

Regionales unternehmerisches Bündnis zum Aufbau von Wertschöpfungsketten für  
technische Biokunststoffe in Mitteldeutschland „RUBIO“

## **Abschlussbericht**

zum Vorhaben

VP 4: „Verarbeitungsverfahren für bio-basierte PBS-Werkstoffe“

TP4.1: „Thermoplastische Kunststoffverarbeitung von neuartigen PBS-  
Werkstoffen“

Akronym

„RUBIO-4-1“

im Rahmen des Förderprogramms „RUBIN - Regionale unternehmerische Bündnisse für  
Innovation“ des Bundesministeriums für Bildung und Forschung

### **Antragsteller**

Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der angewandten Forschung e.V.  
Hansastraße 27c  
80686 München

### **Teilprojektleiter**

Dr. rer. nat. Jens Balko  
Fraunhofer-Institut für Angewandte Polymerforschung IAP

Ivonne Jahn

Fraunhofer-Institut für Mikrostruktur von Werkstoffen und Systemen IMWS



Zuwendungsgeber:	Bundesministerium für Bildung und Forschung
Förderkennzeichen:	03RU1U024A
Projektlaufzeit:	01.09.2021 bis 31.12.2024
Berichtslaufzeit:	01.01.2021 bis 31.12.2024

## Teil I: Kurzbericht

Zielsetzung von RUBIO TP 4.1 war es, industriell etablierte Verarbeitungsverfahren für klassische Kunststoffe in Hinblick auf die Einsetzbarkeit von PBS-Werkstoffen zu erforschen und weiterzuentwickeln.

Alle Verfahren wurden in enger Zusammenarbeit mit den Industrieunternehmen aus dem jeweiligen Marktsegment bearbeitet. Der Informationsaustausch, zielgerichtete Planung und gemeinsame Verarbeitungstests von den Projektpartnern des RUBIO-Verbundprojekts VP4 „Verarbeitungsverfahren für bio-basierte PBS-Werkstoffe“ führte bis dato zu Ergebnissen, die die Materialien – je nach Verarbeitungsverfahren – schon bis an den industriellen Einsatz heran qualifizieren.

Gleichzeitig erfolgte ein kontinuierlicher Informationstransfer mit den übrigen Projektpartnern aus allen Verbundprojekten.

Im Projektzeitraum wurden zahlreiche PBS-Compounds hergestellt und auf ihre Eignung für die vorgesehenen Anwendungsfelder und Verarbeitungsverfahren untersucht. Am Fraunhofer Pilotanlagenzentrum PAZ (VP2) wurden zudem in einer Vielzahl von Syntheseansätzen PBS-Materialien für Technikums- und Anlagenversuche synthetisiert.

Alle entwickelten Materialien wurden im Verarbeitungstechnikum des Fraunhofer IAP in Schwarzheide im Technikumsmaßstab und am Fraunhofer Pilotanlagenzentrum PAZ (Bereich Polymerverarbeitung IMWS) umfassend auf Ihre Verarbeitbarkeit und ihre Materialeigenschaften untersucht.

Als geeignet identifizierte Materialien wurden für die Verarbeitungsversuche bei den Industriepartnern empfohlen. Für Materialien mit noch ungeeigneten Eigenschaften wurden an die vorgelagerten Verbundprojekte VP3 und VP2 entsprechende Hinweise für weitere Optimierungsschritte oder noch grundlegenden Entwicklungsbedarf kommuniziert.

Die Syntheseprozesse in VP2 konnten im Projektzeitraum maßgeblich vorangetrieben, hochskaliert und optimiert werden. Für Verarbeitungsversuche auf Produktionsanlagen im Spritzgießprozess wurden bereits Mengen im größeren Maßstab (insgesamt über 400 kg) synthetisiert.

Mit dem am Fraunhofer IAP/PAZ synthetisierten PBS-Typen ist mittlerweile ein Niveau der Ausgangspolymere erreicht, das hinsichtlich Verarbeitbarkeit und der mechanischen Eigenschaften den derzeit kommerziell erhältlichen Typen in keinerlei Hinsicht nachsteht.

In der Spritzgussverarbeitung ist die Verarbeitbarkeit, Thermostabilität und Mechanik der entwickelten PBS-Materialien auf allen getesteten Werkzeugen nah an der Produktionsreife.

Für die Blasformverarbeitung wurden durch Modifizierungen in der Fließfähigkeit im Projektzeitraum erstmalig für das Blasformen einsatzfähige PBS-Typen entwickelt. Es wird derzeit die Weiterentwicklung für Anwendungen im Spritzstreckblasen und Spritzblasen vorangetrieben.

In den Verfahren Flachfolien- und Blasfolienextrusion wurden zusammen mit den internen und externen Partnern die grundsätzliche Verarbeitung und Weiterverarbeitung, Heißsiegelung, Bedruckbarkeit, Einfärbbarkeit, Schneid- und Reckverhalten erprobt. Die Extrusion von Thermoformfolien und deren Thermoformbarkeit ist schon auf hohem verfahrenstechnischem Niveau umgesetzt.

Im Bereich der Geotextilien erfolgte die Entwicklung von PBS-basierten Blends und deren Verarbeitung zu Wirrgelegen und Tondichtungsbahnmaterialien für Coatingprozesse.

Die Materialien für Wirrgelege, welche die geforderte Siegelfestigkeit aufweisen, konnten im Rahmen der Projektarbeiten noch nicht vollständig realisiert werden, zudem stellt deren hohe Dichte verfahrensseitig eine enorme Herausforderung dar. Dennoch wurde ein Entwicklungsstand erreicht, an den sich beim Industriepartner großtechnische Versuche anschließen können.

Für die Anwendung Tondichtungsbahn konnte im Labormaßstab ein Demonstrator mit regionalem, am Fraunhofer PAZ hergestelltem PBS-basiertem, Coatingmaterial hergestellt werden.

Begleitend zu den Entwicklungsarbeiten und zur Unterstützung der Arbeiten der Projektpartner wurden umfangreiche Untersuchungen zu Strukturaufklärung und Materialeigenschaften von PBS sowie der Modifizierung von PBS-Oberflächen durchgeführt.

Aus dem gesamten VP4 wurden PBS-Teile und -Halbzeuge, sowie Produktionsausschuss und Restmaterialien (PBS-Typen, Compounds) gesammelt. Das daraus in VP5 bereitgestellte PBS-Mahlgut wurde in unterschiedlichen Anteilen zusammen mit PBS-Neuware mittels Spritzgussverfahren und Blasfolienextrusion in der Verarbeitung untersucht. Die Ergebnisse belegen, dass PBS mit mechanischen Recyclingverfahren zu Rezyklat aufgearbeitet und in der Produktion wieder eingesetzt zu werden. Die Rezyklat-Verarbeitbarkeit und die Eigenschaften daraus hergestellter Produkte sind auf grundsätzlich ähnlichem Niveau wie von konventionellen, petrobasierten Werkstoffen. Mit diesen Ergebnissen ist eine der zentralen Anforderungen an PBS-Werkstoffe – ihre Recyclingfähigkeit – in dieser Hinsicht erfüllt.

Nun gilt es durch die Vorbereitung der Markteinführung bei den Industriepartnern und folgendem Markteintritt mit PBS-Produkten auch die gesamte PBS-Menge im Markt und daher in einer zukünftigen Kreislaufwirtschaft zu erhöhen. Das Projekt RUBIO TP 4.1 hat dafür einen entscheidenden Beitrag geleistet.



2) Vergleich des Stands des Vorhabens mit der ursprünglichen (bzw. mit Zustimmung des ZG geänderten) Arbeits-, Zeit- und Kostenplanung (Zutreffendes ankreuzen).

- \* Das Vorhaben liegt im Wesentlichen innerhalb der ursprünglichen bzw. mit Zustimmung des ZG geänderten Arbeits-, Zeit- und Kostenplanung
- \* Eine Anpassung des Arbeitsplans wird erforderlich (Erläuterung erforderlich).
- \* Es sind zeitliche Verzögerungen aufgetreten (Erläuterung erforderlich).
- \* Es sind Mehr- oder Minderausgaben aufgetreten (Erläuterung erforderlich).

Wie bereits in dem Antrag vom 11.03.2024 auf kostenneutrale Projektverlängerung bis 31.12.2024 dargestellt, kam es zu Verzögerungen und Änderungen in der Projektbearbeitung durch Schwierigkeiten „regionales PBS“ herzustellen. Eine hauptsächliche, technische Hürde war dabei die Qualität und v.a. Menge der bereitgestellten monomeren Ausgangsstoffe (VP1, siehe dortige Berichte). Die Projektergebnisse aus VP1 und VP2 zeigen hier nach wie vor weiteren erheblichen Entwicklungsbedarf auf, der in Folgeprojekten adressiert werden muss. Dadurch konnten bislang noch keine Untersuchungen zu Compounding (VP3, VP4) Verarbeitungsverhalten, Materialeigenschaften und Produkteigenschaften auf Basis von „regionalem PBS“ (komplett regional basierte Rohstoffe) durchgeführt werden und somit keine pilotmaßstabsgerechten Materialentwicklungen bei Projektpartnern aus VP4 begonnen werden.

Als Alternativstrategie wurde sich daher für folgendes Vorgehen entschieden: In enger, direkter Abstimmung und Kooperation zwischen VP2 und VP4, Fraunhofer IAP Schwarzheide und IAP-PAZ Schkopau, wurden am PAZ zahlreiche PBS-Synthesen mit kommerziell verfügbaren (teils) biobasierten Rohstoffen im technischen Maßstab durchgeführt. Die dort synthetisierten PBS-Typen sind innerhalb von RUBIO „regional“ hergestellt und demonstrierten damit im gesamten Projektverlauf eine stetige Weiterentwicklung in puncto Qualität, Typenvielfalt, Syntheseoptimierung und Scale-Up. Es wurden erhebliche Materialverbesserungen gegenüber kommerziell erhältlichen PBS-Typen erzielt. Diese Typen wurden innerhalb von VP 4, insbesondere von TP 4.1, ausgiebig auf ihre Eignung auf Verarbeitbarkeit untersucht. Sie bilden die Grundlage für den derzeit laufenden Transfer in die wirtschaftliche Anwendung. Die entsprechenden Arbeiten sind in den AP 4.1.16 – 4.1.19 beschrieben.

---

\* Bitte ggf. per Doppelklick aktivieren.

3) *Haben sich die Aussichten für das Erreichen der Ziele des Vorhabens innerhalb des angegebenen Berichtszeitraums gegenüber dem ursprünglichen Antrag geändert (Begründung)? (Zutreffendes ankreuzen)*

\* Die Aussichten für das Erreichen der Ziele des Vorhabens haben sich gegenüber dem Zeitpunkt der Antragstellung nicht verändert.

\* Die Aussichten für das Erreichen der Ziele des Vorhabens haben sich geändert (Erläuterung erforderlich).

4) *Sind inzwischen von dritter Seite FuE-Ergebnisse bekannt geworden, die für die Durchführung des Vorhabens relevant sind? (Zutreffendes ankreuzen)*

\* Nein

\* Ja (Erläuterung erforderlich)

5) *Sind oder werden Änderungen in der Zielsetzung notwendig? (Zutreffendes ankreuzen).*

\* Nein

\* Ja (Erläuterung erforderlich)

6) *Fortschreibung des Verwertungsplans. Diese soll, soweit im Einzelfall zutreffend, Angaben zu folgenden Punkten enthalten:*

\* Im Berichtszeitraum wurden auf Basis der Ergebnisse des Vorhabens Schutzrechte angemeldet, erteilt, in Anspruch genommen oder eine Anmeldung vorbereitet (Erläuterung erforderlich).

\* Im Berichtszeitraum sind Änderungen der wirtschaftlichen Erfolgsaussichten nach Projektende gegenüber der Darstellung im Antrag aufgetreten (Erläuterung erforderlich).

\* Im Berichtszeitraum sind Änderungen der wissenschaftlichen und/oder technischen Erfolgsaussichten nach Projektende gegenüber der Darstellung im Antrag aufgetreten (Erläuterung erforderlich).

\* Im Berichtszeitraum sind Änderungen der wissenschaftlichen und wirtschaftlichen Anschlussfähigkeit gegenüber der Darstellung im Antrag aufgetreten (Erläuterung erforderlich).

---

\* Bitte ggf. per Doppelklick aktivieren.

Regionales unternehmerisches Bündnis zum Aufbau von Wertschöpfungsketten für  
technische Biokunststoffe in Mitteldeutschland „RUBIO“

## **Abschlussbericht**

zum Vorhaben

VP 4: „Verarbeitungsverfahren für bio-basierte PBS-Werkstoffe“

TP4.1: „Thermoplastische Kunststoffverarbeitung von neuartigen PBS-  
Werkstoffen“

Akronym

„RUBIO-4-1“

im Rahmen des Förderprogramms „RUBIN - Regionale unternehmerische Bündnisse für  
Innovation“ des Bundesministeriums für Bildung und Forschung

### **Antragsteller**

Fraunhofer-Gesellschaft zur Förderung der angewandten Forschung e.V.  
Hansastraße 27c  
80686 München

### **Teilprojektleiter**

Dr. rer. nat. Jens Balko  
Fraunhofer-Institut für Angewandte Polymerforschung IAP

Ivonne Jahn

Fraunhofer-Institut für Mikrostruktur von Werkstoffen und Systemen IMWS



Zuwendungsgeber:	Bundesministerium für Bildung und Forschung
Förderkennzeichen:	03RU1U024A
Projektlaufzeit:	01.09.2021 bis 31.12.2024
Berichtslaufzeit:	01.01.2021 bis 31.12.2024

## Teil II: Ausführlicher Sachbericht

Zielsetzung des TP 4.1 „Thermoplastische Kunststoffverarbeitung von neuartigen PBS-Werkstoffen“ (RUBIO-4-1) innerhalb des VP4 „Verarbeitungsverfahren für bio-basierte PBS-Werkstoffe“ des Projektes RUBIO ist es zum einen, wichtige etablierte Verarbeitungsverfahren von thermoplastischen Kunststoffen in Hinblick auf die Einsetzbarkeit von PBS-basierten Werkstoffen zu erforschen und weiterzuentwickeln. Hier sind sowohl die Verarbeitungsverfahren als solche, aber auch das komplette Eigenschaftsbild der hergestellten Formteile und Produkte im Fokus. Zum anderen ermittelt RUBIO-4-1 wichtige relevante Informationen zu den vorliegenden Rohstoffeigenschaften in Bezug sowohl auf die Verarbeitung als auch auf die Produktcharakteristika und liefert diese an die vorgelagerten Verbundprojekte VP 2 und VP 3, um hier alle relevanten Informationen bezüglich der zu entwickelnden Rohstoffe zur Verfügung zu stellen und um sukzessive Verbesserungsschritte anzustoßen (AP 4.1.26).

Die Verarbeitungsverfahren, die im Rahmen von RUBIO-4-1 erforscht werden, sind Blasfolienextrusion (AP 4.1.3), Flachfolienextrusion (AP 4.1.4), Thermoformen (AP 4.1.5 und 4.1.6), Spritzgussverarbeitung (AP 4.1.7 und 4.1.8), Extrusionsblasformen (AP 4.1.9) sowie die Herstellung von Wirtgelegen (AP 4.1.10) und beschichteten Tondichtungsbahnen (AP 4.1.11). Sowohl die Verarbeitungsverfahren als auch die jeweiligen etablierten wichtigsten Weiterverarbeitungs- und Produkthandlungsschritte (Transporte, Abfüllung, Lagerung etc.) werden betrachtet und erforscht. Ebenso die fallabhängigen mechanischen und thermisch-mechanischen Eigenschaften im Produkt. Die Arbeitspakete in diesem Bericht sind aus Gründen der Verständlichkeit inhaltlich angeordnet (nicht numerisch).

Begleitend zu den Entwicklungsarbeiten und zur Unterstützung der Arbeiten der Projektpartner wurden am IMWS umfangreiche Untersuchungen zur Strukturaufklärung und Charakterisierung sowie zur Oberflächenmodifizierung durchgeführt.

### AP 4.1.1 Spezifische Anforderungsprofile

Es wurden zu allen Verarbeitungsverfahren (AP 3 – AP 9) Produktmuster aus marktgängigen PBS-Rohstoffen hergestellt. Die Muster wurden den Industriepartnern vorgestellt und mit Ihnen besprochen. Die Einschätzungen und Erfahrungen der Partner brachten wichtige zusätzliche Aspekte für den weiteren Projektverlauf.

Bei allen Industriepartnern fand auf Basis der Diskussionen eine Auswahl eines Produktes statt, der im Projektverlauf als Demonstrator aus Rubio-PBS hergestellt werden soll.

Entsprechende Lastenhefte wurden für alle zu erforschenden Verarbeitungsverfahren erstellt. Die Inhalte der Lastenhefte sind priorisiert, sodass klare Informationen hinsichtlich zu erreichender Rohstoffeigenschaften den vorgelagerten Verbundprojekten VP2 und VP3 zur Verfügung gestellt werden konnten.

Die Lastenhefte wurden im Projektverlauf kontinuierlich erweitert und angepasst, je nach erzieltm Wissens- und Erkenntniszuwachs.

### AP 4.1.2 Verarbeitungseigenschaften

Im Berichtszeitraum wurden auf Basis der bisherigen übermittelten Ergebnisse und Rückmeldungen aus den Technikums- und Industrieverarbeitungsversuchen optimierte Materialien zur Eignung für die vorgesehenen Anwendungsfelder und Verarbeitungsverfahren zur Verfügung gestellt und untersucht.

Sämtliche entwickelten Materialrezepturen mit optimierten Eigenschaften wurden im Verarbeitungstechnikum für Biopolymere des Fraunhofer IAP in Schwarzheide ausführlich auf Verarbeitungs- und Materialeigenschaften untersucht. Neben MFI- und DSC-Messungen wurden zur Untersuchung der mechanischen Kennwerte, insbesondere der Zugeigenschaften, Spritzgussprüfkörper bzw. Blasfolien hergestellt.

Anhand dieser Voruntersuchungen wurden geeignete Materialien mit entsprechenden Verarbeitungshinweisen den jeweiligen Industriepartnern für Verarbeitungsversuche auf den Produktionsanlagen empfohlen.

Tabelle 1: Auf Basis von BioPBS und in VP2 synthetisierten Typen entwickelte PBS-Materialien

Material	MFI [g/10min] (Prüflast 2,16kg)		Verarbeitungsverfahren
	170°C	190°C	
A101S	2	3	Blasformen
A101 HS1	-	2	Blasfolie, Blasformen
A101 HS3	-	1	Blasfolie, Blasformen
BF-1.5	-	(4)*	Blasformen
BF-1.10	-	4 *	Blasformen
BF-2.5	-	5 *	Blasformen
BF-3.5	-	4 *	Blasformen
BF-4	-	3 *	Blasformen
BF-5	-	2 *	Blasformen
BF-6	-	6 *	Blasformen
BF-7	-	3 *	Blasformen
BF-8	2	3	Blasformen
BF-9	3	4	Blasformen
BF-10	1	1	Blasformen

\*200°C, 10kg

A105 HS2	2	4	Blasfolie, Thermoformen
A105 HS3	3	2	Blasfolie, Thermoformen
A120 HS4	7	16	Blasfolie, Thermoformen
A105S	4	11	Blasfolie, Thermoformen
TZ-1.1	-	2	Thermoformen

A140 HS1	-	36	Spritzguss
A140 HS2	10	16	Spritzguss
A140 HS3	5	23	Spritzguss
A140S	19	47	Spritzguss
SG-1.1	-	35	Spritzguss
SG-1.5	-	38	Spritzguss
SG-1.6	-	47	Spritzguss
SG-1.7	-	47	Spritzguss
SG-1.8	-	46	Spritzguss
SG-1.9	-	42	Spritzguss

Von VP2 wurden synthetisierte PBS-Materialien für Technikumsversuche und Laboruntersuchungen mit verschiedenen Molmassen und Verzweigungsgraden zur Verfügung gestellt.

Die Verarbeitbarkeit dieser PBS-Materialien wurde mittels Spritzguss und für die höhermolekularen Typen mittels Blasfolienextrusion untersucht. Für Spritzguss entwickelte PAZ-Typen konnten erstmalig auch größere Mengen (insgesamt über 400 kg) für Compoundierung und nachfolgende Anlagenversuche bei Fa. Gramß zur Verfügung gestellt werden.

Die Eigenschaften der am Fraunhofer PAZ synthetisierten PBS-Typen stehen kommerziell erhältlichen Typen hinsichtlich Verarbeitbarkeit und mechanischen Eigenschaften in nichts nach.

Tabelle 2: Von VP2 synthetisierte PBS-Materialien

Bezeichnung	MFI [g/10min] (2,16kg)		Blasfolie	Spritzguss
	150°C	190°C		
PAZ-1	7	18	X	X
PAZ-2	4	11	X	X
PAZ-12	4	15	-	X
PAZ-14	24	45	-	X
PAZ-15	5	12	-	X
PAZ-16	5	12	-	X
PAZ-17	5	14	-	X
PAZ-18	4	13	-	X
PAZ-19	7	15	-	X
PAZ-20 (extr.)	4	12	X	X
PAZ-22	22	45	-	X
PAZ-23	5	12	X	X
PAZ-24	20	48	-	X
PAZ-25-Elo	2	6	-	X
PAZ-26 (extr.)	21	>60	-	X
PAZ-28 (extr.)	24	>60	-	X
PAZ-29 (extr.)	2	6	X	X
PAZ-30 (extr.)	24	>60	-	X
PAZ-32 (extr.)	22	>60	-	X
PAZ-33 (extr.)	25	>60	-	X
PAZ-34 (extr.)	45	>60	-	X
PAZ-35 (extr.)	3	8	X	X
PAZ-36 (extr.)	21	47	-	X
PAZ-40 (extr.)	12	28	X	X
PAZ-44 (extr.)	30	>60	-	X

Zur Strukturierung des Abschlussberichts werden die Untersuchungsergebnisse der entwickelten Materialtypen in die jeweiligen Abschnitte der Verarbeitungsverfahren zugeordnet.

#### AP 4.1.3 Verfahrensaufbau Blasfolien

Es wurden verschiedene Materialien für die Verarbeitung im Blasfolienprozess entwickelt. An diesen Materialien wurden MFI und DSC-Messungen durchgeführt. Zur Untersuchung der Verarbeitbarkeit und mechanischen Festigkeiten wurden Prüfkörper im Spritzguss und Blasfolien hergestellt.

Tabelle 3: Hergestellte und untersuchte PBS-Compounds für Blasfolienextrusion

Bezeichnung	MFI (190°C/2,16kg)	E-Modul	Zugfestigkeit	Bruchdehnung
	[g/10min]	[MPa]	[MPa]	[%]
A101 HS1	2	803	39,5	25
A101 HS3	1	1070	35,2	15
A105 HS2	4	1170	33,0	10
A105 HS3	2	1200	35,7	14
A120 HS4	16	1070	32,0	9
A105S	11	820	20,8	130

Nach Ermittlung geeigneter Prozesseinstellungen ließ sich das Material „A105S“ PBS-typisch in einem stabilen Prozess mit ruhiger, stabiler Folienblase zu Blasfolie verarbeiten. Der hergestellte Folienschlauch lässt sich problemlos flachlegen und wickeln. Die auf Rolle gewickelten Folien zeigen keine Verblockung.

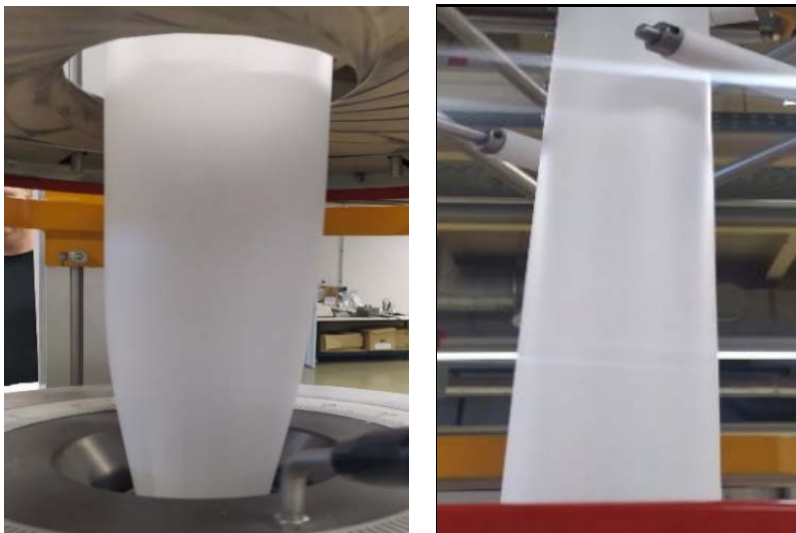


Abbildung 1: A105S (links: Schmelzaustritt an der Ringdüse / rechts: Schlauchblase)

Bei der Verarbeitung traten jedoch Schwankungen des Massedrucks bzw. des Materialaustrags auf. Dies verursachte auffällige Dickenprofilschwankungen der Folie. Der Ursprung dieser beobachteten Einzugs-/Materialförderprobleme liegt möglicherweise in der Größe der Granulatkörner. Die Korngröße des Granulats war sehr fein (Zylindergranulat, Durchmesser ~1,5 mm / Länge ~3 mm). Dies könnte möglicherweise Einzugs-/Förderprobleme begünstigen.

Das Material A105S weist bei Foliendicken im Bereich um 60 µm eine eher raue Oberflächenhaptik auf und ist daher eher für Anwendungen mit größeren Materialdicken geeignet.

## AP 4.1.16 Folienherstellung – Erforschung des Verarbeitungsverhaltens regionaler PBS-Werkstoffe

Es wurden noch keine Blasfolienextrusionen im Technikumsmaßstab mit PBS-Typen durchgeführt, die komplett aus lignocellulosehaltigen Ausgangsstoffen basieren, da aufgrund des aktuellen Entwicklungsstandes in VP 1 für VP 2 keine ausreichenden Mengen für die Synthese bereitgestellt werden konnten. (Siehe Erläuterungen im Teil I / Kurzbericht).

In Kooperation von VP2 und VP4, Fraunhofer IAP Schwarzheide und PAZ Schkopau, wurde am PAZ PBS-Synthesen in technischem Maßstab durchgeführt. Die dort synthetisierten PBS-Typen wurden ausgiebig auf ihre Eignung auf Verarbeitbarkeit im Blasfolienprozess untersucht.

Tabelle 4: Synthetisierte und untersuchte PBS-Materialien für Blasfolienextrusion

Bezeichnung	MFI (190°C/2,16kg)	E-Modul	Zugfestigkeit	Bruchdehnung
	[g/10min]	[MPa]	[MPa]	[%]
PAZ-1	18	533	27,4	20
PAZ-2	11	890	32,5	31
PAZ-20 (extr.)	12	614	33,6	15
PAZ-23	12	621	37,8	280
PAZ-29 (extr.)	6	672	38,7	210
PAZ-35 (extr.)	8	617	36,4	20
PAZ-40 (extr.)	28	570	26,0	15

Die am PAZ synthetisierten PBS-Typen zeigen ein gutes Verarbeitungsverhalten mit stabiler Schlauchblase und ruhigem Folienlauf. Die Materialien enthalten noch eine relativ hohe Anzahl an Stippen bzw. nicht aufgeschmolzener Gelpartikel. Die Häufigkeit dieser Inhomogenitäten kann durch Optimierung der Schmelzfilterung bei der Synthese noch reduziert werden.

Die Ursache für die Bildung des weißlichen Belags, welche bei den ersten am PAZ synthetisierten PBS-Materialien nach wenigen Wochen Lagerungszeit beobachtet wurde, konnte im Projekt identifiziert und durch einen eingeführten Extraktionsschritt in der Synthese vollständig beseitigt werden. Diese Prozessverbesserung in der Materialsynthese wird zukünftig für alle zu synthetisierenden PBS-Materialien eingesetzt. Verarbeitbarkeit und mechanische Eigenschaften der am PAZ entwickelten PBS-Typen liegen auf Niveau kommerzieller PBS-Materialien.



Abbildung 2: PAZ-29 (extrahiert) (links: Schmelzaustritt an der Ringdüse / rechts: doppelt flachgelegte Folie)

#### AP 4.1.4 Flachfolien Verreckung

Die grundlegenden Erkenntnisse decken sich mit denen der Blasfolienherstellung (siehe AP 4.1.3).

Um hier, auch in Hinblick auf die TP 4.2 und 4.8, vertiefende Erkenntnisse zu gewinnen, wurde bei einem interessierten Industriepartner (nicht direkt in RUBIO, aber in der RUBIO-Region) ein Versuch zur Flachfolienextrusion und Bändchenherstellung (Verpackungsnetze) durchgeführt. Die im Technikum des IAP erzielten Ergebnisse bestätigten sich auch an der Produktionsanlage: Nachdem die geeigneten Maschineneinstellungen gefunden waren, ließen sich sehr gute Flachfolien herstellen, die zudem reckbar waren und sich zu Bändchen schneiden ließen. Der wichtigste Punkt in dieser Anwendung, die Zugfestigkeiten, waren augenscheinlich erreicht, weitere Untersuchungen beim Partner wurden fortgesetzt.

Die weiteren beim Projektpartner durchgeführten Versuchen zeigten starke Unterschiede bzgl. der Verarbeitbarkeit von verschiedenen Chargen der aus VP3 gelieferten Materialien. Während der Verarbeitung unterschieden sich die Materialien in der Optik der Kunststoffschmelze und vor Allem in der Stabilität der Bändchen beim Recken.

In Absprache mit TP 4.2 wurden umfangreiche Untersuchungen des Schmelz- und Kristallisationsverhalten der Materialien einschließlich Analytik (NMR, FTIR) durchgeführt.

Die bisherigen Ergebnisse deuten auf Unterschiede im Kristallisationsverhalten hin.



Abbildung 3 Geschnittene Bändchen aus einer PBS-Flachfolie

Im weiteren Projektverlauf (nicht in der ursprünglichen Projektplanung vorgesehen) wurden aufgrund des großen Anwendungspotentials bei demselben Partner mit einer IAP PBS-Type weitere Verarbeitungsversuche durchgeführt. In der industriellen Umsetzung ist die Verstreckung der Bändchen noch ungleichmäßig, welches weiterer Material- und Prozessoptimierung bedarf. Trotzdem sind die erzielten Verbesserungen in den mechanischen Eigenschaften schon aussichtsreich. Der E-Modul der extrudierten, unverstreckten Folien und Bändchen liegt etwa im Bereich 450 – 550 MPa. Durch das Verstrecken erhöht sich die Bruchdehnung von 15% auf etwa 110%, die Zugfestigkeit von etwa 30 MPa auf etwa 80 MPa.

### AP 4.1.5 Flachfolien Thermoformen und AP 4.1.6 Thermoformen

Folgende Materialien wurden auf Ihre Eignung zur Thermoformbarkeit untersucht.

Tabelle 5: Hergestellte und untersuchte PBS-Compounds für Flachfolienextrusion/Thermoformen

Bezeichnung	MFI (190°C/2,16kg)	E-Modul (MD)	Zugfestigkeit	Bruchdehnung
	[g/10min]	[MPa]	[MPa]	[%]
A105 HS2	4	1170	33,0	10
A105 HS3	2	1200	35,7	14
A120 HS4	16	1070	32,0	9
A105S	11	820	20,8	130
TZ-1.1	2	1680	44,5	30

Aus dem Compound TZ-1.1 konnten problemlos Thermoformhalbzeuge mit einer Dicke von 980 µm mittels Flachfolienextrusion hergestellt werden. Die Halbzeuge wurden auf einer Technikums-Thermoformanlage mit Positivformen zu Joghurtbechern umgeformt. Das Verarbeitungsverhalten wurde dabei sorgfältig

bewertet. Das Umformverhalten von „TZ-1.1“ zu Joghurtbechern ist als gut zu bewerten. Das Material besitzt ein gutes Ausform- und Entformungsverhalten. Das Wanddickenprofil der hergestellten Joghurtbecher ist gleichmäßig. Für Anlagenversuche bei Optipack wurde eine Versuchsmenge von rund 90 kg „TZ-1.1“ bereitgestellt.

Die Anlagenversuche sind bereits durchgeführt und für das Material „TZ-1.1“ befinden sich Extrudierbarkeit, Thermoformbarkeit, Siegelverhalten und Bedruckbarkeit auf einem voll einsatzfähigen Niveau.



Abbildung 4: Aus TZ-1.1 thermogeformte Joghurtbecher

Bei der Flachfolienextrusion des Compounds „A105S“ aus VP3 traten wie bei der Blasfolienextrusion Schwierigkeiten im Einzugs- und Förderverhalten des Materials auf, was sich folglich auch auf den Schmelzeaustrag (Massetdruckschwankungen 50-80 bar) und die Qualität bzw. Eignung der hergestellten Halbzeuge auswirkte (ungleichmäßiges Dickenprofil).

Die mittlere Korngröße des zur Verfügung gestellten Compounds ist sehr klein, wobei der Granulatdurchmesser deutlich kleiner als die Granulatlänge ist (Zylindergranulat, Durchmesser ~1,5mm / Länge ~3mm). Dies könnte möglicherweise Einzugs-/Förderprobleme verursachen bzw. begünstigen. Die Thermoformbarkeit des Materials stellt eine Verschlechterung gegenüber „A105 HS3“ dar (Dickenprofilschwankungen des Halbzeugs, Faltenbildung beim Umformen, engeres Verarbeitungsfenster).

„A105S“ wurde auch auf Eignung für Blasfolienextrusion- und Extrusionsblasformen getestet. Das Fließverhalten der Schmelze ist für Blasformen ungeeignet und es ist kein stabiler Blasformprozess möglich.



Abbildung 5: Flachfolienextrusion (Dicke ca. 980 $\mu$ m)



Abbildung 6: Wanddickenprofil Becher aus „A105S“

#### AP 4.1.17 Thermoformen – Erforschung des Verarbeitungsverhaltens regionaler PBS-Werkstoffe

Es wurden noch keine Thermoformversuche im Technikumsmaßstab mit regional synthetisierten und auf lignocellulosehaltigen Ausgangsstoffen basierendem PBS durchgeführt, da aufgrund des aktuellen Entwicklungsstandes in VP 1-3 keine ausreichenden Mengen bereitgestellt werden konnten.

In Kooperation von VP2 und VP4, PAZ Schkopau und Fraunhofer IAP Schwarzheide, wurden am PAZ PBS-Synthesen in technischem Maßstab durchgeführt. Anhand der Ergebnisse und Analysen können jedoch die dort synthetisierten PBS-Typen in Zukunft die im Material TZ 1.1 enthaltene PBS-Type des derzeitigen Marktführers für PBS ersetzen.

### AP 4.1.7 Spritzguss

Zur Untersuchung der Verarbeitbarkeit der Materialien im Spritzgussverfahren wurden verschiedene Formteile gespritzt:

- Dickwandige Formteile (Zugprüfkörper, Schlagzähigkeitsprüfkörper)
- Platten (Maße 120mm x 120mm x 1mm)
- Dünnwandige Formteile (Kaffeekapseln)

Tabelle 6: Hergestellte und untersuchte PBS-Compounds für Spritzguss

Bezeichnung	MFI (190°C/2,16kg)	E-Modul	Zugfestigkeit	Bruchdehnung	Kerbschlag- zähigkeit
	[g/10min]	[MPa]	[MPa]	[%]	[kJ/m <sup>2</sup> ]
A140 HS1	36	835	33,0	12	5,4
A140 HS2	16	1170	32,9	10	6,1
A140 HS3	23	1090	33,8	11	7,3
A140S	47	1456	35,5	8	4,9
A105S	11	1166	31,4	12	6,1
A101S	3	1155	34,1	12	8,0
SG-1.1	35	1230	37,3	10	4,3
SG-1.5	44	1404	39,5	7	5,8
SG-1.6	47	994	38,2	10	5,9
SG-1.7	47	1132	38,4	10	7,4
SG-1.8	46	881	35,7	11	9,1
SG-1.9	42	871	32,2	11	8,8

Die Verarbeitbarkeit der Materialien „A140S“ und der verschiedenen „SG“-Compounds zu dick- und dünnwandigen Spritzgussformteilen im Technikumsmaßstab ist gegeben. Die „SG“-Compounds basieren auf am PAZ-synthetisierten PBS-Typen.

Zur Untersuchung der thermischen Stabilität wurde die Anlage für 15 Minuten auf Betriebstemperatur stehen gelassen. Nach der Standzeit wurden Formteile gespritzt und das Fließverhalten, die Prozessdrücke sowie eventuelle Geruchsentwicklung bewertet.

Die untersuchten Materialien zeigen eine gute thermische Stabilität (geringe Änderung der Prozessdrücke, keine Überspritzung, keine Geruchsbildung).

Bei den Verarbeitungstests von „SG-1.1“ bei Gramß kam es nach wenigen Spritzgusszyklen zu verstopften Heißkanälen an der Anlage. Dies führte dazu, dass nicht alle der Werkzeugkavitäten des Demonstratorwerkzeuges „Verschlussdeckel mit Filmscharnier“ gefüllt wurden. Die Reinigung der verstopften Heizkanäle

erfordert einen Anlagenstopp und verursacht einen erheblichen Zeitaufwand für die Reinigung.

Zunächst wurde als Ursache eine Entmischung des PBS-Compounds „SG-1.1“ vermutet. Dies konnte durch Mikroskopie und DSC-Messungen der aus den Heißkanälen entfernten Materialpfropfen nicht bestätigt werden. Nach intensiver Fehleranalyse und Austausch mit VP2 konnte die Ursache auf die Filterung beim PBS-Syntheseprozess zurückgeführt werden.

Das hergestellte Compound „SG-1.5“ basiert auf einem am PAZ synthetisierten PBS, bei dem eine optimierte Filterung der synthetisierten PBS-Schmelze eingesetzt wurde. Nach dieser Verbesserungsmaßnahme im Syntheseprozess traten bei dem Anlagenversuch von „SG-1.5“ keine Prozessstörungen mehr auf.

An den hergestellten Formteilen aus „SG-1.5“ wurde festgestellt, dass die Steifigkeit des Materials mit 1404 MPa noch zu hoch ist. Durch Anpassung der Rezeptur konnte mit Compound „SG-1.6“ ein Material mit einem um ca. 30% geringeren E-Modul als Type „SG-1.1“ entwickelt werden. Die Compounds „SG-1.8“ und „SG-1.9“ wurden speziell additiviert, um die Entformbarkeit der Schraubdeckel für die RUBIO-Trinkflasche zu verbessern.

Es wurden insgesamt ca. 50 kg „SG-1.1“ sowie jeweils 25kg „SG-1.5“, „SG-1.6“ und „SG-1.9“ compounding und für Verarbeitungsversuche beim Industriepartner Gramß zur Verfügung gestellt.

Die mehrfachen Verarbeitungsversuche der Compounds auf den Industrieanlagen erfolgten in enger Begleitung durch das Fraunhofer IAP.

#### **AP 4.1.8 Spritzgussverarbeitung – Erforschung der Werkzeugauslegung**

Im Projektzeitraum wurde in Zusammenarbeit mit SWK ein Spritzgusswerkzeug entworfen, hergestellt und in Betrieb genommen. In die Werkzeugkonstruktion sind alle relevanten Daten aus den bisherigen Versuchen und Projektarbeiten eingeflossen.

Es wurde sich für ein Formteil „Frischhaldedose“ entschieden. Dabei handelt sich um ein anspruchsvolles Produkt, welches insbesondere Anforderungen an Maßhaltigkeit und Biegewechselfestigkeit der dünnen Filmscharniere gerecht werden muss.



Abbildung 7: Neuentwickeltes Formteil „Frischhaltedose“

Die Form weist zwei Filmscharniere und einen Hinterschnitt mit Schiebersystem im Verschlussbereich auf. Die Formfüllung erfolgt mittels Heißkanalsystem über zwei Anspritzpunkte mit unterschiedlichen Düsendurchmessern. Durch die zwei Anspritzpunkte treffen bei der Formteilmfüllung zwei Fließfronten aufeinander, wodurch sich die Bildung möglicher Bindenähte bewerten lässt.

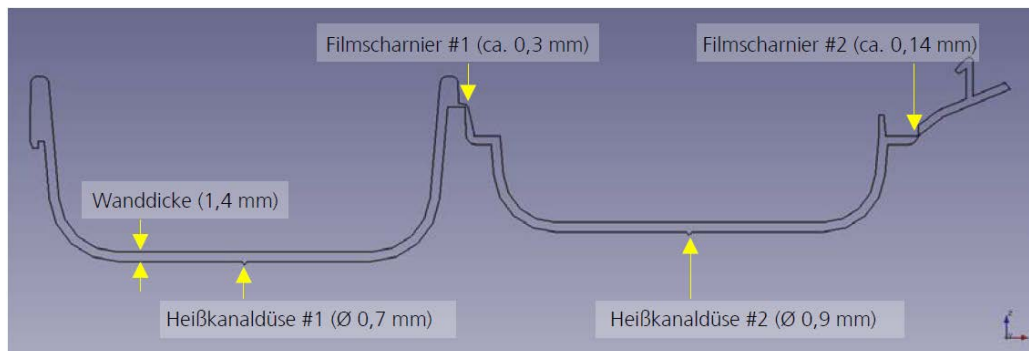


Abbildung 8: CAD-Datei, Querschnitt des Formteils

Um die Bewertung unterschiedlicher Oberflächenstrukturen zu ermöglichen, wurde die Werkzeugkavität im Deckelbereich hochglanzpoliert und im Bereich des unteren Behälters erodiert.

Nach der Erstinbetriebnahme erfolgten mehrere Nachbearbeitungsschritte. Dies ist bei der Konstruktion von Spritzgusswerkzeugen ein normales und übliches Vorgehen, um letzte Detailanpassungen durchzuführen.

Insbesondere mussten die Entlüftungsöffnungen des Werkzeugs angepasst werden. Beim Spritzgießen muss die Luft im inneren des Werkzeugs entweichen können, damit die Kunststoffschmelze die gesamte Kavität ohne Fehlstellen ausfüllen kann. Des Weiteren musste die Dicke des Filmscharniers am Verschluss etwas erhöht werden, da es sich mit den ursprünglichen 140µm etwas zu leicht abreißen ließ. Da sich durch das dickere Filmscharnier auch der Knickpunkt

verlagert hat, musste der Verschluss teil in diesem Zuge auch leicht angepasst werden, um ein zuverlässiges und sicheres Schließen der Dose zu ermöglichen.

Nach diesen geringfügigen Werkzeuganpassungen ließen sich mit der Form PBS-Formteile ohne Einschränkungen in Bezug auf Formfüllung, Schließverhalten und Scharnierfestigkeit herstellen.

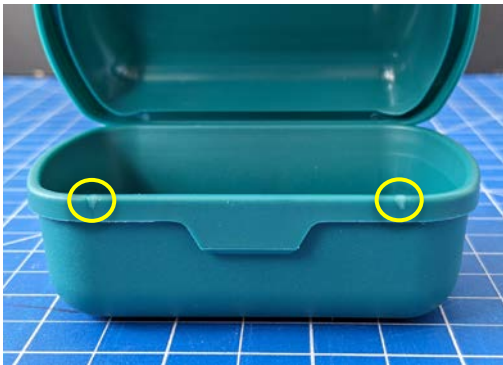


Abbildung 9: Fehlstellen (gelb markiert) aufgrund unzureichender Werkzeugentlüftung

#### AP 4.1.18 Spritzgussverarbeitung – Erforschung des Verarbeitungsverhaltens regionaler PBS-Werkstoffe &

#### AP 4.1.22 Materialeigenschaften regionales PBS

In Kooperation von VP2 und VP4, Fraunhofer IAP Schwarzheide und PAZ Schkopau, wurde am PAZ PBS-Synthesen in technischem Maßstab durchgeführt. Sie stehen für die regional hergestellten PBS-Typen. Die synthetisierten PBS-Typen wurden intensiv und umfangreich auf ihre Eignung und Verarbeitbarkeit im Spritzguss untersucht.

Tabelle 7: Im Spritzgussverfahren untersuchte synthetisierte PBS-Materialien

Bezeichnung	MFI (190°C/2,16kg)	E-Modul	Zugfestigkeit	Bruchdehnung	Kerbschlag- zähigkeit
	[g/10min]	[MPa]	[MPa]	[%]	[kJ/m <sup>2</sup> ]
PAZ-1	18	649	33,4	202	9,3
PAZ-2	11	772	41,3	21	6,5
PAZ-12	15	771	33,6	7	5,0
PAZ-14	45	624	34,2	14	7,7
PAZ-15	12	590	41,2	360	9,3
PAZ-16	12	587	32,1	370	8,6
PAZ-17	15	602	34,7	200	8,6
PAZ-18	13	616	31,3	170	9,2
PAZ-19	15	586	31,3	220	9,3
PAZ-22	46	645	33,4	180	5,7
PAZ-23	12	621	37,8	280	15,6

PAZ-24	48	633	34,2	180	6,2
PAZ-24 (extr.)	-	645	34,2	180	5,1
PAZ-26 (extr.)	>60	637	33,3	13	3,7
PAZ-26 (extr.)	>60	696	36,2	12	4,6
PAZ-28 (extr.)	>60	708	38,1	14	9,5
PAZ-29 (extr.)	6	672	38,7	210	14,1
PAZ-30 (extr.)	>60	-	-	-	-
PAZ-32 (extr.)	>60	707	35,4	13	7,3
PAZ-33 (extr.)	>60	720	32,2	13	5,6
PAZ-34 (extr.)	>60	710	37,1	13	9,2
PAZ-35 (extr.)	8	577	34,0	220	13,0
PAZ-36 (extr.)	47	614	35,0	14	8,0
PAZ-40 (extr.)	28	630	32,8	210	9,4
PAZ-44 (extr.)	>60	761	37,8	13	7,0

Die Materialien ließen sich allesamt PBS-typisch ohne Probleme zu dickwandigen Formteilen (Zugprüf-, Schlagzähigkeitsprüfkörper) und Platten (120mm x 120mm x 1mm) spritzgießen. Die thermische Stabilität ist auch nach Maschinenstandzeiten von 15 Minuten bei Verarbeitungstemperatur gegeben.

Insgesamt wurden am PAZ schon bisher mehr als 500 kg PBS für Spritzgussanwendungen für Technikum- und Industrierversuche synthetisiert. Die für Gramß entwickelten und für Anlagenversuche zur Verfügung gestellten Compounds basieren bereits auf am PAZ synthetisierten PBS-Typen und befinden sich bereits auf einsatzfähigem Niveau.

Weitere Industriekooperationen mit Partnern außerhalb des RUBIO-Bündnisses wurden im Projektzeitraum begonnen und befinden sich derzeit noch in der Umsetzung.

#### AP 4.1.9 Extrusionsblasformen

Folgende Materialien wurden über die Projektzeit auf ihre Verarbeitbarkeit im Blasformprozess untersucht:

Tabelle 8: Hergestellte und untersuchte Compounds für Extrusionsblasformen

Bezeichnung	MFI (190°C/2,16kg)	E-Modul	Zugfestigkeit	Bruchdehnung
	[g/10min]	[MPa]	[MPa]	[%]
A101 HS1	2	803	39,5	25
A101 HS3	1	1070	35,2	15
A101S	3	1155	34,1	12
A105S	11	820	20,8	130
BF-1.5	(4)*	1010	45,0	22
BF-1.10	4 *	1170	42,2	13
BF-2.5	5 *	1020	44,6	22

BF-3.5	4 *	1080	44,1	19
BF-4	3 *	839	42,8	23
BF-5	2 *	835	42,6	24
BF-6	6 *	693	38,0	140
BF-7	3 *	864	43,9	25
BF-8	3	1076	38,5	81
BF-9	4	1270	37,7	134
BF-10	1	1294	39,7	31

\*200°C, 10kg

Für A101S und A105S ist das Fließverhalten der Schmelze für Blasformen ungeeignet und es ist kein stabiler Blasformprozess möglich.

Das zuletzt bei Sauer getestete Material BF-1.5 ließ sich noch nicht für stabile Produktionsprozesse auf den Industrieanlagen einsetzen. Die Steifigkeit war noch etwas zu gering und die sehr klebrige Materialschmelze verursachte einen erhöhten Reinigungsbedarf an Düse und Glühmesser.

Aus diesem Grund wurden weitere Materialcompounds entwickelt, compoundiert und ausführlich getestet (MFI, Zugprüfung, Blasformextrusion).

Die entwickelten Compounds ließen sich im Technikumsmaßstab in stabiler Prozessführung zu Flaschen blasformen. Schmelzeextrusion, Formteilaus- und Entformung verliefen ohne Probleme. Die Wanddickenprofile der Flaschen sind gut regulierbar und als gleichmäßig zu bewerten. Das beste Verhältnis aus Verarbeitbarkeit und mechanischen Eigenschaften stellt die Mischung BF-9 und BF-10 dar.

Es wurden zunächst Versuchsmengen von 25 kg für BF-9 und BF-10 compoundiert und für Anlagenversuche bei Sauer zur Verfügung gestellt. Beide Materialien stellten eine deutliche Verbesserung zu dem Compound BF-1.5 dar. Die höhere Steifigkeit ist für die Anwendung geeignet und auch die Klebrigkeit der Materialschmelze konnte erheblich reduziert werden. Ausformung der Flaschen und die Festigkeiten der Quetschnähte sind auf anwendungsfähigem Niveau. Nach Evaluierung des Versuchs und der Flascheneigenschaften wurde BF-10 als am besten geeignetes Material ausgewählt.

Nach der Erstbemusterung wurden weitere 250kg BF-10 für weitere Untersuchungen und Tests hergestellt und an Sauer versendet.

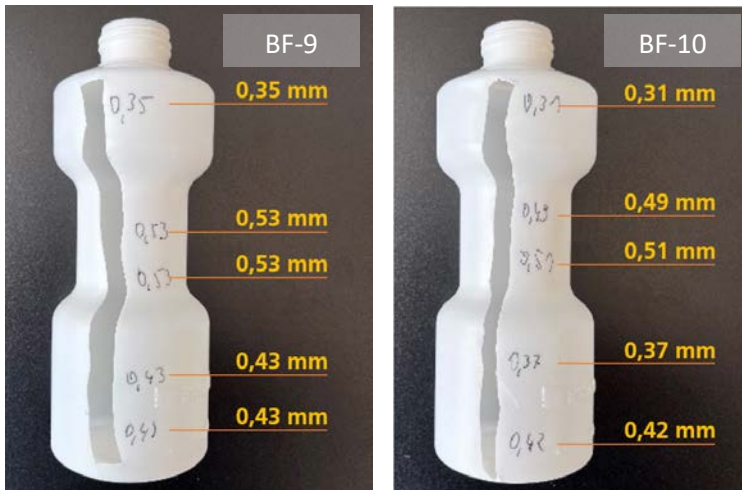


Abbildung 10: Wanddickenprofilmessung an einer Blasformflasche (links: BF-9 / rechts: BF-10)

#### AP 4.1.19 Extrusionsblasformen – Erforschung des Verarbeitungsverhaltens regionaler PBS-Werkstoffe

In Kooperation von VP2 und VP4, Fraunhofer IAP Schwarzheide und PAZ Schkopau, wurde am PAZ PBS-Synthesen in technischem Maßstab durchgeführt. Die dort synthetisierten PBS-Typen wurden vom IAP auf ihre Eignung zum Blasformen untersucht. Die ersten Verarbeitungsversuche stimmen äußerst positiv.

Es wurden dabei PBS-Typen hergestellt, die z.B. in ihrer Fließfähigkeit ähnlich den für das „BF-10“ eingesetzten marktgängigen PBS-Typen sind. Es wurden aber auch dünnflüssigere Typen produziert, deren Fließfähigkeit dann durch eine Modifikation mittels Reaktivextrusion verringert wurde.

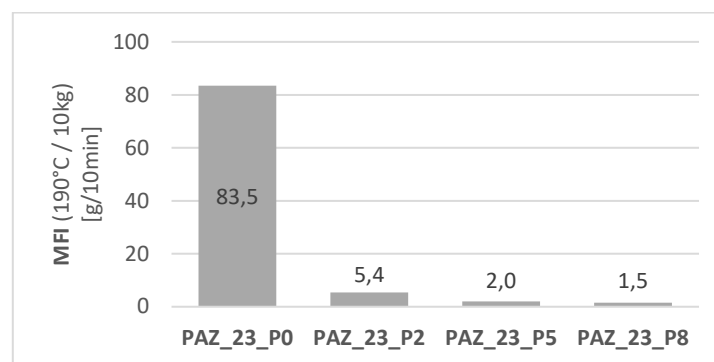


Abbildung 11: Verringerung des MFI von PAZ-23 über Reaktivextrusion

Auch auf diesem Weg ergab sich ein stabil verarbeitbares Material. Welcher der gefundenen Wege sich hier durchsetzen wird, ist noch nicht ganz klar. Aufgrund des geringeren Aufwandes bei der Compoundierung könnte es der für das „BF-10“ gewählte Weg sein.

### AP 4.1.23 Untersuchungen zur Verarbeitbarkeit und zu den Materialeigenschaften in Abhängigkeit der Einmischung von Mahlgut und PIR-Regranulat

Von den Projektpartnern aus VP5 wurde PBS-Mahlgut bereitgestellt, welches sich aus einer Vielzahl der bisher im Projektablauf untersuchten PBS-Typen, PBS-Abmischungen und Compounds zusammensetzt.



Abbildung 12: PBS Mahlgut

Dieses Mahlgut wurde in einer Versuchsreihe in unterschiedlichen Anteilen in Neuware zugemischt und mittels Spritzgussverfahren und Blasfolienextrusion verarbeitet.

Tabelle 9: Im Spritzgussverfahren hergestellte und untersuchte PBS-Mahlgut-Mischungen

Mahl- Gutanteil [%]	MFI (190°C/2,16kg)	E-Modul [MPa]	Zugfestigkeit [MPa]	Bruch- dehnung [%]	Kerbschlag- zähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]
	[g/10min]				
0	5	636	37,0	207	15,5
10	-	714	38,1	19	8,9
20	-	734	38,3	18	8,6
30	-	727	37,7	16	8,3
50	-	795	37,7	17	8,4
100	5	915	37,2	16	7,6

Der MFI der PIR-Mahlguts liegt auf Niveau der Neuware. Das reine PIR-Mahlgut besitzt ein ca. 44% höheres E-Modul und eine um ca. 90% reduzierte Bruchdehnung. Die Steifigkeit steigt mit der Mahlgutzugabe an. Die Bruchdehnung sinkt bereits ab einer Zugabe von 10 Gew.-% um ca. 90% ab.

Die Verarbeitung zu dickwandigen Formteilen (Prüfkörper) im Spritzgussprozess ist grundsätzlich gegeben. Aufgrund der uneinheitlichen Geometrie und Korngröße des Mahlguts können bei höheren Mahlgutanteilen jedoch Förderprobleme im Einzugsbereich auftreten.

Die Verarbeitung im Blasfolienprozess wurde bis zu einer Mahlgutzugabe von 30 Gew.-% getestet. Mit steigender Mahlgutzugabe verschlechtert sich die Folienoptik durch eine zunehmende Anzahl an Stippen und unaufgeschmolzener Partikel. Die Blasfolien lassen sich bis etwa 20 Gew.-% in einem stabilen Prozess extrudieren. Ab 30 Gew.-% kam es zum häufigen Zusammenfall der Folienblase durch Lochbildung beim Verstecken der Kunststoffschmelze.

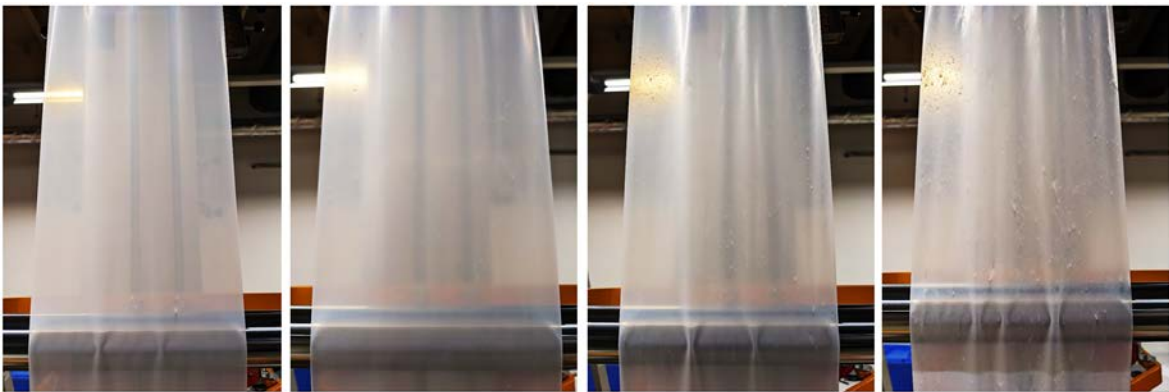


Abbildung 13: Flachgelegter Folienschlauch PBS-Blasfolien mit PIR-Mahlgutanteil

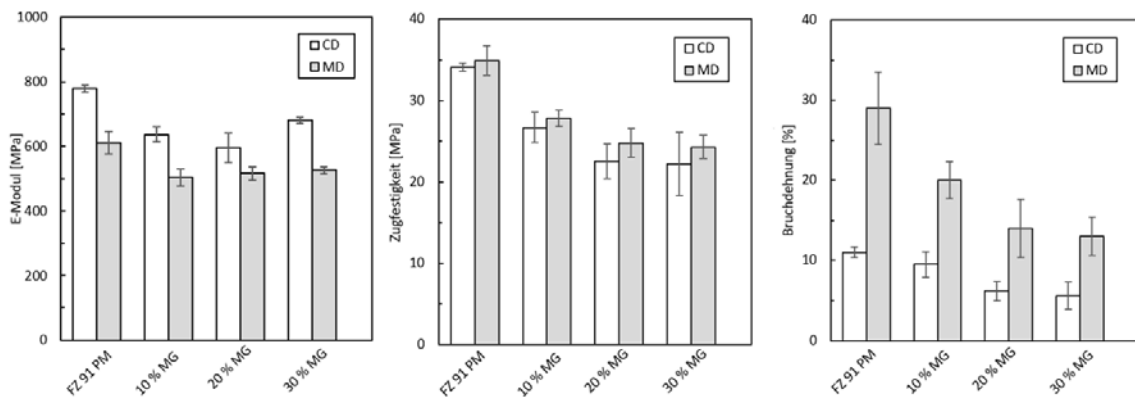


Abbildung 14: Übersicht mechanische Eigenschaften PBS-Blasfolien mit Mahlgutanteil

Auch bei den Blasfolien zeigt sich eine deutliche Reduzierung der Bruchdehnung, insbesondere in Maschinenrichtung. Im Gegensatz zu den Spritzgussprüfkörpern führt die Zugabe von Mahlgut zu einer leichten Reduzierung des E-Moduls. PBS Blasfolien mit 30 Gew.-% Mahlgutanteil haben eine um ca. 13% reduziertes E-Modul und eine um ca. 28% reduzierte Bruchdehnung.

Zusätzlich wurde noch ein Mahlgut aus gespritzten Mini-Frischhaltedosen aus PAZ-26 hergestellt und zu 20% wieder zugemischt. Die Frischhaltedosen aus PAZ-26 mit 20% Mahlgutanteil ließen sich hinsichtlich Verarbeitbarkeit, Optik und mechanischen Eigenschaften von Dosen ohne Mahlgutanteil nicht unterscheiden.

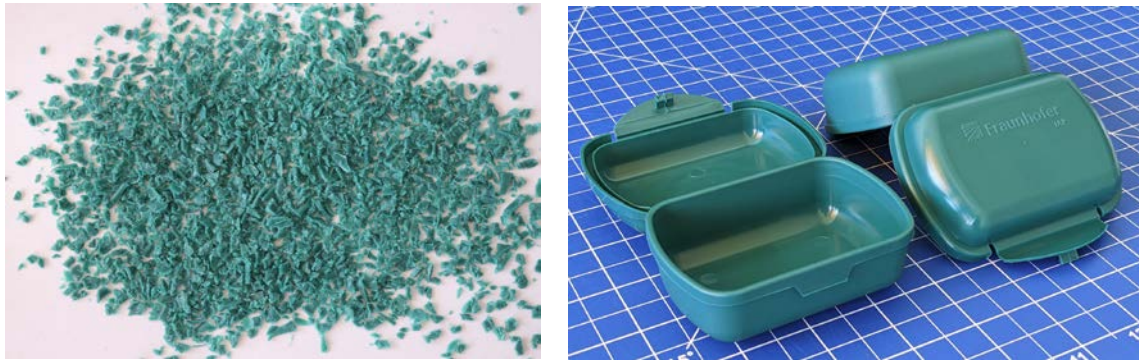


Abbildung 15: Mahlgut aus PAZ-26 (links) und Mini-Frischhaltedosen mit 20 % Mahlgutanteil (rechts)

#### AP 4.1.10 und AP 4.1.20 Herstellung von Wirrgelegen

In Abstimmung mit dem Projektpartner Naue wurden Versuchsreihen auf einem Doppelschneckenextruder ZE25A-48D zur Blendherstellung und -modifizierung für die anvisierte Anwendung „Wirrgelege“ durchgeführt. Es wurden systematische Untersuchungen durchgeführt zur Optimierung der Anlagenkonfiguration des Extruders und der Prozessbedingungen während des Compoundierprozesses, wobei der Einfluss der Schneckenengeometrie [hart, mittel, soft], Temperatur [170-210°C], Durchsatz/Drehmoment [10-30kg/h]) und der Blendzusammensetzung auf die Materialeigenschaften (Blendmorphologie und Kerbschlagzähigkeit) untersucht wurde. Es wurde festgestellt, dass die Blendzusammensetzung einen größeren Einfluss auf Kerbschlagzähigkeit und Schmelzefließfähigkeit besitzt als die Prozessparameter. Tabelle 10 zeigt einige ausgewählte Ergebnisse der Untersuchungen. Morphologische Untersuchungen an den Blendsystemen werden in AP 4.1.12 näher betrachtet.

Tabelle 10: Einfluss Blendzusammensetzung auf Materialeigenschaften

Material	V-Nr.	Schlagzähigkeit gekerbt, Charpy $a_{CN}$ [kJ/m <sup>2</sup> ]	MFR <sub>190/2,16</sub> [g/10min]
PBS 40 / PLA 60	ZE25A_1787	3,7	23,6
PBS 50 / PLA 50	ZE25A_1779	5,4	24,5
PBS 60 / PLA 40	ZE25A_1788	6,1	29,9

Die Kerbschlagzähigkeit aller Blendvarianten lag im Bereich 3-6 kJ/m<sup>2</sup>, die Blendmorphologie wies z.T. deutliche Unterschiede auf (siehe AP 4.1.12).

Es wurden mehrere Versuchsreihen zur Herstellung von Blends aus PBS (Bio-ELAN A022, Exipnos) und PLA (Luminy L105, Total Corbion) in den Anteilkombinationen 40/60, 50/50 und 60/40 hergestellt. Bei NAUE erfolgten jeweils im Anschluss Untersuchungen zur Weiterverarbeitung der Materialien zu einem Wirrgelege (Abbildung 16).

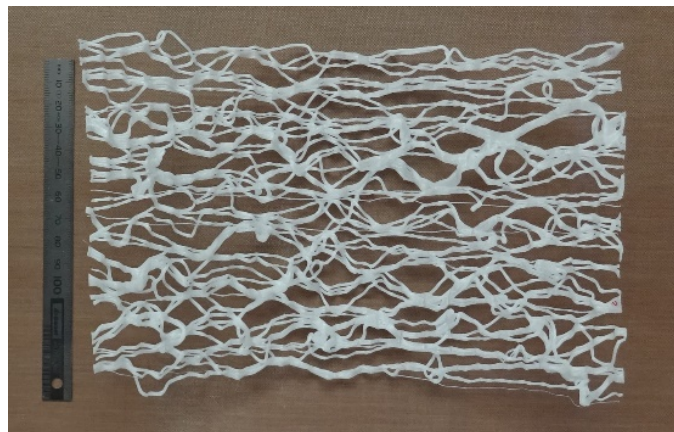


Abbildung 16: Beispiel eines bei Naue hergestellten Wirrgeleges aus PBS/PLA-Blend, vorcompoundiert am Fraunhofer IMWS / PAZ

Zielstellung bei Naue war die Bewertung des Verarbeitungs- und Eigenschaftsverhaltens auf einer Versuchsanlage. Die Versuche beim Partner Naue wurden jeweils durch das Fraunhofer IMWS begleitet. Es zeigte sich, dass eine Vergleichbarkeit der Verarbeitung zum Wirrgelege mit dem standardmäßig eingesetzten Material PP aufgrund der Dichteunterschiede (PP < 1g/cm<sup>3</sup>, Blends aus PBS/PLA > 1g/cm<sup>3</sup>) im Extrusionsprozess auf eine Walze in ein Wasserbad nicht gegeben ist. Weiterhin zeigten Blends aus PBS und PLA ein deutlich anderes Abkühlverhalten an der Strangoberfläche als PP. Die Oberfläche erstarrt schneller, was die Bildung der notwendigen Siegelpunkte zwischen den Einzelsträngen erschwert. Dies zeigt sich in einer deutlich geringeren Siegelfestigkeit und schwächeren Ausbildung eines Wirrgeleges.

Für die Ermittlung der Siegelfähigkeit der einzelnen Verbindungspunkte im Wirrgelege existieren keine standardisierten Prüfverfahren, wodurch eine vergleichende Bewertung mit den bisher bei Naue eingesetzten Standardmaterialien wie PP nur durch Erfahrungswerte bei Naue erfolgen konnte. Versuche, standardisierte Testverfahren anzuwenden, waren nicht erfolgreich. Eine vergleichbare und aussagefähige Bewertung der Wirrgelege-Eigenschaften, insbesondere der Siegelfähigkeit der Verbindungspunkte der Polymerstränge im Gelege, konnte durch nachgeschaltete Prüfverfahren am Wirrgelege nicht erzielt werden. Verschiedene Materialtests wie Fallbolzenversuche, statische

Druckversuche in unterschiedlichen Dimensionen (Beispielmethoden siehe Abbildungen 17 und 18) oder Messungen der Oberflächenenergien mittels eines im Rahmen des Projektes beschafften Tensiometers waren nicht ausreichend und vergleichend aussagefähig.

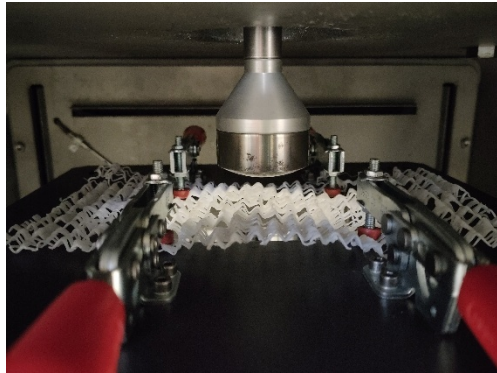


Abbildung 17: Beispiel Fallbolzentest an Wirrgelege (links), geprüftes Wirrgelege (rechts)



Abbildung 18: Beispiel statischer Drucktest an Wirrgelege (links), geprüftes Wirrgelege (rechts)

Deshalb wurde die Materialoptimierung anhand von Verarbeitungsuntersuchungen und Rezepturoptimierungen am Blend weiter vorangetrieben und das Verarbeitungsverhalten mit visueller Prüfung des Abkühlverhaltens der Schmelzestränge betrachtet. Es wurden Materialrezepturen unter Zugabe verschiedener weiterer biobasierter Modifikatoren entwickelt. Auch vom Projektpartner BYK wurden hierfür mehrere Versuchsmuster zur Modifizierung der Blendmaterialien zur Verfügung gestellt.

Die Bereitstellung des regionalen PBS aus VP2/3 verzögerte sich während der Projektlaufzeit erheblich, so dass für Untersuchungen gegen Projektende lediglich noch vergleichende Laboruntersuchungen durchgeführt werden konnten.

Die Wirkungsweise und das Zusammenspiel der unterschiedlichen Polymere und Modifikatoren wurde im Compoundierprozess am Fraunhofer IMWS im Zuge von

Strangabzugsuntersuchungen in ein Wasserbad getestet. Die Herausforderung bei den Entwicklungsansätzen lag darin, eine Materialzusammensetzung zu finden, welche neben einer verbesserten Siegfähigkeit auch eine Schmelzefließfähigkeit im Anforderungsbereich zwischen 12...45 g/10min (190°C/2,16 kg) gewährleistet.

Einige Chargen der Blends ließen eine deutlich gesteigerte Siegfähigkeit (subjektive Bewertung) zwischen den Materialsträngen im Gelege vermuten. Von den für sehr aussichtsreich eingestuften Blends wurden Mustermengen (3 Rezepturen zu je 15 kg Mustermenge) hergestellt, die bei NAUE wiederum auf einer Labor-Wirrgelegeanlage getestet wurden (Beispielversuch siehe Abbildung 19).



Abbildung 19: Testversuch Wirrgelegeherstellung (Breite ca. 20cm) der Fraunhofer IMWS-Blends bei Projektpartner Naue

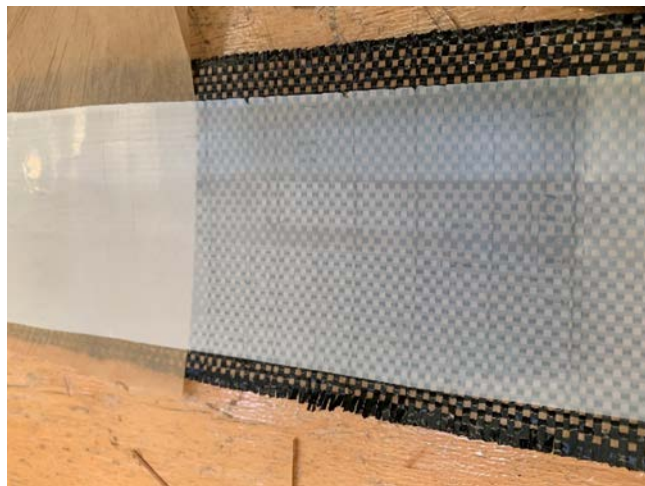
Es zeigte sich eine verbesserte Siegfähigkeit (subjektive Einschätzung durch Erfahrungswerte bei Naue) am Wirrgelege im Vergleich zu den bisher entwickelten Blends, jedoch wurde eingeschätzt, dass diese noch nicht ausreichend ist, um das Material auf eine großtechnische Anlage zu nehmen. Nach Abstimmung mit dem Partner NAUE wurden die Entwicklungsarbeiten zur Blendoptimierung daraufhin beendet.

#### **AP 4.1.11 und AP 4.1.21 Beschichtete Tondichtungsbahnen**

In Vorbereitung auf die Herstellung von Tondichtungsbahnen beim Partner NAUE wurden am Fraunhofer IMWS/ PAZ Untersuchungen zur Blendherstellung für das Coatingmaterial, zur Folienherstellung und Beschichtung von unterschiedlichen Gewebevarianten im Extrusionsprozess durchgeführt. Die festgelegte Materialspezifikation für das Beschichtungs-Blend lag zunächst bei einem MFI von <5 g/10min (190°C/5kg). Im letzten Projektjahr musste diese Spezifikation auf <2,5 g/10min geändert werden.

Es wurden zunächst Blends aus PBS50/PLA50 auf einem Doppelschneckenextruder ZE25A-UTX hergestellt (PBS: Bio-ELAN A105 HS2, Exipnos; PLA: Ingeo 2003D, Nature Works).

In einem zweiten Verarbeitungsschritt wurden die Blends auf einem Labor-Doppelschneckenextruder (Rheomex OS PTW16, ThermoFischer) als Schmelzefilm in einen Kalanderswickel mit einem PLA-basierten Gewebe von NAUE zusammengeführt. Die Untersuchungen erfolgten mit dem reinen PBS und dem vorgenannten Blendsystem im ersten Schritt unter Variation der Extrudertemperatur von 180-200°C. Die Foliendicke betrug ca. 200 µm, bei allen untersuchten Prozessparametern und Materialkombinationen konnte ein Verbund hergestellt werden. Bereits im Prozess wurde festgestellt, dass die Zugabe von PLA einen deutlichen Anstieg der Steifigkeit der Proben mit sich bringt, was eher ungewünscht in den Produkteigenschaften ist. Abbildung 20 zeigt ein Beispiel eines beschichteten Gewebes. Es wurde in anschließenden Peeltests bei NAUE eine starke Streuung der Abzugskraft ermittelt, was zum einen daran liegt, dass die Muster nur eine Breite von ca. 100 mm aufwiesen, zum anderen wird davon ausgegangen, dass die Temperaturen in Extruder und Kalanderswickel noch deutlich zu niedrig waren und damit eine materialschlüssige Verbindung nicht überall homogen erzielt werden konnte.



*Abbildung 20: Beispiel eines beschichteten Gewebes mittels PBS/PLA-Blend (Laboruntersuchungen zur Vorbereitung auf die Entwicklung von Tondichtungsbahnen bei NAUE)*

Die folgenden Untersuchungen beschäftigten sich deshalb mit der Variation der Blendzusammensetzung und der Optimierung der Prozessparameter für eine verbesserte Anbindung der Coatingschicht an das Gewebe. Weiterhin wurden vom Projektpartner STFI zur Verfügung gestellte PBS-Gewebe beschichtet.

Für die Blendzusammensetzung des Coatingmaterials wurden 2 PBS-Typen der Firma Exipnos (Bio-ELAN A105 HS2, Bio ELAN A005) sowie 3 PLA-Typen (Nature Works MFI190/2,16 6 (N6) und Corbion MFI190/2,16 8 (C8) und 6 (C6)) betrachtet.

Weiterhin wurde ein Modifizier eingearbeitet, um eine Verzweigung des PBS zu verhindern, da vorherige Untersuchungen eine starke Verzweigungsneigung im zweiten Verarbeitungsschritt zeigten. Die Blendherstellung erfolgte auf einem Doppelschneckenextruder ZE25A-48D. Es wurden die Blendvarianten PBS/PLA: 60/40, 50/50 und 40/60 untersucht.

Der Beschichtungsprozess auf das Gewebe in einem zweiten Prozessschritt erfolgte im Labormaßstab auf einem Labor-Doppelschneckenextruder (Rheomex OS PTW16) mit vorgeschalteten Kalandrierwalzen unter Variation von Prozesstemperaturen und Abzugsgeschwindigkeiten (respektive Coatingschichtdicken), siehe Abbildung 22.

Es wurden in Summe 12 Versuchspunkte realisiert. Betrachtet wurden 3 unterschiedliche Gewebe (siehe Abbildung 21).



(1) PLA-Gewebe NAUE



(2) PLA-Gewebe / Vlies  
vernadelt NAUE



(3) PBS-Gewebe STFI,  
Leinwandbindung (Bio  
ELAN A005)

Abbildung 21: Gewebetypen, welche im Coatingprozess untersucht wurden



Abbildung 22: Beschichtungsprozess Gewebe mit Blend-Folie

Tabelle 11 zeigt beispielhaft Ergebnisse von DSC-Untersuchungen an Gewebetypen und Blendmaterialien. Den Schmelzetemperaturen zufolge ist eine stoffschlüssige und formschlüssige Verbindung zwischen dem Coatingmaterial und dem Gewebe gegeben, da mit Schmelzetemperaturen über 180°C in den Kalenderspalt auf das jeweilige Gewebe extrudiert wurde.

Tabelle 11: DSC-Untersuchungen an Gewebe und Blends für Tondichtungsbahn

Material	1.HL		2.HL	
	Tg in °C	Ts in °C	Tg in °C	Ts in °C
1. PLA Gewebe	74	144	59	150
2. PLA Deckvlies 2022	67	160	55	163
3. PLA Deckvlies 2023	68	165	58	166
4. ZE25_1817 (PBS Bio ELAN A005 38,4 / PLA Luminy L175 60 / Add)	37 / 79	115 / 176	59 / 98	113 / 175
5. Rub 22-1 (PBS Köpergewebe STFI)	40	113	67	114

Die Charakterisierung der stoffschlüssigen Verbindung, welche im Beschichtungsprozess erreicht werden soll, wurde durch Peeltests direkt beim Partner Naue durchgeführt. Abbildung 23 zeigt beispielhaft ein beschichtetes Gewebe (PLA-Gewebe/Vlies vernadelt).



Abbildung 23: PLA-/Gewebe/Vlies vernadelt nach dem Coatingprozess

Die Peeltests, welche beim Partner Naue durchgeführt wurden, zeigten tendenziell etwas höhere Verbundfestigkeiten unter Verwendung des vernadelten Vlieses, da hier eine höhere Verbundoberfläche verfügbar ist. Auch zeigten sich Kennwertverbesserungen durch eine Erhöhung der Extrusionstemperatur verbunden mit einer erhöhten stoffschlüssigen Verbindung zwischen Coatingmaterial und Vliesstoff. Höhere Verbundfestigkeiten konnten zudem mit der Materialkombination PBS/PLA im Vergleich zu reinem PBS (Coatingschicht und Gewebe) erzielt werden. Ein Einfluss der PLA-Type auf die Verbundfestigkeit zeigte sich nicht. Ausgewählte Ergebnisse sind in Abbildung 24 dargestellt.

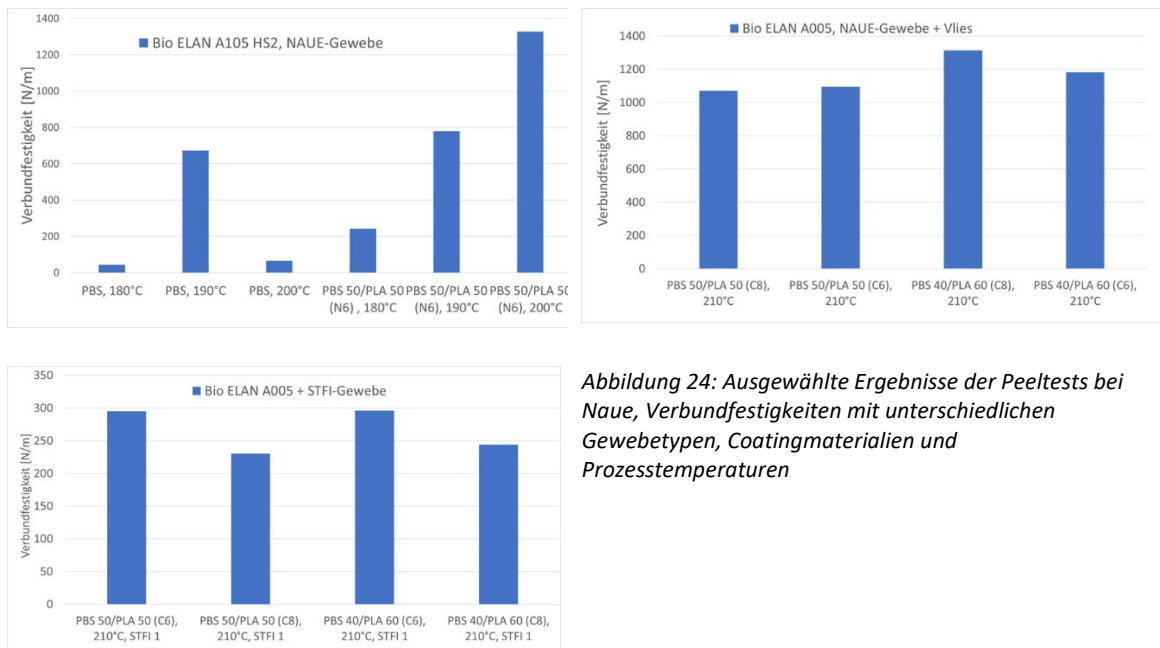


Abbildung 24: Ausgewählte Ergebnisse der Peeltests bei Naue, Verbundfestigkeiten mit unterschiedlichen Gewebetypen, Coatingmaterialien und Prozesstemperaturen

Für die am Ende des letzten Projektjahres durchgeführten Untersuchungen zum Blenden von PBS und PLA konnten einige Untersuchungen auch mit regionalem PBS (PAZ-29, Fraunhofer IAP/PAZ) durchgeführt werden, allerdings war die zur



Verfügung gestellte Menge aus VP2/VP3 sehr gering, weshalb sich auf einige vergleichende Grundsatzuntersuchungen beschränkt werden musste.

So wurden im letzten Projektjahr zur weiteren Optimierung der Anbindung des Coatingmaterials an das Trägergewebe Prozessparameterstudien (Versuchsnummern PTW16\_333 – 356) vergleichend für kommerzielles und regionales PBS/PLA-Blend durchgeführt. Variiert wurden beim Coatingprozess an einem Doppelschneckenextruder mit nachfolgendem Kalandrierer die Kalandrierertemperatur, die Gewebetemperatur und die Prozessgeschwindigkeit, mit welcher der Coatingprozess durchgeführt wurde. Die Schmelzetemperatur in der Extruderdüse von 220°C wurde dabei konstant gehalten (siehe Tabelle 12). Die Tabelle zeigt die Ergebnisse des bei Naue durchgeführten Peeltests für die einzelnen Prozessparametervariationen.

Tabelle 12: Coatingprozess vergleichend für kommerzielles (Bio Elan A005) und regionales PBS (PAZ-29)

	Temp Gewebe in °C	20	20	20	100	100	100	20	20	100
	Temp. Kalandrierer in °C	33	50	70	33	50	70	33	50	33
	Speed in m/min	1	1	1	1	1	1	2	2	2
<b>PLA/PBS Bio Elan A005</b>	Verbundfestigkeit max.[N/10cm] ASTM D-6496	155	125	106	110	109	90	158	114	86
<b>PLA/PBS IAP PAZ_29</b>	Verbundfestigkeit max.[N/10cm] ASTM D-6496	125	150	139	82	94	92	48	114	65

Es zeigte sich, dass bei allen geprüften Proben im Peeltest ein Versagen im Gewebe vorliegt und die Haftung zwischen Folie und Gewebe gegeben ist. Einflüsse der Prozessparameter sind allerdings keiner Systematik zuzuordnen. Ein Vergleich zwischen kommerziellem und regionalem PBS zeigt keine signifikanten, systematischen Unterschiede.

Aufgrund dessen, dass bei dem kommerziell verfügbaren PBS Bio Elan-A005 bei der Verarbeitung eine Verzweigungsneigung der Ketten auftritt, wurde in der Projektlaufzeit ein Stabilisator ermittelt, welcher diese Verzweigungsneigung unterbinden kann. Dieser musste bei allen Blendversuchen eingesetzt werden, da sich ohne ihn eine unkontrollierte Veränderung im Verarbeitungsverhalten zeigte. Der Stabilisator hat jedoch einen signifikanten Einfluss auf die Schmelzefließfähigkeit des Blends, wodurch eine starke Erhöhung des MFR-Wertes festgestellt werden musste (siehe Tabelle 13).

Tabelle 13: MFR und MVR-Werte von Blends für Coatingmaterial

			MFR	MVR
Materialzusammensetzung	Versuchsnr.	Messbedingungen	[g/10min]	[cm <sup>3</sup> /10min]
PBS/Bio-Elan-A005 (40%)+ PLA/ Luminy L 175 (60%)	ZE25_1802	Standard 190°C, 5kg	5,66	5,12
PBS/Bio Elan-A005 stab (40%) + PLA/Luminy L175 (60%)	ZE25_1861	Standard 190°C, 5kg	15,00	13,57
PBS/Bio Elan-A005 stab (20%) + Modifier (20%) + PLA/Luminy L175 (60%)	ZE25_1862	Standard 190°C, 5kg	17,78	16,20
PE (Referenzmaterial)	-	Standard 190°C, 5kg	2,57	3,34

Durch Zugabe des Verarbeitungstabilisators erhöhte sich der MFR-Wert von 5 auf ca. 15 g/10min, in Abhängigkeit der Blendzusammensetzung sogar höher. Der ursprünglich bei Projektstart anvisierte MFR-Wert von < 5g/10min (190/2,16) konnte damit nicht mehr erhalten werden und die nachträgliche Korrektur auf < 2,5g/min Zielwert im letzten Projektjahr schloss ein Scale-up der Entwicklungsergebnisse aus.

Da Naue die Entscheidung getroffen hat, aufgrund des zu hohen MFI die Materialrezeptur nicht auf der großtechnischen Anlage bei sich zu bemustern (aufgrund zu hoher Risiken eines Anlagenstillstandes verbunden mit Produktionsausfällen beim Standardmaterial), erfolgten die letzten Versuchsreihen am Fraunhofer IMWS. So wurde zunächst die Herstellung von Blends und Folien mittels Doppelschneckenextruder PTW16 oder ZE25A-48D UTX und anschließend die Beschichtung der Gewebe/Vliesstoffmuster auf einer kontinuierlichen Doppelbandpresse KFK E-1100 realisiert.

Abschließend wurde ein Demonstrator aus bentonitgefüllter Vliesstoff/Gewebematte (Bentofix), beschichtet mit einer Polymerfolie aus PBS/PLA (PTW16\_345) hergestellt (siehe Abbildung 25). Die Polymerfolie für den Coating-Prozess wurde zuvor auf dem Doppelschneckenextruder PTW16 aus den Blendpartnern PLA Luminy L175 (60%) und regionalem PBS PAZ-29 (40%) hergestellt.



Abbildung 25: Tondichtungsbahn – Demonstrator (KFK\_872), Länge 1000 mm, Breite 200 mm, Höhe 5 mm

Die Herstellung erfolgte auf einer kontinuierlichen Doppelbandpresse KFK E-1100 bei einer Temperatur von 220°C, einer Prozessgeschwindigkeit von 1m/min und einem Pressswalzendruck von 5N/cm<sup>2</sup> zu einem Tondichtungsbahn – Demonstrator (KFK\_872).

#### AP 4.1.12 und AP 4.1.22 Materialanalytik

Begleitend zu den Materialentwicklungen und Versuchen zur Verarbeitung der Materialien/Compounds wurden Untersuchungen zur Qualität und Zusammensetzung durchgeführt. Die anfänglich bei den PBS-Materialtypen auftretende Belagbildung wurde mittels ATR-FTIR-Spektroskopie und morphologisch mittels REM/EDX untersucht.

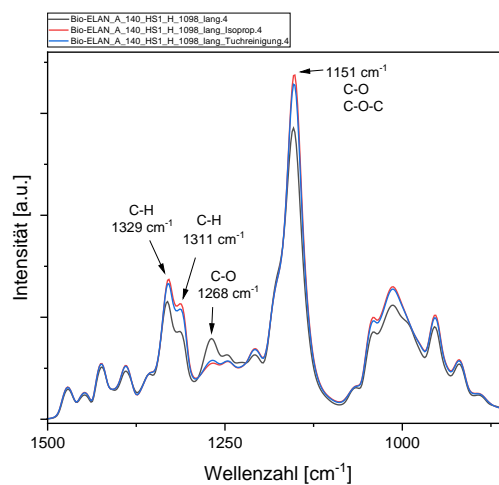


Abbildung 26: ATR-FTIR-Spektroskopie an einer PBS-Folie zur Bestimmung der an der Belagbildung beteiligten chemischen Bindungen

In Abbildung 26 sind FTIR-Spektren aus einem Bereich mit deutlicher Belagbildung und im Nachgang unterschiedlich gereinigte Bereiche dargestellt. Es können keine neuen chemischen Bindungen nachgewiesen werden. Lediglich für die C-H-Bindungen wird nach der Reinigung eine Intensitätserhöhung und für die C-O-Bindung eine Verringerung der Peakintensität gemessen. Fortführende rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen sind in den folgenden Abbildungen dargestellt.

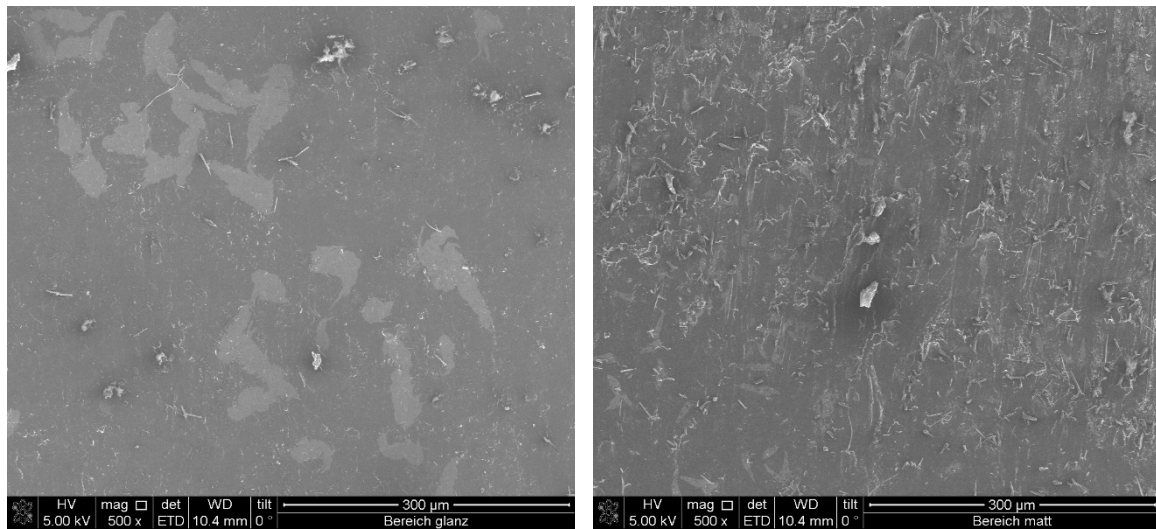


Abbildung 27: Rasterelektronenmikroskopische Abbildungen der Belagbildung, links: gereinigter Bereich, rechts: matter Bereich mit Belag.

Morphologisch sind im optisch matt wirkenden Bereich der Belagbildung längliche Oberflächenstrukturen im Größenbereich von einigen  $\mu\text{m}$  zu detektieren (siehe Abbildung 27). Diese wirken im lichteoptischen Wellenlängenbereich als Streuzentren und bewirken eine optisch matt aussehende Oberfläche. Eine Elementanalyse im REM mittels engerdispersiver Röntgenanalyse (EDX) ist in Abbildung 28 dargestellt.

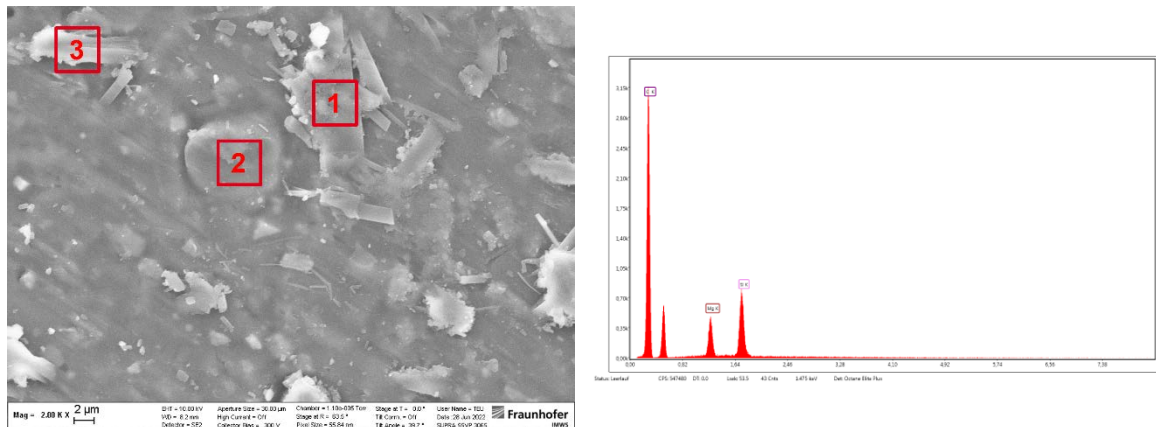


Abbildung 28: EDX-Analyse der belagbildenden Strukturen

Kohlenstoff, Sauerstoff, Magnesium und Silizium sind für alle gemessenen Bereiche in ihrer Konzentration gleich und es konnten keine weiteren Elemente detektiert werden. Daher kann für diesen Belag ein Fremdstoff ausgeschlossen werden. Es handelt sich hier um einen im Polymer verbliebenen Oligomeranteil, welcher nach einer gewissen Zeit an die Oberfläche migriert und die in Abbildung 28 dargestellten Oberflächenstrukturen bildet.

Die morphologische Bewertung der entwickelten PBS bzw. PBS/PLA Blends erfolgte mittels Cryo-Bruch und nachfolgender Rasterelektronenmikroskopie an den erzeugten Bruchflächen. Die einzelnen Phasen der Blendpartner können wie in Abbildung 29 dargestellt werden.

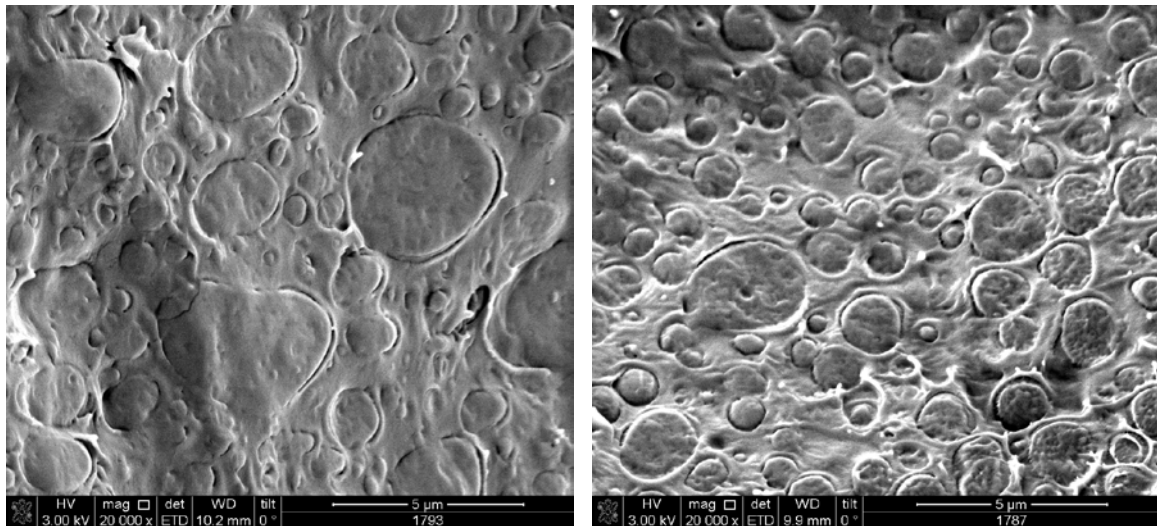


Abbildung 29: REM-Abbildungen der Cryobruchflächen unterschiedlicher PBS/PLA Blends (links: PBS/PLA-50/50, rechts: PBS/PLA-40/60)

In Abhängigkeit des Mischungsverhältnisses der Blendpartner, bilden sich unterschiedlich große Domänen der einzelnen Materialien, bis hin zu einer co-kontinuierlichen Phase aus.

Die prozessunterstützende Bewertung der strukturellen Materialeigenschaften des PBS und der PBS/PLA Compounds mit den Methoden ATR-FTIR Spektroskopie und REM an Cryo-Bruchflächen, lieferte wichtige Ergebnisse für die Materialentwicklung der Wirrgelege.

#### AP 4.1.13 Oberflächenmodifizierungen, AP 4.1.14 Langzeitstabilität

Zur morphologischen Bewertung der hergestellten PBS/PBAT Blends des Projektpartners Polifilm war eine Präparation der Proben mittels Cryo-Bruches und/oder Cryo-Ultramikrotomie notwendig. Die so erzeugten Flächen können im Falle der Cryo-Brüche im Rasterelektronenmikroskop untersucht werden. Die erzeugten Anschnittflächen aus der Cryo-Ultramikrotomie wurden mittels AFM

untersucht. In den nachfolgenden Abbildungen sind die einzelnen Phasen der Blendpartner gut erkennbar.

Tabelle 14: Probenübersicht für die AFM-Untersuchungen

Material	604	611	612	615	616
PBS	50	80	60	40	20
PBAT	50	20	40	60	80

In Tabelle 14 sind die Materialkonzentrationen der einzelnen Blendpartner für die AFM-Untersuchungen dargestellt. In Abbildung 30 sind einzelne Ergebnisse dieser unterschiedlichen Blends abgebildet.

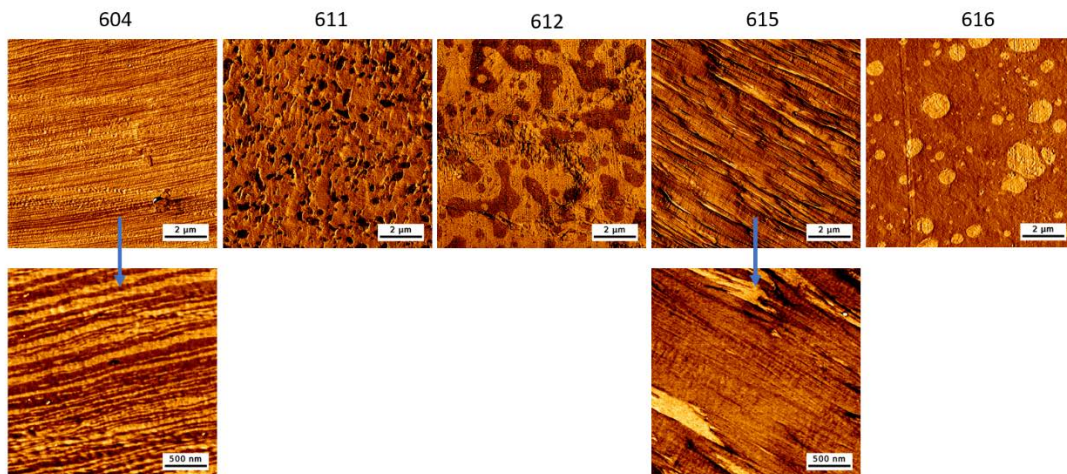


Abbildung 30: AFM-Abbildungen der Cryo-Ultramikrotomschnittflächen unterschiedlicher PBS/PBAT Blends (links: PBS/PBAT-50/50)

In Abhängigkeit vom Mischungsverhältnis der Blendpartner bilden sich unterschiedlich große Domänen (siehe Abbildung 30 Proben 611, 612 und 616) der einzelnen Materialien aus. Im Bereich einer gleichen Materialverteilung (siehe Probe 604 - 50/50) ist eine co-kontinuierlichen Phase abbildbar.

Nachfolgend wurden Versuche zur Oberflächenaktivierung durchgeführt. Die Folien wurden mit Hilfe einer Laboranlage zur Coronabehandlung (Calvasol Fa. Kalwar) vorbehandelt und anschließend eine Messung zur Oberflächenenergiebestimmung durchgeführt.

Die Messungen erfolgten am liegenden Tropfen und wurden nach Owens, Wendt, Rabel und Kaelble ausgewertet. Exemplarisch sind die Oberflächenenergien einiger vorbehandelter PBS-Folientypen vom Projektpartner dargestellt.

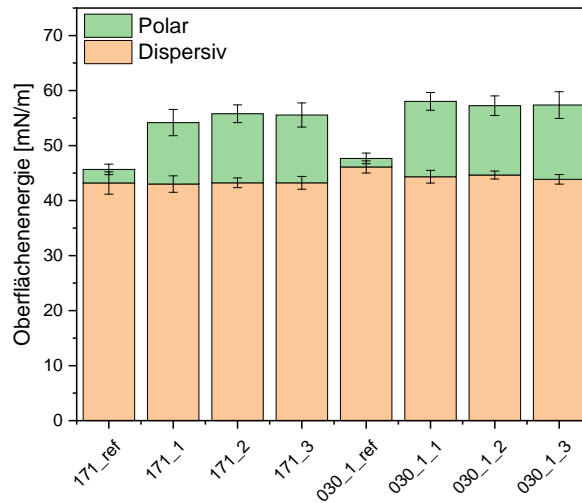


Abbildung 31: Darstellung der Oberflächenenergien (aufgeteilt in polaren und dispersiven Anteil) verschiedener PBS-Folien

Im Diagramm der Abbildung 31 sind exemplarisch die PBS Typen BioElan A101 HS3 (171) und BioElan 005 (030) dargestellt. Beide Folientypen wurden vergleichend zur unbehandelten Referenzoberfläche gegenüber den in Tabelle 15 aufgeführten Vorbehandlungsparametern mittels Kontaktwinkelmessung bewertet.

Tabelle 15: Übersicht der Plasmavorbehandlungsparameter zweier BioElan-Typen

Probe	Bahngeschwindigkeit [m/min]	Behandlungsstrom [mA]	Elektrodenabstand [mm]
<b>171_ref</b>	keine Vorbehandlung		
<b>171_1</b>	2,6	35	2
<b>171_2</b>	5,5	35	2
<b>171_3</b>	5,5	50	2
<b>030_ref</b>	keine Vorbehandlung		
<b>030_1_1</b>	2,6	35	2
<b>030_1_2</b>	5,5	35	2
<b>030_1_3</b>	5,5	50	2

Die für die unbehandelten Referenzoberflächen bereits hohen Oberflächenenergien konnten noch um ca. 20% gesteigert werden. Hier ist ausschließlich die Erhöhung des polaren Anteils der Folienoberfläche verantwortlich.

Für die Untersuchungen zur Langzeitstabilität wurde ein Tensiometer zur Ermittlung der Oberflächenenergie von Folien beschafft. An PBS-Folien des Projektpartners Polifilm Extrusion GmbH wurden Versuche zur Oberflächenaktivierung und Langzeitstabilität der Aktivierung durchgeführt.

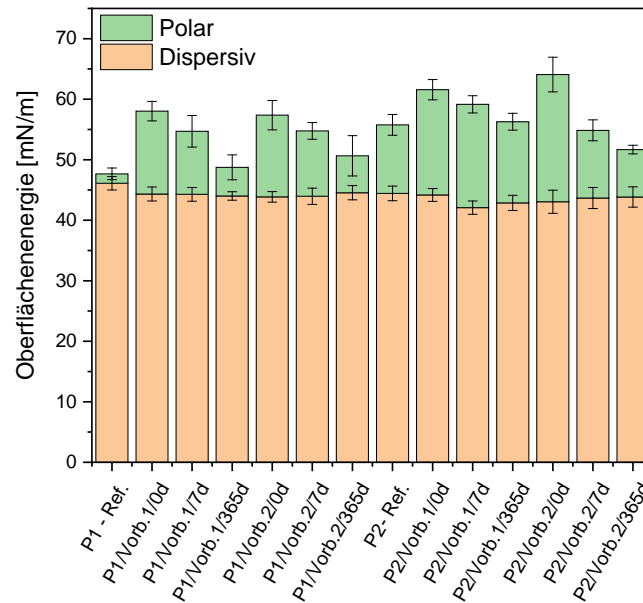


Abbildung 32: Darstellung der Oberflächenenergien (aufgeteilt in polaren und dispersen Anteil) verschiedener PBS-Folien (P1-BioELAN005, P2-PBS ECO B05)

Im Diagramm der Abbildung 30 sind exemplarisch die PBS-Typen BioElan 005 als 3-Schichtfolie (P1) und PBS ECO B05 (P2) dargestellt. Beide Folientypen wurden vergleichend zur unbehandelten Referenzoberfläche gegenüber den in Tabelle 16 aufgeführten Vorbehandlungsparametern mittels Kontaktwinkelmessung bewertet. Die Oberflächenenergien sind im zeitlichen Verlauf über 7 Tage und 365 Tage dargestellt.

Tabelle 16: Übersicht der Plasmavorbehandlungsparameter zweier PBS-Typen

Bezeichnung	Bahngeschwindigkeit [m/min]	Behandlungsstrom [mA]	Elektrodenabstand [mm]
Ref.	keine Vorbehandlung		
Vorb. 1	2,6	35	2
Vorb. 2	5,5	50	2

Die für die unbehandelten Referenzoberflächen schon hohen Oberflächenenergien konnten auch hier noch um ca. 20% gesteigert werden. Für die Erhöhung Oberflächenenergie ist die Steigerung des polaren Anteils der Folienoberfläche verantwortlich. Im zeitlichen Verlauf nimmt der Vorbehandlungseffekt für das BioElan 005 stark ab. Nach 7 Tagen ist der polare Anteil um ca. 25% und nach 365 Tagen mindestens um 60%, im Vergleich zum Zeitpunkt direkt nach der Vorbehandlung, gesunken. Für das PBS ECO B05 zeigt sich ein ähnlicher Verlauf, hier ist die Plasmavorbehandlung nach 365 Tagen teils nicht mehr nachweisbar. Aufgrund der schon hohen Oberflächenenergie des Materials ohne Vorhandlung, ist die Abnahme über diesen langen Zeitraum vertretbar.

### **AP 4.1.15 Beschichtung**

In Abstimmung mit dem Projektpartner Polifilm konnten die Beschichtungsversuche nicht im geplanten Umfang durchgeführt werden. Das regional gewonnene PBS stand nicht in ausreichender Menge zur Herstellung von Blasfolien für relevante Probensysteme zur Verfügung. Der geplante Aufwand wurde für die Strukturaufklärung (siehe AP 4.1.13 und 4.1.14) genutzt.

### **AP 4.1.24 Untersuchungen zur Verarbeitbarkeit und den Materialeigenschaften in Abhängigkeit der Einmischung von PCR-Rezyklat**

Vom Projektpartner Naue wurden Rollen von Wirtgelege (mehrere 100 kg) für Recyclinguntersuchungen in VP5-1 zur Verfügung gestellt. Die Arbeiten in diesem AP 4.1.24 überschneiden sich stark mit den sehr intensiv durchgeführten Untersuchungen in VP5 des Fraunhofer IMWS. Deshalb werden die Ergebnisse gesammelt im Bericht zum VP5-1 des Fraunhofer IMWS dargelegt.

### **AP 4.1.25 Wissenschaftliche Beratung & AP 4.1.26 Dokumentation und Wissenstransfer**

- Zusammenstellung und Aufbereitung der Ergebnisse aus Verarbeitungstechnologien und der Materialcharakterisierung, Prozessfenster und Verarbeitungsparameter. PBS-spezifische Besonderheiten.
- Vergleich zwischen PBS-Typen verschiedener Hersteller
- Begleitung von Technikumsversuchen, Up-Scaling bei den Bündnispartnern
- Akquise und Kooperationsaufbau mit weiteren Industriepartnern aus folgenden Verarbeitungsbereichen: Spritzguss, Folienextrusion, Extrusions-Schäumen, Partikelschäumen, 3D-Druck, Spritzstreckblasen, Folienrecken
- Abstimmung, Beratung und Strategieentwicklung mit VP 2, VP 3 und VP
- Austausch und Beratung mit dem KUZ für die Ausarbeitung von Weiterbildungsangeboten
- Wissenschaftliche Begleitung und Kooperation mit Partnern aus der Kunst: Bending the Curve (Ausstellung im Frankfurter Kunstverein 2023/2024), Plastique Fantastique
- Austausch mit Lokal- und Bundespolitik (Landkreis, Bundestag)
- Messeteilnahmen und Messeausstellungen (6-8)
- Artikel in Branchenzeitschriften (*Plastverarbeiter*)
- Vorträge auf Fachtagungen (10-12)
- Informationsveranstaltungen Bio-Kunststoffe für Schüler / Erwachsene
- Wissenschaftliche Beratung im Bereich Bioökonomie (Land, Bund, EU)