 10.1007/s10404-021-02476-1.
- [42] J. Berthier, K. A. Brakke, und E. Berthier, Open microfluidics. Hoboken, NJ: Wiley : Scrivener Publishing, 2016.
- [43] o.A., "Utilizing Microfluidics for Optimizing Stem Cell Therapies". Zugegriffen: 26. Juli 2023. [Online]. Verfügbar unter: https://bme240.eng.uci.edu/students/06s/bmosadeg/microback. htm
- [44] H. Schade, E. Kunz, F. Kameier, und C. O. Paschereit, *Strömungslehre*: DE GRUYTER, 2013. doi: 10.1515/9783110292237.
- [45] D. J. Laser und J. G. Santiago, "A review of micropumps", J. Micromech. Microeng., Bd. 14, Nr. 6, S. R35–R64, Juni 2004, doi: 10.1088/0960-1317/14/6/R01.
- [46] J. Berthier, K. A. Brakke, und E. Berthier, "A general condition for spontaneous capillary flow in uniform cross-section microchannels", *Microfluid Nanofluid*, Bd. 16, Nr. 4, S. 779–785, Apr. 2014, doi: 10.1007/s10404-013-1270-1.
- [47] D. Yang, M. Krasowska, C. Priest, M. N. Popescu, und J. Ralston, "Dynamics of Capillary-Driven Flow in Open Microchannels", J. Phys. Chem. C, Bd. 115, Nr. 38, S. 18761–18769, Sep. 2011, doi: 10.1021/jp2065826.
- [48] J. Berthier u. a., "The Dynamics of Spontaneous Capillary Flow in Confined and Open Microchannels", Sensors and Transducers, Bd. 183, S. 123, Dez. 2014.
- [49] P. Kolliopoulos und S. Kumar, "Capillary flow of liquids in open microchannels: overview and recent advances", *npj Microgravity*, Bd. 7, Nr. 1, S. 51, Dez. 2021, doi: 10.1038/s41526-021-00180-6.
- [50] E. Martorana, "Untersuchungen zur Papierleimung mit Alkenylbernsteinsäureanhydrid (ASA)", Technische Universität Dresden, Dresden, 2010.
- [51] o.A., "Modul Werkstoffe II Praktikumsanleitung V4: Benetzbarkeit und Penetrationsverhalten von Bedruckstoffen". HTWK Leipzig, 2019.
- [52] A. Krolle, "Benetzbarkeit der Papieroberfläche Charakterisierung der Papieroberfläche für nachfolgende Verarbeitungsprozesse", Technische Universität Graz, Graz, 2014. Zugegriffen: 20. Juni 2023. [Online]. Verfügbar unter: https://diglib.tugraz.at/download.php?id=58dc335184ab6&location=browse
- [53] K. Håkansson, "Information about Nanocellulose supplied by RISE", 20. Juni 2023.

#### C Literaturverzeichnis

- [54] F. Siegel, "Tiefdruckverfahren zur Herstellung von Katalysatorschichten für (PEM) Brennstoffzellen", Technische Universität Chemnitz, Chemnitz, 2014.
- [55] S. Nassiri u. a., "Comparison of unique effects of two contrasting types of cellulose nanomaterials on setting time, rheology, and compressive strength of cement paste", *Cement and Concrete Composites*, Bd. 123, S. 104201, Okt. 2021, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2021.104201.
- [56] Lisoni OHG, "Rakelratgeber", Welche Siebdruckrakel brauche ich? Zugegriffen: 13. Juli 2023. [Online]. Verfügbar unter: https://www.siebdruckland.de/Rakelratgeber
- [57] J. Rosina, E. Kvašňák, D. Šuta, H. Kolářová, J. Málek, und L. Krajčí, "Temperature dependence of blood surface tension", *Physiol Res*, S. S93–S98, 2007, doi: 10.33549/physiolres.931306.
- [58] E. Nader u. a., "Blood Rheology: Key Parameters, Impact on Blood Flow, Role in Sickle Cell Disease and Effects of Exercise", *Front Physiol*, Bd. 10, S. 1329, Okt. 2019, doi: 10.3389/ fphys.2019.01329.
- [59] International Organisation for Standardization, Hrsg., "ISO 18935 Imaging Materials Colour Images - Determination of water resistance of printed colour images". Beuth Verlag, 2018.
- [60] J. K. Schäfer, "In situ Untersuchung der hochdynamischen Grenzflächeninstabilität im Zylinderspalt", Dissertation, Technische Universität, Darmstadt, 2020. doi: 10.25534/ tuprints-00014204.
- [61] N. Lavoine, J. Bras, und I. Desloges, "Mechanical and barrier properties of cardboard and 3D packaging coated with microfibrillated cellulose", J. Appl. Polym. Sci., Bd. 131, Nr. 8, S. n/a-n/a, Apr. 2014, doi: 10.1002/app.40106.
- [62] L. Engisch, "Schlussbericht ,Neuartige Prägeformen mit immanenten, mehrdimensionalen Eigenschaftsgradienten - 4D-Embossing". HTWK Leipzig, 31. Oktober 2021.
- [63] M. Mohrich, "Untersuchung von additiv gefertigen Prägeformen mit graduellen Eigenschaften hinsichtlich ihres Prägeverhaltens", HTWK Leipzig, Leipzig, 2021.
- [64] M. M. Thuo u. a., "Fabrication of Low-Cost Paper-Based Microfluidic Devices by Embossing or Cut-and-Stack Methods", *Chem. Mater.*, Bd. 26, Nr. 14, S. 4230–4237, Juli 2014, doi: 10.1021/ cm501596s.
- [65] O. Keppler, "Corona-Schnelltests Virologe: "Ein überschätztes Instrument", 17. Oktober 2022. Zugegriffen: 30. September 2023. [Deutschlandfunk]. Verfügbar unter: https://www.deutschlandfunk.de/corona-schnelltests-100.html

## Anhang

## Anhang A Bedingungen für spontanen Kapillarfluss in Kapillaren

Geometrie	Bedingung für spontanen Kapillarfluss	Querschnitt der Kapillare
Geschlossen	$0 < cos(\theta)$	
Rechteckig	$\frac{b}{2h+b} < \cos(\theta)$	h b
Trapezförmig	$\frac{b_2}{2d+b_1} < cos(\theta)$	b <sub>2</sub>
V-förmig	$\theta < \frac{\pi}{2} - \varphi$	d

## Anhang B Dynamische Viskosität im Bereich von $\gamma = 0,01 \text{ s}^{-1}$ bis $\gamma = 1000 \text{ s}^{-1}$



## Anhang C Wasserfestigkeit nach ISO 18935



B4 21-140 CNF0,5 B4 140T CNF<sub>1</sub>

In den oben stehenden Proben wurden Tropfen von destilliertem Wasser für ca. 15 min an der Luft getrocknet. Methode 1 nach ISO 18935 sieht eine Trockenzeit von 24 Stunden vor. Nach dieser Zeit ist nahezu keine Veränderung der gedruckten Schicht sichtbar. Es liegt nach ISO 18935 eine moderate Wasserfestigkeit bei allen untersuchten Proben vor.





B4 140T CNF,

B4 140T CNF<sub>0.5</sub>

Die Abwischbarkeit der Proben wurde in Anlehnung an Methode 2 nach ISO 18935 durchgeführt. Dazu wurden ein oder mehrere Tropfen destilliertes Wasser auf der Oberfläche für 1 min stehen gelassen und dann mit Hilfe eines saugfähigen Tuchs abgewischt. Beide oben stehende Resultate zeigen eine deutliche Abwischbarkeit und somit keine Wasserfestigkeit nach ISO 18935.

# Anhang D Prägewerkzeuge der explorativen Studie

## D.1 Weitere Abbildungen zu Prägewerkzeugen



Die Prägewerkzeuge weisen eine Dicke von 6 mm auf und sind voll gedruckt. Im Inneren befinden sich keine Stützstrukturen. Die Daten für *Autodesk Fusion 360* sowie die dazugehörigen \*.STL-Dateien befinden sich im digitalen Anhang. Rechts im Bild: Die Prägewerkzeuge senkrecht zur Haftplatte des DLP-Druckers (*siehe Abschnitt 6.4*)



#### D.2 Abmessungen der gedruckten Prägewerkzeuge

Bei der Erzeugung der 3D-Daten mit Hilfe von *Autodesk Fusion 360* wurden Linien von Messstelle 11 und 12 fälschlicherweise niedriger als die restlichen Prägelinien angelegt. Diese wurden daher nicht in die Berechnung eingeschlossen und auch bei der Berechnung der Prägetiefen außen vor gelassen (*siehe Anhang E*).

						R	eliefhöhe	e in µm
Prägeform Messstelle	150	200	250	300	350	400	450	500
1	127	167	252	290	302	406	439	505
2	130	158	251	292	299	413	445	500
3	96	131	232	260	277	416	451	508
4	103	133	236	288	285	408	448	505
5	67	105	188	234	223	394	425	496
6	0	0	0	0	229	386	427	489
7	138	188	273	314	326	356	396	444
8	132	180	274	316	320	354	399	436
9	126	178	273	303	319	335	382	423

10	132	180	274	311	323	318	352	424
11	125	176	268	309	327	292	320	389
12	30	75	148	208	199	184	204	271
MW (ohne 122 und 12)	117	158	250	290	290	379	416	473
Standardabwei- chung	22,05	26,90	27,03	25,62	35,71	33,43	31,24	34,49





Karton	CNF	Kanalbreite (µm)	٤
B7	$CNF_1$	250	0,9467
B7	$CNF_1$	500	0,9413
B7	$CNF_1$	1000	0,9775
B4	CNF <sub>0,5</sub>	250	0,9767
B4	CNF <sub>0,5</sub>	500	0,9766
B4	CNF <sub>0,5</sub>	1000	0,9860
B7	CNF <sub>0,5</sub>	250	0,9876
B7	CNF <sub>0,5</sub>	500	0,9833
B7	CNF <sub>0,5</sub>	1000	1,0832
B7	CNF <sub>2</sub>	250	0,9308
B7	$CNF_2$	500	0,9869
B7	CNF <sub>2</sub>	1000	1,0294
B8	CNF <sub>0,5</sub>	250	1,7257
B8	CNF <sub>0,5</sub>	500	0,9711
B8	CNF <sub>0,5</sub>	1000	1,0043

### D.3 Fließbedingung ε

Da die Ergebnisse der hier gezeigten Proben sehr ähnlich waren, wurden nicht alle Proben hinsichtlich der Fließbedingung untersucht. Es ist anzunehmen, dass die Ergebnisse der anderen Proben sich nicht signifikant von den Ergebnissen der hier gezeigten Proben unterscheiden, da das selbe Prägewerkzeug bei allen Proben zum Einsatz kam
## Anhang E Erreichte Prägetiefen der explorativen Studie

#### Prägetiefe Laufrichtung Laufrichtung zur Karton Messstelle (µm) Kraft (N) Material Prägelinie B4 1 102 18000 Parallel Längs Β4 1 85 18000 Quer Orthogonal Β4 2 110 18000 Längs Parallel B4 2 82 18000 Quer Orthogonal B4 3 108 18000 Längs Parallel Β4 3 95 18000 Quer Orthogonal B4 4 107 18000 Parallel Längs Β4 4 94 18000 Orthogonal Quer B4 5 105 18000 Längs Parallel B4 5 86 18000 Quer Orthogonal B4 6 113 18000 Längs Parallel B4 6 92 18000 Orthogonal Quer B4 7 123 18000 Quer Parallel 7 B4 92 18000 Orthogonal Längs Parallel B4 8 130 18000 Quer Längs B4 8 108 18000 Orthogonal B4 9 136 18000 Quer Parallel B4 9 18000 Orthogonal 118 Längs B4 10 18000 Parallel 111 Quer B4 10 85 18000 Längs Orthogonal B7 1 102 18000 Längs Parallel B7 1 93 18000 Quer Orthogonal

#### E.1 Prägungen auf unbedrucktem Karton

Parallel	Längs	18000	106	2	B7
Orthogonal	Quer	18000	99	2	B7
Parallel	Längs	18000	111	3	B7
Orthogonal	Quer	18000	107	3	B7
Parallel	Längs	18000	104	4	B7
Orthogonal	Quer	18000	102	4	B7
Orthogonal	Quer	18000	105	5	B7
Parallel	Längs	18000	96	5	B7
Parallel	Längs	18000	102	6	B7
Orthogonal	Quer	18000	100	6	B7
Parallel	Quer	18000	126	7	B7
Orthogonal	Längs	18000	102	7	B7
Parallel	Quer	18000	132	8	B7
Orthogonal	Längs	18000	103	8	B7
Parallel	Quer	18000	142	9	B7
Orthogonal	Längs	18000	106	9	B7
Parallel	Quer	18000	111	10	B7
Orthogonal	Längs	18000	90	10	B7
Parallel	Längs	18000	66	1	B8
Orthogonal	Quer	18000	52	1	B8
Parallel	Längs	18000	67	2	B8
Orthogonal	Quer	18000	63	2	B8
Parallel	Längs	18000	76	3	B8
Orthogonal	Quer	18000	70	3	B8
Parallel	Längs	18000	76	4	B8
Orthogonal	Quer	18000	64	4	B8
Parallel	Längs	18000	72	5	B8
Orthogonal	Quer	18000	65	5	B8
Parallel	Längs	18000	80	6	B8
Orthogonal	Quer	18000	67	6	B8

B8	7	79	18000	Quer	Parallel
B8	7	61	18000	Längs	Orthogonal
B8	8	91	18000	Quer	Parallel
B8	8	80	18000	Längs	Orthogonal
B8	9	89	18000	Quer	Parallel
B8	9	83	18000	Längs	Orthogonal
B8	10	73	18000	Quer	Parallel
B8	10	65	18000	Längs	Orthogonal

### E.2 Prägungen auf bedruckten Karton

Karton	Sieb	Anzahl Druckgänge	CNF	Messstelle	Prägetiefe (μm)	Kraft (N)	Laufrichtung zur Prägelinie
B4	140-T	2	2	1	112	18000	Parallel
B4	140-T	2	2	2	121	18000	Parallel
B4	140-T	2	2	3	113	18000	Parallel
B4	140-T	2	2	4	111	18000	Parallel
B4	140-T	2	2	5	111	18000	Parallel
B4	140-T	2	2	6	109	18000	Parallel
B4	140-T	2	2	7	97	18000	Parallel
B4	140-T	2	2	8	110	18000	Parallel
B4	140-T	2	2	9	113	18000	Parallel
B4	140-T	2	2	10	83	18000	Parallel
B4	21-140	1	2	1	135	18000	Parallel
B4	21-140	1	2	2	140	18000	Parallel
B4	21-140	1	2	3	145	18000	Parallel
B4	21-140	1	2	4	150	18000	Parallel
B4	21-140	1	2	5	141	18000	Parallel
B4	21-140	1	2	6	138	18000	Parallel
B4	21-140	1	2	7	136	18000	Parallel
B4	21-140	1	2	8	144	18000	Parallel

B4	21-140	1	2	9	145	18000	Parallel
B4	21-140	1	2	10	104	18000	Parallel
B4	21-140	1	1	1	127	18000	Parallel
B4	21-140	1	1	2	137	18000	Parallel
B4	21-140	1	1	3	128	18000	Parallel
B4	21-140	1	1	4	145	18000	Parallel
B4	21-140	1	1	5	157	18000	Parallel
B4	21-140	1	1	6	152	18000	Parallel
B4	21-140	1	1	7	138	18000	Parallel
B4	21-140	1	1	8	140	18000	Parallel
B4	21-140	1	1	9	140	18000	Parallel
B4	21-140	1	1	10	109	18000	Parallel
B4	21-140	1	0,5	1	152	18000	Parallel
B4	21-140	1	0,5	2	146	18000	Parallel
B4	21-140	1	0,5	3	166	18000	Parallel
B4	21-140	1	0,5	4	145	18000	Parallel
B4	21-140	1	0,5	5	138	18000	Parallel
B4	21-140	1	0,5	6	142	18000	Parallel
B4	21-140	1	0,5	7	133	18000	Parallel
B4	21-140	1	0,5	8	145	18000	Parallel
B4	21-140	1	0,5	9	155	18000	Parallel
B4	21-140	1	0,5	10	116	18000	Parallel

### Anhang F Rankingergebnis

Rang	Probe	<b>t</b> <sub>95</sub>	Θ	Homogenität	Prägetiefe	Summe
1	B4 21-140 CNF1 1x	9	10	3	8	30
2	B4 21-140 CNF0,5 1x	10	3	0	10	23
3	B4 21-140 CNF2 1x	8	4	2	9	23
4	B4 140T CNF1 3x	2	7	2	4	15
5	B4 140T CNF2 1x	7	0	2	3	12
6	B4 140T CNF0,5 2x	3	0	0	7	10
7	B4 140T CNF1 1x	4	0	1	5	10
8	B7 21-140 CNF0,5 1x	0	2	1	6	9
9	B4 140T CNF0,5 1x	6	0	0	2	8
10	B8 140T CNF2 2x	1	8	2	-3	8
11	B4 140T CNF1 1x	5	0	1	0	6
12	B8 21-140 CNF0,5 1x	0	5	2	-1	6
13	B4 140T CNF2 2x	0	1	3	1	5
14	B8 140T CNF1 2x	0	6	1	-4	3
15	B8 21-140 CNF1 1x	0	0	3	-2	1

Nicht aufgeführte Proben erhielten im Rahmen des Rankings keine Punkte, da diese unterhalb von Rang 10 platziert wurden.

# Anhang G Prägewerkzeuge der weiterentwickelten Studie

#### G.1 Vergrößerte Darstellung der Abmessungen



Die Abmessungen der Matrize, welche für die Reliefprägungen in *Kapitel 7* verwendet wurde, entsprechen den Abmessungen des Prägewerkzeugs, welches in *Anhang D.1* dargestellt ist.



#### G.2 Querschnittslinien Prägewerkzeug vs. 3D-Daten

#### Prägelinie mit 100 µm Breite



Prägelinie mit 200 µm Breite



Prägelinie mit 300 µm Breite



Prägelinie mit 400 µm Breite



#### Prägelinie mit 500 µm Breite



Prägelinie mit 600 µm Breite



#### G.3 Querschnittslinien Prägewerkzeug vs. Prägung

#### Prägelinie mit 100 µm Breite



Prägelinie mit 200 µm Breite



Prägelinie mit 300 µm Breite



Prägelinie mit 400 µm Breite



Prägelinie mit 500 µm Breite



Prägelinie mit 600 µm Breite