GEFÖRDERT VOM

Bundesministerium
für Bildung
und Forschung

Aachen Maastricht Institute for Biobased Materials e.V.

Abschlussbericht – Teil I und II

Innovationsraum: BioTexFuture – BioBase

Förderkennzeichen: 031B0958G

Autoren:

Dr. Naveen Kumar Balakrishnan

Bhavidharan Kalaiselvan, M.Sc.

Prof. Dr.–Ing. habil. Dipl.–Wirt. Ing. G.H. (Gunnar) Seide

„Das diesem Bericht zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung unter dem Förderkennzeichen 031B0958G gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt dieser Veröffentlichung liegt bei der Autorin/beim Autor.“

TEIL I – Schlussbericht - Kurzbericht

Zuwendungsempfänger:	**Förderkennzeichen:** 031B0958G
Aachen Maastricht Institute for Biobased Materials e.V.	

Vorhabenbezeichnung:

Innovationsraum: BioTexFuture – BioBase

Laufzeit des Vorhabens:

01. Dezember 2020 – 29. Februar 2024

Das Hauptziel des BioBase-Projekts ist die Etablierung biobasierter Polymere in der Textilindustrie und die Darstellung ihres vollen Potenzials. Hierbei sollen herkömmliche erdölbasierte Polymere in Textilprodukten durch optimierte biobasierte Polymere gleichwertig ersetzt werden. Um dieses Ziel zu erreichen, wurden vier Schlüsselbranchen der deutschen Textilindustrie ausgewählt. Demonstratoren wurden entwickelt, bei denen biobasierte Polymere verwendet wurden, deren Eigenschaften mit denen der fossilen Alternativen vergleichbar sind. Dies zeigt das Potenzial biobasierter Polymere im Textilbereich auf.

Entwicklung des Lastenheftes und Potentialanalyse der Biopolymere: Gemeinsam mit allen Projektpartnern wurde ein Lastenheft erstellt, um die drei Demonstratoren für jedes Anwendungsfeld sowie die wichtigen Eigenschaften, die für die Entwicklung der biobasierten Demonstratoren erreicht werden müssen, zu bestimmen. Zudem wurde eine Datenbank mit über 90 biobasierten Polymeren und über 20 biobasierten Fasern, die auf dem Markt erhältlich sind, aufgebaut. Eine Integration dieser Datenbank in die Biotexfuture-Website ist geplant, um die Informationen der Öffentlichkeit zugänglich zu machen. Dies erleichterte die Auswahl geeigneter Biopolymere für verschiedene Anwendungen auf Grundlage der erzielbaren Eigenschaften. Nach sorgfältiger Bewertung wurden Biopolymere für die Entwicklung der ausgewählten Demonstratoren festgelegt. Die Demonstratoren für den Automobilbereich (Keder) und Sportbekleidung (T-Shirt und Schuh) wurden bei AMIBM e.V. in Zusammenarbeit mit Strähle + Hess, Adidas und den Texturierungs-Partnern (ZuE und OTex) geplant.

Entwicklung der Biopolymer-Compounds: Biopolymer-blends wurden durch die Einrichtung eines Feedback-Loops zwischen AMIBM e.V. und Tecnaro entwickelt, um Anforderungen und Spinnbarkeit der entwickelten Mischungen zu besprechen und Optimierungsschritte festzulegen. Zum Beispiel ist PLA gut spinnbar, während PHB, obwohl biologisch abbaubar, aufgrund seiner niedrigen Kristallisationsgeschwindigkeit schlecht spinnbar ist, jedoch duktil. PLA hingegen ist spröde. Daher wurden die beiden Polymere miteinander vermischt, um sich gegenseitig zu ergänzen. Die Blends konnte geschmolzen und gesponnen werden, jedoch waren die Eigenschaften des Garns geringer als der Benchmark. Daher wurden aus ihnen keine Demonstratoren entwickelt. Diese Materialien könnten jedoch in anderen

GEFÖRDERT VOM
Bundesministerium
für Bildung
und Forschung

Textilanwendungen wie Windeln und Teebeuteln, bei denen biologische Abbaubarkeit wichtig ist, von Interesse sein.

Entwicklung und Skalierung der textilen Prozesse: Beide ausgewählten Anwendungen werden traditionell aus PET hergestellt. Daher wurde zuerst PET geschmolzen, texturiert und ein Demonstrator entwickelt, der als Benchmark für den Vergleich mit den biobasierten Polymeren diente. Es wurde festgestellt, dass die Entwicklung von Demonstratoren mit dickerem Garn vergleichsweise einfacher war als die Entwicklung von feinerem Garn. Selbst kleine Instabilitäten und Unregelmäßigkeiten während des Schmelzspinnens führten zu Filamentbrüchen und sichtbaren Mängeln in den Demonstratoren. Dieses Problem konnte auch nach mehreren Optimierungsdurchläufen nicht vollständig gelöst werden. Dennoch waren die Garne noch verwendbar und es wurden Demonstratoren daraus entwickelt. Mehrere Biopolymere wurden geschmolzen und die Garneigenschaften mit dem Benchmark verglichen. Es wurde beobachtet, dass die Eigenschaften von Biobasierte-Polyester (PLA und PLA-Mischungen) etwas niedriger waren als die von PET, aber die Eigenschaften von biobasiertem Polyamidgarn, insbesondere PA4.10, PA10.10 und PA6.9, besser als der Benchmark waren. Daher wurden diese Garne texturiert und daraus Demonstratoren entwickelt. Der ursprüngliche Plan sah vor, das Material im Labormaßstab zu schmelzen und dann die Produktion hochzuskalieren. Aufgrund der Verzögerungen durch den Verlust eines Texturierungs-Partners wurde dieser Plan jedoch dahingehend geändert, dass die beiden Arbeitspakete zusammengelegt wurden. Der Automobildemonstrator Keder, hergestellt aus PA4.10 und PA10.10, hatte gute mechanische und abriebfeste Eigenschaften. Weiterhin wurde ein Flachstrick-Demonstrator entwickelt. Der T-Shirt-Demonstrator aus PA4.10 und PA6.9 zeigte ebenfalls sehr gute mechanische Eigenschaften und Elastizität.

Fazit: Es war möglich, die meisten der im Projekt getesteten biobasierten Polymere zu schmelzen und einen stabilen Spinnprozess zu entwickeln. Es wurde beobachtet, dass bei einigen biobasierten Polymeren die mechanischen Eigenschaften noch unzureichend sind. Jedoch hatten einige biobasierte Polymere, insbesondere die biobasierten Polyamide, sehr gute mechanische Eigenschaften, und es konnten Demonstratoren daraus entwickelt werden. Die Trocknungsbedingungen spielten eine große Rolle bei der Farbgebung des Materials, wobei festgestellt wurde, dass eine Übertrocknung zu einer teilweise gelblichen Färbung führte, die sich in Mustern der Demonstratoren widerspiegelte. Eine sehr hohe Gleichmäßigkeit, insbesondere bei feinen Garnen, erweist sich als sehr herausfordernd, doch glauben wir, dass dies durch Anpassungen des Prozesses, wie beispielsweise längere Reinigungszeiten, erreicht werden kann. Ein großer Vorteil der biobasierten Polymere war, dass sie mit der bestehenden Infrastruktur für erdölbasierte Polymere verarbeitet werden konnten. Allerdings ist der Preis der biobasierten Polymere weiterhin ein Hindernis für deren Markteinführung. Als nächster Schritt könnten die Färbbarkeit und die langfristige Stabilität dieser biobasierten Garne getestet werden, um das Material marktreif zu machen. Derzeit planen wir ein Folgeprojekt, um diese Aspekte weiter zu untersuchen.

TEIL II – Schlussbericht - Eingehende Darstellung

Zuwendungsempfänger:	**Förderkennzeichen:** 031B0958G
Aachen Maastricht Institute für Biobased Materials e.V.	

Vorhabenbezeichnung: 031B0958G

Innovationsraum: BioTexFuture – BioBase

Laufzeit des Vorhabens:

01. Dezember 2020 – 29. Februar 2024

Das BioBase-Projekt, das von elf Partnern durchgeführt wird, hat das Ziel, biobasierte Polymere in der Textilindustrie näher zu beleuchten, ihr volles Potenzial aufzuzeigen und ihre Integration in den Markt voranzutreiben. Dieses gemeinsame Vorhaben erstreckt sich über die gesamte textile Wertschöpfungskette und umfasst sowohl Forschungsinstitute als auch Industrieakteure. Im Rahmen des Projekts werden Demonstratoren in vier Schlüsselbereichen entwickelt: Automobilindustrie, Sportbekleidung, Innenausstattung und Geotextilien. Diese Demonstratoren dienen als Wegweiser für die Bioökonomie in Deutschland.

AMIBM e.V. war in den Arbeitspaketen 1, 2, 3, 4 und 5 des Projekts tätig und übernahm dabei eine Co-Leitungsrolle. Die von AMIBM e.V. im Rahmen dieser Arbeitspakete durchgeführten Aktivitäten werden im Folgenden zusammengefasst.

Teilprojekt 1: Entwicklung des Lastenheftes und Potentialanalyse der Biopolymere

AMIBM ist in diesem Teilprojekt 1 in AP 1.2, und AP 1.3 involviert. Eine kurze Liste der Aktivitäten, die im Rahmen dieses Teilprojekts durchgeführt wurden, und die wichtigsten Ergebnisse werden im Folgenden vorgestellt.

Arbeitspaket 1.2: Potentialanalyse von Biopolymeren

Aufgaben: Erstellung von Datenbank von Biopolymere und Biopolymerfasern, die auf dem Markt erhältlich sind

Durchgeführte Aktivitäten:

- Wir haben eine umfangreiche Datenbank mit über 90 auf dem Markt erhältlichen Biopolymeren erstellt und koordiniert. Diese Datenbank enthält wesentliche Informationen zu Materialeigenschaften, Verfügbarkeit, Rohstoffbasis und Preis, die entscheidend für die Auswahl des geeigneten Biopolymers in den nächsten Schritten des Projekts sind.
- Zusätzlich zur Hauptdatenbank, die das Potenzial biobasierter Polymere aufzeigt, haben wir eine zweite Datenbank entwickelt. Diese enthält Informationen über bereits erhältliche synthetische biobasierte Fasern und deren Eigenschaften. In dieser Liste sind derzeit mehr als 30 kommerziell verfügbare Biopolymerfasern zu finden.
    - Diese Datenbanken ermöglichen es, die Eigenschaften der im Projekt entwickelten Fasern mit den auf dem Markt erhältlichen zu vergleichen. Sie unterstützen zudem bei der Auswahl potenzieller Ersatzstoffe für Biopolymere.
- Die Inhalte der Datenbanken werden kontinuierlich aktualisiert und sind so angelegt, dass im Laufe des Projekts sowohl die neu entwickelten Biopolymere und deren Compounds als auch die Fasern in die Datenbank aufgenommen und mit kommerziell verfügbaren Produkten verglichen werden können.
- Polyethylenfluoronoat (PEF) zeigt großes Potenzial für viele relevante Anwendungen, ist jedoch derzeit noch zu teuer für eine breitere Nutzung.
- Eine Integration dieser Datenbank in die Biotexfuture-Website ist geplant, um die Informationen der Öffentlichkeit zugänglich zu machen.

GEFÖRDERT VOM
Bundesministerium für Bildung und Forschung

AP 1.3 Bewertung und Auswahl von Biopolymeren für Benchmark-Produkte

Aufgaben: Die Auswahl geeigneter Polymere für die in AP 1.1 bestimmten Produkte.

Durchgeführte Aktivitäten:

- Die Produkte, die für die erste Entwicklungsphase ausgewählt wurden, sowie deren wesentliche Eigenschaften (Lastenheft), haben wir von unseren Partnern erhalten.
    - Von den vier ausgewählten Anwendungen erfordern zwei (Sporttextilien und Automotivtextilien) die Herstellung von teilverstrecktem Garn (POY), das anschließend mittels Falschdraht texturiert wird.
    - Eine Anwendung (Bewehrungsgewebe) verlangt die Produktion von industriell texturiertem Garn (IDY).
    - Die vierte Anwendung (Bezugsstoff Büro) erfordert die Herstellung von POY, das später lufttexturiert wird.
- Nach Diskussionen mit den Partnern wurde AMIBM e.V. als verantwortlicher Schmelzspinnpartner für das Automotivtextil (Keder) und Apparel (T-Shirt, Schuhgarn) bestimmt, da beide die Produktion von POY erfordern, das später bei ZuE (zukünftig OTex) falschdrehend texturiert wird.
- ITA wurde als Schmelzspinnpartner für die Anwendungen Bewehrungsgewebe und Bezugsstoff Büro ausgewählt.
- Die Projektpartner treffen sich monatlich in spezifischen Arbeitsgruppen für die jeweiligen Anwendungen. Das gesamte Konsortium kommt einmal im Quartal zusammen, um die neuesten Entwicklungen im Bereich der Biopolymere und Biopolymerfasern zu besprechen.
- Nach Gesprächen mit dem jeweiligen Partner und auf der Grundlage der Anforderungen für die Anwendung (Lastenheft) haben wir einige Biopolymere ausgewählt, die für die Anwendung interessant sind und die in Tabelle 1 aufgelistet.

Tabelle 1: Potenziale Biopolymere

Anwendung		**Potentiale Biopolymeren**
Sporttextilien	Apparelgarn	PLA, bio-PA (PA4.10, PA11, PA6.9)
	Schuhgarn	PLA, bio-PA (PA4.10, PA11, PA5.6., PA6.9), PLA/PBS Blend, PLA/PHB Blend, PHB
Automotivtextilien	Garntyp 1	PLA, bio-PA (PA4.10, PA11, PA12, PA10.12)
	Garntyp 2	PLA, bio-PA (PA4.10, PA11, PA12, PA10.12)

Teilprojekt 2: Entwicklung der Biopolymer-Compounds und Biopolymere

AMIBM war an dem AP2.1 beteiligt.

Arbeitspaket 2.1: Entwicklung innovativer Biopolymer-Compounds

Aufgaben: Das Ziel dieses Arbeitspaketes ist die Entwicklung neuer Biopolymer Compounds für Anwendungen in der Faserindustrie.

Durchgeführte Aktivitäten:

- Das AMIBM hat Tecnaro bei der Entwicklung von Compounds durch die Etablierung einer Feedbackschleife unterstutzt, um die Spinnbarkeit der entwickelten Compounds zu diskutieren und deren Optimierung voranzutreiben.
- Z.B. reines Polyhydroxybutyrat (PHB) ist ein geeignetes Biopolymer, welches sich aber nur schwer verspinnen lässt. Daher haben wir beschlossen, es mit spinnbarem Polymilchsäure (PLA)-Material zu mischen, um die Spinnbarkeit zu verbessern.
- Bei den ersten Spinnversuchen stellte sich heraus, dass die Eigenschaften von schmelzgesponnenen PLA-Fasern aufgrund ihrer Sprödigkeit und geringen mechanischen Festigkeit nicht ausreichen, um die Anforderungen einiger Anwendungen zu erfüllen.
    - Aus der Literatur ist bekannt, dass Compounds von PLA mit anderen Biopolymeren wie Polybutylensuccinat (PBS) und PHB die Sprödigkeit verringern und die biologische Abbaubarkeit verbessern könnten.
    - Tecnaro stellte dem AMIBM e.V. diese Compounds zur Verfügung, und Schmelzspinnversuche wurden durchgeführt, um die oben genannte Hypothese zu überprüfen. Darüber hinaus wurden eine Differential-Scanning-Kalorimetrie (DSC) und eine rheologische Analyse dieser Compounds durchgeführt, um die Parameter des Schmelzspinnprozesses zu bestimmen. Die Ergebnisse werden im nächsten Abschnitt besprochen.

- Die von Technaro eingesandten und von AMIBM e.V. schmelzgesponnenen Compounds sind in der folgenden Tabelle 2 aufgeführt.

Tabelle 2: Hergestellte Biopolymer Compounds

S. Nr.	Materialien
1	PLA
2	PHB
3	PLA/PHB Compound
4	PLA/PBS Compound
5	PLA/PHBh Compound
6	PLA/PBAT Compound

Teilprojekt 3: Entwicklung der textilen Prozesse

AMIBM ist in diesem Teilprojekt in AP 3.1, AP 3.2 und AP 3.3 involviert.

AP 3.1 Nachbildung der Benchmark-Produkte auf Basis fossiler Rohstoffe

Aufgabe: Die Schaffung einer belastbaren Bewertungsgrundlage durch die Nachbildung der in AP 1 ausgewählten Benchmark-Produkte auf Basis von Kunststoffen aus fossilen Rohstoffen

Durchgeführte Aktivitäten:

Trocknung und Feuchtigkeitsanalyse:

- Für das Schmelzspinnen beträgt der empfohlene Feuchtigkeitsgehalt für PET weniger als 50 ppm.
    - Bei einem zu hohen Feuchtigkeitsgehalt zersetzt sich das Material während des Schmelzspinnens, es entstehen nur noch Polymertröpfchen, und das Spinnen wird unmöglich.
    - Um dies zu erreichen, wurde das PET bei 140 °C getrocknet, um den empfohlenen Feuchtigkeitsgehalt zu erreichen. Die Feuchtigkeitsanalyse wurde mit einem Aboni Hydrotracer HT3 (Schwielowsee, Deutschland) durchgeführt.

3.1.1 T-Shirt:

- Laut Adidas ist PET das Material, das derzeit für die ausgewählte T-Shirt-Anwendung verwendet wird.
- Die Schmelzspinnversuche wurden mit der Multifilament-Spinnanlage FET 100 von Fiber Extrusion Technology (Leeds, Vereignigtes Königreich) durchgeführt.

- Für die Bekleidungsanwendung wird ein DTY mit 83 dtex und 72 Filamenten verwendet.
    - Unser Ziel war es, ein POY mit 135 dtex und 72 Filamenten herzustellen, das dann beim Texturieren auf die gewünschte Feinheit verstreckt wird.
    - Der Spinnprozess erwies sich aufgrund der geringeren Feinheit (dünneres Garn), die erreicht werden musste, als schwierig.
    - Die Gleichmäßigkeit eines solchen Garns zu erreichen, ist recht schwierig, da jede noch so kleine Instabilität im Extruder oder Luftturbulenzen die Eigenschaften des hergestellten Filaments beeinflussen können.
- Das Garn an Texturienrungs-partner (ZuE und OTex) geschickt.
    - Eine schematische Darstellung der Maschine finden Sie unten in Abb. 1.

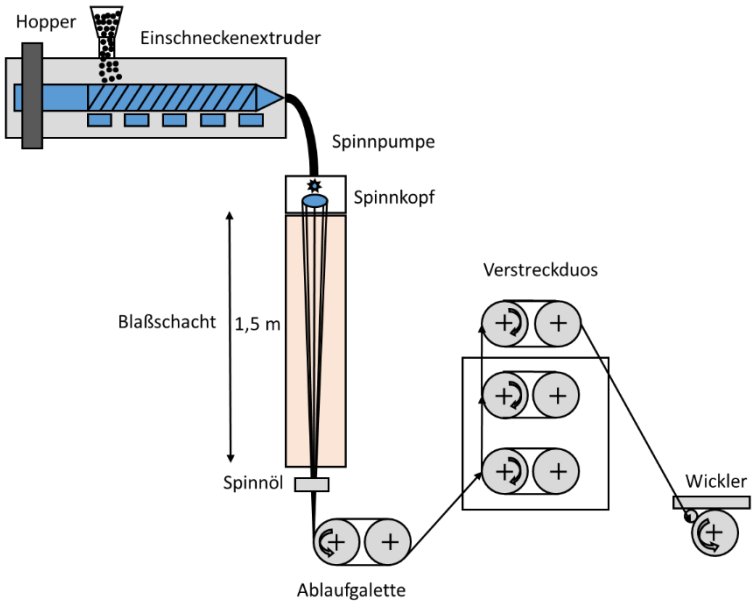

Abb. 1: Schmelzspinn Anlage FET-100

- Die Schmelzspinnparameter wie Spinntemperatur und Spulgeschwindigkeit werden auf der Grundlage verschiedener Versuche bestimmt, um die gewünschten Eigenschaften zu erreichen.
    - Abhängig von der Rückmeldung von Texturierungspartner haben wir eine Entscheidung über die Notwendigkeit eines nächsten Optimierungsschritts getroffen und das Prozess weiter optimiert.

3.1.2 Keder:

- In einem Gespräch mit Strähle & Hess und ZuE wurden die Eigenschaften und Mengen des für diese Anwendung benötigten Garns gemeinsam festgelegt
    - Wir haben die PET vor dem Versuch unter Vakuum getrocknet und haben mit Hydrotester festgestellt, dass den Feuchtigkeitsgehalt war unter 20 ppm.
    - Für den Keder wurden z.B. zwei Garntypen mit einer Feinheit von 334 dtex bei 60 Filamenten und 668 dtex bei 96 Filamenten benötigt.
    - Aufgrund von Beschränkungen der Anlage, besonders der Spinnpumpe, konnten diese Garne nicht direkt hergestellt werden.
    - Daher wurden Garne mit unterschiedlicher Anzahl von Filamenten und verschiedenen Feinheiten hergestellt. Diese wurden miteinander gefacht, um die geforderten Garntypen zu erhalten, die für die jeweilige Anwendung benötigt werden.

Die optimierten Schmelzspinnparameter sind in **Error! Reference source not found.** dargestellt.

Tabelle 3: Schmelzspinnparameter von POY für T-Shirt und Keder

Extruderparameter	**Wert**			
	Apparel [T-Shirt]	**Keder**		
		Garntyp 1	**Garntyp 2**	**Garntyp 3**
Heizzone 1 [°C]	285	260		
Heizzone 2 [°C]	287	263		
Heizzone 3 [°C]	290	265		
Heizzone 4 [°C]	290	267		
Heizzone 5 [°C]	290	275		
Spinnkopf [°C]	290	285		
Haubenbeheizung [°C]	250	-		
Extruderdruck [bar]	60	45	45	40
Spinnpumpe [rpm]	13,5	11,5	13,5	20
Pumpendruck [bar]	60	32	35	60
Anzahl der Filamente	72	12	12	24
Kühlluft [rpm]	400	1100	1100	1100
Spinfinish- UF1685 (10% Emulsion) [rpm]	22	10	10	10
Wickelparameter	**Wert**			
Godet-Duo 1 [m/min]	2900	3180	3180	2315
Godet-Duo 2 [m/min]	2925	3190	3190	2325
Godet-Duo 3 [m/min]	2950	3200	3200	2335
Godet-Duo 4 [m/min]	2975	3207	3207	2345
Interlacing	Ja	Ja		

Wickler [m/min]	3000	3200	3200	2340
Feinheit [dtex]	135	113	135	273

Beobachtung:

- Die Feinheit der gesponnenen Fasern (dtex) wurde gravimetrisch als Mittelwert von fünf 100 m Proben nach der Norm DIN EN ISO 1973 bestimmt.
    - Aus den Ergebnissen ist ersichtlich, dass die erforderliche Garnfeinheit für beide Anwendungen erreicht wurde.
    - Aufgrund der geringeren geforderten Feinheit war das Schmelzspinnen für das T-Shirt-Garn eine größere Herausforderung und es wurden einige Instabilitäten beobachtet, die auch nach mehreren Optimierungszyklen nicht gelöst werden konnten.
    - In der Industrie werden die Maschinen für ein Material optimiert und es wird nur ein Material durch die Extruder laufen. In Forschungsinstituten ist dies jedoch schwierig da eine Maschine zum Experimentieren mit mehreren Polymeren verwendet wird. Jede Abweichung vom Material kann zu Instabilitäten bei den Versuchen führen und das kann größere Probleme verursachen größere Probleme verursachen, insbesondere bei solch feinen Garnen.
- Die mechanischen Eigenschaften des POY-Garns sind mit einem Zugprüfgerät von Zwick/Roell GmbH & Co. KG (Ulm, Deutschland) mit einer Einspannlänge von 200 mm und einer Verfahrgeschwindigkeit von 200 mm/min nach DIN EN ISO 2062 ermittelt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4 und Abb. 2 dargestellt. Die produzierten POY wurden dann von ZuE texturiert und anschließend Adidas zur Entwicklung der Demonstratoren geschickt.

Tabelle 4: Mechanischen Eigenschaften der gesponnen POYs

Anwendung		**Tenacität]cN/tex]**	**Bruchdehnung [%]**
Apparel		19,40	179,40
Keder	Garntyp 1	22,74	136,00
	Garntyp 2	21,74	146,00
	Garntyp 3	16,30	230,00

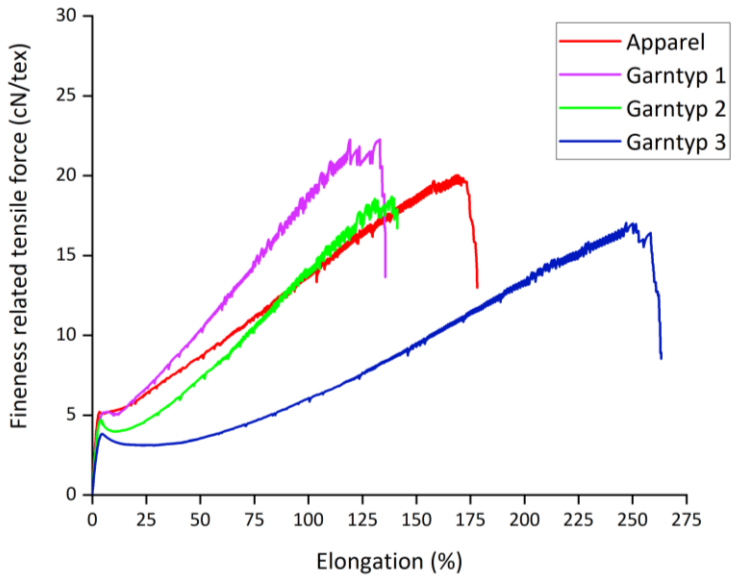

Abb. 2: Kraft-Dehnungskurve der hergestellten PET-POYs

- Zusätzlich haben wir eine thermische Analyse mit einem DSC 214-Gerät (Netzsch, Selb, Deutschland) durchgeführt. Wir verwendeten einen Heizzyklus von 25 °C bis 300 °C, die thermischen Eigenschaften (Schmelzen und Kristallinität) des erhaltenen Garns zu analysieren.

- Die DSC Thermogram ist im Abbildung 3 dargestellt.
- Den Schmelzpunkt [Tm], Kaltkristallisationsspitze [Tcc] und die Kristallinität [Xc] des Garnes sind im Tabelle 5 aufgelistet.
- Das erhaltene Garn ist nicht hochkristallin, was auch für die Thermofixierung während des Texturierungsprozesses von Vorteil sein könnte

Tabelle 5: Thermische Eigenschaften der gesponnen POYs

Anwendung		Tcc [°C]	Tm [°C]	Xc [%]
Apparel		104,30	254,70	32,86
Keder	Garntyp 1	100,25	251,20	30,62
	Garntyp 2	102,70	255,40	31,90
	Garntyp 3	97,30	251,60	31,29

Aufgrund der Verzögerungen bei der Integration eines Texturierungspartners für das Projekt haben wir die Arbeitspakete 3.2 und 4.2 (und Arbeitspakete 3.3 und 4.3) zusammen integriert, um die bestmöglichen Ergebnisse für das Projekt zu erzielen. Außerdem war es angesichts des verfügbaren Budgets für die Texturierung am vorteilhaftesten, die Versuche auf diese Weise zu planen, und so wurde es auch gemacht.

Arbeitspaket 3.2 & 4.2: Entwicklung biobasierter Chemiefasergarne und Hochskalierung

Aufgaben: Ziel dieses APs ist die Entwicklung biobasierter Chemiefasern und den Prozess, hochzuskalieren.

Durchgeführte Aktivitäten:

- Der AMIBM e.V. hat im Rahmen dieses Arbeitspaketes den Schmelzspinnprozess für verschiedene Biopolymere durchgeführt.
- Es wurden zwei Klassen von Biopolymeren betrachtet: Biobasierte Polyester (PLA und PLA-Blends) und biobasierte Polyamide (PA 11, PA 69, PA 4.10, PA12, und PA10.10).
- Die verwendeten Biopolymere sind feuchtigkeitsempfindlich und müssen daher gut getrocknet werden, um den Feuchtigkeitsgehalt zu verringern (siehe unten).

Trocknung und Feuchtigkeitsanalyse:

- Für das Schmelzspinnen liegt der empfohlene Feuchtigkeitsgehalt von Biopolyestern bei unter 100 ppm und bei Biopolyamiden zwischen 300 und 500 ppm.
    - Bei einem zu hohen Feuchtigkeitsgehalt wird das Material während des Schmelzspinnens abgebaut, es entstehen nur noch Polymertropfen und das Spinnen wird unmöglich.
    - Um dies zu vermeiden, wurden alle verwendeten Biopolymere unter Temperaturen von 80 °C bis 120 °C getrocknet (über Tg), um den empfohlenen Feuchtigkeitsgehalt zu erreichen. Die Feuchtigkeitsanalyse wurde mit einem Aboni Hydrotracer HT3 (Schwielowsee, Deutschland) durchgeführt.
- Die Spinntemperaturen wurden auf der Grundlage von den DSC- und rheologischen Analysen für PLA Compounds bestimmt. Für die Bio-Polyamide wurden die empfohlenen Verarbeitungstemperaturen als Ausgangspunkt genommen und der Prozess wurde auf der Grundlage der Beobachtungen während der Versuche optimiert

Wir haben thermische (Differential-Scanning-Kalorimetrie-DSC) und rheologische Analysen an den untersuchten Polymeren durch, um die Spinnprozesse zu bestimmen geführt. Darüber hinaus haben wir auch Chromatographien (Gelpermeationschromatographie) durchgeführt, um etwaige Veränderungen des Molekulargewichts der Polymere durch die Verarbeitung zu untersuchen. Dies soll Aufschluss über den thermischen Abbau während der Verarbeitung geben und kann auch einen Eindruck von der Recyclingfähigkeit vermitteln. Die Ergebnisse sind im Folgenden vorgestellt.

Untersuchung und Schmelzspinnen von Bio-polyesters (PLA und PLA Compounds):

Nachdem das AMIBM die Compounds von Tecnaro erhalten hatte, wurden die thermischen (DSC) und rheologische Analysen an den Compounds durchgeführt, um die Verarbeitungsparameter der Compounds zu bestimmen. Die Ergebnisse sind im den nächsten Abschnitten dargestellt.

1. ***DSC von PLA und PLA Compounds***
   - Es wurden DSC-Analyse durchgeführt, um die Auswirkungen des Compoundierens auf die thermischen Eigenschaften von PLA, mit einem Polyma DSC 214-Gerät von NETZSCH (Selb, Deutschland), zu untersuchen.
   - Ein Heizzyklus von 25 °C bis 225 °C, bei einer Heizrate von 10 °C/min, wurde verwendet. Das DSC-Thermogramm ist unten in Abb. 3 dargestellt.

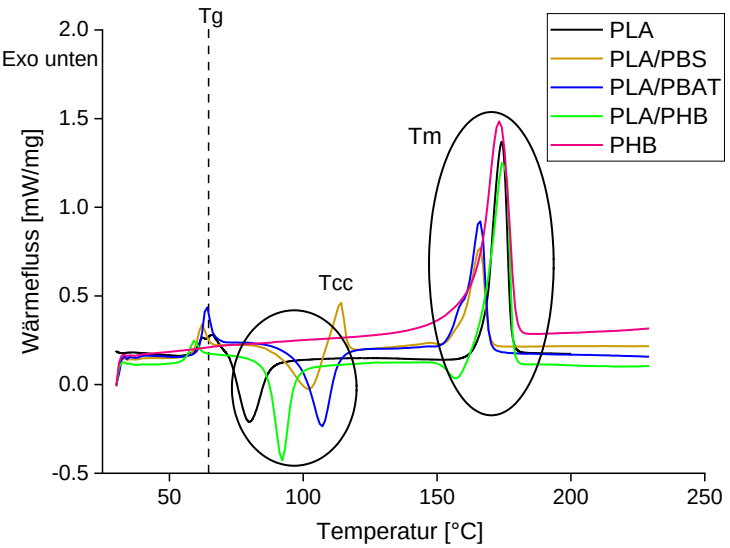

Abb. 3: DSC Thermogram of PLA and Compounds

   - Das DSC-Thermogramm zeigt, dass PLA eine Glasübergangstemperatur (Tg) bei etwa 60 °C, eine Kaltkristallisation (Tcc) bei etwa 75 °C und einen Schmelzpunkt (Tm) bei 175 °C hat. In ähnlicher Weise liegt der Schmelzpunkt von PHB ebenfalls bei 175 °C.
     - Tg ist die Temperatur, oberhalb derer das Material von einem spröden, glasartigen Material in ein duktileres Material übergeht. Die gesamte Verstreckung während des Schmelzspinnens wird oberhalb dieser Temperatur durchgeführt.
   - Da die Tg durch das Mischen von PLA mit den verschiedenen Materialien nicht beeinflusst wird, ist davon auszugehen, dass alle Compounds bei derselben Temperatur verstreckt werden können.
   - Darüber hinaus ist die Tm bei einigen Compounds geringfügig gesunken, bleibt aber meist bei 170-175 °C. Als Faustregel gilt, dass das Schmelzspinnen erst bei Tm + 30 - 50 °C beginnt. Daher wird erwartet, dass eine Schmelzspinntemperatur von 200 - 220 °C für die PLA-Compounds geeignet ist.

2. ***Rheologie von PLA und Compounds***
   - Rheologische Analyse dienen der Untersuchung des Fließverhaltens von Polymeren.
     - Um die Auswirkungen des Compoundierens auf die Eigenschaften von PLA zu bestimmen, wurden rheologische Untersuchungen mit einem Plattenrheometer, Discovery Hybrid Rheometer (DHR1) von TA Instruments (New Castle, DE, USA), durchgeführt.
     - Ein Scher-Sweep von 0,01 1/s bis 500 1/s, bei einer Temperatur von 210 °C wurde verwendet. Die Rheogramme von PLA, PHB und den Blends sind unten in Abb. 4 dargestellt.

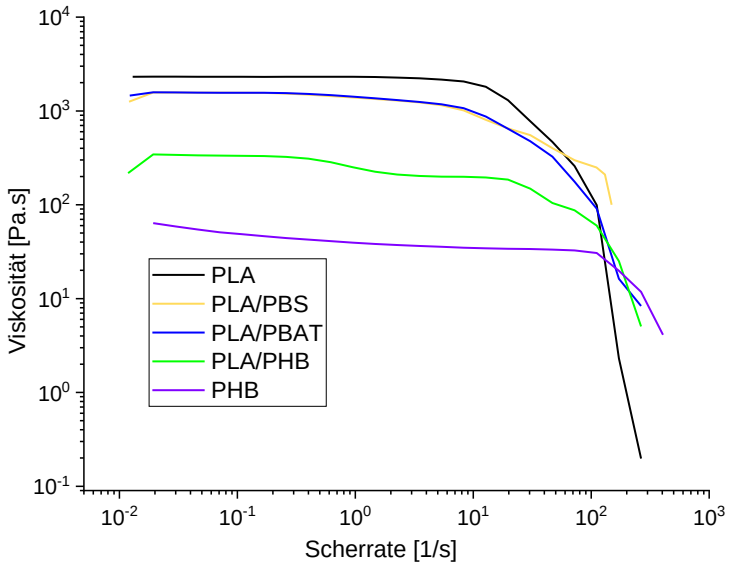

Abb. 4: Rheogram von PLA und Compounds

- Das Rheogramm zeigt, dass die Scherviskosität bei einem Scherrate von 0,01 1/s von PLA, PLA/PBAT und PLA/PBS Compounds nahe beieinander liegt (etwa 1000 Pa.s).
- Die Viskosität von PHB ist jedoch deutlich niedriger und die Viskosität von PLA/PHB Compound ist ebenfalls niedrig. Die Viskosität bezieht sich auf den Fließwiderstand und eine niedrige Viskosität entspricht einer geringen Schmelzfestigkeit.
    - Dies könnte zu Schwierigkeiten beim Spinnen führen, da bei geringer Schmelzfestigkeit keine Fasern gebildet werden.

Daher wird erwartet, dass die Spinntemperatur von 200 - 210 °C für PLA und seine anderen Compounds ausreicht, während für das Spinnen von PHB und PLA/PHB-Mischungen eine niedrigere Spinntemperatur erforderlich ist.

3. Schmelzspinnen

Die Spinntemperaturen sind auf der Grundlage von DSC, rheologischen Untersuchungen und dem vom Materiallieferanten empfohlenen Verarbeitungstemperaturbereich bestimmt. Diese Parameter waren als Ausgangspunkt genommen und wurden anhand von Beobachtungen optimiert. Die Prozessempfehlungen werden auf der Grundlage der für die Entwicklung der Parameter verwendeten Spinnanlage angegeben. Da jede Spinnanlage über einen eigenen Extruder mit unterschiedlichen Größen und Spinnkopfkonstruktionen verfügt, ändert sich die verfügbare Zeit zum Aufschmelzen des Polymers und zum Erreichen eines stationären Fließverhaltens. Dementsprechend muss das Temperaturprofil im Extruder optimiert werden. Darüber hinaus müssen auch die Aufwicklung und die Galetteneinstellungen für das Verstrecken optimiert werden, um die angestrebte Feinheit und die mechanischen Eigenschaften zu erreichen. Durch Erhitzen muss das Garn vor dem Aufwickeln richtig entspannt werden, um eine gute Abwickelbarkeit und Schrumpfung auf der Spule zu gewährleisten.

3.1 Sporttextilien

3.1.1. Schuhgarn:

- Das Schuhgarn werden mit einem texturierten Garn (DTY) mit einer Feinheit von 167 dtex mit 48 Filamenten (167F48) hergestellt.
- Für dieses DTY plant das AMIBM ein teilverstrecktes Garn (POY) mit einer Feinheit von etwa 250 dtex mit 48 Filamenten (250F48) zu entwickeln und an den Texturierungspartner zu schicken.
- Ein Schmelzspinnverfahren für verschiedene Biopolyester und Biopolyamide zur Herstellung von POY Fasern wurde entwickelt. Die Prozessparameter für verschiedene biobasierte Polymere sind in Tabelle 6 aufgeführt.

Tabelle 6: Prozessparameter für das Schmelzspinnen von Schuhgarn

S. Nr.	Biopolymere	Spinntemperatur [°C]	Wicklergeschwindigkeit [m/min]
1	PLA	210	2200

2	PLA/PBS Compound	200	600
3	PLA/PHBh Compound	200	1400
4	PLA/PBAT Compound	200	600
5	PHB	160	300
6	PLA/PHB Compound	200	-

Beobachtung:

- **PLA:** Das Schmelzspinnverfahren ist stabil und die erforderliche Menge an Garn wurde produziert.
  - Bei den ersten Versuchen wurde das Verfahren ähnlich wie beim Schmelzspinnen von PET eingerichtet, bei dem das Garn durch die Aufwickelgalette geführt und dann aufgewickelt wurde.
  - Es wurde jedoch beobachtet, dass die Filamente auf der Spule geschrumpft (kristallisiert) und in der Spulmaschine explodiert sind, so dass es schwierig war, die Spule zu nutzen (wie in Abb. 5 gezeigt).

Abb. 5: Schmelzgesponnene PLA Spule

  - Der Prozess wurde später optimiert und die Galetten wurden auf eine Temperatur von 70 - 80 °C (bei Tcc von PLA) gebracht, um die Filamente während des Spinnprozesses kristallisieren zu lassen, was zur Herstellung von gutem schmelzgesponnenen Garn, wie unten in Abb. 6 dargestellt, geführt hat.

Abb. 6: Optimierte PLA Spule

- **PLA/PBS Compound:** Spinnen ist nur bei niedrigen Wickelgeschwindigkeiten möglich.
  - Die Garne brechen an der Spinndüse bei hoher Wickelgeschwindigkeit.
- **PLA/PHBh Compound:** Die Spinnbarkeit ist mäßig. Spinnen bei höheren Wickelgeschwindigkeiten ist möglich, jedoch kommt es zu zufälligen Einzelfadenbrüchen.
  - Obwohl das Spinnen möglich ist, muss der Prozess noch optimiert werden. Unter den in Betracht gezogenen Compounds scheint diese Mischung eine der vielversprechendsten zu sein.
- **PLA/PBAT Compound:** Dieser hat eine schlechte Spinnbarkeit. Die Filamente sind in der Spinndüse bei

hohen Wickelgeschwindigkeiten gebrochen.
    - Die Filamente konnten nur bei sehr niedrigen Wickelgeschwindigkeiten aufgewickelt werden, aber der Prozess war instabil.
    - Schlechte Kompatibilität von PLA und PBAT könnte ein möglicher Grund dafür sein.
- **PHB:** Wie bereits in der rheologischen Analyse festgestellt, war die Spinntemperatur von 210 °C für PHB zu hoch und um seine Viskosität zu erhöhen und das Spinnen zu ermöglichen, wurde das Schmelzspinnen unterhalb seines Schmelzpunktes durchgeführt.
    - Aber auch in diesem Fall waren nur sehr niedrige Wickelgeschwindigkeiten möglich.
- **PLA/PHB Compound:** Die Spinnfähigkeit ist schlecht.
    - Der Prozess war anfangs stabil, aber mit der Zeit verstopfte der Filter, was zu einem Druckanstieg und Fadenbruch an der Spinndüse geführt hat.
    - Ein möglicher Grund hierfür könnten Verunreinigungen im Material oder abgebautes Material sein.

Mechanische Prüfung:

- Die Zugversuche wurden mit der Zwicki der Zwick/Roell GmbH & Co. KG (Ulm, Deutschland) bei einer Einspannlänge von 200 mm und einer Prüfgeschwindigkeit von 200 mm/min durchgeführt.
    - Nach der Prüfnorm DIN EN ISO 2062 muss das Garn 24 Stunden lang klimatisiert werden und müssen mehrere Proben getestet werden, um einen Durchschnittswert zu erhalten.
    - Leider ist dies beim AMIBM e.V. nicht möglich. Daher haben wir 3 Proben ohne Klimatisierung getestet, um einen ersten Eindruck von den Eigenschaften zu bekommen und um festzustellen, welche Optimierungsschritte durchgeführt werden müssen.
    - Die Ergebnisse des optimierten Garns werden mit dem Benchmark verglichen und sind unten in Abb. 7 und Tabelle 7 dargestellt. Aufgrund der schlechten Abwickelbarkeit konnten die Eigenschaften des PHB-Garns nicht getestet werden.
    - Das schmelzgesponnene Garn wurde an Carl Wheiske und Adidas, zur Durchführung mechanischer Tests auf der Grundlage von etablierten Standard, geschickt.

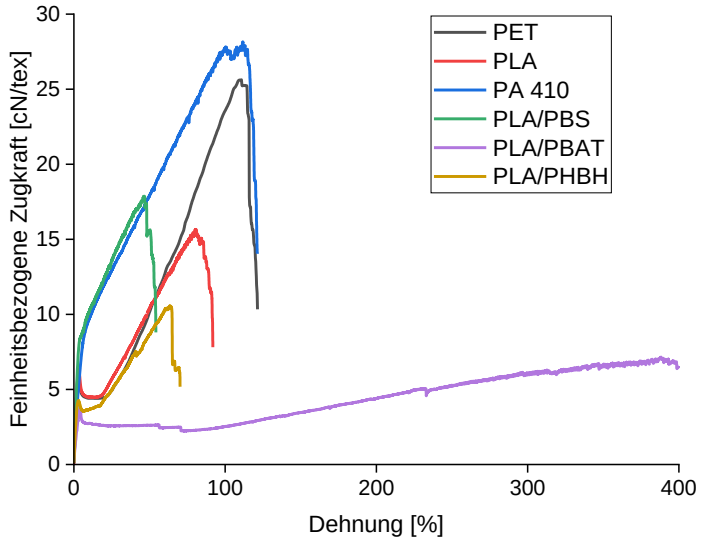

Abb. 7: Zugkraftdiagramm des entwickelten Schuhgarns

Tabelle 7: Mechanische Eigenschaften des entwickelten Schuhgarns

S. No.	Polymere	Feinheit [dtex]	Festigkeit [cN/tex]	Dehnung [%]
	Benchmark PET	273	16	230
1	PLA	245	15	70-80
2	PLA/PBS Compound	250	17.5	40-50
3	PLA/PHBH Compound	240	10.5	55-56
4	PLA/PBAT Compound	420	6.5	350-400

- Aus Tabelle 7 geht hervor, dass die Festigkeit von PLA, mit der von PET vergleichbar ist.
- Obwohl das Compoundieren die biologische Abbaubarkeit von PLA verbessert hat, haben sich die anderen Eigenschaften nicht wesentlich verbessert.
- Die Compounds aus PLA und PBS zeigen ähnliche mechanische Eigenschaften wie PLA, aber die Produktionsgeschwindigkeiten waren niedriger, was bedeutet, dass eine Skalierung schwierig ist.
- Da PLA am vielversprechendsten zu sein scheinen, wurden diese Fasern auch für die Texturierung ausgewählt.

3.1.2 Bekleidungsgarn:

- Für Bekleidungsanwendungen wird ein DTY mit 83 dtex und 72 Filamenten verwendet.
    - Unser Ziel ist es, eine POY-Faser mit 135 dtex und 72 Filamenten herzustellen, welches beim Texturieren auf die erforderliche Feinheit verstreckt wird.
    - Im Vergleich zu Schuhgarn sind die Anforderungen an Bekleidungsgarn schwieriger zu erreichen, da das Bekleidungsgarn (1,15 dtex pro Filament) im Vergleich zu Schuhgarn (3,44 dtex pro Filament) recht dünn ist.
- Dünnere Garne sind generell schwieriger herzustellen, da jede Luftverwirbelung oder kleine Prozessinstabilitäten aufgrund von Verschmutzung bereits zu einem Fadenbruch führen kann.
    - Da die Eigenschaften der PLA-Mischungen geringer sind als die von reinem PLA, wie sie in der Schuhanwendung beobachtet wurden, werden sie hier nicht getestet, da das Bekleidungsgarn noch höhere Eigenschaften benötigt.
    - Die Schmelzspinnparameter, wie Spinntemperatur und Wicklergeschwindigkeit, wurden auf der Grundlage verschiedener Versuche bestimmt, um die erforderlichen Eigenschaften zu erreichen. Die Prozessparameter für die verschiedenen biobasierten Polymere sind im folgenden Tabelle 1 aufgeführt.

Tabelle 1: Prozessparameter für Bekleidungsgarn

S. No.	Biopolymerklasse	Polymere	Spinntemperatur [°C]	Wicklergeschwindigkeit [m/min]
1	Biopolyester	PLA	210	1900

Beobachtung:

- PLA: Die Spinnbarkeit ist nicht gut. Der Prozess ist instabil und die Fasern brechen häufig. Dies könnte daran liegen, dass das Filament stark gedehnt werden muss, um das für Bekleidungsanwendungen erforderliche dünne Garn herzustellen. Da PLA schwächer ist als PET, ist dies schwierig zu erreichen. Durch mehrere Prozessoptimierungsschritte konnte die erforderliche Feinheit von 135 dtex jedoch erreicht werden.

Mechanische Prüfung:

- Es wurden, wie bereits erwähnt, auch für diese Garne mechanische Tests durchgeführt. Die Ergebnisse sind im Folgenden in Tabelle 2 dargestellt.

Tabelle 2: Mechanische Eigenschaften der entwickelten Bekleidungsgarne

S. Nr.	Biopolymerklasse	Polymere	Feinheit [dtex]	Festigkeit [cN/tex]	Dehnung [%]
		Benchmark PET	138	18	180
1	Biopolyester	PLA	135	25	30-35

- Aus Tabelle 2 geht hervor, dass die Eigenschaften von Biopolyamiden mit denen von PET vergleichbar sind.
- Obwohl die geforderte Feinheit und Festigkeit mit PLA erreicht werden kann, ist die Dehnung recht gering und der Prozess war instabil.
- Für die Durchführung von Texturierungsversuchen wird eine Dehnung von über 60 % empfohlen, und da diese bei PLA deutlich niedriger ist, ist PLA nicht als Kandidaten für Texturierungsversuche ausgewählt.

Untersuchung von biobasierten Polyamiden:

1. DSC von biobasierten Polyamiden

- Wir haben DSC-Studien durchgeführt, um die Auswirkungen des Mischens auf den thermischen Übergang von Bio-PA mit einem Polyma DSC 214-Gerät von NETZSCH (Selb, Deutschland) zu untersuchen.

- Wir führten einen Heizzyklus von 25 °C bis 300 °C bei einer Heizrate von 10 °C/min durch, und das DSC-Thermogramm ist unten in Abb. 8 dargestellt.

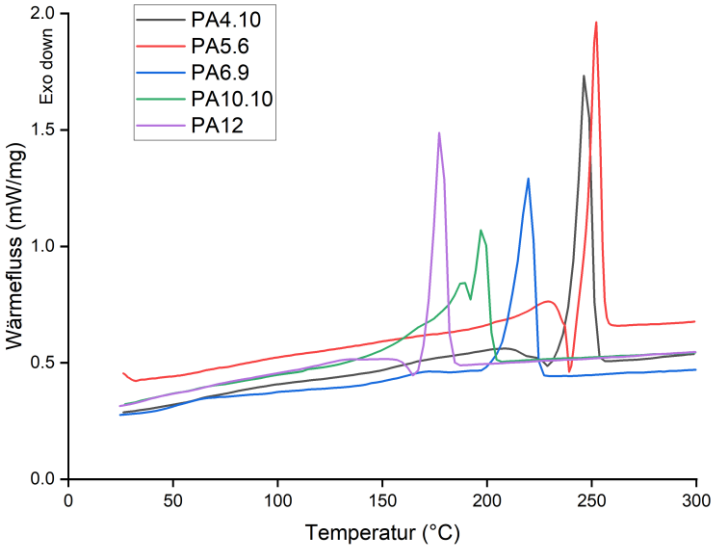

Abb. 8: DSC-Thermogramm von bio-PA

- Aus dem DSC-Thermogramm geht hervor, dass alle Biopolyamide einen primären Schmelzpeak aufweisen. In einigen Fällen, wie PA10.10, PA5.6, werden zwei Schmelzpeaks beobachtet. Dies könnte ein Hinweis auf die Möglichkeit der Bildung multipler Kristallstrukturen sein.
    - PA4.10 und PA5.6 zeigen die primären Schmelzpeaks bei etwa 250 °C, PA6.9 zeigt einen Schmelzpeak bei etwa 225 °C, PA10.10 einen Schmelzpeak bei etwa 200 °C und PA12 einen Schmelzpeak bei 175 °C. Als Faustregel kann man sagen, dass die Schmelzspinntemperatur 30-50 °C über der Schmelztemperatur liegen sollte. Dies hängt jedoch von der Spinnvorrichtung und der Temperatur ab.
- Bei den meisten Polymeren wird auch ein breiter Peak zwischen 70 °C und 200 °C beobachtet. Dies könnte auf das Vorhandensein von Wasser im Polymer hinweisen, das beim Erhitzen entfernt wird.
- Alle hier verwendeten Biopolyamide haben eine Glasübergangstemperatur von etwa 60 °C. Da sie von Natur aus teilkristallin sind, ist die Glasübergangstemperatur in der DSC nicht sichtbar. Das Verstrecken und Entspannen des Garns während des Spinnprozesses muss jedoch entsprechend geplant werden.

2. Rheologie von Bio-PA

- Rheologische Untersuchungen dienen der Untersuchung des Fließverhaltens von Polymeren.
    - Um die Auswirkungen des Mischens auf die Eigenschaften von PLA zu bestimmen, haben wir rheologische Untersuchungen mit einem Plattenrheometer Discovery Hybrid Rheometer (DHR1) von TA Instruments (New Castle, DE, USA) durchgeführt.
    - Die Rheogramme der Biopolyamide sind unten in Abb. 9 dargestellt.
- Die Temperatur für die Prüfung wurde auf der Grundlage der Literatur und der Empfehlung des Herstellers zur Verarbeitung der Polymere ausgewählt
    - PA5.6 wurde bei 285 °C geprüft, PA12 bei 265 °C, PA6.9 bei 285 °C, PA410 bei 275 °C und PA10.10 bei 260 °C.

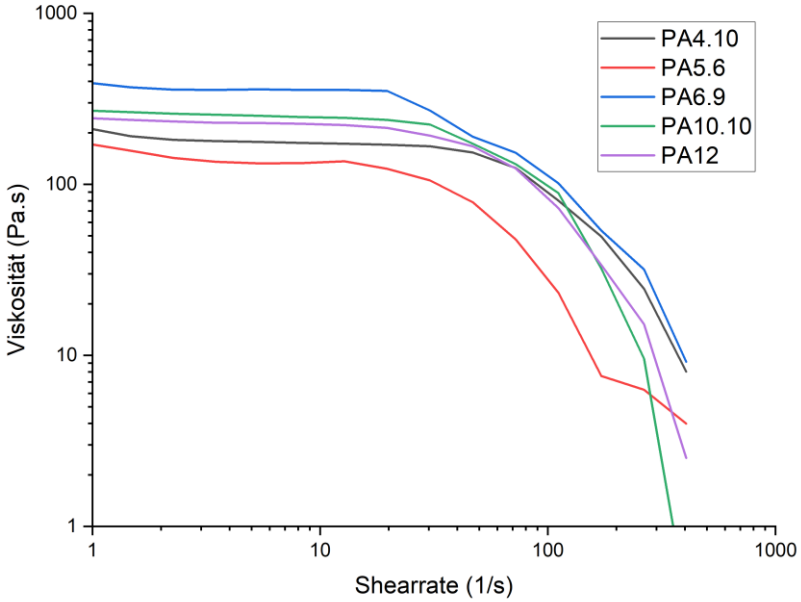

Abb. 9: Rheogramm von Bio-PA

- Aus dem Rheogramm ist beobachtet, dass alle verwendeten Biopolyamide ein nicht-newtonsches (scherverdünnendes) Verhalten aufweisen, bei dem die Viskosität mit zunehmender Scherung abnimmt.
    - Unter den getesteten Polymeren zeigt PA6.9 die höchste Viskosität (höhere Schmelzfestigkeit), was auf ein höheres Molekulargewicht mit einem höheren Grad an Verflechtungen hinweisen könnte, was zu einer höheren mechanischen Festigkeit führen könnte.
    - PA5.6 weist die niedrigste Viskosität des Loses auf, was eine geringere Schmelzfestigkeit bedeuten könnte. Dies könnte zu Problemen beim Schmelzspinnen führen.

3. Schmelzspinnversuche

- Es wurden insgesamt 6 Biopolyamide getestet: PA4.10, PA5.6, PA6-.9, PA10.10, PA11 und PA12.
    - Von den getesteten biobasierten Polyamiden erwiesen sich PA4.10, PA 6.9 und PA10.10 aufgrund ihrer guten Prozessstabilität als die am besten schmelzspinnbaren. Daher werden die Parameter und Ergebnisse dieser Materialien im Folgenden erläutert.

3.1 Sporttextilien

3.1.1 Schuhgarn:

- AMIBM hat ein teilverstrecktes Garn (POY) mit einer Feinheit von etwa 200 dtex mit 48 Filamenten (200F48) entwickelt und es zur Texturierung an OTex schicken.
    - Von den zuvor getesteten Polymeren zeigte PA4.10 das größte Potenzial für diese Anwendung und wurde daher als Polymer für die Entwicklung von Demonstratoren ausgewählt.
    - Die Spinnparameter werden im Folgenden in Tabelle 8.

Tabelle 8: Prozessparameter für das Schmelzspinnen von Schuhgarn

S. Nr.	Biopolymere	Spinntemperatur [°C]	Wicklergeschwindigkeit [m/min]
1	PA4.10	270	1960

Beobachtung:

- Die Spinnbarkeit ist sehr gut und der Prozess ist stabil.
- Die Trocknung des Materials sollte sorgfältig beobachtet werden. Eine Übertrocknung des Polymers führt zu einer Vergilbung des Polymers und erschwert auch das Spinnen.

Mechanische Prüfung:

- Wir haben die Zugprüfung wie im vorherigen Abschnitt beschrieben durchgeführt (Abb. 10 und Tabelle 9).
    - Das in der Schmelze gesponnene Garn wurde an Carl Wheiske und Adidas zur Durchführung

mechanischer Tests auf der Grundlage von Standard.

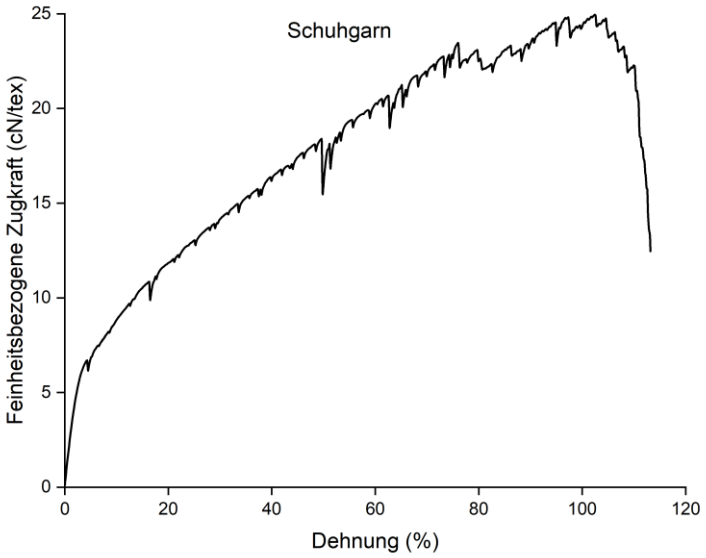

Abb. 10: Mechanische Eigenschaften von Schuhgarn

Tabelle 9: Mechanische Eigenschaften von Schuhgarn

S. No.	Polymere	Fineness [dtex]	Tenacity [cN/tex]	Elongation [%]
	Benchmark PET	273	16	230
1	PA 410	200	25	100-110

- Aus Tabelle 9 geht hervor, dass die Zähigkeit von PA4.10 höher ist als die des Referenzmaterials PET.
    - Bei den vorangegangenen Tests wurde festgestellt, dass das Garn mit diesen Eigenschaften texturiert werden kann, weshalb das Material an OTEX zur Texturierung geschickt wurde.

3.1.2 Bekleidunggarn:

- Für Bekleidungsanwendungen wird ein DTY mit 83 dtex und 72 Filamenten verwendet.
- Unser Ziel war es, POY mit einer Spezifikation von 100 dtex und 72 Filamenten herzustellen, dass dann während der Texturierung auf die erforderliche Feinheit verstreckt wird.
    - AMIBM e.V. führte ein Schmelzspinnverfahren für PA4.10 und PA6.9 durch, um POY für Bekleidungsanwendungen zu entwickeln.
- Die Schmelzspinnparameter wie Spinntemperatur und Wicklereschwindigkeit werden auf der Grundlage verschiedener Versuche bestimmt, um die erforderlichen Eigenschaften zu erreichen. Die Prozessparameter für verschiedene biobasierte Polymere sind in der folgenden Tabelle 10 aufgeführt.

Tabelle 10: Prozessparameter für Bekleidungsgarn

S. No.	Polymere	Spinntemperatur [°C]	Wicklergeschwindigkeit [m/min]
1	PA4.10	275	2200
2	PA6.9	250	2000

Beobachtung:

- Im Falle von PA6.9 und PA4.10 war der Spinnprozess stabil.
    - Allerdings gab es während des Spinnvorgangs minimale Druckunterschiede im Extruder, und beim Aufwickeln wurden leichte Spannungsschwankungen beobachtet. Dies konnte trotz Prozessoptimierung nicht verbessert werden.
- Wir erwarten, dass dies durch Spülen der Maschine mit viel größeren Materialmengen und durch kontinuierliches Spinnen verbessert werden könnte.
    - Da in Forschungsinstituten die Spinnanlage täglich neu gestartet wird, ist es recht schwierig, die Gleichmäßigkeit eines Industriegarns zu erreichen. Dennoch wird erwartet, dass die Eigenschaften des entwickelten Garns gut genug für die Texturierung und die Entwicklung von Demonstratoren sind.

Mechanische Prüfung:

Wir haben wie bereits erwähnt mechanische Tests durchgeführt. Die Ergebnisse sind im folgenden Abb. 11 und Tabelle 11 dargestellt.

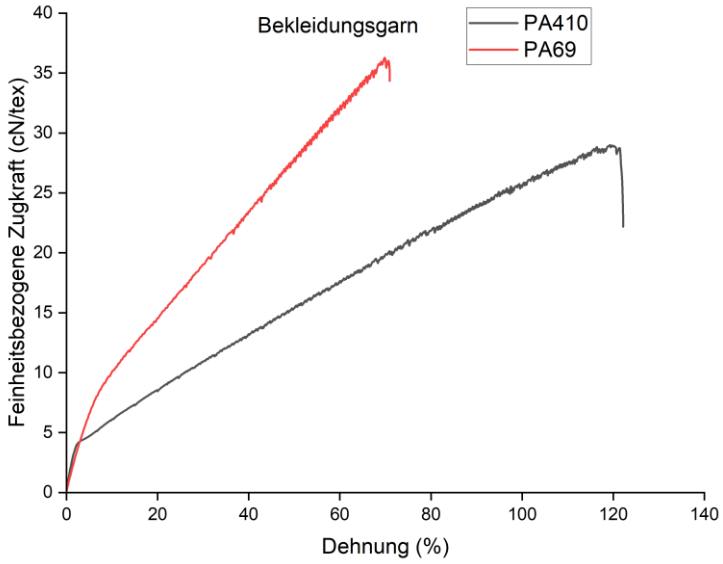

Abb. 11: Mechanische Eigenschaften von Bekleidungsgarn

Tabelle 11: Mechanische Eigenschaften von Bekleidungsgarn

S. No.	Polymere	Fineness [dtex]	Tenacity [cN/tex]	Elongation [%]
	Benchmark PET	130	18	110-150
1	PA 410	100	28	90-110
2	PA 69	100	36	55-75

- Aus Tabelle 11 ist ersichtlich, dass die Eigenschaften von Biopolyamiden viel besser sind als die von PET.
  - Dies könnte auf die Materialeigenschaften von Polyamiden zurückzuführen sein, da sie aufgrund der Wasserstoffbrückenbindungen im Polymer generell eine höhere Festigkeit als PET aufweisen. Die entwickelten Garne wurden zur Texturierung an OTEX geschickt.

3.2 Automobil Anwendung:

- AMIBM e.V. hat ein Schmelzspinnverfahren mit verschiedenen Bio-PA durchgeführt, um POY für Automobilanwendungen zu entwickeln.
  - Die Schmelzspinnparameter wie Spinntemperatur und Spulgeschwindigkeit wurden auf der Grundlage verschiedener Versuche bestimmt, um die erforderlichen Eigenschaften zu erreichen. Die Prozessparameter für verschiedene biobasierte Polymere sind in Tabelle 12 aufgeführt.

Tabelle 12: Prozessparameter für Automobilgarn

S. No.	Polymere	Spinntemp [°C]	Wicklergeschwindigkeit [m/min]
1	PA4.10	285	1300
2	PA10.10	260	1500
3	PA12	260	1300
4	PA5.6	265-285	-

Beobachtung:

- Die Biopolyamide PA4.10, PA10.10 und PA12 waren spinnbar.
  - Der Spinnprozess für PA4.10 und PA10.10 war stabiler, während bei PA12 eine größere Druckinstabilität des Extruders beobachtet wurde.

- Die Spinnbarkeit von PA5.6 war sehr schlecht. Es kam zu keinem Druckaufbau im Extruder. Bei der Feuchtigkeitsanalyse stellten wir fest, dass der Feuchtigkeitsgehalt des Polymers unabhängig von den Trocknungsbedingungen immer über 1000 ppm lag, was zu einem Abbau im Extruder während des Spinnens geführt haben könnte.

- Daher wurden PA4.10 und PA10.10 für die Texturierung ausgewählt.

Mechanische Prüfung:

- Wir führten mechanische Tests durch, wie oben im Antrag für Schuhe beschrieben. Die Ergebnisse sind unten in Abb. 12 und Tabelle 13 dargestellt.

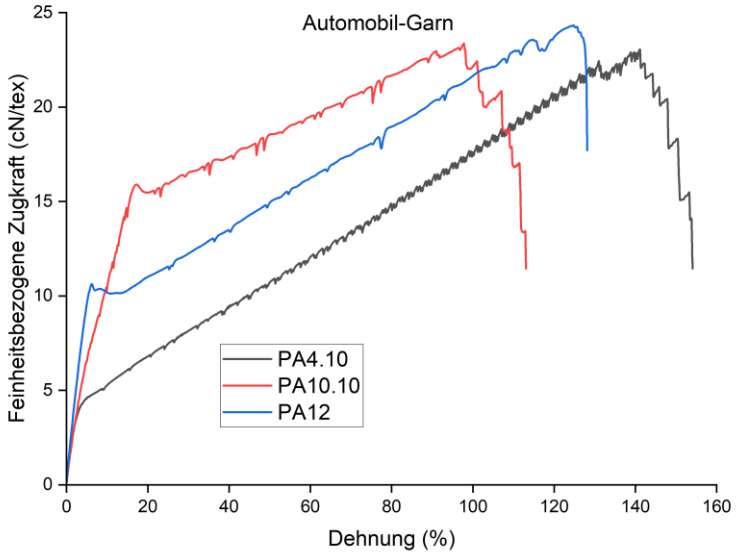

Abb. 12: Tensilegram von Automobil-Garn

Tabelle 13: Mechanische Eigenschaften von Automobil-Garn

S. No.	Polymere	Fineness [dtex]	Tenacity [cN/tex]	Elongation [%]
	Benchmark PET	273	16	140-150
1	PA 4.10	200	23,87	120-150
2	PA 10.10	200	23,46	100-120
3	PA12	200	24.33	110-130

- Aus Tabelle 13 geht hervor, dass die mechanischen Eigenschaften von PA410, PA10.10 und PA12 besser sind als die von PET.

Fazit:

- Unter den verschiedenen Polymeren, die im vergangenen Kalenderjahr untersucht wurden, wurden Bio-PA als die vielversprechendsten Polymere sowohl für die Sporttextilien- als auch für die Automotivanwendung ausgewählt.
- Nach mehreren Prozessoptimierungsschritten konnten Garne mit guten mechanischen Eigenschaften und teilweise besser als der Benchmark entwickelt werden und wurden zur Texturierung an OTEX geschickt.
- Aus den getesteten Biopolyamiden wurden folgende Optionen für die Anwendungen ausgewählt:
  - Schuhgarn: PA4.10.
  - Bekleidungsgarn: PA4.10, und PA6.9.
  - Automobil-Garn: PA4.10, und PA10.10.

4. GPC von bio-PA

Das durchschnittliche Molekulargewicht (Mn), das gewichtsmittlere Molekulargewicht (Mw) und der Polydispersitätsindex (PDI) des Biopolyamidgranulats und des Schmelzspinngarns wurden durch Gelpermeationschromatographie (GPC) mit einem 1260 Infinity-Gerät (Agilent Technologies, Santa Clara, CA,

USA) bestimmt. Die mobile Phase war Hexafluor-2-isopropanol (HFIP) mit 0,19% Natriumtrifluoracetat. Wir haben gefilterte Lösungen mit 5 mg Proben vor und injizierten sie in eine modifizierte 7-µm-Silika-Säule vorbereitet. Zur Kalibrierung wurde ein Standard-Polymethylmethacrylat-Polymer (1,0 ×105 g/mol) verwendet. Die Molekulargewichte der Materialien sind unten in Tabelle 14 dargestellt.

Tabelle 14: Moleukulargewicht von Biopolyamiden

Material	Mn (g/mol)	Mw (g/mol)	PDI
PA5.6 Granulat	28.430	52.120	1,83
PA4.10 Granulat	23.319	50.384	2,16
PA4.10 Faser	24.250	50.510	2,08
PA6.9 Granulat	27.077	48.569	1,79
PA6.9 Faser	26.956	48.628	1,80
PA10.10 Granulat	17.380	33.950	1,95
PA10.10. Faser	13.148	29.801	2,27
PA12 Granulat	22.539	33.942	1,51
PA12 Faser	21.350	33.160	1,55

- Aus Tabelle 14 geht hervor, dass PA5.6 unter den getesteten Biopolyamiden das höchste Molekulargewicht aufweist. Trotz des hohen Molekulargewichts wurde bei den rheologischen Tests festgestellt, dass es die niedrigste Schmelzfestigkeit aufweist.
- Bei allen anderen Biopolyamiden ist das Molekulargewicht nach dem Schmelzspinnen geringfügig gesunken. Dies ist auf die hohe Verarbeitungstemperatur in Verbindung mit der Scherung während des Spinnens zurückzuführen.
    - Dieser Gewichtsverlust ist jedoch nicht so groß, dass er den Spinnprozess beeinträchtigt.
    - Dies zeigt das Potenzial für das mechanische Recycling, vorausgesetzt, die Materialien können ordnungsgemäß getrennt werden.

Schritte zur Optimierung des Schmelzspinnprozesses:

Während der Schmelzspinnversuche wurde das AMIBM mit einer Reihe von Problemen konfrontiert, die zu Instabilitäten im Prozess geführt haben und die Verwendbarkeit des Garns beeinträchtigt haben. Die aufgetretenen Probleme und die zu ihrer Lösung getroffenen Maßnahmen sind im Folgenden aufgeführt:

- **Dicke und dünne Spitzen**
    - Beim Schmelzspinnen von Biopolymeren, insbesondere von Biopolyamiden, haben wir dicke und dünne Stellen im Garn (Unregelmäßigkeiten) beobachtet, wie unten in Abb. 1 dargestellt.

Abb. 1: Dicke und dünne Stellen im Faser

    - Nach einer Diskussion mit Carl Wheiske wurde festgestellt, dass diese dicken Punkte entweder durch Instabilitäten im Extruder oder durch ein verschmutztes Spinnpacket entstehen können.
        - In der Folge wurde das Reinigungsprotokoll des Spinnpacks optimiert.
        - Am Anfang haben wir die Spinnpaket bei 400 °C für 12 Stunden pyrolysiert und da das

nicht ausreichend ist, haben wir das optimiert.

- Das Spinnpaket wurde jetzt auf 300 °C erhitzt und eine Stunde lang auf dieser Temperatur gehalten, damit die im Paket verbliebene Polymerschmelze heraustropfen konnte. Anschließend wurde es auf 450 °C erhitzt und 12 Stunden lang bei dieser Temperatur gehalten, um das verbliebene Polymer zu pyrolysieren.

  - Die Verwendung eines solchen Heizprofils ist besonders wichtig für die Reinigung des Spinnpackets nach Versuchen mit Biopolyamiden, da diese eine höhere thermische Stabilität aufweisen als andere Biopolymere und schwieriger zu reinigen sind.
  - Mit dem neuen Pyrolyseprotokoll sind die Spinnpacket viel sauberer und die Qualität vom Garn wurde gesteigert.

- **Flüssen und gerissene Filamente**
  - Bei den ersten Spinnversuchen wurde festgestellt, dass es zu Mikrofilamentbrüchen (wie in Abb. 2 dargestellt) im Garn gekommen ist, was zu Schwierigkeiten beim Abwickeln geführt und Probleme beim Texturieren verursacht hat.

Abb. 2: Gerissene Filamente

  - In der Diskussion mit Carl Wheike wurde als möglicher Grund dafür, die Reibung beim Schmelzspinnen identifiziert.
  - Wenn die aufgebrachte Spinnausrüstung (Spin Finish) gering ist oder die Fadenführer in der Schmelzspinnmaschine abgenutzt sind, kann dies zu einer höheren Reibung führen und diese Mikrobrüche verursachen.
  - Die Fadenführer wurden daraufhin an der Schmelzspinnvorrichtung des AMIBM e.V. ausgetauscht und höhere Anteil von Spinnausrüstung benutzt, wodurch das Problem gelöst werden konnte.

- **Große Standardabweichung**
  - An Hand der Zugversuchsergebnisse von Carl Wheiske wurde festgestellt, dass die Standardabweichung der Dehnung des Schmelzgarns zu hoch war.
  - Dies ist ungünstig, da dies zu einer ungleichmäßigen Schrumpfung beim Texturieren führt und Probleme beim Texturieren verursacht.
  - Es wurde vermutet, dass die niedrige Temperatur beim Verstrecken im Schmelzspinnprozess zu diesem Problem geführt hat und der Prozess wurde in der zweiten Iteration optimiert, um dieses Problem zu lösen.

- **Spinnausrüstung Optimierung**
  - Das Institut für Textiltechnik Aachen (ITA) hat die Texturierung der PLA-POY-Fasern, welche beim AMIBM e.V. hergestellt wurde, durchgeführt.
    - Aufgrund des Feedbacks vom ITA und nach Rücksprache mit Zschimmer & Schwarz wurde festgestellt, dass die PLA-POY-Fasern an der Texturiergalette viel Reibung erfuhren und die Filamente gebrochen sind.
    - Der AMIBM e.V. hat eine Umspulung mit extra Spinnausrüstung durchgeführt und die Spulen wurden zur weiteren Texturierung an das ITA geschickt.

Arbeitspaket 3.3, und 4.3: Entwicklung der Texturierprozesse und Hochskalierung (ATY/DTY)

Aufgaben: Ziel des APs ist die Entwicklung eines für das jeweilige Endprodukt geeigneten Texturierprozesses. Geeignet bedeutet in diesem Zusammenhang, dass die texturierten Garne den im Lastenheft der Endanwender definierten Anforderungen entsprechen.

Durchgeführte Aktivitäten:

- Durch eine Feedbackschleife mit dem Texturierungspartner (ZuE und OTEX) wurden die Zielspezifikationen des Garns ermittelt.
- Auf der Grundlage des Feedbacks wurde der Spinnprozess optimiert.
    - So ist z.B. bei PET eine 1,6-1,8-fach höhere Feinheit als die Endfeinheit und bei Polyamiden eine 1,2-1,3-fach höhere Feinheit geplant. Dementsprechend wurde der Spinnprozess optimiert.

Arbeitspaket 3.4, und 4.4: Entwicklung textiler Musterflächen und Herstellung der biobasierten Benchmark-Produkte

Ausgaben: Ziel des APs ist die Erbringung des Nachweises, dass konventionelle Produkte der Textilwirtschaft durch nachhaltige biobasierte Alternativen in naher Zukunft ersetzt werden können.

Durchgeführte Aufgaben:

- AMIBM e.V. unterstützte dieses Arbeitspaket, indem es in ständigem Austausch mit den jeweiligen Partnern stand, um die textilen Flächen und Demonstratoren zu entwickeln.
- Darüber hinaus waren wir auch an der SWOT-Analyse der gesponnenen Biopolymere beteiligt, um Einblicke in das Verhalten der einzelnen Materialien während des Spinnprozesses zu erhalten.
    - Im Rahmen des Projekts wurden bisher mehrere gestrickte Demonstratoren hergestellt, und wir planen derzeit, in den kommenden Monaten den Keder, den Schuh und das T-Shirt als letzte Demonstratoren zu entwickeln.

Teilprojekt 5: Projektleitung

Die Projektleitung wird zusammen mit ITA durchgeführt und die folgenden Aktivitäten wurden im Jahr 2023 durchgeführt.

- **Regelmäßige Treffen und Koordination:** Wöchentliche Teamtreffen zwischen AMIBM e.V. und ITA werden abgehalten, um Projektergebnisse auszutauschen und Spinnaktivitäten zu koordinieren. Monatliche Updates werden dem PMO-Team über Smartsheet bereitgestellt, gefolgt von Meetings.
- **Monatliche und vierteljährliche Meetings:** Monatliche „BIOTEXFUTURE PMO x Project Lead"-Meetings bringen Projektleiter aller Biotexfuture-Projekte zusammen. Zusätzlich finden monatliche Update-Sitzungen in spezifischen Arbeitsgruppen und vierteljährliche Treffen mit allen Partnern statt, um Ergebnisse und Herausforderungen zu besprechen.
- **Projektleitung und Berichterstattung:** Die Projektleitung hat die Berichtserstellung koordiniert, Vorlagen für die Berichterstattung entwickelt und konsolidierte Ergebnisse für die Insights-Sitzung von TransitionLab präsentiert.
- **Ersatz für ZuE und Zusammenarbeit mit OTex:** Da ZuE 2022 den Betrieb eingestellt hat, wurde nach einem Ersatz gesucht. OTex war interessiert, konnte jedoch nicht als Partner gewonnen werden, weshalb die Texturierung nun als Dienstleistung erfolgt, finanziert von den betroffenen Projektpartnern.
- **Demonstratorbuch und Veröffentlichungen:** Ein Demonstratorbuch wird erstellt, das im Laufe des Projekts mit textilen Demonstratoren gefüllt wird. Eine peer-reviewed Veröffentlichung ist für das letzte Projektjahr geplant.
- **Finanzielle und organisatorische Besprechungen:** Regelmäßige Treffen mit PTJ werden abgehalten, um finanzielle und organisatorische Angelegenheiten zu klären. Die entsprechenden Informationen werden an die Projektpartner weitergeleitet.
- **Änderungen in der Projektleitung**: Im August 2022 übernahm Frau Sachtleben die Projektleitung von ITA, und im September 2022 übernahm Herr Balakrishnan die Projektleitung von AMIBM e.V.
- **Präsentationen und Öffentlichkeitsarbeit:** AMIBM plant einen Stand auf der Dutch Design Week und einen Vortrag auf der ADDITC, um Projektergebnisse zu präsentieren. ITA präsentierte das Projekt Biobase 2022 auf der ADDITC-Konferenz, und weitere Vorträge sind für 2023 geplant. AMIBM e.V. hat

einen Poster auf ADDITC-Konferenz im November 2024 geplant.

- **Unterstützung und SWOT-Analyse:** Unterstützung bei der Erstellung eines Musterkatalogs und Durchführung einer SWOT-Analyse der getesteten Biopolymere wurden geleistet, um fundierte Entscheidungen innerhalb des Projekts zu ermöglichen.
- **Projektkoordination und Feedback:** Eine kontinuierliche Feedbackschleife wurde mit Tecnaro etabliert, um die Spinnbarkeit und Optimierung der entwickelten Compounds zu gewährleisten, sowie fortlaufende Aktualisierungen und Diskussionen zu fördern.

Fazit:

Ein Lastenheft sowie eine Liste von Biopolymeren wurden zu Beginn des Projekts erstellt, um die Entscheidungsfindung bei der Entwicklung biobasierter Demonstratoren zu unterstützen. Die ersten Demonstratoren wurden unter Verwendung von PET entwickelt und dienten als Benchmark. Bei den Schmelzspinnversuchen stellte sich heraus, dass fast alle Biopolymere zu Garn verarbeitet werden konnten, jedoch waren die mechanischen Eigenschaften in einigen Fällen, insbesondere bei PLA und seinen Compounds, etwas geringer. Obwohl diese Materialien zu diesem Zeitpunkt nicht für die ausgewählten Demonstratoren geeignet waren, bleiben sie aufgrund ihrer verbesserten biologischen Abbaubarkeit für andere Anwendungen, wie beispielsweise Windeln, interessant. Die Eigenschaften des aus biobasierten Polyamiden entwickelten Garns wurden als sehr gut bewertet und sind vielversprechend für die gewählten Anwendungen. Obwohl im Projekt erfolgreich Demonstratoren hergestellt werden konnten, was ein großartiges Ergebnis ist, gibt es noch einige Herausforderungen, die gelöst werden müsssen. Die Gleichmäßigkeit des Garns ist zum Beispiel ein Aspekt, der noch verbessert werden muss. Auch die Langzeitstabilität und Färbbarkeit des Garns sollten in einem Folgeprojekt getestet werden. Insgesamt glauben wir, dass die hier erzielten vielversprechenden Ergebnisse das Potenzial biobasierter Polymere für den Einstieg in die Textilindustrie deutlich zeigen.