

# Bachelorarbeit

## Herstellung und Charakterisierung von Partikelschäumen aus Biopolymerblends auf der Basis von PLA und PBS

cand. mach. Timo Samuel Raff



Projektleiter: Janne-Constantin Albrecht, M.Sc, Fraunhofer ICT

Nr.: 23-L-0004

Karlsruhe, Mai 2023



# Bachelorarbeit

Herrn cand. mach. Timo Samuel Raff

Matr.-Nr.: 2217329

## Herstellung und Charakterisierung von Partikelschäumen aus Biopolymerblends auf der Basis von PLA und PBS

Die Bachelorarbeit ist im engen Kontakt mit dem Institut auszuarbeiten und bleibt dessen Eigentum. Eine Einsichtnahme Dritter darf nur nach Rücksprache mit dem Institut erfolgen.

Ausgabetag: 01.02.2023

Abgabetag: 02.05.2023

Betreuer:

Projektleiter:

---

Prof. Dr.-Ing. Frank Henning

---

Janne-Constantin Albrecht, M.Sc.

Bearbeiter:

---

cand. mach. Timo Samuel Raff

---



**Aufgabenstellung**  
für  
**Herrn cand. mach. Timo Samuel Raff**  
(Matr.-Nr.: 2217329)

**Herstellung und Charakterisierung von  
Partikelschäumen aus Biopolymerblends auf der Basis  
von PLA und PBS**

Um zukünftig auf Erdöl in der Herstellung von Kunststoffen verzichten zu können, sind biologisch basierte Polymere stetig auf dem Weg konventionelle Kunststoffe zu ersetzen. Eine besondere Rolle spielt dabei PLA, da es bereits kostengünstig und in großen Mengen hergestellt werden kann. Da es sich bei PLA um ein teilkristallines Polymer handelt, stellt die Verschweißung von expandierten Beads aus PLA eine Herausforderung dar. Ein möglicher Lösungsansatz ist die Herstellung eines Blends aus PLA und PBS, um eine zweite Kristallstruktur einzubringen und dadurch ähnlich wie bei der EPP-Verarbeitung eine bessere Verschweißung zu erzielen. Ziel der Arbeit ist es zu evaluieren, welchen Einfluss das Blenden mit PBS auf die Verschweißungseigenschaften von extrudierten PLA-Partikelschäumen hat. Dabei sollen, nach initialer Literaturrecherche, entsprechende Schäume hergestellt und verarbeitet werden. Unterschiedliche Materialformulierungen mit variierenden Blendanteilen sollen verglichen und der Einfluss auf die Schäumbarkeit und Verschweißbarkeit untersucht und analysiert werden.

Die Arbeit beinhaltet folgende Punkte:

- Einarbeitung in den Prozess der Partikelschaumextrusion
- Durchführung und Auswertung von Extrusionsversuchen
- Entwicklung eines Versuchsaufbaus zur Ermittlung der Verschweißbarkeit von einzelnen Beads
- Charakterisierung der Verschweißbarkeit anhand generischer Bauteile

## **Erklärung**

Hiermit versichere ich, die vorliegende Arbeit selbständig und nur mit den im Literaturverzeichnis angegebenen Quellen und Hilfsmitteln angefertigt zu haben.

---

Karlsruhe, den 02. Mai 2023

## Danksagung

Zuerst möchte ich mich bei Herrn Prof. Dr.-Ing. Frank Henning für die Betreuung dieser Arbeit und der Möglichkeit diese am Fraunhofer ICT in Zusammenarbeit mit dem Institut für Fahrzeugsystemtechnik anfertigen zu können bedanken. Ebenso danke ich Prof. Dr.-Ing. Luise Kärger für die Zweitbegutachtung.

Einen besonderen Dank möchte ich Herrn Janne-Constantin Albrecht, M.Sc. für die ausgezeichnete Betreuung und die stets interessante und produktive Zusammenarbeit aussprechen.

Außerdem möchte ich mich bei allen Mitarbeitern und Mitarbeiterinnen des Fraunhofer ICT, die zum Erfolg dieser Arbeit beigetragen haben bedanken. Insbesondere danke ich Robert Schmidt, M.Sc., Aaron Basler, B.Eng, Benedikt Bitzer, M.Sc., Gunnar Kronis, Julian Jansen, Dr. Beatrice Tübke, Yvonne Kasimir, Dipl.-Ing. (FH) Susanne Lüssenheide, Kevin Moritz, Ulrich Förter-Barth und Jan Geerds, M.Sc. für die Unterstützung und die konstruktiven Anregungen im Rahmen der praktischen Arbeiten.

Der größte Dank gebührt meiner Familie, für die Ermöglichung meines Studiums und die zahlreichen Momente der persönlichen Unterstützung.

## Kurzfassung

Polymere Werkstoffe sind heutzutage in vielen Bereichen der Industrie und im Alltag nicht mehr wegzudenken. Eine besondere Rolle spielen dabei Schaumstoffe, insbesondere Partikelschäume, die sich durch eine flexible Formgebung und variierbaren Dichten für viele Anwendungen eignen. Kommerziell bestehen diese Schaumstoffe vorwiegend aus erdölbasierten Polymeren. Wie aber in vielen anderen Bereichen des Lebens steigt auch hier die Nachfrage für nachhaltigere Alternativen.

In der vorliegenden Arbeit wurden deshalb Partikelschäume auf der Basis von PLA hergestellt. Dabei handelt es sich um einen aus natürlichen Ressourcen herstellbaren und biologisch abbaubaren Kunststoff. Um die Wärmeformbeständigkeit der PLA Schäume zu verbessern wurde eine hochkristallisierbare Type (4032D von Natureworks) ausgewählt. In vorangegangenen Arbeiten wurde bereits gezeigt, dass sich die Verarbeitung von teilkristallinen Polymeren zu Partikelschäumen als schwierig gestaltet. Durch Blenden mit dem Biopolymer PBS (BioPBS FD92 von PTT MCC Biochem Company) soll die Verarbeitbarkeit zu Partikelschäumen verbessert werden. Dabei soll der Einfluss von verschiedenen hohen PBS Anteilen auf die Verschweißbarkeit und Schäumbarkeit untersucht werden.

Zunächst wurden expandierbare Partikel hergestellt und auf ihre Fähigkeit zum Aufschäumen und Nachexpandieren analysiert. Zur Untersuchung der Verschweißbarkeit wurde eine Methode entwickelt, bei der einzelne Beads miteinander verschweißt werden, um deren Verschweißgüte zu ermitteln. Anschließend wurden die geschäumten Partikel in einem Formteilprozess zu generischen Bauteilen verarbeitet. Auch hier wurde ein nachhaltiger Ansatz verfolgt, indem der neuere, im Gegensatz zur kommerziellen Heißdampfverschweißung, energieeffizientere Radiofrequenzprozess verwendet wurde. Die Bauteile wurden zuletzt auf ihre mechanischen und thermischen Eigenschaften untersucht. Hierzu wurden Querzugversuche durchgeführt und eine Methode zur Bestimmung der Wärmeformbeständigkeit von Schäumen entwickelt.

Es konnte gezeigt werden, dass die Herstellung von hochkristallinen Polymerschäumen durch Blenden mit PBS ermöglicht wird. Mit höheren PBS Anteilen konnten die mechanischen und thermischen Eigenschaften verbessert werden, während die Schäumbarkeit hingegen abnahm.

In einer zweiten Versuchskampagne wurde die gleiche PLA Type mit 50 % einer amorpheren PLA Type geblendet. Der Einfluss des PBS wurde auf die gleiche Weise analysiert. Eine Verbesserung der Eigenschaften durch zusätzliches Blenden mit PBS konnte hier nicht erreicht werden.

# Inhaltsverzeichnis

<b>Abkürzungen</b>	<b>III</b>
<b>1 Einleitung</b>	<b>1</b>
1.1 Motivation	1
1.2 Zielsetzung	2
1.3 Aufbau der Arbeit	2
<b>2 Grundlagen</b>	<b>3</b>
2.1 Grundlegende Polymereigenschaften	3
2.2 Biopolymere	4
2.2.1 Herstellung Biopolymere	4
2.2.2 PLA	5
2.2.3 PBS	6
2.3 Polymerblends	7
2.3.1 Mischbarkeit Polymere	7
2.4 Polymerschäume	7
2.4.1 Partikelschäume	8
2.5 Verschweißen von Partikeln	8
2.5.1 Zweiteilchenmodell	9
2.5.2 Verschweißen von Schaumpartikeln	9
<b>3 Stand der Technik</b>	<b>12</b>
3.1 Herstellung Partikelschaum	12
3.1.1 Beadherstellung	12
3.1.2 Formteilprozess	13
3.2 Blendsysteme auf Basis von PLA	15
<b>4 Eigener Ansatz</b>	<b>16</b>
4.1 Allgemeiner Ablauf	16
4.2 Blendpartner	16
4.2.1 PLA	16
4.2.2 PBS	17
4.2.3 Charakteristische Eigenschaften der eingesetzten Polymere	17
4.2.4 Blendsysteme	17
4.3 Partikelherstellung	18
4.4 Bauteilformung mittels Radiofrequenzprozess	18
4.5 Charakterisierungsmethoden	19
4.5.1 Kommerzielle Charakterisierungsmethoden	19

4.5.2 Eigene Charakterisierungsmethoden	25
<b>5 Ergebnisse und Diskussion</b>	<b>28</b>
5.1 Kristallinitätsuntersuchung	28
5.2 Partikel und Schäumverhalten	31
5.2.1 Grundcharakterisierung der Partikel	31
5.2.2 Nachexpansion der Partikel	32
5.3 Einzelbeadverschweißung	35
5.4 Bauteilformung	37
5.5 Querzug	39
5.6 Wärmeformbeständigkeit	41
<b>6 Bewertung</b>	<b>42</b>
6.1 Einfluss Partikel	42
6.2 Einfluss PBS Anteile	42
6.3 Einfluss Schaumdichte	42
<b>7 Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>43</b>
7.1 Zusammenfassung	43
7.2 Ausblick	43
<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>III</b>
<b>Tabellenverzeichnis</b>	<b>IV</b>
<b>8 Literaturverzeichnis</b>	<b>V</b>
<b>Anhang</b>	<b>VIII</b>

## Abkürzungen

Formelzeichen	Größe	Einheit
$\theta$	Beugungswinkel	[°]
$\rho$	Dichte	[g/L]
$E$	Elastizitätsmodul	[MPa]
$\Delta H_m$	endotherme Enthalpie durch Kristallisation vor Schmelzen	[J/g]
$\Delta H_{CC}$	exotherme Enthalpie durch Kristallisation vor Schmelzen	[J/g]
$m$	Gewicht	[g]
$T_g$	Glasübergangstemperatur	[°C]
$x$	Kontakthalsdurchmesser	[mm]
$\Delta H_C$	Kristallisationsenthalpie beim Abkühlen	[J/g]
$X_C$	Kristallisationsgrad	[%]
$d$	Kugeldurchmesser	[mm]
$\alpha$	Längenausdehnungskoeffizient	$\left[\frac{\mu\text{m}}{\text{m}^\circ\text{C}}\right]$
$\sigma_{mt}$	Mittelwert der Zugfestigkeit senkrecht zur Plattenebene	[kPa]
$d$	Netzebenenabstand	[Å]
$n$	Ordnung des Beugungswinkels	[-]
$\mu$	Querkontraktionszahl	[-]
$\Delta H$	Schmelzenthalpie	[J/g]
$\Delta H_{m,0}$	Schmelzenthalpie für 100 % kristallines Material	[J/g]
$T_m$	Schmelztemperatur	[°C]
$F_{ges}$	Summe der inneren und äußeren Kräfte	[N]
$\lambda$	Wellenlänge	[m]

<b>Abkürzung</b>	<b>Bezeichnung</b>
DSC	Differential Scanning Calorimetry
HDT	Heat Deflection Temperature
IR	Infrarot
PBS	Polybutylensuccinat
PET	Polyethylenterephthalat
PLA	Polymilchsäure
PS	Polystyrol
Ref	Referenz
REM	Rasterelektronenmikroskopie
RF	Radiofrequenz
TalkMB	Talkum Master Batch
TMA	Thermomechanische Analyse
UWG	Unterwassergranulierung
VK1	Versuchskampagne 1
VK2	Versuchskampagne 2
$X_c$	Anteil kristalliner Strukturen
$X_{\text{PBS}}$	Massenanteil PBS
$X_{\text{PLA}}$	Massenanteil PLA
XRD	X-Ray Diffraction (Röntgenbeugung)

# 1 Einleitung

## 1.1 Motivation

In vielen Bereichen des Lebens zeichnet sich seit einigen Jahren ein Trend hin zu mehr Nachhaltigkeit ab. So steigt auch die Nachfrage nach Biopolymeren und deren Produktionskapazitäten seit einigen Jahren und wird nach Schätzungen auch die nächsten Jahre weiter ansteigen (vgl. Abbildung 1.1). [1]

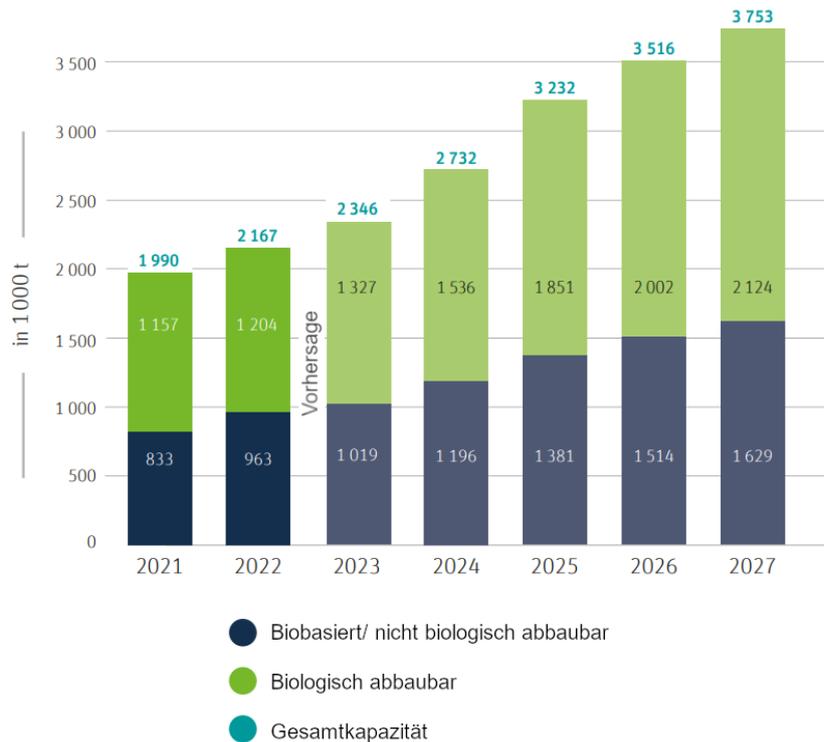


Abbildung 1.1: Produktionskapazitäten für Biokunststoffe [1].

Dabei ist die Idee hinter Kunststoffen aus nachwachsenden Rohstoffen nicht neu. Tatsächlich waren die ersten verwendeten Kunststoffe Biopolymere. Zu Beginn der Industrialisierung wurden beispielsweise Cellulosederivate und Kautschuk ausschließlich aus nachwachsenden Rohstoffen hergestellt. Erst durch Biopolymere wie diese wurde um 1870 das Zeitalter der Kunststoffe eingeläutet. Diese wurden erst später mit höherer Verfügbarkeit von Erdöl durch nicht-biobasierte, langlebigere Kunststoffe vom Markt verdrängt [2,3]. Heutzutage hat sich unter anderem gerade diese Eigenschaft der Langlebigkeit als Problem herausgestellt, denn bei vielen Kunststoffen, insbesondere bei Verwendung als Verpackungsmaterial, übertrifft deren Lebensdauer den Nutzungszeitraum deutlich. Dadurch werden große Mengen an Plastikmüll erzeugt von denen 19-23 Millionen Tonnen jährlich ins Meer gelangen. [4,5]

Doch nicht nur der Umweltaspekt spielt eine entscheidende Rolle, sondern auch die generelle endliche Verfügbarkeit von Mineralöl. Zudem ist Deutschland stark von Ölimporten abhängig und die Preise steigen durch die politische Weltlage an. Dadurch werden die bisher teureren Biokunststoffe preislich immer attraktiver. [2]

Diese Faktoren lassen auch die Verwendung von Biopolymeren in Partikelschäumen interessanter werden. Partikelschäume machen 89 % der verwendeten Schaumtypen aus, wobei Polystyrol als

häufigster Thermoplast in Schäumen eingesetzt wird. Da das Biopolymer PLA ähnliche Eigenschaften wie PS aufweist und bereits günstig in großen Mengen hergestellt werden kann, eignet es sich als potenzielle Alternative. [6,7]

Ein Nachteil von PLA ist die niedrige Wärmeformbeständigkeit, die durch Verwendung von hochkristallinen PLA-Typen verbessert werden kann. Jedoch verschlechtert sich dabei die Verschweißbarkeit bei höheren Kristallinitätsgraden. [6]

## 1.2 Zielsetzung

Ziel der Arbeit ist es, Partikelschäume aus einer hoch kristallisierbaren PLA Type herzustellen, um durch die Kristallstrukturen höhere Wärmeformbeständigkeiten zu erreichen. Um die Verschweißbarkeit der Partikel zu verbessern, soll PLA mit unterschiedlichen PBS Anteilen geblendet und dessen Einfluss auf die Schäumbarkeit und Verschweißbarkeit untersucht werden. Da PLA als Basispolymer dienen soll, wird der PBS Anteil auf maximal 30 % beschränkt.

Außerdem soll ein Versuchsaufbau zur Ermittlung der Verschweißbarkeit einzelner Partikel, sowie eine Methode zur Untersuchung der Wärmeformbeständigkeit generischer Teile entwickelt werden.

## 1.3 Aufbau der Arbeit

Das Kapitel 2 widmet sich den, für diese Arbeit relevanten, Grundlagen. Hierzu werden die verwendeten Materialien sowie ihre Strukturen und Eigenschaften vorgestellt. Anschließend wird in Kapitel 3 beschrieben, wie Polymere zu Partikelschäumen verarbeitet werden und welche Erkenntnisse bereits in vorangegangenen Arbeiten zur Verarbeitung von Schäumen aus PLA und PBS gewonnen werden konnten.

In Kapitel 4 wird der eigene Ansatz erläutert. Dazu werden in Abschnitt 4.2 die verwendeten Polymertypen und ihre charakteristischen Eigenschaften beschrieben. Auf die Herstellung und Verarbeitung der geschäumten Partikel wird in Abschnitt 4.3 und 4.4 eingegangen. In Abschnitt 4.5 werden die kommerziellen und die beiden neu entwickelten Charakterisierungsmethoden vorgestellt.

In Kapitel 5 werden die Charakterisierungsergebnisse der Partikel und Formteile zusammengetragen und in Kapitel 6 bewertet.

Abschließend wird in Kapitel 7 resümiert und zusammengefasst, welche Ergebnisse erzielt werden konnten. Darüber hinaus wird ein Ausblick auf weitere mögliche Entwicklungen gegeben.

## 2 Grundlagen

In der vorliegenden Arbeit werden Partikelschäume aus Biopolymerblends auf Basis von PLA und PBS hergestellt und charakterisiert. Dieses Kapitel beschreibt die grundlegenden Eigenschaften der verwendeten Materialien sowie die Vorgänge, die während der Verschweißung von Partikeln ablaufen.

### 2.1 Grundlegende Polymereigenschaften

Polymere sind hochmolekulare, organische Verbindungen aus aneinandergereihten Monomeren, sogenannte Ketten. Bei den Bindungen wird zwischen den kovalenten Atombindungen durch Elektronenpaarbildung und den zwischenmolekularen Bindungen unterschieden. Die zwischenmolekularen Bindungen sind im Allgemeinen nur schwache, stark temperatur- und abstandsabhängige Anziehungskräfte zwischen den kovalent gebundenen Ketten. Durch die Vielzahl an Monomeren, die in verschiedenen Konfigurationen zu Ketten aneinandergereiht werden können, ergeben sich etliche mögliche Polymertypen mit teilweise sehr unterschiedlichen Eigenschaften.

Grundsätzlich lassen sich Polymere in nicht vernetzte Thermoplaste, deren Makromoleküle fadenförmig angeordnet sind, weitmaschig vernetzte Elastomere und engmaschig vernetzte Duroplaste einteilen. In dieser Arbeit werden ausschließlich Thermoplaste behandelt.

Die Ketten der thermoplastischen Polymere können grundsätzlich amorph oder kristallin angeordnet sein. Die kristallinen Phasen bilden dabei geordnete und steife Strukturen. Bei teilkristallinen Thermoplasten liegen in einigen Bereichen die Makromoleküle parallel zueinander angeordnet vor und sind von amorphen Bereichen umgeben. Beim Abkühlen der Schmelze bis unter die Schmelztemperatur können die kristallinen Phasen ausgehend von einem Kristallisationskeim zu sphärolithischen Gebilden heranwachsen. Kristallisationskeime können zufällig geordnete Kettensegmente oder sekundäre Stoffe im Polymer sein. Somit kann die Kristallisation gezielt durch Zugabe von Nukleierungsmitteln gefördert werden. Durch Seitenketten oder ataktische Sequenzen hingegen kann das Heranwachsen von kristallinen Strukturen vermieden werden.

Die wesentlichen, thermischen Kennwerte von Polymeren sind durch die Glasübergangstemperatur  $T_g$  und die Schmelztemperatur  $T_m$  gegeben. Unterhalb des Glasüberganges, dem energieelastischen Bereich, sind die Polymere meist sehr spröde. Zwischen Glasübergang und Schmelztemperatur liegt der entropieelastische Bereich. In diesem Bereich erweichen die Kunststoffe, indem Nebervalenzbindungen aufbrechen und die Ketten aneinander abgleiten können. Der Anwendungsbereich kann je nach Art des Kunststoffes sowohl über als auch unterhalb von  $T_g$  liegen. Das Erweichen betrifft allerdings nur die amorphen Phasen. Dieses Phänomen kann zur Steigerung der Wärmeformbeständigkeit genutzt werden, indem in teilkristallinen Polymeren die weich werdenden amorphen Phasen von den stabilen kristallinen Phasen gestützt werden. Beim Erreichen der Schmelztemperatur wird dann auch die Ordnung in den teilkristallinen Bereichen aufgelöst. Die Kunststoffe können bis hin zur Zersetzungstemperatur erwärmt werden, an der die Moleküle zerstört werden. Das Verdampfen von Polymeren ist somit nicht möglich. [8,9]

## 2.2 Biopolymere

Der Begriff Biopolymer ist in der Literatur nicht eindeutig definiert. So werden sowohl Polymere, die aus nachwachsenden, biobasierten Rohstoffen synthetisiert werden als auch petrobasierte Polymere, die biologisch abbaubar sind als Biopolymer bezeichnet (s. Abbildung 2.1). [2,10]

Dadurch lassen sich Biopolymere in die folgenden Gruppen einteilen:

1. biologisch abbaubare, petrobasierte Biopolymere  
z.B. Polycaprolactone, Polyvinylalkohole, Polyesteramide
2. biologisch abbaubare, biobasierte Biopolymere  
z.B. thermoplastische Stärke, Polyhydroxyalkanoate, Polylactide
3. nicht biologisch abbaubare, biobasierte Polymere  
z.B. Bio-PE, Bio-PA, Bio-PUR

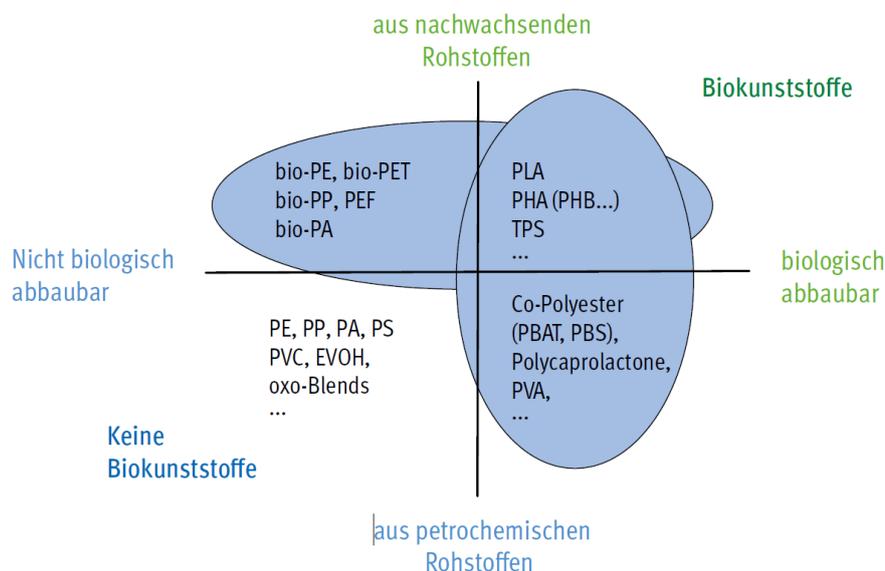


Abbildung 2.1: Übersicht über Biokunststoffe [11].

Biologisch abbaubare Polymere können noch weiter in kompostierbar und nicht kompostierbar unterteilt werden. Stoffe werden nur als kompostierbar bezeichnet, wenn sie innerhalb eines Kompostierungszyklus von einigen Wochen bis wenigen Monaten in Kompostierungssystemen vollständig in CO<sub>2</sub>, Wasser und Biomasse zersetzt werden können. [2]

### 2.2.1 Herstellung Biopolymere

Grundsätzlich gibt es zwei Wege auf denen Biopolymere erzeugt werden können. Zum einen gibt es Biopolymere wie Polyhydroxyalkanoate, die bereits als langkettige Moleküle in der Natur vorkommen. Diese Biopolymere werden durch eine direkte Biosynthese von Mikroorganismen zur Energiespeicherung erzeugt und sind dadurch immer biologisch abbaubar, da diese ansonsten von den Mikroorganismen nicht mehr genutzt werden könnten. Neben den natürlich vorkommenden Polymeren können Biopolymere auch gezielt aus biologisch erzeugten Rohstoffen durch chemische Verfahren polymerisiert werden. Ein Beispiel dafür ist PLA, das aus Milchsäure synthetisiert wird. Auf das genaue Herstellverfahren wird in Kapitel 2.2.2 eingegangen.

Grundsätzlich ergeben sich zur Herstellung von Biopolymeren folgende Methoden:

1. Chemische Synthese petrochemischer Rohstoffe  
z.B. Polyesterurethane, Polyvinylalkohole
2. Chemische Synthese biotechnologisch hergestellter Monomere  
z.B. PLA, Bio-Polyethylene, Bio-Polyamide
3. Direkte Biosynthese der Polymere  
z.B. Polyhydroxybutyrat, Polyhydroxyalkanoate
4. Modifizierung von molekularen, nachwachsenden Rohstoffen  
z.B. Derivate der Stärke, Derivate der Cellulose
5. Herstellung von Mischungen oder Blends der obigen Gruppen  
z.B. PLA-Blends, Stärke- oder Celluloseblends

[2]

### 2.2.2 PLA

PLA (**p**oly **l**actic **a**cid), auch Polylactid oder Polymilchsäure genannt, ist ein biobasiertes und unter industriellen Kompostierbedingungen biologisch abbaubares Polymer. PLA zählt zu der Familie der aliphatischen Polyester [12]. Es ist ein thermoplastisches Material mit einem kristallinitätsabhängigen Schmelzbereich zwischen 150 und 180 °C und einer ähnlichen Steifigkeit wie PS oder PET [7,13].

Der Grundbaustein für die PLA Produktion ist das Monomer Milchsäure, welches durch Fermentation von Kohlehydraten aus pflanzlichen Rohstoffen wie Mais oder Zuckerrüben gewonnen wird. Je nach Herstellverfahren kann die Milchsäure dabei in zwei verschiedenen optischen Isomeren vorkommen. Homofermentative Lactobakterien erzeugen dabei ausschließlich L(+) Milchsäure-Isomere, heterofermentative Lactobakterien hingegen bilden hauptsächlich D(-) Milchsäure oder eine racemische Mischung. Das entstehende Verhältnis aus L(+) und D(-) Milchsäure hängt dabei vom pH-Wert sowie dem Alter der Bakterienkultur ab und entscheidet über die Kristallisierbarkeit des PLA. [14] PLA Typen, die aus möglichst nur einem Isomer aufgebaut sind, können höhere Kristallisationsgrade erreichen [15].

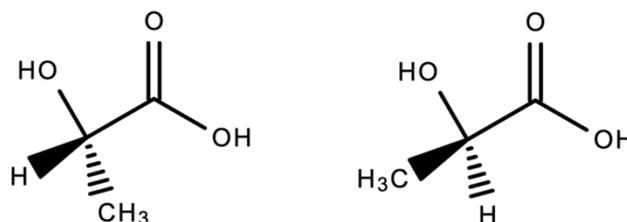


Abbildung 2.2: L(+) Isomer (links) und D(-) Isomer [16].

Durch eine Polykondensation kann aus den Milchsäuremonomeren dann ein Polymer erzeugt werden. Weiter verbreitet ist allerdings das Ringöffnungsverfahren. Bei diesem Verfahren wird Milchsäure zunächst zu einem niedermolekularen Prepolymer kondensiert, welches anschließend katalytisch zu Lactiden gespalten wird. Die, durch Destillation, gereinigten Lactide werden im letzten Schritt unter Nutzung von passenden Katalysatoren zu hochmolekularem PLA umgesetzt [17].

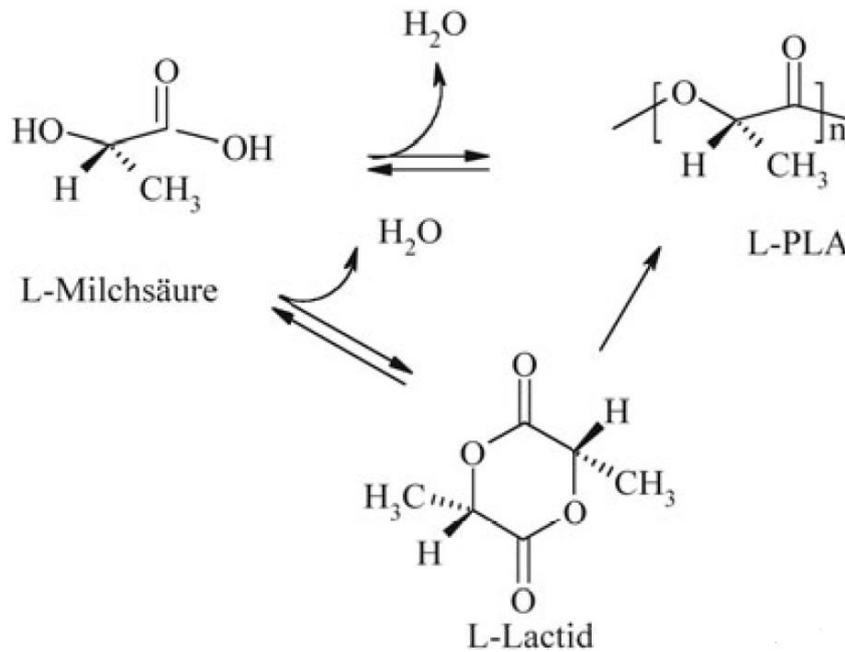


Abbildung 2.3: Polymerisationsprozess von L-Milchsäure zu PLA [9].

### 2.2.3 PBS

PBS (**P**oly**b**utylensuccinat) gehört zur Gruppe der aliphatischen Polyester und zeichnet sich durch eine schnelle biologische Abbaubarkeit und thermoplastische Verarbeitbarkeit aus. Der Schmelzbereich liegt bei 90 – 120 °C. [18]

PBS wird durch Verwendung von Bernsteinsäure und 1,4-Butandiol synthetisiert. Die beiden Monomere können sowohl aus petrobasierten als auch aus erneuerbaren Ressourcen gewonnen werden [18,19]. Durch eine zweistufige Polykondensation werden die beiden Monomere zu PBS mit einem hohen Molekulargewicht synthetisiert. Der erste Schritt ist die Veresterung, bei der Wasser abgeschieden wird. Die zweite Polykondensation findet bei höherer Temperatur und niedrigerem Druck statt, um überschüssiges Glykol zu entfernen. [20,21]

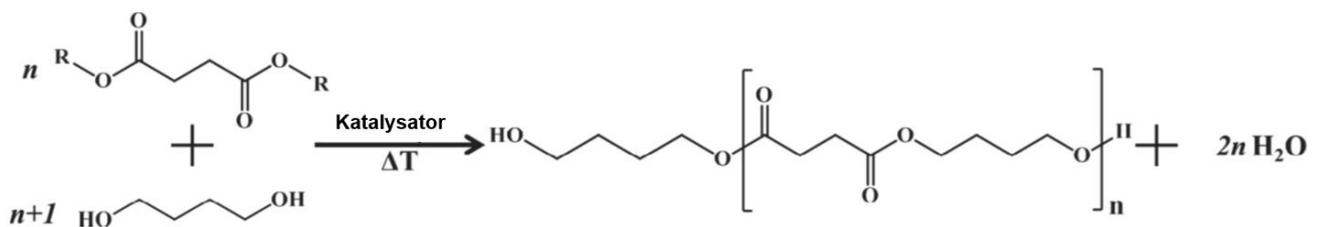


Abbildung 2.4: Reaktionsschema für PBS Polymerisation [20].

## 2.3 Polymerblends

Polymerblends, manchmal auch als Polymerlegierungen bezeichnet, sind Mischungen aus zwei oder mehr Polymeren, die zu einem neuen Material kombiniert werden. Durch die Kombination von verschiedenen Polymeren können Polymerblends eine Vielzahl von gewünschten Eigenschaften aufweisen, die von den ursprünglichen Polymeren allein nicht erreicht werden können. Durch Zugabe von Weichmachern, Füllstoffen oder anderen Additiven können die Eigenschaften der Blends angepasst werden. Der dadurch entstehende große Anwendungsbereich sorgt dafür, dass etwa ein Drittel des Polymerverbrauchs auf die Herstellung von Blends zurückzuführen ist. [22]

Polymerblends können durch verschiedene Methoden hergestellt werden. Dazu zählen Schmelzmischen, Lösungsmittelmischen und In-situ-Polymerisation. Das verwendete Verfahren hat dabei einen großen Einfluss auf die entstehende Morphologie des Blends.

Das Schmelzmischen ist die einfachste Methode und besteht darin, die beiden Polymerkomponenten in einem Schmelzextruder zusammenzuführen. Die Komponenten liegen dabei meist als Granulat oder Pulver vor. Im Schmelzextruder wird eine homogene Mischung durch Verwendung einer Mischschnecke und Erwärmung über die Schmelz- bzw. Glasübergangstemperatur erzeugt. Durch die Art des Verfahrens treten bei dem Mischvorgang Scherkräfte auf, die einen Einfluss auf die resultierende Morphologie haben. Ein weiterer Nachteil dieser Methode ist, dass es bei hohen Temperaturen zur Zersetzung der Polymere kommen kann, wobei sich Polymerradikale bilden können.

Lösungsmittelmischen und In-situ-Polymerisation erfordern eine genauere Kontrolle der Bedingungen und sind komplexer in der Durchführung. [23]

### 2.3.1 Mischbarkeit Polymere

Die Eigenschaft der Mischbarkeit ist äquivalent zur thermodynamischen Löslichkeit, d.h. die beteiligten Komponenten durchdringen sich gegenseitig bis auf die molekulare Ebene hinab [24].

Für viele Anwendungen ist Mischbarkeit der Blendpartner nicht benötigt oder sogar ungewünscht. Die Nutzbarkeit eines Blendsystems setzt allerdings Adhäsion zwischen den Polymeren voraus [25]. Häufig werden Kompatibilisierer eingesetzt, um reproduzierbare und homogene Mischungen aus nichtmischbaren Polymeren herzustellen. Der Kompatibilisierer erfüllt folgende Aufgaben:

1. Reduzierung der Oberflächenspannung, um eine feinere Dispersion zu erzeugen.
2. Stabilisierung der Morphologie bei hohen Belastungen oder Dehnung.
3. Adhäsion an Phasengrenzen im festen Zustand verbessern.

[26]

## 2.4 Polymerschäume

Polymerschäume bestehen aus gasgefüllten Hohlräumen, die von einer Polymermatrix umgeben sind. Diese Hohlräume werden Schaumzellen genannt und sorgen für eine deutliche Dichte- und damit auch Gewichtsreduzierung, bei gleichzeitiger Erhaltung einer hohen spezifischen Festigkeit, im Vergleich zum Vollmaterial. Damit bieten sie ein hohes Leichtbaupotenzial [20,27]. Durch die Zellstruktur besitzen Polymerschäume darüber hinaus eine gute wärme- und schallisolierende Wirkung. Mittels der Wahl eines geeigneten Polymers, sowie Einstellung der Dichte und der Zellstruktur ergibt sich damit für Polymerschäume ein breites Anwendungsfeld. Zu den Haupteinsatzbereichen zählen die Verpackungsindustrie sowie das Bau- und Transportwesen. In diesen Bereichen können Kunststoffschäume beispielsweise als Transportschutz, Dämmstoffe oder als Leichtbaumaterial verwendet werden. [6,28]

Polymerschäume können durch Schaumextrusion, Autoklavschäumen oder Schaumspritzgießen erzeugt werden [29]. Im Allgemeinen folgt das Verfahren zur Schaumerzeugung für alle diese Herstellungsarten demselben vierstufigen Prinzip:

1. Vermischen von Polymerschmelze und Treibmittel
2. Zellnukleierung
3. Zellwachstum
4. Stabilisierung der Zellen

[30]

Die für diese Arbeit relevante Polymerschäumart sind die Partikelschäume, die im folgenden Abschnitt genauer beschrieben werden.

### 2.4.1 Partikelschäume

Partikelschäume bestehen aus vielen einzelnen Schaumpartikeln, auch Beads genannt, die in einem Formteilprozess (vgl. 3.1.2) zu fertigen Bauteilen verschweißt werden. Die verwendeten Beads werden in vorangehenden Prozessschritten separat hergestellt. Während der Verschweißung diffundieren oberflächennahe Polymerketten eines Schaumpartikels in angrenzende Schaumpartikel. [30] Die typische Größe der Schaumpartikel liegt zwischen 1 mm und 6 mm und variiert abhängig vom verwendeten Polymer sowie der Dichte. Die einzelnen Schaumpartikel bestehen im Inneren aus einer geschlossenen, zellulären Struktur, bestehend aus Lamellen, Membranen und darin eingeschlossenem Zellgas. Je nach Dichte ist die Zellgröße im Bereich von 50  $\mu\text{m}$  bis 500  $\mu\text{m}$ . Abhängig von den Herstellungsbedingungen bildet sich an der Außenseite der Partikel eine 1  $\mu\text{m}$  bis 200  $\mu\text{m}$  dicke Randschicht. [31]

Der große Vorteil von Partikelschäumen gegenüber extrudiertem Schaum besteht darin, dass sehr leichte Bauteile mit komplexen Geometrien herstellbar sind und zugleich geringe Toleranzen eingehalten werden können [30].

Gegenwärtig machen Polystyrol und Polypropylen den größten Anteil an Partikelschäumen aus. Zunehmend treten aber auch andere Polymere wie TPU, PET und nicht zuletzt auch PLA in den Fokus [29].

## 2.5 Verschweißen von Partikeln

Zur Beschreibung der Abläufe im Verschweißprozess von Partikeln wird in diesem Abschnitt zunächst ein Zweiteilchenmodell zu Versinterung von zwei thermoplastischen Kugeln aufgestellt. Im Anschluss werden die, beim Verschweißen von Schaumpartikeln, auftretenden Vorgänge beschrieben.

## 2.5.1 Zweiteilchenmodell

Im Zweiteilchenmodell wird in einer ersten Näherung die Versinterung von zwei einzelnen thermoplastischen Kugeln gleichen Radius betrachtet. Dabei ergibt sich der in Abbildung 2.5 gezeigte Sinterverlauf, der in drei Abschnitte unterteilt werden kann.

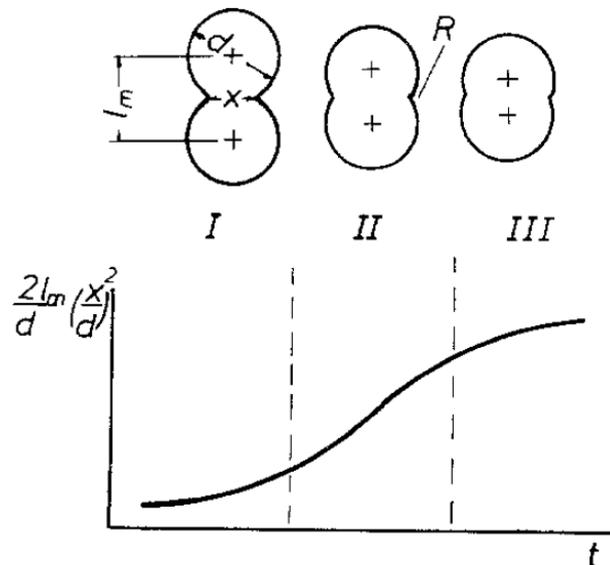


Abbildung 2.5: Prinzipieller Sinterverlauf von zwei Partikeln [32].

Werden die zwei gleich großen Kugeln mit einer Kraft  $F$  zusammengedrückt, so ergibt sich der Durchmesser der Druckfläche zu:

$$x = 2 * \sqrt[3]{1,5 * (1 - \mu^2) * \frac{F_{ges} * d}{4E}} \quad \text{Formel 2-1}$$

mit

- $x$  = Kontakthalsdurchmesser
- $\mu$  = Querkontraktionszahl
- $F_{ges}$  = Betrag der Summe der inneren und äußeren Kräfte
- $d$  = Kugeldurchmesser
- $E$  = Elastizitätsmodul

Höhere Kräfte und Temperaturen sowie kleinere Kugeldurchmesser erhöhen die Wachstumsgeschwindigkeit des Kontakthalses.

Das Zweiteilchenmodell kann nicht direkt zur Beschreibung des Verhaltens in Systemen mit mehreren Kugeln genutzt werden, da dort mehrere Kugeln gleichzeitig im Kontakt miteinander stehen. Dadurch wird es zu Überlappungen der Kontakthälse und Hohlräume zwischen den Kugeln kommen. [32]

## 2.5.2 Verschweißen von Schaumpartikeln

Für eine gute Verschweißung ist generell auf eine große Kontaktfläche zwischen den zu verschweißenden Flächen zu achten. Hohlräume oder Unebenheiten der Partikel sollten ausgeglichen werden. Dies kann entweder durch eine Nachexpansion aufgrund von verbliebenem Resttreibmittel in den vorgeschäumten Partikeln oder durch Aufbringen einer externen Kraft während des Verschweißungsprozesses geschehen. [6] Bei einer idealen Verschweißung

zwischen benachbarten Schaumpartikeln löst sich die physikalische Abgrenzung in der Interdiffusionszone auf, indem Polymerketten über die Grenzfläche in benachbarte Partikel diffundieren und sich mit dort vorhandenen Ketten verschlaufen. Unter Belastung versagen diese Bauteile durch Zerreißen der Schaumpartikel. Bei schlecht verschweißten Bauteilen lösen sich die Partikel voneinander ab. [33]

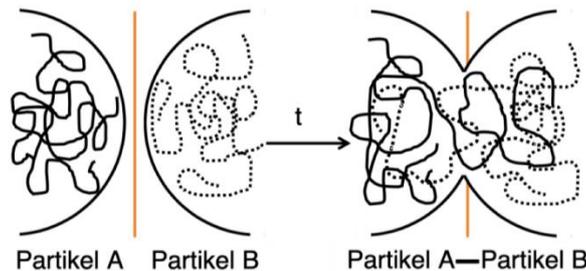


Abbildung 2.6: Auflösen der Interdiffusionszone durch Diffusion und Verschlaufen von Polymerketten über Grenzfläche der Partikel [6].

Beim Verschweißen von Schaumpartikeln ist darauf zu achten, dass nur die Oberfläche angeschmolzen wird, während die Schaumstruktur im Inneren des Beads stabil bleiben muss. Um das zu gewährleisten, werden amorphe Polymere wenige Grade über dem Glasübergang  $T_g$  miteinander verschweißt. Bei teilkristallinen Polymeren hingegen ist die Kettenbewegung in dem Bereich knapp über  $T_g$  noch zu sehr eingeschränkt, da Teile der Ketten in den kristallinen Lamellen gebunden sind. Eine ausreichende Kettenbewegung und damit auch die Diffusion über die Partikeloberflächen hinweg wird bei teilkristallinen Polymeren erst bei höheren Temperaturen in Richtung des Schmelzpunktes  $T_m$  des Polymers erreicht. Da bei Temperaturen im Bereich von  $T_m$  die Schaumstruktur im Inneren der Beads aber zu versagen beginnt, ergibt sich für teilkristalline Polymere nur ein kleines Prozessfenster. Damit gestaltet sich die Verschweißung von teilkristallinen Beads miteinander deutlich schwieriger. [6]

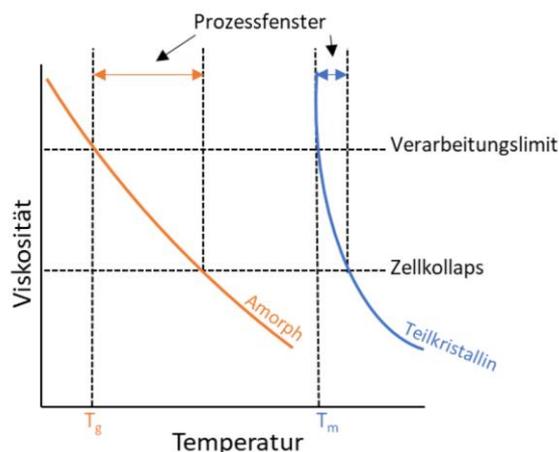


Abbildung 2.7: Schematischer Viskositätsverlauf amorpher und teilkristalliner Polymere [6].

### 2.5.2.1 Doppelschmelzpeak

Die Verschweißungsgüte bei teilkristallinen Polymeren kann durch Ausnutzung von Doppelschmelzpeaks verbessert werden. Doppelschmelzpeaks können aufgrund von verschiedenen Kristallstrukturen oder -größen sowie durch Neuordnen oder Heranwachsen von bestehenden Kristallstrukturen während einer Aufheizung vorkommen. Doppelschmelzpeaks sind bei den meisten teilkristallinen Polymeren durch ein geeignetes Herstellungsverfahren erreichbar. [34] Polymere, bei denen Doppelschmelzpeaks auftreten, besitzen zwei unterschiedliche Schmelztemperaturen, bei denen jeweils ein Teil des Polymers aufschmilzt. Die amorphe Phase sowie Kristalle mit einer geringen Ordnung schmelzen zuerst, während kristalline Phasen, die eine höhere Ordnung aufweisen erst bei einer höheren Temperatur zu schmelzen beginnen. Beim Verschweißen von Schaumpartikeln wird sich das zunutze gemacht, in dem die Prozesstemperatur zwischen den beiden Schmelzpeaks gewählt wird (s. Abbildung 2.8). Dadurch wird nur die niederschmelzende Phase aufgeschmolzen und ermöglicht damit die Verschweißung der Beads. Die höherschmelzende Phase verbleibt dabei in einem festen Zustand, wodurch die Zellstruktur aufrechterhalten und das Zusammenfallen der Partikel verhindert wird. [35]

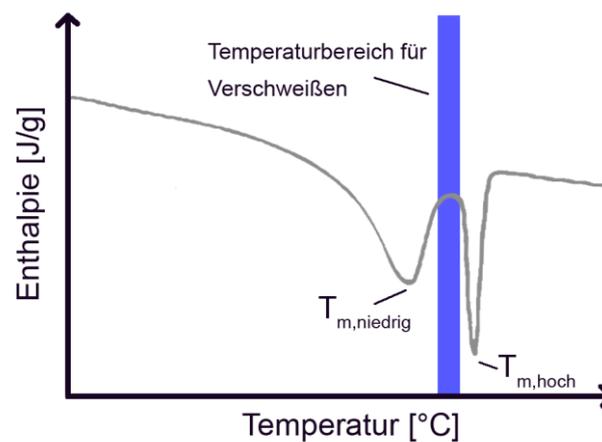


Abbildung 2.8: Schematischer DSC Verlauf eines Doppelschmelzpeaks und Temperaturbereich für Verschweißen (eigene Darstellung nach [34]).

## 3 Stand der Technik

In diesem Kapitel wird die Herstellung von expandierbaren und expandierten Partikeln beschrieben. Anschließend werden zwei Prozesse vorgestellt mit denen, durch Verschweißen der expandierten Partikel, Formteile hergestellt werden können. In Abschnitt 3.2 werden dann Erkenntnisse über Partikelschäume aus PLA/PBS Blends, die in vorangegangenen Arbeiten gesammelt wurden, wiedergegeben.

### 3.1 Herstellung Partikelschaum

#### 3.1.1 Beadherstellung

Prinzipiell wird zwischen direkt erzeugten expandierten Partikeln und expandierbaren Partikeln unterschieden. Expandierbare Beads können durch Suspensionspolymerisation, Gasbeladung im Autoklav oder durch Extrusion mit Unterwassergranulierung (UWG) erzeugt werden. Die erzeugten gasbeladenen Partikel werden dann in einem separaten Schritt vorgeschäumt. Mittels Extrusion und einer angeschlossenen UWG gelang es Sekisui Plastics Co., Ltd auch PLA Partikel direkt schon in der UWG aufzuschäumen, um somit direkt expandierte Partikel in einem Schritt herzustellen. [29] Teilkristalline Polymere mit einem Glasübergang unter Raumtemperatur sollten direkt nach der UWG aufgeschäumt werden, da durch die teilkristallinen Phasen das eingebrachte Treibmittel entweichen kann [29,30].

In der vorliegenden Arbeit wurden expandierte PLA Beads mittels Extrusion und angeschlossener Unterwassergranulierung hergestellt. Im folgenden Abschnitt werden die Grundlagen des Prozesses erläutert.

##### 3.1.1.1 Extrusion und Unterwassergranulierung

Die Extrusion mit angeschlossener UWG ist eine Methode, mit der expandierbare Partikel in einem kontinuierlichen Prozess hergestellt werden können.

Dem Extruder (Abbildung 3.1 a) wird das Ausgangspolymer, meistens in Form von Pellets, kontinuierlich zugeführt und aufgeschmolzen. Zusätzlich können weitere Polymere, mit denen geblendet werden soll oder andere Additive wie z.B. Nukleierungsmittel und Kettenverlängerer beigemischt werden. Außerdem wird unter hohem Druck der Schmelze das Treibmittel zugeführt (Abbildung 3.1 b). Durch die sich drehende Schnecke im Extruder wird ein homogenes Gemisch erzeugt und durch eine Lochplatte (Abbildung 3.1 c) in einen Wasserstrom extrudiert. Die Lochplatte wird temperiert, um die kühlende Wirkung der angeschlossenen UWG auszugleichen. Damit wird das Erstarren der Schmelze vor Austritt aus der Lochplatte verhindert. Eine geringe Abkühlung der Schmelze ist jedoch gewollt, um die Viskosität der Schmelze zu erhöhen, damit sie im nächsten Schritt besser in Partikel geschnitten werden kann. In der UWG erstarrt die Schmelze und wird gleichzeitig von rotierenden Messern (Abbildung 3.1 d) in kleine Partikel (Abbildung 3.1 e) geschnitten. Der Wasserdruck ist höher als der Dampfdruck des Treibmittels. Dadurch wird das Treibmittel beim Erstarren im Partikel gebunden. [30,36]

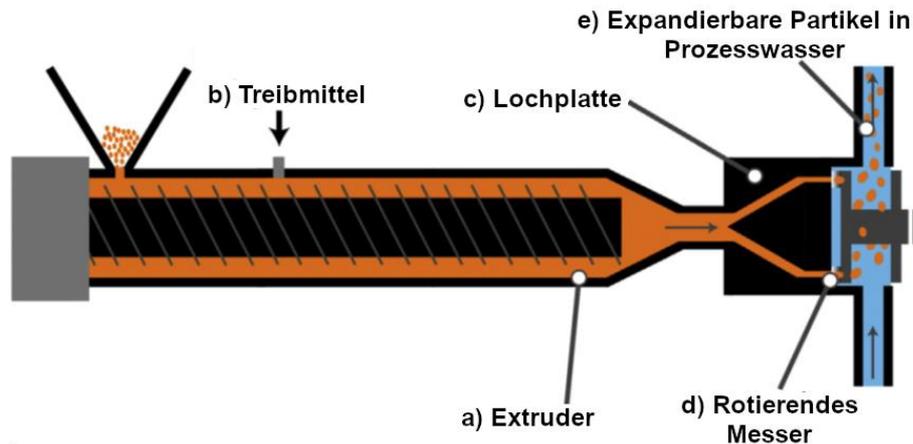


Abbildung 3.1: Extruder mit angeschlossener Unterwassergranulierung [30].

Vorteilhaft bei dieser Methode sind die sehr genau einstellbaren Mischverhältnisse zwischen Polymeren, Additiven und Treibmittel sowie relativ gleichmäßige Partikel. [30]

### 3.1.1.2 Vorschäumprozess

Die aus Extrusion und UWG erhaltenen expandierbaren Partikel müssen, bevor sie in einem Formteilprozess zu fertigen Bauteilen verschweißt werden können, in einem separaten Schritt vorgeschäumt werden. Industriell werden die Partikel in einem Heißdampfvorschäumer über die Temperatursprungmethode aufgeschäumt. Hierfür werden die Partikel in den Vorschäumer gefüllt und mit Wasserdampf bedampft. Durch die schnelle Temperaturerhöhung nimmt die Löslichkeit des Treibmittels in den Partikeln stark ab. Gleichzeitig steigt die Mobilität der Polymerketten stark an. Dadurch schäumt das herausdiffundierende Treibmittel die Partikel auf. Während des Prozesses werden die Partikel durch einen Rührer verwirbelt, um ein Verklumpen mehrerer Partikel miteinander zu unterbinden. Nach dem Aufschäumen werden die Partikel in einem Luftwirbelbett abgekühlt und können anschließend im Formteilprozess weiter zu fertigen Bauteilen verarbeitet werden. [6]

## 3.1.2 Formteilprozess

In den beiden folgenden Abschnitten werden zwei Formteilprozesse vorgestellt, die zur Bauteilformung durch Verschweißung von expandierten Partikeln genutzt werden können.

### 3.1.2.1 Dampfprozess

Der Dampfprozess ist die aktuell gängige Methode, um aus vielen einzelnen, expandierten Partikeln ein fertiges Produkt zu formen. Im Dampfprozess werden die Partikel in fünf Schritten, wie in Abbildung 3.2 zu sehen, zu einem fertigen Bauteil verschweißt. [30]

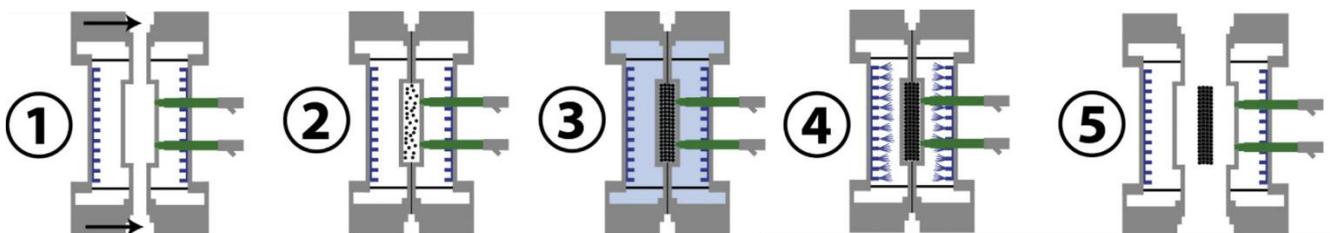


Abbildung 3.2: Schematische Darstellung des Dampfprozesses [30].

### Schritt 1: Schließen der Form

Im ersten Schritt wird die Form geschlossen. Die beiden Werkzeughälften bilden dann im Inneren eine Kavität als Negativ der gewünschten Bauteilgeometrie. Am Rand der Kavität sind Düsen angebracht, durch die der Dampf in Schritt 3 durchgeführt wird.

### Schritt 2: Befüllen der Form

Mittels Druckluft werden die vorgeschäumten Partikel in die Kavität befördert. Durch das Durchströmen der Kavität mit Druckluft wird eine homogene Verteilung der Partikel sichergestellt.

### Schritt 3: Verschweißen

Zunächst strömt der Dampf im Werkzeug parallel zur Kavität. Dabei wird die Luft zwischen den Partikeln verdrängt und das Werkzeug vorgewärmt (Abbildung 3.3-1). Danach wird der Dampf durch die Kavität geführt. Die Partikel verschweißen während diesem Prozess nach dem in Kapitel 2.5.2 beschriebenen Prinzip (Abbildung 3.3-2). Zuletzt wird durch Schließen der Dampfauslassdüsen ein Druck in der Kavität erzeugt, um eine Haut auf der Oberfläche des Bauteils zu erzeugen (Abbildung 3.3-3).

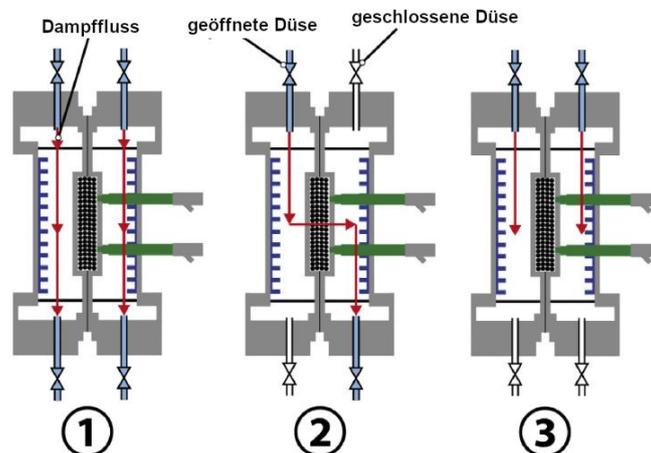


Abbildung 3.3: Dampffluss und Düsenkonfiguration während der Verschweißung [30].

### Schritt 4: Abkühlen

Nach dem Verschweißen wird die Form mit Wasser wieder heruntergekühlt, um Nachexpandieren oder Verformung des Bauteils beim Auswerfen zu vermeiden.

### Schritt 5: Auswurf des Bauteils

Ist das Bauteil und die Form hinreichend abgekühlt, wird die Form wieder geöffnet und das fertige Bauteil von mechanischen Auswerfern oder Druckluft aus der Form ausgestoßen.

Nach dem Auswerfen kann der Zyklus unmittelbar von vorne begonnen werden, um das nächste Bauteil zu erzeugen. Typische Zykluszeiten liegen zwischen 3 und 4 Minuten [31].

Der größte Nachteil des Dampfprozesses ist die Effizienz. Die meiste Energie des Dampfes geht beim Aufheizen der Form und Dampfkammer verloren und nur ein kleiner Teil wird in das Bauteil zur Verschweißung eingebracht. [29,30]

### 3.1.2.2 Radiofrequenzprozess (RF-Prozess)

Die Nutzung von Radiowellen (3 - 300 MHz [37]) zur Verschweißung von Partikeln ist eine relativ neue Methode zur Bauteilformung. Der entscheidende Vorteil gegenüber dem Dampfprozess ist die höhere Effizienz, da der Wärmeeintrag direkt in das Bauteil über Anregung durch Radio- bzw. Mikrowellen erfolgt. Somit entfällt sowohl das Aufheizen als auch das Abkühlen der Form vor bzw. nach dem Sintervorgang. Auch die aufwendige Peripherie, die zur Dampferzeugung notwendig ist, wird für den RF-Prozess nicht benötigt. [30]

Wie auch beim Dampfprozess werden vorgeschäumte Partikel in eine Form gefüllt. Die Form muss eine niedrige Mikrowellenabsorption und eine gute Wärmebeständigkeit aufweisen. Um Komplikationen beim Entformen der Bauteile zu vermeiden, sollte die Adhäsion zwischen Form und dem verwendeten Polymer möglichst gering sein. Als geeignetes Material für die Form hat sich PTFE herausgestellt [37]. An den beiden Formhälften sind Elektroden angebracht, die über einen Hochfrequenzgenerator ein elektromagnetisches Wechselfeld in der Kavität der Form erzeugen. Die Dipole des eingesetzten Materials richten sich in dem Feld aus und werden so durch das oszillierende Feld in Bewegung gesetzt, wodurch die Partikel erwärmt und, wie in Kapitel 2.5.2 beschrieben, verschweißt werden. Jedoch können nur Polymere direkt verschweißt werden, die im Spektrum der Radiowellen angeregt werden können. Für die Verschweißung nicht oder nur schlecht anregbarer Partikel kann für einen verbesserten Wärmeeintrag eine dielektrische Flüssigkeit als Wärmeleiter in die Form gegeben werden.[38]

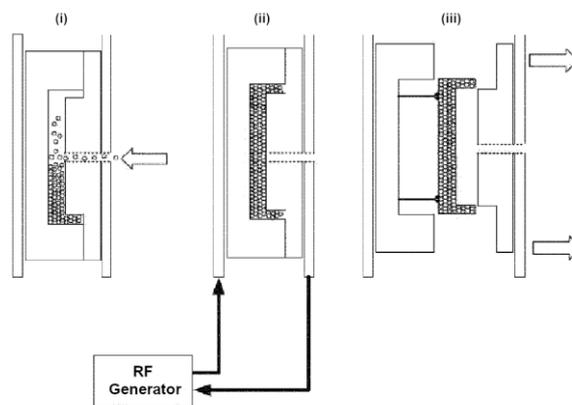


Abbildung 3.4: Schematischer Ablauf des Radiofrequenzprozesses [38].

## 3.2 Blendsysteme auf Basis von PLA

PLA bietet durch seine hohe Steifigkeit und biologische Abbaubarkeit zwar viele Einsatzmöglichkeiten, ist aber in reiner Form sehr spröde und weist nur eine geringe Wärmeformbeständigkeit auf. Durch Verwendung von geeigneten Polymeren als Blendpartner können allerdings diese Nachteile ausgeglichen werden. Abgesehen von PMMA Blends sind die meisten Polymere nicht mit PLA mischbar. [39]

Das Blenden von PLA mit PBS zur Herstellung von Partikelschäumen wurde bereits von Dörr (2022) untersucht. Die verwendeten Polymere waren PLA der Type Ingeo 8052D (4,5 % D-Isomeranteil) von NatureWorks und PBS Bionolle 1001 MD der Firma Showa Denko. Es wurde gezeigt, dass die beiden Polymere nicht mischbar sind aber dadurch, dass es sich bei beiden Polymeren um Polyester handelt, diese eine gewisse Affinität zueinander aufweisen. Weiter wurde bei den expandierbaren Partikeln gezeigt, dass sich auf der Partikeloberfläche vorwiegend PLA befindet und direkt darunter eine Schicht mit erhöhtem PBS Anteil. Während der Expansion fließt das PBS dann an die Oberfläche und benetzt diese. Eine hohe Verschweißungsgüte der Beads gelang erst ab einem PBS Anteil von 23 % auf der Oberfläche. [6]

## 4 Eigener Ansatz

### 4.1 Allgemeiner Ablauf

Zunächst wurden gasbeladene Partikel mit den gewünschten Blendanteilen mittels einer Extrusionsanlage mit Unterwassergranulierung hergestellt. Diese Granulate wurden anschließend in einem Heißdampfvorschäumer expandiert und auf ihre Verschweißbarkeit untersucht. Zur Analyse der Verschweißbarkeit wurden folgende Parameter ermittelt, von denen die Verschweißgüte abhängig ist:

- Blendanteile ( $X_{PLA}$ ,  $X_{PBS}$ )
- Anteile kristalliner Phasen in den vorgeschäumten Partikeln ( $X_C$ )
- Partikelform
- Nachschäumfähigkeit der expandierten Partikel bei der Verarbeitung
- Verarbeitungstemperatur
- Verarbeitungszeit

Die Partikel wurden dann über einen Radiofrequenzprozess zu generischen Bauteilen verschweißt, die auf ihre thermischen und mechanischen Eigenschaften untersucht wurden.

Die genauen Herstellungsprozesse, verwendeten Materialien und Charakterisierungsmethoden werden in den folgenden Abschnitten beschrieben.

### 4.2 Blendpartner

In diesem Teil der Arbeit werden zunächst die verwendeten Polymertypen und ihre charakteristischen Eigenschaften vorgestellt. Anschließend wird das Compounding der Versuchsreihen dargelegt.

#### 4.2.1 PLA

In der vorliegenden Arbeit wurde die PLA Type Ingeo 4032D von NatureWorks LLC verwendet. Diese Type besitzt mit 2,5 % einen niedrigen D-Milchsäure Anteil und ist dadurch hoch kristallisierbar. Höhere Kristallisationsgrade von PLA führen dabei zu höheren Ergebnissen bei HDT Untersuchungen [15].

Als Referenz wurde zusätzlich ein PLA/PLA Blend genutzt, der bereits erfolgreich am Fraunhofer ICT zur Schaumherstellung genutzt wird. Dieser Blend besteht zu gleichen Anteilen aus Ingeo 4032D und der PLA Type Luminy LX975 von TotalEnergies Corbion.

Versuche mit der reinen PLA 4032D Type werden fortlaufend auch als Versuchskampagne 1 bezeichnet und mit VK1 abgekürzt. Analog wird für den PLA/PLA Blend die Bezeichnung Versuchskampagne 2 oder VK2 verwendet.

## 4.2.2 PBS

Als Blendpartner für das PLA wurde PBS der Type BioPBS FD92 von PTT MCC Biochem Company Limited gewählt. Diese Type ist bio-basiert und wird aus Bernsteinsäure und 1,4-Butandiol polymerisiert. Der teilkristalline Polyester besitzt einen Glasübergang bei circa -45 °C und eine Schmelztemperatur von etwa 84 °C [40]. Mit dem niedrigeren Schmelzpunkt als bei der verwendeten PLA soll ein Doppelschmelzpeak im PLA/PBS Blend erzeugt werden, wodurch die Verschweißbarkeit der Schaumpartikel, wie in Kapitel 2.5.2.1 näher erläutert, verbessert werden soll. Dafür soll das PBS aufgeschmolzen und für die Verschweißung genutzt werden, während das PLA die Stabilität der Schaumpartikel gewährleisten soll.

## 4.2.3 Charakteristische Eigenschaften der eingesetzten Polymere

Tabelle 4.1: Charakteristische Eigenschaften der eingesetzten Polymere.

Eigenschaft	Einheit	PLA 4032D [41,42]	PLA LX975 [43]	PBS FD92 [44]
Glasübergang $T_g$	[°C]	59	60	-45
Schmelztemperatur $T_m$	[°C]	155 - 170	130	84
Dichte $\rho$	[g/cm <sup>3</sup> ]	1,24	1,24	1,24

## 4.2.4 Blendsysteme

Als Nukleierungsmittel wurde Talkum (Mistrocell L88 von Imerys) verwendet, um eine homogenere Schaumzellstruktur zu erreichen. Dafür wurde ein Masterbatch (fortlaufend als TalkMB bezeichnet) bestehend aus 4032D PLA und 20 % Talkum verwendet. Die genaue Zusammensetzung der Blends ist in Tabelle 4.2 und Tabelle 4.3 aufgeführt.

Tabelle 4.2: Compounding der ersten Versuchskampagne mit 4032D.

Bezeichnung	PLA 4032D [%]	PBS [%]	TalkMB [%]
Ref_VK1	98	0	2
10_VK1	88	10	2
20_VK1	78	20	2
30_VK1	68	30	2

Tabelle 4.3: Compounding der zweiten Versuchskampagne mit 4032D + LX975.

Bezeichnung	PLA 4032D + LX975 [%]	PBS [%]	TalkMB [%]
Ref_VK2	98	0	2
10_VK2	88	10	2
20_VK2	78	20	2
30_VK2	68	30	2

### 4.3 Partikelherstellung

Die expandierbaren Partikel wurden, wie in Kapitel 3.1.1.1 beschrieben durch eine Extrusion mit angeschlossener Unterwassergranulierung hergestellt. Für das Compundieren der Polymere wurde ein Doppelschneckenextruder der Firma Leistritz, Modell ZSE 27 iMAXX – 48D verwendet. Dem Extruder wurden die zuvor nach Herstellerangaben getrockneten Reinmaterialien über Dosierwagen zugeführt. Als Treibmittel wurde kontinuierlich 5 Gewichtsprozent iso-Butan in den Extruder injiziert. Die Schmelze wurde mit 165 °C durch eine Lochplatte mit einem Lochdurchmesser von 1,8 mm und einem Durchsatz von 15 kg/h in die angeschlossene Unterwassergranulierung extrudiert und dort von einem rotierenden Messer (Messergeschwindigkeit 5000 1/min) in Partikel geschnitten. Die Wassertemperatur betrug ca. 38 °C bei einem Druck von 8 bis 8,5 bar, um das Aufschäumen der Partikel zu vermeiden. Die Größendimension der hergestellten, expandierbaren Partikel liegt in etwa bei einem Durchmesser zwischen 2 mm und 3 mm.

Die Partikel wurden anschließend in einem Heißdampfvorschäumer der Firma Erlenbach Maschinen vom Typ EDVD – 150 aufgeschäumt und danach in einem Luftschtüttelbett stabilisiert. Es wurden mehrere Versuche durchgeführt und dafür jeweils 1,5 Liter expandierbare Partikel vorgeschäumt und dabei der Dampfdruck und die Dampfzeit variiert, um die Einstellung für die geringstmögliche Dichte zu finden. Die Partikel der VK1 wurden für die Herstellung der Bauteile 15 s lang bei 0,1 bar und ca. 100 °C aufgeschäumt. Die Partikel der VK2 30 s bei gleichem Dampfdruck und ca. 80 °C.

### 4.4 Bauteilformung mittels Radiofrequenzprozess

Da nicht nur bei der Materialauswahl auf Nachhaltigkeit geachtet werden sollte, wurde zur Versinterung der Partikel der energieeffizientere Radiofrequenzprozess gewählt. Hierfür wurde der WAVE FOAMER RF-C der Firma Kurtz GmbH verwendet. Als Werkzeug wurde eine Form zur Herstellung von Platten mit den Abmessungen 300 x 300 x 25 mm<sup>3</sup> (2,25 Liter) verwendet. Wie in Kapitel 2.5.1 beschrieben, begünstigt das Aufbringen einer Kraft das Wachstum des Kontakthalses zweier Partikel und verbessert somit auch die Verschweißungsgüte. Da, wie in den Kapiteln 5.2.1 und 5.3 beschrieben, die Nachexpansion der Partikel, mit Ausnahme der Ref\_VK2 Partikel, ausblieb, wurde die zur Verschweißung benötigte Kraft erzeugt, indem die Werkzeugform überfüllt wurde. Die Form wurde mit 4,5 Litern vorgeschäumter Partikel befüllt, was einer Überfüllung von 100 % entspricht. Beim Schließen des Werkzeuges werden dadurch die Partikel zusammengedrückt. Für einen besseren Wärmeeintrag in die Partikel wurden diese vor dem Einfüllen in die Form mit etwas Wasser besprüht. Zwischen den Elektroden des Werkzeuges wurde für die Verschweißung eine Spannung von 2,7 kV angelegt und die Partikel bei einer Frequenz von 27,12 MHz angeregt. Nach dem Verschweißvorgang verblieb die Werkzeugform zur Stabilisierung der Platten noch für einige Sekunden verschlossen. Nach dem Öffnen der Form werden die Platten über Auswerfer angehoben und können entnommen werden. Da sich nicht alle Partikel mit den gleichen Einstellungen verschweißen ließen, sind in Tabelle 4.4 die zugehörigen Prozessparameter gelistet. Mit den Partikeln Ref\_VK1 konnte keine Einstellung gefunden werden, bei der die Partikel miteinander Verschweißen, ohne zu kollabieren, weshalb aus diesen keine Platte herstellbar war. Auch die Formteile aus den 10\_VK1 Partikel wiesen nur eine sehr geringe Stabilität auf und sind bereits beim Ausstoßen aus dem Werkzeug zerbrochen.

Tabelle 4.4: Prozess- und Stabilisierungszeiten für das Verschweißen der Partikel im RF-Automat.

Partikelbezeichnung	Zeit [s]	Stabilisierung [s]
10_VK1	115	60
20_VK1	105	60
30_VK1	96	60
Ref_VK2	60	60
10_VK2	75	200
20_VK2	40	60
30_VK2	40	60

## 4.5 Charakterisierungsmethoden

In diesem Abschnitt der Arbeit werden die Methoden beschrieben, die zur Charakterisierung der Partikel und den daraus erzeugten Formteilen verwendet wurden. Dazu werden zunächst die kommerziellen und anschließend die neu entwickelten Charakterisierungsmethoden dargelegt.

### 4.5.1 Kommerzielle Charakterisierungsmethoden

#### 4.5.1.1 Dichtebestimmung durch Archimedisches Prinzip

Zur Bestimmung der Dichte eines Festkörpers lässt sich das Archimedische Prinzip anwenden. Dieses besagt, dass die Auftriebskraft eines in eine Flüssigkeit getauchten Körpers gerade der Gewichtskraft der verdrängten Flüssigkeitsmenge entspricht. Zur Dichtebestimmung werden zwei Wägungen mit demselben Prüfkörper durchgeführt. Zunächst wird das Gewicht an der Luft bestimmt und anschließend in einer Flüssigkeit. Ist die Dichte der Probe niedriger als die der Flüssigkeit (bei Wasser 1 g/cm<sup>3</sup>), geht das bestimmte Gewicht negativ in die Berechnung ein. Die Dichte der Probe lässt sich dann wie folgt berechnen:

$$\rho_{Probe} = \rho_{Flüssigkeit} * \frac{m_{Luft}}{m_{Luft} - m_{Wasser}} \quad \text{Formel 4-1}$$

mit

- $\rho_{Probe}$  = Dichte der Probe
- $\rho_{Flüssigkeit}$  = Dichte der Messflüssigkeit
- $m_{Luft}$  = Gewicht der Probe in Luft
- $m_{Flüssigkeit}$  = Gewicht der Probe

[45]

Die Dichten von expandierbaren und expandierten Partikeln sowie der Platten wurden nach dem Archimedischen Prinzip und der DIN EN ISO 1183 bestimmt. Dazu wurde der in Abbildung 4.1 dargestellte Messaufbau verwendet. Alle Messungen wurden drei Mal durchgeführt und die Werte gemittelt. Bei den Formteilen wurden die Proben an verschiedenen Stellen der Platte entnommen, um den Einfluss eventueller lokaler Dichteunterschiede zu minimieren. Aus dem Verhältnis der Dichten von expandierbaren und expandierten Partikeln zueinander lässt sich eine Aussage über die Aufschäumfähigkeit der Partikel treffen.



Abbildung 4.1: Messaufbau zur Dichtebestimmung (eigene Aufnahme).

#### 4.5.1.2 REM

Mit dem Rasterelektronenmikroskop werden Bilder von Oberflächen mit sehr hohen Auflösungen und Vergrößerungen mit Hilfe eines Elektronenstrahls erzeugt. Der Elektronenstrahl, auch Primärelektronenstrahl genannt, wird über elektromagnetische Linsen fokussiert und damit die Oberfläche der Probe punktweise nacheinander rasterartig bestrahlt. Die Probe befindet sich in einer Vakuumkammer, um Wechselwirkungen der Elektronen mit Luftmolekülen zu verhindern. Mit einem REM können Punktauflösungen von bis zu  $0,005 \mu\text{m}$  erreicht werden. Gleichzeitig ist die Schärfentiefe etwa 100 bis 800 mal besser verglichen mit der Lichtmikroskopie. Das Bild des REM wird rein elektronisch durch Detektion von Sekundär- und Rückstreuelektronen generiert. Sekundärelektronen können entstehen, wenn der Primärstrahl mit den Elektronenhüllen der Atome der Probe wechselwirkt. Der Primärstrahl gibt dann einen Teil seiner Energie ab, wodurch Elektronen aus den äußeren Schalen rausgelöst werden. Diese Sekundärelektronen sind energiearm und werden deshalb durch eine angelegte Spannung zwischen dem Detektor und der Probe beschleunigt. Rückstreuelektronen entstehen durch Abprallen von Primärelektronen an Atomkernen. Diese Elektronen verlieren dabei nur einen kleinen Teil ihrer Energie. Durch die Anzahl der vom Detektor eingefangenen Sekundär- und Rückstreuelektronen wird ein elektrisches Signal erzeugt, durch das ein schwarzweißes Bild generiert wird. Höhere Punkte der Probe erscheinen im Bild heller, da durch den geringen Abstand zum Detektor mehr Elektronen diesen erreichen als Elektronen, die in einer Vertiefung emittiert oder reflektiert werden.

Damit eine REM Aufnahme gemacht werden kann, müssen die Proben elektrisch leitfähig sein oder durch Aufbringen einer dünnen leitfähigen Schicht präpariert werden. Diese Schicht kann beispielsweise aus Gold oder Grafit bestehen. [46]

### 4.5.1.3 DSC

Die dynamische Differenzkalometrie (engl. Differential scanning calorimetry) wird zur Bestimmung thermischer Eigenschaften von Polymeren verwendet. Durch Messung von Enthalpieänderungen können Phasenübergänge sichtbar gemacht werden. Für die Messung wird die Probe sowie eine Referenzprobe in einer temperierten Kammer erhitzt bzw. abgekühlt. Die Temperatur der beiden Proben wird dabei kontinuierlich über zwei wärmeleitende Metallscheiben gemessen und deren Temperaturdifferenz bestimmt. Solange die beiden Proben dem Temperaturverlauf im Ofen gleichermaßen folgen, ist deren Temperaturdifferenz konstant. Wenn die Probe eine physikalische oder chemische Umwandlung durchmacht, muss entweder Wärme aufgebracht werden (endotherm) oder sie entsteht (exotherm). Im endothermen Fall hängt der Verlauf der Proben- von der Referenztemperatur nach bzw. im exothermen Fall steigt sie schneller. Ein exothermer Vorgang ist die Kristallisation, bei der die Enthalpie der Probe sinkt. Dies ist im DSC-Diagramm (Abbildung 4.2) als positiver Peak zu erkennen. Negative Peaks deuten auf endotherme Vorgänge hin, die beim Aufschmelzen oder bei einem Glasübergang zu beobachten sind. [47]

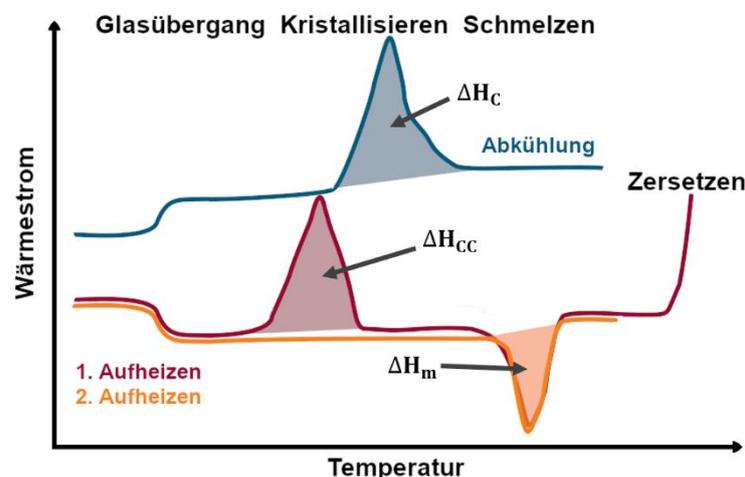


Abbildung 4.2: Beispielhaftes DSC-Diagramm (eigene Darstellung nach [47] und [42]).

Mittels der DSC können Werkstoffe identifiziert, Verunreinigungen detektiert, die thermische Vorgeschichte analysiert und Kristallinitäten bestimmt werden. Die Kristallinität lässt sich durch folgende Formel berechnen:

$$X_C = \frac{\Delta H}{\Delta H_{m,0}} * 100[\%] \quad \text{Formel 4-2}$$

Wobei  $\Delta H = \Delta H_m - \Delta H_{CC}$  bei der Heizkurve und  $\Delta H = \Delta H_C$  bei der Abkühlkurve

mit

- $X_C$  = Kristallisationsgrad in %
- $\Delta H$  = gemessene Schmelzenthalpie
- $\Delta H_m$  = endotherme Enthalpie durch Kristallisation vor Schmelzen
- $\Delta H_{CC}$  = exotherme Enthalpie durch Kristallisation vor Schmelzen
- $\Delta H_C$  = Kristallisationsenthalpie beim Abkühlen
- $\Delta H_{m,0}$  = Schmelzenthalpie einer 100 % kristallinen Probe (Literaturwert)

Für die Bestimmung der Kristallinitäten von PLA wird die Schmelzenthalpie  $\Delta H_{m,0,PLA} = 93 \text{ J/g}$  verwendet [48].

Bei DSC Analysen wird in der Regel zwei Mal aufgeheizt und dazwischen abgekühlt. Bei der ersten Aufheizung kann der Kurvenverlauf noch durch die thermische Vorgeschichte des Materials beeinflusst werden. Mit der zweiten Aufheizung werden Materialkennwerte bestimmt. [42,47]

Für die Diffusionsverschweißung der Partikel und der erreichbaren Wärmeformbeständigkeit der Bauteile spielen die thermischen Eigenschaften und die Kristallisationsgrade der expandierten Partikel eine wichtige Rolle. Um die Partikel hinsichtlich dieser Eigenschaften zu charakterisieren wurden DSC Messungen durchgeführt. Hierfür wurde eine DSC Messanlage der Firma Mettler Toledo verwendet. Da die Eigenschaften der expandierten Partikel untersucht werden sollten und somit auch der Einfluss der thermischen Vorgeschichte durch die Extrusion und das Vorschäumen eine Rolle spielen, wurde nur die erste Aufheizkurve betrachtet. Die Analyse wurde bei  $20 \text{ °C}$  begonnen und mit einer Heizrate von  $10 \text{ K/min}$  bis  $200 \text{ °C}$  ausgewertet. Alle Proben wurden zweimal analysiert und zur Auswertung der Mittelwert der Messungen genutzt.

#### 4.5.1.4 XRD

Durch Röntgenbeugung (engl. **X-ray diffraction**) kann zerstörungsfrei der Kristallinitätsgrad eines Materials bestimmt werden. Dabei werden sich Wechselwirkungen zwischen Atomen und den Röntgenstrahlen zunutze gemacht. Kristallin angeordnete atomare Strukturen beugen einfallende Röntgenstrahlen mit dem Beugungswinkel  $\theta$ . Dabei gilt die Bragg-Gleichung:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad \text{Formel 4-3}$$

mit

- $n$  = Ordnung des Beugungswinkels
- $\lambda$  = Wellenlänge
- $d$  = Netzebenenabstand
- $\theta$  = Beugungswinkel

Zur Analyse wird die Probe unter verschiedenen Winkeln von einem Röntgenstrahlemittel bestrahlt. Ein symmetrisch dazu angebrachter Detektor misst die Strahlungsintensität für die unterschiedlichen Winkel (s. Abbildung 4.3). Treffen die einfallenden Röntgenstrahlen in einem Winkel, der die Bragg-Gleichung erfüllt, auf eine Kristallstruktur, werden diese reflektiert und vom Detektor als Intensitätspeaks erfasst. Die vom Detektor gemessenen Intensitäten werden im Diffraktogramm über den  $2\theta$  Winkel aufgetragen. Die Kristallinität der Probe wird aus dem Diffraktogramm über das Verhältnis der Peakflächen zur Grundfläche, die durch ungerichtete Strahlung entsteht, bestimmt. [49]

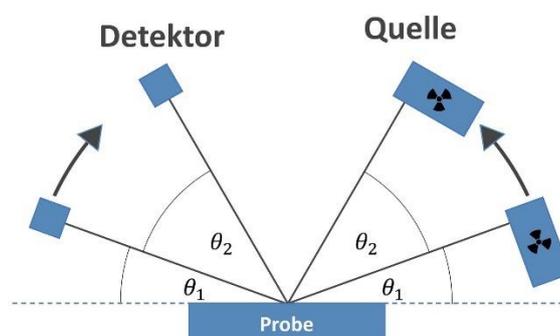


Abbildung 4.3: Prinzipieller Aufbau der XRD Messeinrichtung [50].

#### 4.5.1.5 TMA

Die thermomechanische Analyse (kurz TMA) ist eine häufig verwendete Methode zur Charakterisierung von Polymeren. Mit ihr kann das temperaturabhängige Ausdehnungsverhalten von Werkstoffen untersucht werden. Die Messungen werden typischerweise durchgeführt, indem ein kleiner Probekörper des Polymers in die TMA-Vorrichtung (Abbildung 4.4) eingesetzt wird. Die Temperatur wird dann kontrolliert erhöht oder gesenkt, während über einen aufliegenden Quarzglasstempel eine konstante, geringe Kraft aufgebracht und die Ausdehnung des Probekörpers gemessen wird. Die gemessene Ausdehnungskurve wird durch die aufgebrachte Kraft zusätzlich zur thermischen Ausdehnung auch durch die belastungsabhängige Verformung beeinflusst. Durch die kontinuierliche Aufzeichnung der Ausdehnung in Abhängigkeit der Temperatur kann der Längenausdehnungskoeffizient  $\alpha$  bestimmt werden. Da sich beim Glasübergang von Polymeren ihre physikalischen Eigenschaften ändern, ist auch eine Bestimmung von  $T_g$  durch eine TMA möglich. [47]

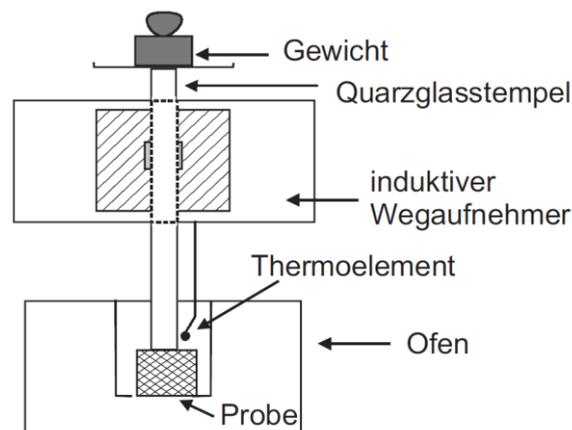


Abbildung 4.4: Schematische Darstellung einer TMA Apparatur [47].

In dieser Arbeit wurden thermomechanische Analysen mit der TMA/SS6000 der Firma Seiko Instruments Inc. zur Untersuchung der Nachexpansion von vorgeschäumten Partikeln durchgeführt. Die Partikel wurden dabei mit einer konstanten Heizrate von 1 K/min von Raumtemperatur auf 130 °C aufgeheizt. Vom Quarzglasstempel wurde eine Kraft von 0,02 N auf die Probe ausgeübt.

#### 4.5.1.6 Querzugversuch

Querzugversuche werden zur Bestimmung der Zugfestigkeit einer Probe senkrecht zur Plattenebene verwendet.

Ein Probekörper wird durch Kleben zwischen zwei steifen Platten oder Blöcken befestigt. Durch das Aufbringen des Klebers dürfen die Oberflächenschichten der Probe weder verstärkt noch beschädigt werden. Hierbei ist zu beachten, dass keine Heißkleber oder lösemittelhaltige Kleber verwendet werden, die nicht mit der Probe verträglich sind. Die steifen Platten oder Blöcke werden dann mittels einer Zusatzvorrichtung (Abbildung 4.5) so in der Zugprüfmaschine befestigt, dass sie sich selbständig ausrichten. Ungleichmäßige Verteilungen der Zugspannung werden so vermieden.

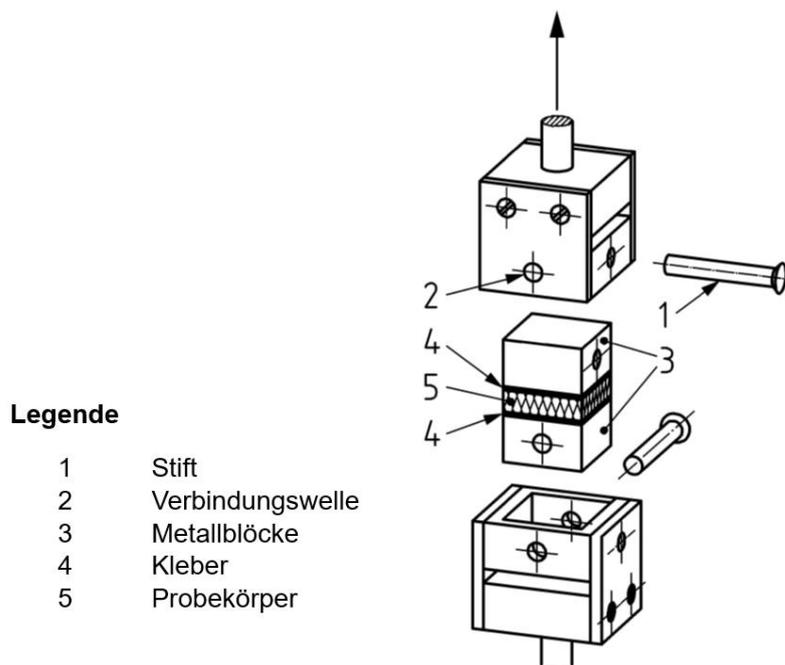


Abbildung 4.5: Vorrichtung zur Befestigung von Probekörpern für den Querzugversuch [51].

Die Prüfkraft wird von der Zugprüfmaschine aufgebracht und gemessen. Die Geschwindigkeit, mit der die beiden Halterungen auseinandergezogen werden, ist konstant. Die Zugfestigkeit  $\sigma_{mt}$  wird durch Ermitteln der größten Zugkraft senkrecht zur Oberfläche der Probe und Division dieser Kraft durch die Probenquerschnittsfläche bestimmt. [51]

Die Zugfestigkeiten der Platten wurden in dieser Arbeit nach DIN EN 1607 ermittelt. Dafür wurden von den Formteilen je Blendzusammensetzung und Dichte fünf Proben der Kantenlänge  $50 \times 50 \times 25 \text{ mm}^3$  geprüft. Die Proben wurden mit einer Bandsäge zugesägt. Um Messvarianzen durch Schaumhäute oder schlechte Verschweißgüte am Rand auszuschließen, wurden die Randbereiche der Platten entfernt.

## 4.5.2 Eigene Charakterisierungsmethoden

Neben den kommerziellen Charakterisierungsmethoden, wie der TMA, DSC oder den Querkzugversuchen, wurden zwei weitere Methoden zur Untersuchung der Eigenschaften entwickelt. Das Ergebnis waren ein Einzelbeadverschweißungsverfahren zur Untersuchung der Verschweißungsgüte einzelner Beads, sowie ein 3-Punkt-Biegeversuch unter dem Einfluss steigender Temperaturen zur Charakterisierung von Verschweißungsgüte und Wärmeformbeständigkeit eines exemplarischen Bauteils.

Beide Methoden werden in den folgenden beiden Abschnitten näher beschrieben.

### 4.5.2.1 Einzelbeadverschweißung

Um Material einzusparen, wurde eine Methode entwickelt, die es erlaubt zwei einzelne vorgeschäumte Beads miteinander zu verschweißen. In diesen Vorversuchen konnten mögliche Einstellungsparameter für die Formteilherstellung abgeschätzt, sowie erste Rückschlüsse auf die Verschweißungsgüte der Beads gezogen werden.

#### Versuchsaufbau

Der Versuchsaufbau (s. Abbildung 4.6) besteht aus einer thermisch isolierten Kammer, die mithilfe eines Infrarot Strahlers durch eine Öffnung an der oberen Seite der Kammer beheizt werden kann. Bei dem Strahler handelt es sich um einen Optron IR-Spot mit einer Leistung von 150 W, dessen Heizleistung über einen Leistungssteller stufenlos eingestellt wird. Der IR-Strahler hat im Abstand von 50 mm seinen Fokuspunkt mit einem Durchmesser von 10 mm. Im Fokuspunkt werden über ein mittels Venturidüsen erzeugtes Vakuum, zwei Schaumbeads fixiert und durch Federn gegeneinandergesprengt. Die Vorspannkraft der Federn kann außerhalb der Kammer mit Hilfe zweier Stellschrauben eingestellt werden. Somit kann der Anpressdruck variiert und der Aufbau für verschiedene Partikelgrößen angepasst werden. Zur Kontrolle der Temperatur wird ein Thermoelement an den beiden Beads angebracht. Darüber hinaus kann der Verschweißprozess, über eine seitlich angebrachte Mikroskop-Kamera durch ein kleines Fenster in der Kammer beobachtet werden.

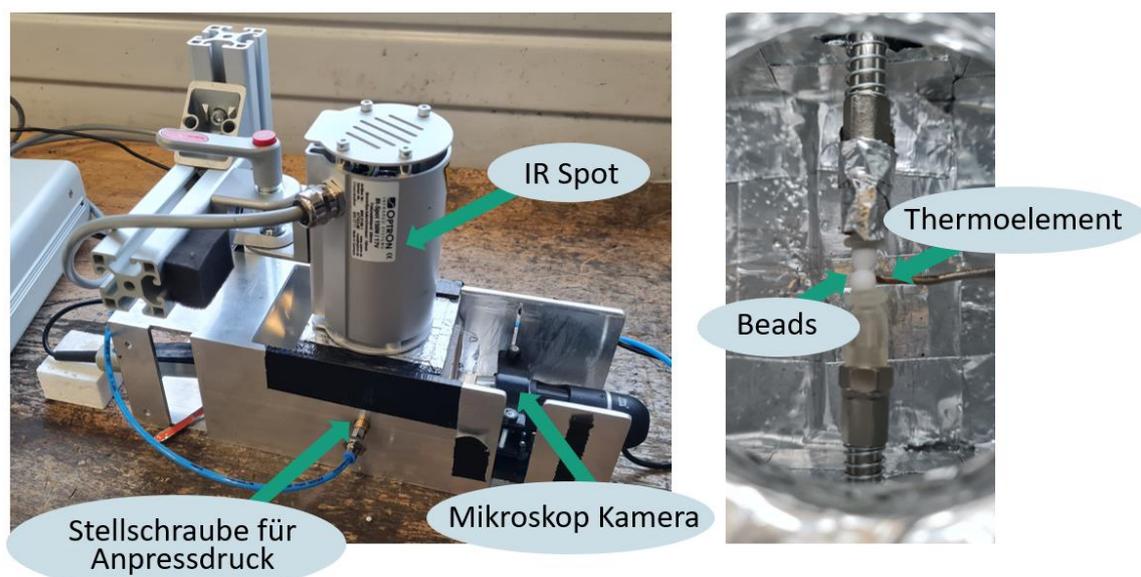


Abbildung 4.6: Versuchsaufbau für die Einzelbeadverschweißung (links) und Kammer mit zwei eingespannten Beads (rechts).

### Versuchsdurchführung

Über den IR-Strahler werden die Beads bis zu einer gewünschten Temperatur aufgeheizt und anschließend bei dieser Temperatur für eine vorgegebene Zeit gehalten. Sollte über die Kamera bereits vor Ablauf dieser Zeit das Einfallen der Beads beobachtet werden, wird dieser Versuch vorzeitig abgebrochen. Nach Abbruch des Versuches oder Erreichen der Temperierzeit wird der IR-Spot abgeschaltet und die Kammer bis auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Vakuumsaugung wird dann über ein Absperrventil abgestellt und die Beads zur Auswertung entnommen.

### Auswertung

Ein Versuch gilt als fehlgeschlagen, wenn die Partikel nicht miteinander verschweißt wurden oder während des Prozesses ihre strukturelle Stabilität verloren haben und eingefallen sind. In diesen Fällen müssen die Parameter Temperierzeit und Temperatur angepasst werden. Bei eingefallenen Beads wird die Temperatur oder die Dauer der Bestrahlung abgesenkt. Sind die Partikel nicht oder nur schlecht verschweißt, wird die Temperatur oder die Dauer erhöht.

Erfolgreich verschweißte Beads werden zur genaueren Untersuchung unter dem REM betrachtet. Hierfür werden zwei Beadpaare mit den gleichen Einstellungen hergestellt. Ein Paar wird auseinandergebrochen und die Bruchfläche auf Ausrisse an der Partikelhaut untersucht. Das zweite Paar wird mit einer scharfen Rasierklinge halbiert, damit die Interdiffusionszone im Querschnitt betrachtet werden kann. Die so präparierten Beads werden wie in Abbildung 4.7 dargestellt auf einem REM Probenhalter platziert.

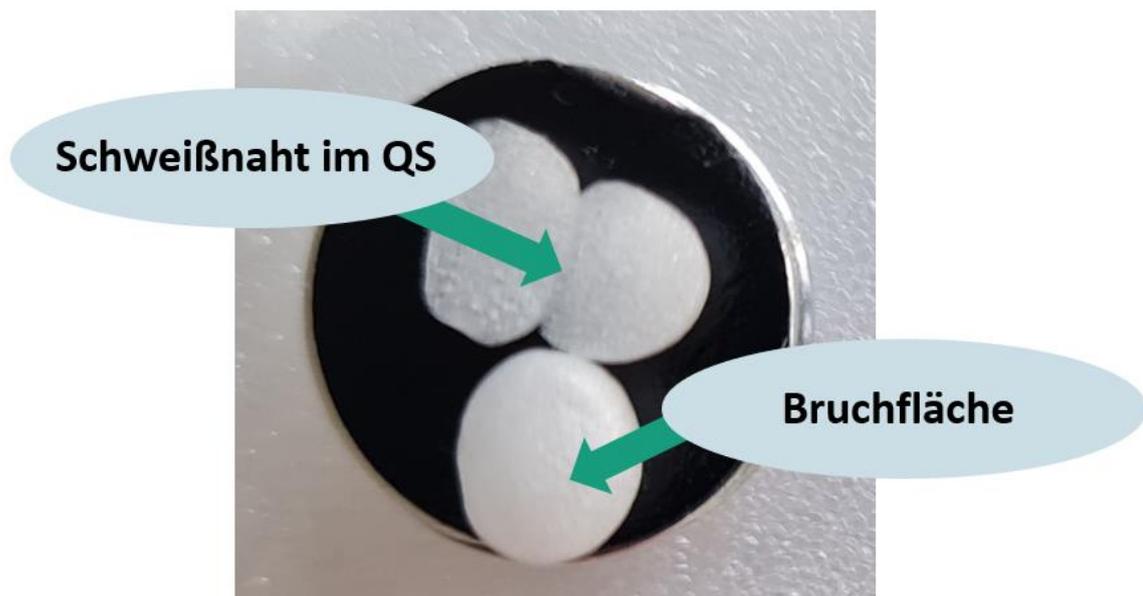


Abbildung 4.7: Partikel aus der Einzelbeadverschweißung auf einem REM Probenhalter.

#### 4.5.2.2 Wärmeformbeständigkeit unter konstanter Last

Da es zur Untersuchung der Wärmeformbeständigkeit von geschäumten Polymerbauteilen noch keine gängige und einheitliche Charakterisierungsmethode gibt, wurde hierfür eine eigene Methode entwickelt. Die Methode ist an die HDT-Prüfung (DIN EN ISO 75-1) angelehnt, jedoch an einigen Stellen angepasst und abgeändert worden, da es sich hierbei um eine Methode zur Bestimmung der heat deflection temperature von nichtgeschäumten, polymeren Werkstoffen handelt.

### Versuchsaufbau

Der Versuchsaufbau ist ähnlich zu einem regulären 3-Punkt-Biege Aufbau. Die beiden Auflagepunkte liegen 180 mm voneinander entfernt. In der Mitte der beiden Auflagepunkte kann von oben ein Stempel abgesenkt werden. Der Stempel kann an seinem oberen Ende mit Gewichten beaufschlagt werden, um durch eine konstante Last eine Biegespannung zu erzeugen. In Vorversuchen mit Polystyrolschäumen wurden verschiedene Gewichte getestet und das Gesamtgewicht des Stempels inklusive der Gewichte auf 300 g festgelegt. An dem Stempel ist zusätzlich ein Zeiger angebracht, mit dessen Hilfe die Durchbiegung der Probe anhand einer Messskala abgelesen werden kann. Die Starttemperatur wurde auf 50 °C festgelegt, da bei der geringen Last und unterhalb des Glasüberganges von PLA bei ca. 63 °C nur eine sehr geringe Durchbiegung erwartet wird.

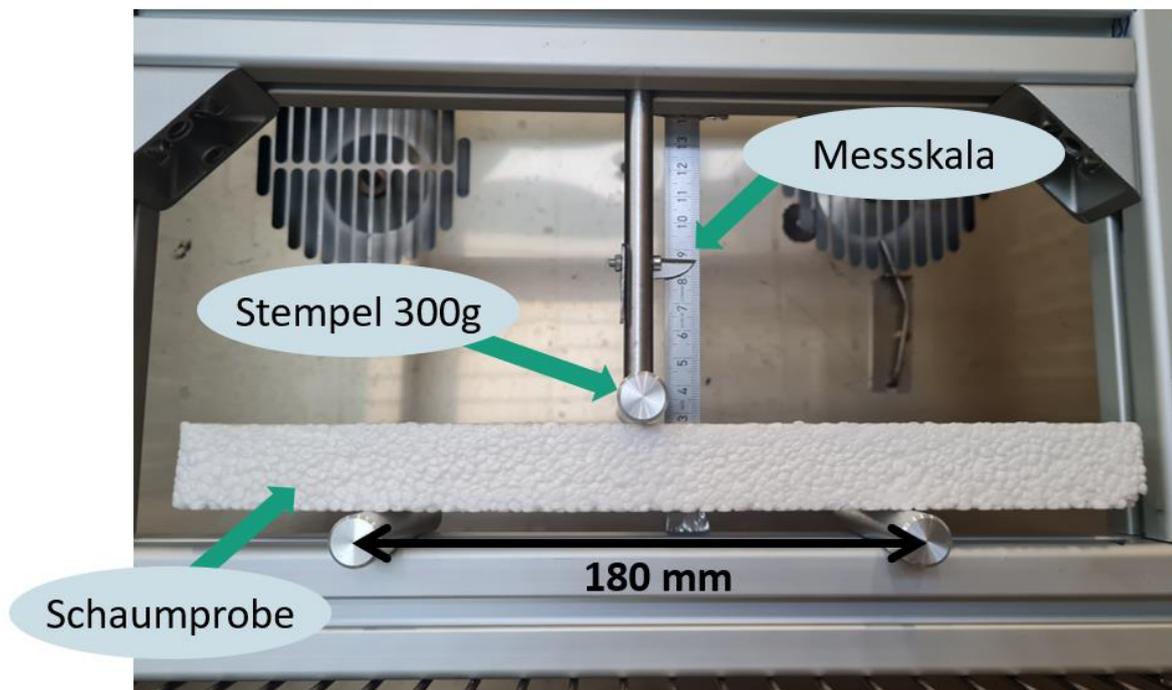


Abbildung 4.8: Versuchsaufbau des 3-Punkt-Biege Versuches.

### Versuchsdurchführung

Der gesamte Aufbau wird in einen Ofen gestellt und anschließend auf 50 °C vorgeheizt, sodass der Aufbau bei jedem Versuch die gleiche Temperatur vorweist. Anschließend werden die Proben mit den Maßen 300 x 50 x 25 mm<sup>3</sup> so eingelegt, dass der Stempel später auf der Probenmitte aufliegt. Die Ausgangslage wird dokumentiert und anschließend der Stempel auf die Probe abgesenkt. Die Temperatur wird dann bei 50 °C für 30 Minuten gehalten. Nach den 30 Minuten wird die Durchbiegung aufgezeichnet und die Temperatur um 10 °C erhöht. Die letzten beiden Schritte werden nun bis zum Versagen der Probe oder Erreichen von 100 °C wiederholt. Eine Probe kann durch Zerbrechen oder durch Erreichen der maximalen Durchbiegung und Aufliegen auf dem unteren Rahmen versagen. Die maximale Durchbiegung ist durch den Versuchsaufbau vorgegeben und wird bei 10 mm erreicht.

## 5 Ergebnisse und Diskussion

### 5.1 Kristallinitätsuntersuchung

In Abbildung 5.1 sind die DSC Messkurven vorgeschäumter Partikel aus PLA 4032D der VK1 (links) bzw. dem PLA/PLA Blend der VK2 (rechts) zu sehen. Durch Auswertung der Kurven nach Formel 4-2 ergeben sich folgende Kristallinitäten:

$$X_{c,Ref\_VK1} = 27,6 \%$$

$$X_{c,Ref\_VK2} = 4,0 \%$$

Auffallend dabei ist, dass keine Kaltkristallisation der VK1 Partikel zu beobachten ist. Daraus lässt sich schließen, dass die Partikel bereits im Herstellungs- und Vorschäumprozess sehr weit auskristallisieren.

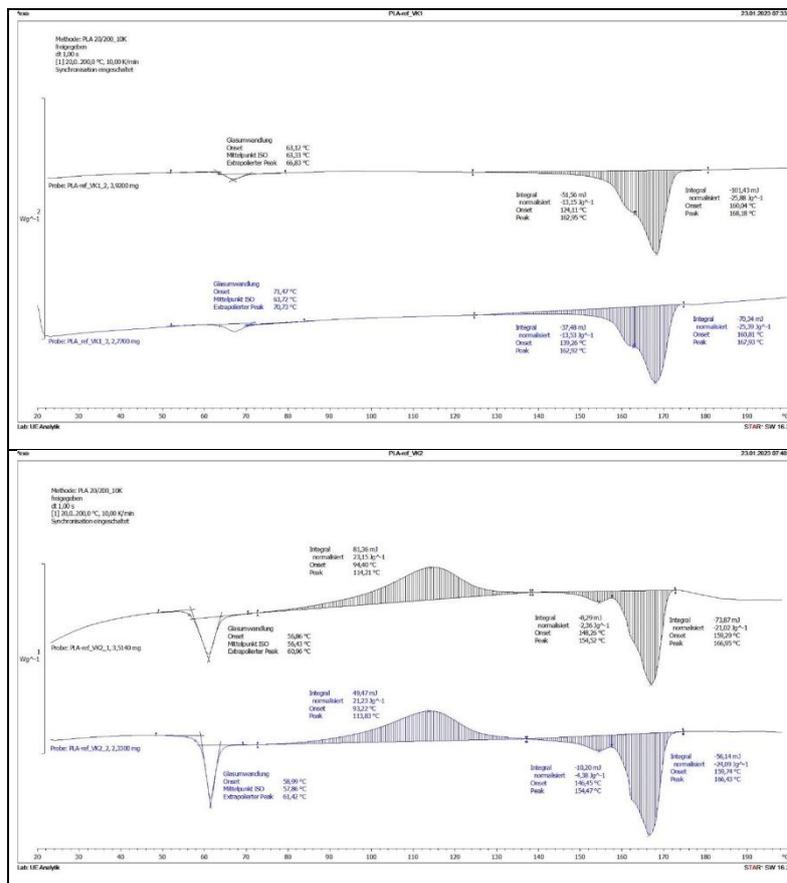


Abbildung 5.1: DSC Kurven von expandierten Partikeln Ref\_VK1 (oben) und Ref\_VK2 (unten).

Da sich der Bereich einer möglichen Kaltkristallisation der PLA mit dem Schmelzbereich des PBS überlagert (ca. 70 °C bis 100 °C) ist bei den Blends eine genaue Bestimmung der Kristallinität durch die DSC nicht möglich. Da im DSC Verlauf der endotherme Schmelzprozess einen eventuellen Peak durch die exotherme Kaltkristallisation nicht sichtbar macht oder diesen zumindest abschwächt, ist die bestimmte Kristallisationsenthalpie  $\Delta H_{CC}$  fehlerbehaftet. Beispielhaft kann die Überlagerung in Abbildung 5.2 für Partikel der zweiten Versuchskampagne mit 30 % PBS Anteil erkannt werden. Im Temperaturbereich von 70 °C bis 120 °C bildet sich eine Schulter im Thermogramm und der Wechsel von endotherm zu exotherm ist bei ca. 90 °C zu erkennen. Durch die Überlagerung ist hier der für  $\Delta H_{CC}$  bestimmte Wert zu niedrig und damit der berechnete Kristallisationsgrad zu hoch.

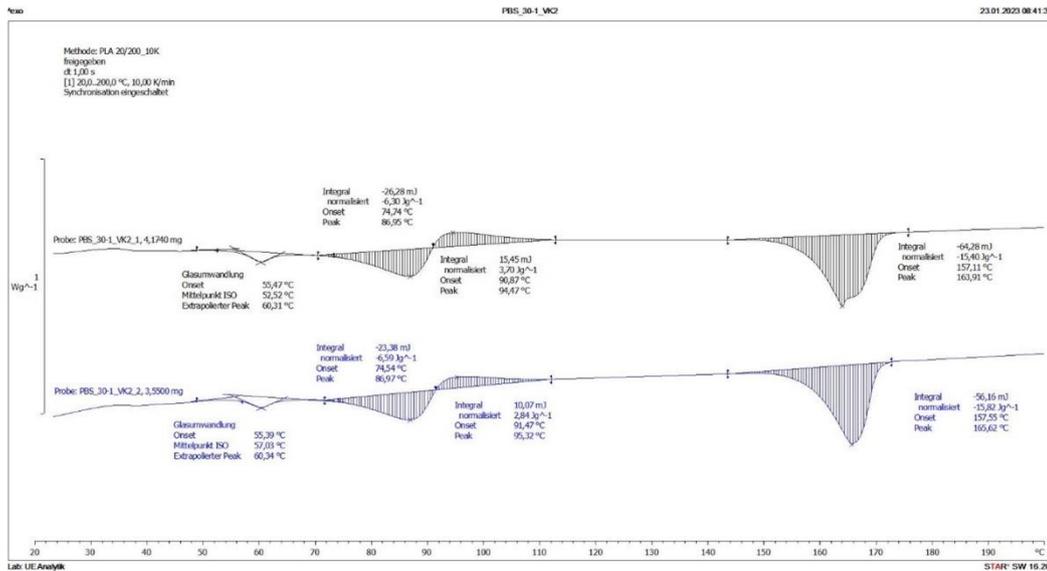


Abbildung 5.2: DSC Kurven von expandiertem 30\_VK2 Partikel.

Um dennoch den Anteil kristalliner Phasen zu bestimmen, wurden die Blends zusätzlich mittels Röntgenbeugung analysiert. Das Diffraktogramm in Abbildung 5.3 zeigt beispielhaft den Verlauf der detektierten Intensitäten der rückgestrahlten Röntgenstrahlen in Abhängigkeit des Winkels zwischen Strahlquelle und Probe für einige Proben. Die Peaks im Diagramm deuten auf kristalline Strukturen hin. Die Fläche unterhalb der gestrichelten Linien spiegelt die Rückstrahlung durch amorphe Phasen wider. Durch das Verhältnis der Flächen der Peaks und der amorphen Phasen zueinander kann die Kristallinität bestimmt werden.

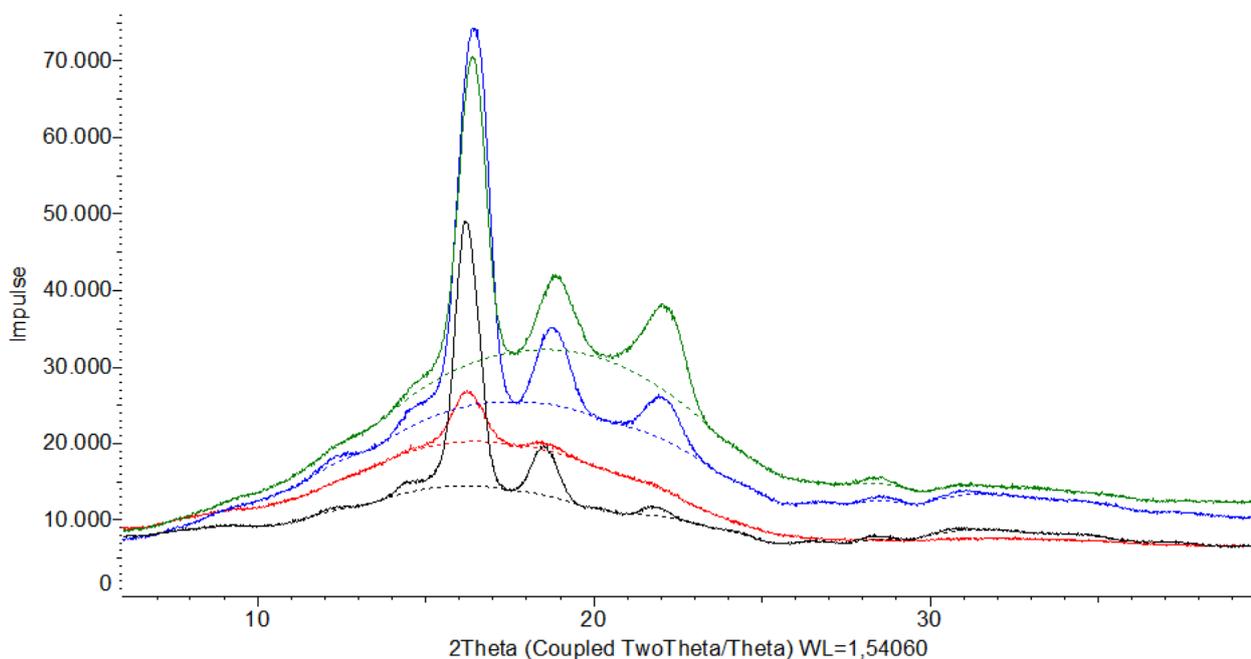


Abbildung 5.3: Diffraktogramm der expandierten Partikeln: Ref\_VK1 (schwarz), 10\_VK2 (rot), 20\_VK1 (blau) und 30\_VK2 (grün).

Insgesamt ergeben sich damit die in Tabelle 5.1 gegebenen Werte für den Anteil kristalliner Phasen.

Tabelle 5.1: Durch DSC und XRD bestimmte Kristallinitäten.

VK 1			VK 2		
Blend	X <sub>c</sub> [%] (XRD)	X <sub>c</sub> [%] (DSC)	Blend	X <sub>c</sub> [%] (XRD)	X <sub>c</sub> [%] (DSC)
Ref_VK1	26,4	27,6	Ref_VK2	3	4
10_VK1	18,6	36,5	10_VK2	8,3	14,4
20_VK1	19,2	35	20_VK2	7,9	8,7
30_VK1	19,7	28,2	30_VK2	10	15,7

Wie bereits vermutet stimmen die durch DSC bestimmten Kristallisationsgrade nicht mit den Messungen durch Röntgenbeugung überein. Durch fehlende Berücksichtigung von  $\Delta H_{CC}$  sind die berechneten Kristallisationsgrade höher als der tatsächliche Wert. Insgesamt wird erkenntlich, dass die Partikel der ersten Versuchskampagne deutlich höhere Kristallinitäten aufweisen als die der zweiten, was durch die Verwendung von der PLA Type LX975 zu erklären ist. Diese Type hat mit 12 % einen höheren D-Lactid Anteil, der die Bildung von Kristallstrukturen erschwert.

Vergleicht man die Kristallisationsgrade von unterschiedlich weit aufgeschäumten Partikeln (Tabelle 5.2) ist zu erkennen, dass Partikel mit niedrigeren Dichten dazu neigen, einen höheren Anteil kristalliner Phasen zu bilden. Es ist zu vermuten, dass während des Vorschäumens eine Kristallisation stattfindet, die zum einen aufgrund der vorherrschenden Temperaturen während des Prozesses und zum anderen durch Strecken der Molekülketten durch die Expansion induziert wird.

Tabelle 5.2: Mittels XRD bestimmte Kristallinität von Proben mit 30 % PBS Anteil mit verschiedenen Dichten.

Blend	X <sub>c</sub> [%] (XRD)
30_VK1 niedrige Dichte	19,2
30_VK1 hohe Dichte	14,7
30_VK2 niedrige Dichte	11
30_VK2 hohe Dichte	10

## 5.2 Partikel und Schäumverhalten

### 5.2.1 Grundcharakterisierung der Partikel

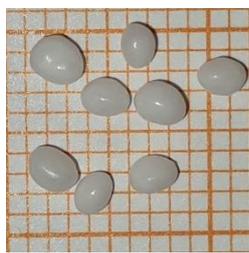
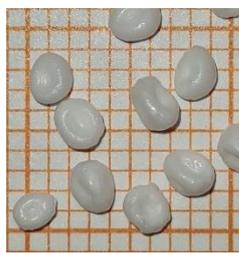
Zunächst werden die hergestellten, expandierbaren und vorgeschäumten Partikel charakterisiert. Dazu sind in Tabelle 5.3 und Tabelle 5.4 expandierbare und vorgeschäumte Partikel aller Blendkombinationen abgebildet und deren zugehörige Dichten angegeben. Ebenfalls können die Dichtereduzierungen, die beim Vorschäumen maximal möglich waren, den beiden Tabellen entnommen werden.

Tabelle 5.3: Gasbeladene und vorgeschäumte VK1 Partikel mit zugehörigen Dichten und maximaler Dichtereduktion.

Bezeichnung	Ref_VK1	10_VK1	20_VK1	30_VK1
gasbeladene Partikel				
Dichte [g/L]	492	609	487,7	612,7
vorgeschäumte Partikel				
Dichte [g/L]	68,8	103	145,7	169
Dichtereduktion	86 %	76,1 %	59,3 %	64,1 %

Bei allen expandierbaren Partikeln bilden sich ab einem PBS Anteil von 20 % Eindellungen auf der Partikeloberfläche, wobei diese bei 30 % PBS Anteil deutlich ausgeprägter auftreten. Bei den Partikeln der ersten Versuchskampagne und den Partikeln 30\_VK2 verbleiben diese Eindellungen auch nach dem Vorschäumen, während bei der Expansion der Partikel 20\_VK2 die Eindellung verschwindet. Das hängt vermutlich mit der besseren Aufschäumbarkeit der Partikel der zweiten Versuchskampagne zusammen. Während bei den reinen PLA Proben in beiden Versuchsreihen eine ähnlich große Dichtereduktion erreichbar ist, sinkt diese bei Zugabe von PBS in VK1. Dieser Effekt könnte durch die höhere Kristallinität der Partikel der VK1 begründet sein. Um eine für das Aufschäumen ausreichende Kettenbewegung zu erreichen, sind bei den höher kristallinen Partikeln höhere Temperaturen im Dampfvorschäumer notwendig. Jedoch ist die Temperatur durch das Aufschmelzen des PBS limitiert, da die Schaumzellen dann kollabieren.

Tabelle 5.4: Gasbeladene und vorgeschäumte VK1 Partikel mit zugehörigen Dichten und maximaler Dichtereduktion.

Bezeichnung	Ref_VK2	10_VK2	20_VK2	30_VK2
gasbeladene Partikel				
Dichte [g/L]	610	604,33	646,67	769,33
vorgeschäumte Partikel				
Dichte [g/L]	75,33	59,67	66,67	120,33
Dichtereduktion	87,65 %	90,13 %	89,67 %	84,36 %

### 5.2.2 Nachexpansion der Partikel

Zur Untersuchung der Nachexpansionsfähigkeit wurden die vorgeschäumten Beads mittels einer TMA untersucht. Die Längenausdehnungsverläufe der Beads in Abhängigkeit der Temperatur sind in Abbildung 5.4 und Abbildung 5.5 zusammengefasst.

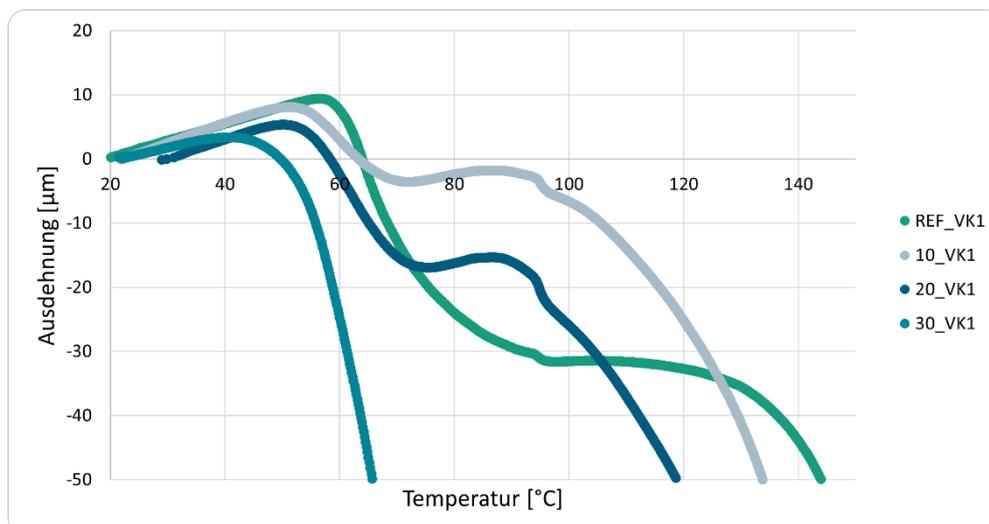


Abbildung 5.4: TMA Verläufe zur Untersuchung der Nachexpansion von vorgeschäumten Beads der VK 1.

In Abbildung 5.4 ist zu sehen, dass eine Expansion der Partikel aus VK1 nur bis zu einer Temperatur von maximal ca. 60 °C stattfindet und diese danach beginnen einzufallen. Die maximale Ausdehnung, die im Fall der Ref\_VK1 Partikel mit ca. 10 µm am größten ist, ist deutlich geringer als sie bei einer treibmittelinduzierten Nachexpansion zu erwarten wäre. Hinzu kommt, dass eine Nachexpansion erst bei Temperaturen über dem Glasübergang stattfinden kann. Somit ist die gemessene Ausdehnung wahrscheinlich auf die thermische Ausdehnung des Materials zurückzuführen. Im Verlauf sind außerdem Schultern bei den Proben mit 0 % bis 20 % PBS erkennbar. Das deutet auf die kristallinen Phasen hin, die die Schaumstruktur noch bis etwa 100 °C aufrechterhalten und dann ebenfalls zu schmelzen beginnen. Bei den weniger kristallinen Partikeln der VK2 in Abbildung 5.5 ist das Auftreten dieser Schultern nicht zu beobachten.

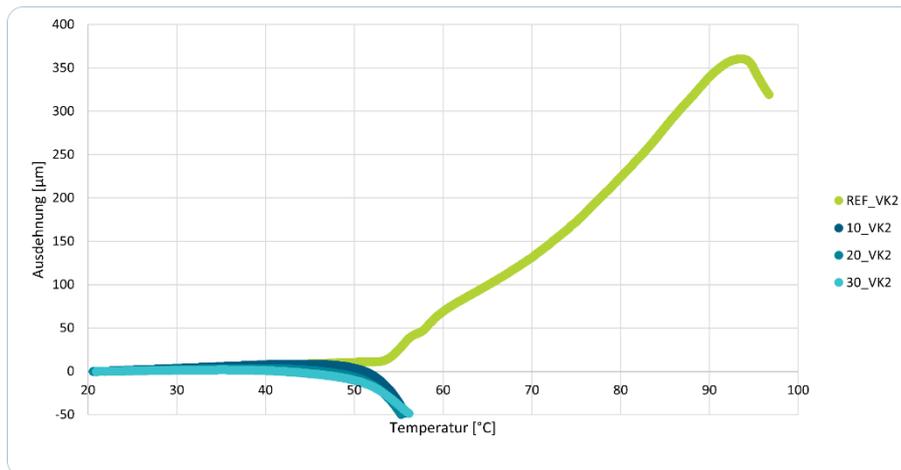


Abbildung 5.5: TMA Verläufe zur Untersuchung der Nachexpansion von vorgeschäumten Beads der VK 2.

Auch bei den Partikeln der VK2 ist, mit Ausnahme der Referenzprobe, nur eine geringe Expansion bis ca. 50 °C und danach ein Einfallen der Partikel zu beobachten. Die auftretende Schulter im Verlauf, die durch die höheren Kristallinitäten in VK1 zu beobachten ist, bleibt hier aus. Auffallend ist jedoch die starke Expansion der Ref\_VK2 Partikel ab ca. 55 °C, die durch noch verbliebenes Resttreibgas in den vorgeschäumten Partikeln stattfindet. Daraus lässt sich schließen, dass das PBS einen negativen Einfluss auf die Speicherfähigkeit des Treibmittels nach Expansion der Partikel hat.

In beiden Versuchskampagnen beginnt das Einfallen der Partikel früher, je höher der PBS Anteil im Blend ist. Dieser Effekt liegt wahrscheinlich dem früheren Erweichen des PBS zugrunde. Gleichzeitig ist durch die höheren PBS Anteile weniger stützendes, teilkristallines PLA vorhanden.

Um auszuschließen, dass das Ausbleiben einer Nachexpansion durch eine zu hohe Dichtereduktion beim Vorschäumen zustande kommt, wurden Partikel mit einer höheren Dichte vorgeschäumt. In Abbildung 5.6 sind beispielhaft jeweils Blends der beiden Versuchskampagnen mit 30 % PBS Anteil und unterschiedlicher Dichte zu sehen. Auch hier ist keine Nachexpansion erkennbar.

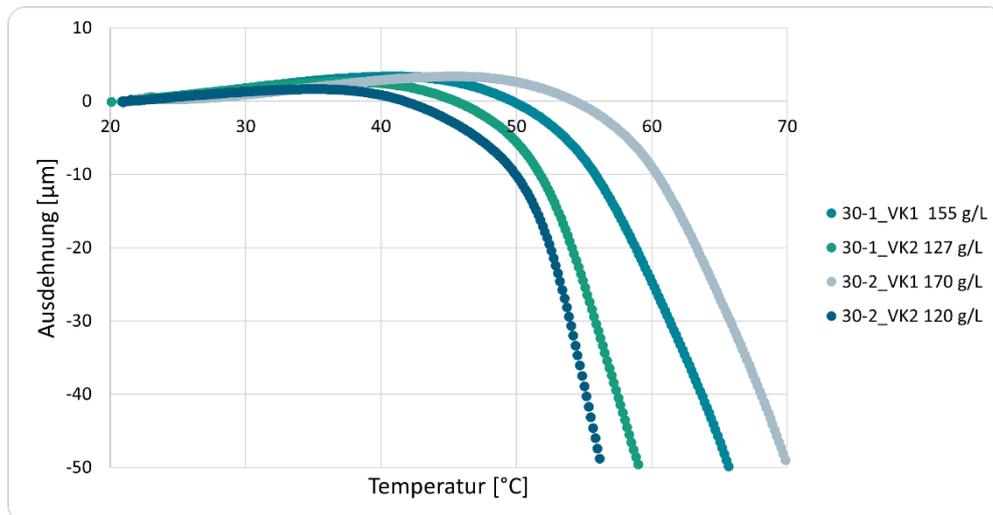


Abbildung 5.6: TMA Verläufe von unterschiedlich weit vorgeschäumten Beads aus VK1 und VK2 mit 30 % PBS Anteil.

Die restlichen, nicht dargestellten, Blends mit höherer Dichte zeigten ein ähnliches Verhalten und das Ausbleiben der Nachexpansion. Daraus kann geschlossen werden, dass die Partikel, abgesehen von den Ref\_VK2 Partikeln, kein Treibmittel nach dem Vorschäumen halten können, das für eine Nachexpansion während des Verschweißens benötigt wird. Dabei hemmt sowohl eine höhere Kristallinität des PLA als auch das Blenden mit PBS die Fähigkeit Treibmittel nach dem Vorschäumen zu halten.

Beim direkten Vergleich der beiden Versuchskampagnen mit gleichen PBS Anteilen ist in der TMA in Abbildung 5.6 eine geringfügig höhere Wärmeformbeständigkeit der höherkristallinen VK1 Partikel zu erkennen.

### 5.3 Einzelbeadverschweißung

Bei der Einzelbeadverschweißung konnte ebenfalls die ausbleibende bzw. nur geringe Nachexpansion durch Beobachten der Versuchskammer mithilfe der Kamera erfasst werden. Jedoch konnte eine Verformung der Partikel durch die Kraft, mit der sie aufeinandergespreßt wurden, beobachtet werden. Die Verformung kann später bei der Herstellung von Bauteilen im Formteilprozess ausgenutzt werden, um durch Aufbringen einer äußeren Kraft, die Hohlräume zwischen den Partikeln zu schließen.

Zur Untersuchung der Verschweißbarkeit wurden Einstellungen ermittelt, die möglichst nahe an dem Punkt des Einfallens der Beads liegen, aber diesen nicht erreichen, da dort die optimalen Verschweißungsergebnisse erwartet werden.

Die gefundenen Einstellungen sind nachfolgend in Tabelle 5.5 aufgeführt:

Tabelle 5.5: Temperierzeit und Dauer der mit dem REM untersuchten Proben.

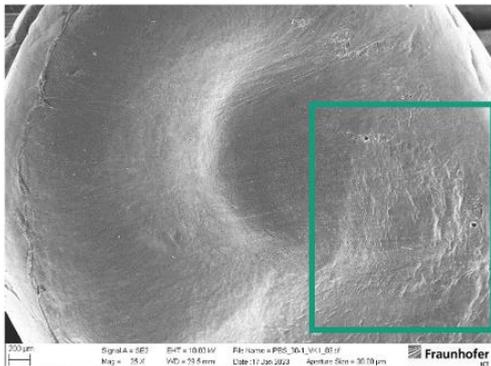
VK1			VK2		
Bezeichnung	Temperatur [°C]	Dauer [s]	Bezeichnung	Temperatur [°C]	Dauer [s]
Ref_VK1	130	90	Ref_VK2	105	60
10_VK1	120	60	10_VK2	105	60
20_VK1	120	60	20_VK2	100	60
30_VK1	100	60	30_VK2	100	60

Bei den Partikeln der VK1 hat sich durch ihre hohe Kristallinität nur ein sehr enges Prozessfenster ergeben, in dem eine Verschweißung möglich ist. Bereits geringfügig höhere Temperaturen oder Zeiten führen zum Einfallen der Partikel, während sie bei minimalen Veränderungen hin zu niedrigeren Temperaturen oder Temperierzeiten nicht mehr verschweißen. Weiter ist anzumerken, dass die verschweißten Proben aus Ref\_VK1 sehr leicht zu zerteilen sind und bereits beim Herabfallen aus wenigen Zentimetern Höhe auseinanderbrechen. Erst wenn die Temperatur so weit erhöht wird, dass die Schaumpartikel beginnen einzufallen, kann eine bessere Verschweißung erreicht werden. Erklärt werden kann dieses Phänomen anhand der DSC Kurve (s. Abbildung 5.1), die lediglich einen kleinen Schmelzpeak bei etwa 160 °C und den Hauptpeak bei etwa 168 °C zeigt. Jedoch erweicht das PLA bereits bei 135 °C so weit, dass die Schaumstruktur der Partikel versagt und einfällt.

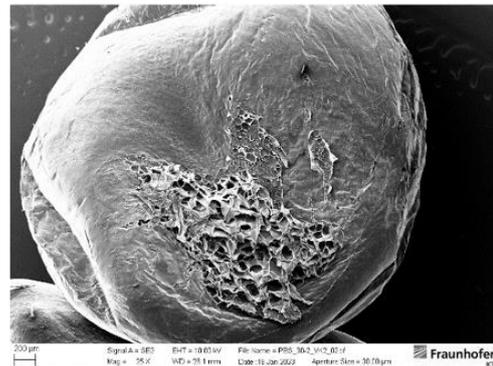
Bei den Partikeln der VK2 ist das Prozessfenster für die Verschweißung etwas größer und bei geringeren Temperaturen von ca. 90 °C bis 110 °C vorzufinden.

Zur genaueren Untersuchung wurden Partikel mit den oben genannten Einstellungen miteinander verschweißt und, wie in Kapitel 4.5.1.6 beschrieben, zur Untersuchung der Verschweißungsgüte präpariert und anschließend unter dem REM betrachtet. Beispielhaft sind in Abbildung 5.7 die REM Aufnahmen der Bruchflächen und Interdiffusionszonen von Blends mit einem Anteil von 30 % PBS abgebildet.

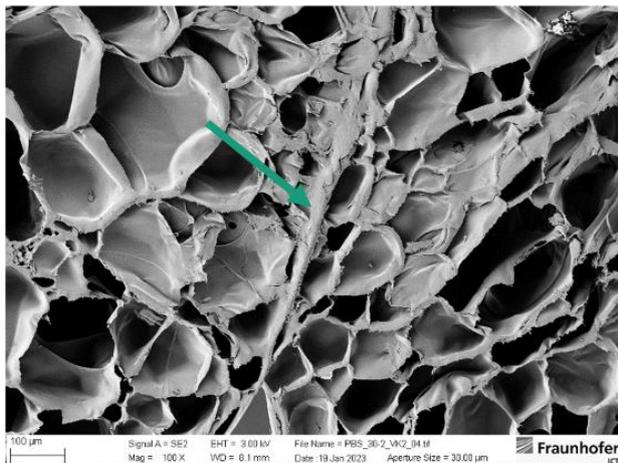
a) 30\_VK1 Bruchfläche



b) 30\_VK2 Bruchfläche



c) 30\_VK1 Interdiffusionszone



d) 30\_VK2 Interdiffusionszone

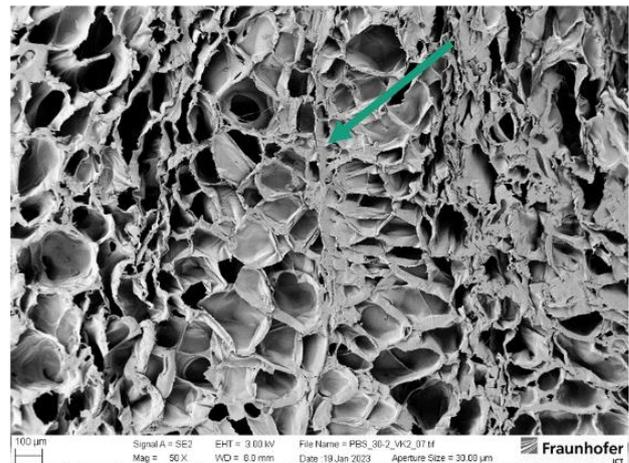


Abbildung 5.7: REM Aufnahmen zur Analyse der der Verschweißungsgüte von einzelbeatverschweißten Partikeln.

In Abbildung 5.7 a) ist zu sehen, dass die Oberfläche des 30\_VK1 Partikels an der Bruchfläche noch nahezu intakt ist und durch das Auseinanderreißen der Partikel kaum beschädigt wurde. Auch ist noch eine klare Linie an der Interdiffusionszone Abbildung 5.7 c) zu erkennen. Dies sind beides Indikatoren für eine schlechte Verschweißung. Bei den restlichen, nicht abgebildeten, Proben der VK1 wurden ähnliche Beobachtungen gemacht. In Abbildung 5.7 b) und d) hingegen ist eine deutlich bessere Verschweißung zu erkennen. An der Oberfläche bilden sich starke Ausrisse nach dem Zerschlagen der verschweißten Partikel. Diese deuten darauf hin, dass während des Verschweißens Polymerketten in die jeweils anderen Partikel hinein diffundiert sind und sich dort verschlauft haben. Auch ist die Linie an der Interdiffusionszone deutlich schwächer ausgeprägt, was ebenfalls auf eine bessere Verschweißung hindeutet. Ähnliche Beobachtungen wurden für die Referenzproben der VK2 gemacht. Jedoch lieferten die Proben 10\_VK2 und 20\_VK2 Ergebnisse, wie sie bei der Probe der 30\_VK1 (links in Abbildung 5.7) zu sehen sind, und deuten damit auf eine schlechtere Verschweißung verglichen mit der Referenz hin.

Insgesamt kann durch eine reine Auswertung der Einzelbeatverschweißung noch keine finale Aussage darüber getroffen werden, wie gut die Partikel sich bei der Herstellung von Formteilen im RF-Automat verschweißen lassen. Dies liegt daran, dass dort die Erwärmung der Partikel über Radiowellen erfolgt und hier nur von oben die Oberflächen der Partikel erhitzt werden.

## 5.4 Bauteilformung

Durch die Überfüllung des Werkzeuges wurde für ein verbessertes Verschweißungsergebnis eine Dichteerhöhung der Platten im Vergleich zu den Ausgangspartikeln in Kauf genommen. Im Vergleich zum Ausgangsgranulat konnte trotzdem eine deutliche Dichtereduzierung erreicht werden. Die Dichteänderung ist in Abbildung 5.8 dargestellt. Insbesondere bei der ersten Versuchskampagne war die Herstellung von zusammenhaltenden Platten ohne eine Überfüllung von 100 % nicht möglich.

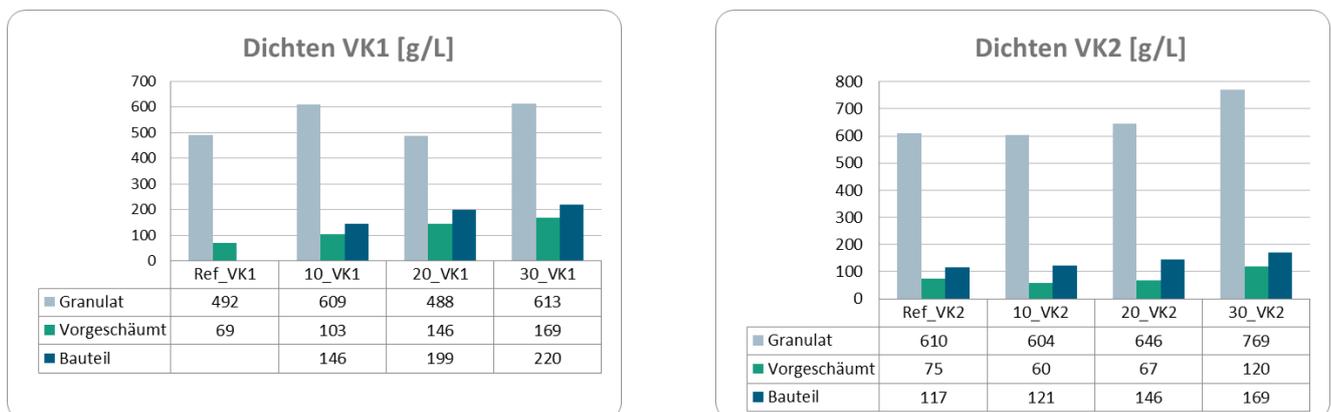


Abbildung 5.8: Dichten von Granulat, vorgeschäumten Partikeln und Bauteilen beider Versuchskampagnen.

In Abbildung 5.9 sind die hergestellten Platten dargestellt. Eine Platte mit reinem PLA 4032D (Ref\_VK1) herzustellen war nicht möglich, da sich die Partikel erst bei komplettem Aufschmelzen und damit dem Zerstören der Schaumstruktur miteinander verschweißen ließen. Erst die Partikel mit 10 % PBS Anteil konnten zu Platten verschweißt werden. Jedoch bieten diese einen sehr geringen Zusammenhalt und zerbrechen bereits beim Auswerfen aus der Form (vgl. Abbildung 5.9 c). Das lässt sich dadurch erklären, dass eine Verschweißung nur über die PBS Phase erfolgt, die mit 10 % jedoch sehr niedrig ist. Die restlichen Platten ähneln sich äußerlich optisch und eine genaue Aussage über die Verschweißungsgüte lässt sich erst durch die Auswertung der mechanischen Eigenschaften treffen. Insgesamt fällt auf, dass bei allen Formteilen das Bilden der typischen Schaumhaut, die im Dampfprozess entsteht, hier nicht stattfindet. Durch Nutzen eines beheizbaren Werkzeuges könnte die Bildung einer Schaumhaut ermöglicht werden. Aufgrund des nicht beheizbaren Werkzeuges kann die im Prozess eingebrachte Wärme an den Oberflächen schneller abfließen, was zu einer schlechteren Verschweißung der Partikel in den Randbereichen führt. Dadurch neigen die Partikel in den Randbereichen bei allen Proben dazu, leicht auszubrechen.

Zur Untersuchung der Formteile im Inneren wurden aus den Plattenmitten eine Probe entnommen. Die Schnittkanten der Proben sind in Abbildung 5.10 zu sehen. Bei den VK1 Formteilen sind nach dem Verschweißen, trotz der hohen Überfüllung des Werkzeuges, noch immer viele Hohlräume zwischen den Partikeln zu erkennen. Dadurch ist im Vergleich zu den VK2 Formteilen eine deutliche Reduzierung der mechanischen Eigenschaften zu erwarten.

a) Ref_VK1	b) Ref_VK2
Keine Plattenherstellung möglich	
c) 10_VK1	d) 10_VK2
	
e) 20_VK2	f) 20_VK2
	
g) 30_VK1	h) 30_VK2
	

Abbildung 5.9: Aufnahmen der Formteile:  
 b) Ref\_VK2, c) 10\_VK1, d) 10\_VK2, e) 20\_VK1, f) 20\_VK2, g) 30\_VK1, h) 30\_VK2.

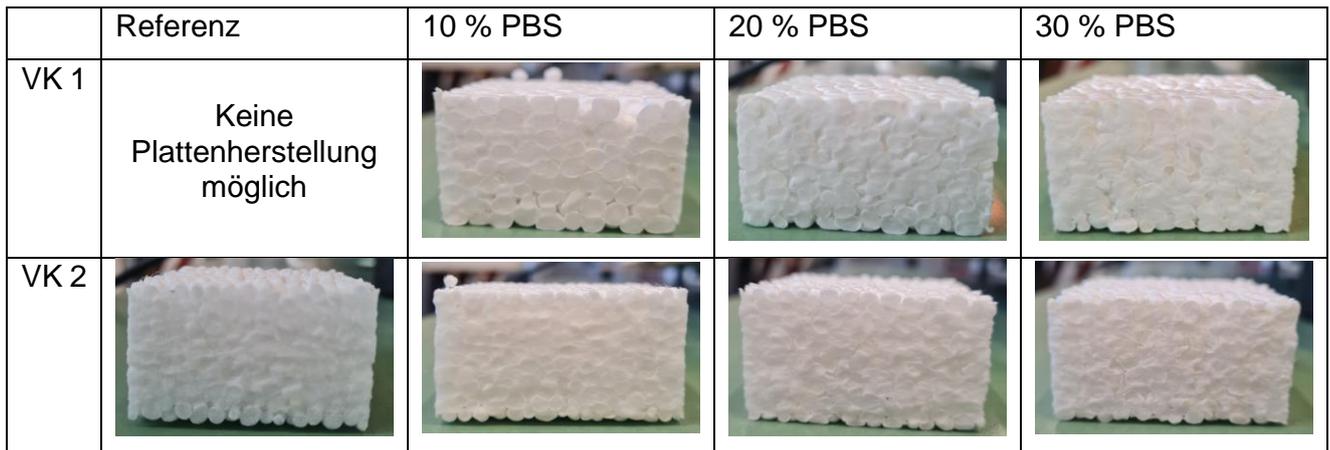


Abbildung 5.10: Schnittkanten der Formteile.

Da keine Platten aus Ref\_VK1 Partikeln herstellbar waren, werden diese in den nachfolgenden Versuchen zur Bestimmung der mechanischen und thermischen Eigenschaften nicht weiter betrachtet. Um die Ergebnisse der nachfolgenden Versuche nicht zu verfälschen, wurde der Randbereich, in dem eine schlechtere Verschweißung vorherrscht, für die Probenpräparation abgetrennt.

## 5.5 Querzug

In Tabelle 5.6 sind die Zugfestigkeiten und deren Standardabweichungen gelistet, die durch die Querzugversuche für die verschiedenen Formteile ermittelt wurden. Die zugehörigen Spannungs-Dehnungs-Verläufe sind im Anhang 1 aufgeführt.

Aufgrund der Herstellungsmethode konnte die Dichte der Platten nicht genau eingestellt werden. Um bei der Auswertung der Versuche den Einfluss durch unterschiedliche Dichten auszugleichen, wurden die Messergebnisse über die Dichte normiert.

Tabelle 5.6: Normierte und gemittelte Zugfestigkeiten und zugehörige Standardabweichungen der VK1.

Bezeichnung	Normierte Zugfestigkeit [kPa]	Standardabweichung [kPa]
10_VK1	26,4	1,1
20_VK1	127,8	3,1
30_VK1	124,0	24,0

Tabelle 5.7 Normierte und gemittelte Zugfestigkeiten und zugehörige Standardabweichungen der VK2.

Bezeichnung	Normierte Zugfestigkeit [kPa]	Standardabweichung [kPa]
Ref_VK2	642,9	42,4
10_VK2	284,9	44,8
20_VK2	298,1	7,3
30_VK2	290,1	15,6

Die Beobachtung aus der Einzelbeadverschweißung, dass die Verschweißgüte der VK1 Partikel durch höhere PBS Anteile zunimmt bzw. eine Verschweißung erst ermöglicht, kann auch bei den Querzugversuchen bestätigt werden. Die hohe Zugfestigkeitsschwankung der 30\_VK1 Formteile (Abbildung 5.11) kann durch die beobachteten Eindellungen der Partikel erklärt werden. Durch die Hohlräume zwischen den Partikeln, die durch die Eindellungen und die fehlende Nachexpansion entstehen, können beim Querzugversuch lokale Spannungsspitzen entstehen, an denen die Probe versagt.

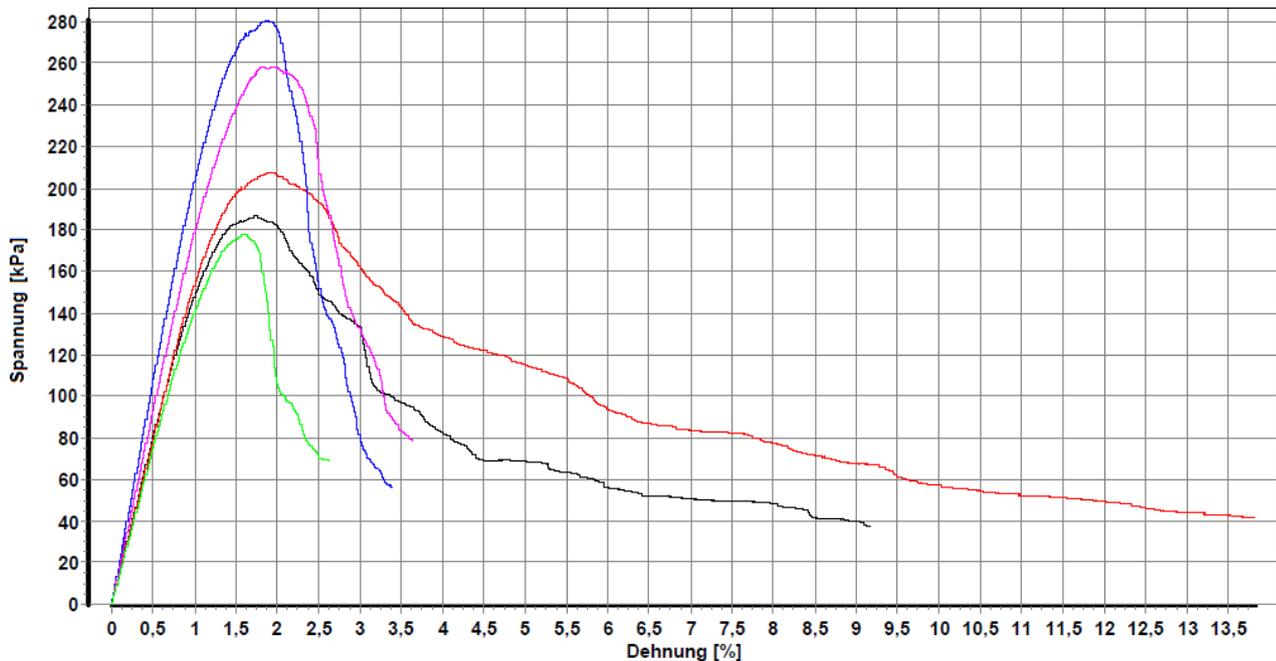


Abbildung 5.11: Spannungs-Dehnungs-Diagramm von 30\_VK1 Formteilen

Insgesamt sind die Zugfestigkeiten der ersten Versuchskampagne jedoch deutlich geringer als bei der zweiten. Besonders auffallend bei der zweiten Versuchskampagne ist, dass die Zugfestigkeit der VK\_2 Formteile bei den Blends, im Vergleich zur Referenz, um über die Hälfte verringert wird. Erklärt werden kann die deutlich höhere Zugfestigkeit der Referenz durch die Nachexpansion der Ref\_VK2 Partikel. Der durch die Nachexpansion entstehende Druck, den die Partikel aufeinander ausüben, begünstigt das Wachstum von Kontakthälsen. Dadurch entstehen schneller und größere Kontaktflächen zwischen den Beads. Außerdem können durch die Nachexpansion während des Verschweißens die Hohlräume zwischen den Beads verschlossen werden. Folglich steht für die Verschweißung eine größere Oberfläche zur Verfügung, woraus eine insgesamt verbesserte Verschweißgüte resultiert. Zudem konnte bereits in der Einzelbeadverschweißung eine generell bessere Verschweißbarkeit der Ref\_VK2 Partikel nachgewiesen werden.

## 5.6 Wärmeformbeständigkeit

Zur Bestimmung der Wärmeformbeständigkeit wurden die Platten, wie in Kapitel 4.5.2.2 beschrieben, untersucht. Dafür wurden von den Formteilen jeder Blendzusammensetzung zwei Proben analysiert. Die gemittelten Durchbiegungen in Abhängigkeit der Temperatur sind Abbildung 5.12 und Abbildung 5.13 zu entnehmen.

Die Untersuchungen der Wärmeformbeständigkeit zeigten erneut, dass die Verschweißungsgüte bei den amorpher vorliegenden Blends der zweiten Versuchskampagne höher ist, da alle VK1 Proben an den Partikeloberflächen zerbrochen sind, während die Proben der VK2 durch das Erreichen der maximalen Durchbiegung versagen. Das insgesamt beste Ergebnis konnte durch die Ref\_VK2 Proben erzielt werden. Durch Blenden mit PBS nimmt die Wärmeformbeständigkeit in der zweiten Versuchskampagne stark ab. Bei den Versuchen der VK1 hingegen wird diese mit zunehmenden PBS Anteilen verbessert.

Wird nur der Temperaturbereich bis 80 °C betrachtet konnte durch die 30\_VK1 Formteile eine geringere Durchbiegung und damit eine bessere Wärmeformbeständigkeit als bei den Ref\_VK2 Proben verzeichnet werden. Insbesondere im Bereich bis 60 °C biegen sich die Ref\_VK2 Proben bereits sehr stark durch, während die 30\_VK1 Proben vergleichsweise stabil bleiben. Hier wurde somit durch die Nutzung der höher kristallisierbaren PLA Type eine Verbesserung um 83,3 % erzielt. Bei 80 °C liegt die Verbesserung der Wärmeformbeständigkeit nur noch bei 15,8 %. Danach biegen sich die 30\_VK1 Proben allerdings stark durch, da das verwendete PBS den Schmelzpunkt bei etwa 84 °C hat.

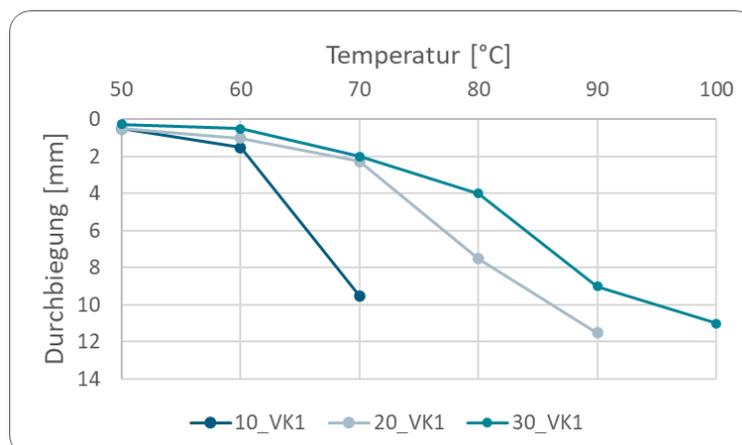


Abbildung 5.12 : Durchbiegung der VK1 Proben in Abhängigkeit der Temperatur.

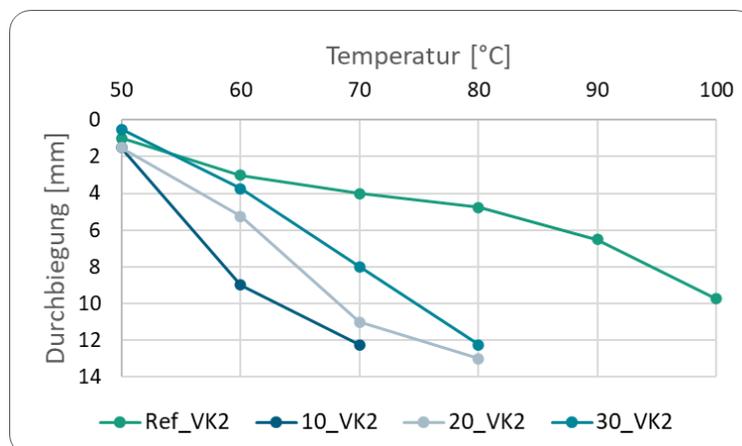


Abbildung 5.13: Durchbiegung der VK2 Proben in Abhängigkeit der Temperatur.

## 6 Bewertung

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse aus Kapitel 5 zusammengetragen und der Einfluss der hergestellten Partikel, der PBS Anteile, sowie der Schaumdichte auf die Verschweißungsgüte ausgewertet.

### 6.1 Einfluss Partikel

Einen ersten Hinweis auf die erreichbare Verschweißungsgüte liefert die Form der Partikel. Es hat sich gezeigt, dass in beiden Versuchsreihen die expandierbaren Partikel mit zunehmendem PBS Anteil länglicher werden und sich Eindellungen auf den Partikeloberflächen bilden, die nicht durch den Vorschäumprozess oder Nachexpandieren ausgedellt werden konnten. Dadurch sinkt die zur Verschweißung zur Verfügung stehende Oberfläche und im Formteilprozess verbleiben Hohlräume zwischen den Partikeln im Bauteil, die die mechanischen Eigenschaften negativ beeinflussen. Eine mögliche Ursache für die Verformung der Partikel könnte eine Viskositätsänderung durch das PBS in der Schmelze bei der Extrusion sein. Auch ein unterschiedlich schnelles Abkühlen bzw. Erstarren der PLA und PBS Phasen in der UWG könnten Grund für die Deformation sein.

### 6.2 Einfluss PBS Anteile

Bei den PLA/PLA Blends der VK2 ist die erreichbare Dichtereduzierung für alle PBS Anteile und der Referenz in etwa gleich. Bei den Partikeln der ersten Versuchskampagne ist durch das PBS die maximal erreichbare Dichte gesunken. Das kann damit erklärt werden, dass aufgrund des niedrigeren Schmelzpunktes des PBS nur kürzere Temperierzeiten und niedrigere Temperaturen im Vorschäumer möglich sind, um das Einfallen der Partikel durch aufschmelzende PBS Phasen zu vermeiden. Weiter ist zu vermuten, dass die höhere Kristallinität der VK1 Partikel bei den niedrigeren Temperaturen das Aufschäumen einschränkt, da die kristallin vorliegenden Polymerketten eine zu niedrige Bewegung zulassen.

In der TMA zur Bestimmung der Fähigkeit zur Nachexpansion und damit auch die Fähigkeit Treibmittel nach dem Vorschäumen zu halten wurde gezeigt, dass sowohl die höhere Kristallinität als auch das PBS sich negativ auf die Nachexpansionsfähigkeit auswirken. Aus der geringen Nachexpansionsfähigkeit resultiert eine schlechtere Verschweißungsgüte. Diese wiederum wirkt sich negativ auf die Zugfestigkeit aus.

Die Versuche der ersten Versuchskampagne haben gezeigt, dass eine Verschweißung der Partikel erst durch das Blenden mit PBS ermöglicht wird. Die mechanischen und thermischen Eigenschaften konnten durch Blenden mit 20 % bzw. 30 % PBS Anteil gesteigert werden. Daraus lässt sich schließen, dass an der Verschweißung lediglich die PBS Phasen beteiligt sind. Die Verschweißungsgüte bei dem amorpher vorliegenden PLA/PLA Blend wird durch das PBS verringert. Damit sank auch die Zugfestigkeit der VK2 Formteile mit PBS im Vergleich zur Referenz. Auch die Wärmeformbeständigkeit wurde hier durch das PBS abgesenkt. Damit ist hier das Blenden mit PBS nicht sinnvoll.

### 6.3 Einfluss Schaumdichte

Die Quersug- und Wärmeformbeständigkeitsuntersuchungen wurden in beiden Versuchskampagnen jeweils mit Proben einer möglichst niedrigen Dichte und einmal mit Proben die eine höhere Dichte aufweisen durchgeführt. Für die Proben mit höherer Dichte konnten erwartungsgemäß auch entsprechend höhere Zugfestigkeiten und eine verbesserte Wärmeformbeständigkeit nachgewiesen werden.

## 7 Zusammenfassung und Ausblick

### 7.1 Zusammenfassung

Ziel der Arbeit war es, Partikelschäume auf Basis einer teilkristallinen PLA Type herzustellen. Diese sollten zur verbesserten Verarbeitbarkeit mit PBS geblendet werden. Zur Analyse wurden zwei Versuchskampagnen durchgeführt. In der ersten wurde die hochkristallisierende PLA Type 4032D als Basispolymer verwendet. Für die zweite Versuchskampagne wurde ein bereits erfolgreich am Fraunhofer ICT getesteter Blend mit gleichzeitigem Mischverhältnis aus PLA 4032D und der niedrig kristallisierenden PLA Type LX975 verwendet. In beiden Versuchskampagnen wurden jeweils expandierbare Partikel mit einem PBS Anteil von 0 %, 10 %, 20 % und 30 % hergestellt und deren Fähigkeit zum Aufschäumen untersucht. Die vorgeschäumten Partikel wurden in einem neu entwickelten Verfahren zur Verschweißung einzelner Beads auf ihre Verschweißbarkeit hin untersucht. Mittels DSC und XRD wurde die Kristallinität der Partikel bestimmt. Durch eine TMA wurde die Fähigkeit zur Nachexpansion der expandierten Partikel analysiert.

Anschließend wurden die Partikel in einem Radiofrequenzprozess zu Formteilen verschweißt. Es hat sich gezeigt, dass ein Verschweißen von PLA 4032D Schaumpartikeln erst durch das Blenden mit PBS ermöglicht wird. Die Zugfestigkeit der hergestellten Formteile wurden durch Quersugversuche bestimmt. Die Wärmeformbeständigkeiten wurden in einem eigens dafür entwickelten 3-Punkt-Biegungsverfahren unter Temperatureinfluss ermittelt.

Insgesamt konnte gezeigt werden, dass das Herstellen von Partikelschäumen aus einer hochkristallisierbaren PLA Type durch Blenden mit PBS möglich ist. Durch das Blenden mit PBS konnten sowohl die mechanischen als auch thermischen Eigenschaften der Schäume aus der hochkristallisierbaren PLA 4032D Type verbessert bzw. ein Verschweißen erst ermöglicht werden. In der zweiten Versuchskampagne mit den vergleichsweise amorpher vorliegenden PLA/PLA Blends wurden die Eigenschaften durch das PBS im Vergleich zum reinen PLA/PLA Blend verschlechtert.

Das beste Ergebnis in Bezug auf die mechanischen und thermischen Eigenschaften der hochkristallisierbaren PLA 4032D Type konnte mit einem PBS Anteil von 30 % erzielt werden. Im Vergleich zum PLA/PLA Blend ist die Zugfestigkeit jedoch um ca. 80 % reduziert und generell nur eine geringere Dichtereduzierung erreichbar. Bis 80 °C hingegen konnte eine Erhöhung der Wärmeformbeständigkeit um knapp 16 % erreicht werden. Bei 60 °C liegt die Verbesserung bei ca. 80 %.

### 7.2 Ausblick

Die Versuche mit der teilkristallinen PLA 4032D haben gezeigt, dass die Verschweißgüte und dadurch auch die mechanischen Eigenschaften durch Blenden mit PBS verbessert werden konnten. In folgenden Arbeiten kann untersucht werden, ob diese durch höhere PBS Anteile weiter gesteigert werden können. Da jedoch insgesamt die Versuche mit dem PLA/PLA Blend die besseren Resultate lieferten und das PBS einen negativen Einfluss auf die Nachexpansion zu haben scheint, ist es vermutlich zielführender den Anteil der hochkristallisierbaren PLA Type im PLA/PLA Blend zu steigern, um die Wärmeformbeständigkeit zu erhöhen. Alternativ können noch verschiedene Treibmittel oder andere Polymere als Blendpartner untersucht werden, um deren Auswirkung auf die Nachexpansion zu analysieren.

Die Formteilherstellung durch den Radiofrequenzprozess könnte durch Nutzung eines temperierten Werkzeuges verbessert werden, um eine verbesserte Verschweißgüte in den Randbereichen der Formteile zu erzielen und um eine glatte Schaumhaut an den Außenflächen zu erhalten.

## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1.1: Produktionskapazitäten für Biokunststoffe [1].	1
Abbildung 2.1: Übersicht über Biokunststoffe [11].	4
Abbildung 2.2: L(+) Isomer (links) und D(-) Isomer [16].	5
Abbildung 2.3: Polymerisationsprozess von L-Milchsäure zu PLA [9].	6
Abbildung 2.4: Reaktionsschema für PBS Polymerisation [20].	6
Abbildung 2.5: Prinzipieller Sinterverlauf von zwei Partikeln [32].	9
Abbildung 2.6: Auflösen der Interdiffusionszone durch Diffusion und Verschlaufen von Polymerketten über Grenzfläche der Partikel [6].	10
Abbildung 2.7: Schematischer Viskositätsverlauf amorpher und teilkristalliner Polymere [6].	10
Abbildung 2.8: Schematischer DSC Verlauf eines Doppelschmelzpeaks und Temperaturbereich für Verschweißen (eigene Darstellung nach [34]).	11
Abbildung 3.1: Extruder mit angeschlossener Unterwassergranulierung [30].	13
Abbildung 3.2: Schematische Darstellung des Dampfprozesses [30].	13
Abbildung 3.3: Dampfdruck und Düsenkonfiguration während der Verschweißung [30].	14
Abbildung 3.4: Schematischer Ablauf des Radiofrequenzprozesses [38].	15
Abbildung 4.1: Messaufbau zur Dichtebestimmung (eigene Aufnahme).	20
Abbildung 4.2: Beispielhaftes DSC-Diagramm (eigene Darstellung nach [47] und [42]).	21
Abbildung 4.3: Prinzipieller Aufbau der XRD Messeinrichtung [50].	22
Abbildung 4.4: Schematische Darstellung einer TMA Apparatur [47].	23
Abbildung 4.5: Vorrichtung zur Befestigung von Probekörpern für den Querkzugversuch [51].	24
Abbildung 4.6: Versuchsaufbau für die Einzelbeatverschweißung (links) und Kammer mit zwei eingespannten Beads (rechts).	25
Abbildung 4.7: Partikel aus der Einzelbeadverschweißung auf einem REM Probenhalter.	26
Abbildung 4.8: Versuchsaufbau des 3-Punkt-Biege Versuches.	27
Abbildung 5.1: DSC Kurven von expandierten Partikeln Ref_VK1 (oben) und Ref_VK2 (unten).	28
Abbildung 5.2: DSC Kurven von expandiertem 30_VK2 Partikel.	29
Abbildung 5.3: Diffraktogramm der expandierten Partikeln: Ref_VK1 (schwarz), 10_VK2 (rot), 20_VK1 (blau) und 30_VK2 (grün).	29
Abbildung 5.4: TMA Verläufe zur Untersuchung der Nachexpansion von vorgeschäumten Beads der VK 1.	32
Abbildung 5.5: TMA Verläufe zur Untersuchung der Nachexpansion von vorgeschäumten Beads der VK 2.	33
Abbildung 5.6: TMA Verläufe von unterschiedlich weit vorgeschäumten Beads aus VK1 und VK2 mit 30 % PBS Anteil.	34
Abbildung 5.7: REM Aufnahmen zur Analyse der Verschweißungsgüte von einzelbeatverschweißten Partikeln.	36
Abbildung 5.8: Dichten von Granulat, vorgeschäumten Partikeln und Bauteilen beider Versuchskampagnen.	37
Abbildung 5.9: Aufnahmen der Formteile: b) Ref_VK2, c) 10_VK1, d) 10_VK2, e) 20_VK1, f) 20_VK2, g) 30_VK1, h) 30_VK2.	38
Abbildung 5.10: Schnittkanten der Formteile.	39
Abbildung 5.11: Spannungs-Dehnungs-Diagramm von 30_VK1 Formteilen	40
Abbildung 5.12 : Durchbiegung der VK1 Proben in Abhängigkeit der Temperatur.	41
Abbildung 5.13: Durchbiegung der VK2 Proben in Abhängigkeit der Temperatur.	41

## Tabellenverzeichnis

Tabelle 4.1: Charakteristische Eigenschaften der eingesetzten Polymere.	17
Tabelle 4.2: Compounding der ersten Versuchskampagne mit 4032D.	17
Tabelle 4.3: Compounding der zweiten Versuchskampagne mit 4032D + LX975.	17
Tabelle 4.4: Prozess- und Stabilisierungszeiten für das Verschweißen der Partikel im RF-Automat.	19
Tabelle 5.1: Durch DSC und XRD bestimmte Kristallinitäten.	30
Tabelle 5.2: Mittels XRD bestimmte Kristallinität von Proben mit 30 % PBS Anteil mit verschiedenen Dichten.	30
Tabelle 5.3: Gasbeladene und vorgeschäumte VK1 Partikel mit zugehörigen Dichten und maximaler Dichtereduktion.	31
Tabelle 5.4: Gasbeladene und vorgeschäumte VK1 Partikel mit zugehörigen Dichten und maximaler Dichtereduktion.	32
Tabelle 5.5: Temperierzeit und Dauer der mit dem REM untersuchten Proben.	35
Tabelle 5.6: Normierte und gemittelte Zugfestigkeiten und zugehörige Standardabweichungen der VK1.	39
Tabelle 5.7 Normierte und gemittelte Zugfestigkeiten und zugehörige Standardabweichungen der VK2.	39

## 8 Literaturverzeichnis

- [1] IfBB - Institute for Bioplastics and Biocomposites (ed.): Biopolymers – Facts and statistics 2022. [April 13, 2023]; Available from: [https://www.ifbb-hannover.de/files/IfBB/downloads/faltblaetter\\_broschueren/f+s/Biopolymers-Facts-Statistics-einseitig-2022.pdf](https://www.ifbb-hannover.de/files/IfBB/downloads/faltblaetter_broschueren/f+s/Biopolymers-Facts-Statistics-einseitig-2022.pdf).
- [2] Endres H-J, Siebert-Raths A. Technische Biopolymere: Rahmenbedingungen, Marktsituation, Herstellung, Aufbau und Eigenschaften. München: Hanser; 2009.
- [3] Endres H-J, Mudersbach M, Behnsen H, Spierling S (eds.). Biokunststoffe unter dem Blickwinkel der Nachhaltigkeit und Kommunikation: Status quo, Möglichkeiten und Herausforderungen. 1st ed. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden; 2020.
- [4] Stevens ES. Green Plastics: An Introduction to the New Science of Biodegradable Plastics: An Introduction to the New Science of Biodegradable Plastics: Princeton University Press; 2002.
- [5] Bergmann M, Collard F, Fabres J, Gabrielsen GW, Provencher JF, Rochman CM et al. Plastic pollution in the Arctic. *Nat Rev Earth Environ* 2022;3(5):323–37.
- [6] Dominik Dörr. Untersuchung von expandierbaren PLA-Partikelschäumen: Einfluss des Blendsystems auf Verarbeitbarkeit und Eigenschaften. Dissertation; 2022.
- [7] Auras R, Lim L-T, Selke SEM, Tsuji H (eds.). Poly(lactic acid): Synthesis, structures, properties, processing, applications, and end of life. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons Inc; 2022.
- [8] Arnold B. Werkstofftechnik für Wirtschaftsingenieure. Berlin, Heidelberg: Springer Vieweg; 2017.
- [9] Elsner P. DOMININGHAUS - Kunststoffe: Eigenschaften und Anwendungen. 8th ed. Dordrecht: Springer; 2011.
- [10] Szegda D, Duangphet S, Song J, Tarverdi K. Extrusion foaming of PHBV. *Journal of Cellular Plastics* 2014;50(2):145–62.
- [11] Dr. Michael Thielen. BLOKUNSTSTOFFE; Available from: [https://www.fnr.de/fileadmin/allgemein/pdf/broschueren/Brosch\\_Biokunststoffe\\_Nachdruck\\_2019\\_Web.pdf](https://www.fnr.de/fileadmin/allgemein/pdf/broschueren/Brosch_Biokunststoffe_Nachdruck_2019_Web.pdf).
- [12] Garlotta D. A Literature Review of Poly(Lactic Acid). *Journal of Polymers and the Environment* 2001;9(2):63–84.
- [13] Behr A, Seidensticker T. Einführung in die Chemie nachwachsender Rohstoffe: Vorkommen, Konversion, Verwendung. 1st ed. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg; 2018.
- [14] Sven Jacobsen. Darstellung von Polylactiden mittels reaktiver Extrusion 2000.
- [15] Bubeck RA, Merrington A, Dumitrascu A, Smith PB. Thermal analyses of poly(lactic acid) PLA and micro-ground paper blends. *J Therm Anal Calorim* 2018;131(1):309–16.
- [16] Freeland B, McCarthy E, Balakrishnan R, Fahy S, Boland A, Rochfort KD et al. A Review of Polylactic Acid as a Replacement Material for Single-Use Laboratory Components. *Materials (Basel, Switzerland)* 2022;15(9).
- [17] Li T. Charakterisierung von Biopolymeren. Darmstadt; 2013; Available from: <https://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de/3730>.
- [18] Xu J, Guo B-H. Poly(butylene succinate) and its copolymers: research, development and industrialization. *Biotechnology journal* 2010;5(11):1149–63.
- [19] Tserki V, Matzinos P, Pavlidou E, Vachliotis D, Panayiotou C. Biodegradable aliphatic polyesters. Part I. Properties and biodegradation of poly(butylene succinate-co-butylene adipate). *Polymer Degradation and Stability* 2006;91(2):367–76.

- [20] Gigli M, Fabbri M, Lotti N, Gamberini R, Rimini B, Munari A. Poly(butylene succinate)-based polyesters for biomedical applications: A review. *European Polymer Journal* 2016;75:431–60.
- [21] Gigli M, Lotti N, Gazzano M, Finelli L, Munari A. Novel eco-friendly random copolyesters of poly(butylene succinate) containing ether-linkages. *Reactive and Functional Polymers* 2012;72(5):303–10.
- [22] Utracki LA, Wilkie CA. *Polymer blends handbook*. 2nd ed. Dordrecht: Springer; 2014.
- [23] Andreas Strunk-Westermann. „In-situ“-Polymerisation von Methylmethacrylat in Gegenwart von Poly(n-butylacrylat) mit Poly(methylmethacrylat-block-n-butylacrylat) als Verträglichkeitsvermittler. Dissertation; 2000.
- [24] *Kunststoff-Handbuch*. München: Hanser; 1993.
- [25] *Polymer blends*. New York, NY: Academic Press; 1978.
- [26] Utracki LA. *Commercial Polymer Blends*. Boston, MA, s.l.: Springer US; 1998.
- [27] Lee S-T, Park CB (eds.). *Foam extrusion: Principles and practice*. Boca Raton, FL: CRC Press, Taylor and Francis; 2014.
- [28] Jin F-L, Zhao M, Park M, Park S-J. Recent Trends of Foaming in Polymer Processing: A Review. *Polymers* 2019;11(6).
- [29] Standau T, Zhao C, Murillo Castellón S, Bonten C, Altstädt V. Chemical Modification and Foam Processing of Polylactide (PLA). *Polymers* 2019;11(2).
- [30] Raps D, Hossieny N, Park CB, Altstädt V. Past and present developments in polymer bead foams and bead foaming technology. *Polymer* 2015;56:5–19.
- [31] Jan-Hendrik Keller. *Hysteresismessungen an Partikelschäumen: Erstellung eines Modells zur Simulation der Mitteldehnung bei dynamischer Ermüdung*. Dissertation; 2019.
- [32] Menges G, Schulze-Kadelbach R, Reichstein H, Thebing U, Schmitz J. Untersuchung der Grundlagen für das Sintern von Kunststoffen. *Rheol Acta* 1980;19(5):633–41.
- [33] Gensel J, Pawelski C, Altstädt V. Welding quality in polymer bead foams: An in situ SEM study. In: Author(s); 2017, p. 60001.
- [34] Nofar M, Guo Y, Park CB. Double Crystal Melting Peak Generation for Expanded Polypropylene Bead Foam Manufacturing. *Ind. Eng. Chem. Res.* 2013;52(6):2297–303.
- [35] Choi JB, Chung MJ, Yoon JS. Formation of Double Melting Peak of Poly(propylene-co-ethylene-co-1-butene) during the Preexpansion Process for Production of Expanded Polypropylene. *Ind. Eng. Chem. Res.* 2005;44(8):2776–80.
- [36] Jerome Lohmann, Bangaru Dharmapuri Sriramulu Sampath, Peter Gutmann, Andreas Künkel, Klaus Hahn, Andreas Füssi. Process for producing expandable pelletized material which comprises polylactic acid: U.S. Patent; 2013.
- [37] Zhou J, Song J, Parker R. Microwave-assisted moulding using expandable extruded pellets from wheat flours and starch. *Carbohydrate Polymers* 2007;69(3):445–54.
- [38] Andrew Coles, Arnaud Coulon, Dave Ellis, Georg Schloms. MOULDING OF PLASTIC PARTICULATE MATTER: US-Patent(US 2014/0243442 A1); 2014.
- [39] Nofar M, Sacligil D, Carreau PJ, Kamal MR, Heuzey M-C. Poly (lactic acid) blends: Processing, properties and applications. *International Journal of Biological Macromolecules* 2019;125:307–60.
- [40] Aversa C, Barletta M, Gisario A, Pizzi E, Prati R, Vesco S. Design, manufacturing and preliminary assessment of the suitability of bioplastic bottles for wine packaging. *Polymer Testing* 2021;100:107227.
- [41] NatureWorks LLC. Ingeo™ Biopolmer 4032D Technical Data Sheet.
- [42] Yoo HM, Jeong S-Y, Choi S-W. Analysis of the rheological property and crystallization behavior of polylactic acid (Ingeo™ Biopolymer 4032D) at different process temperatures. *e-Polymers* 2021;21(1):702–9.

- [43] TotalEnergies Corbion. Product Data Sheet Luminy® LX975.
- [44] PTT MCC Biochem Company Limited. BioPBS™ FD92PM / FD92PB Technical Data Sheet.
- [45] Nater R. Wägelexikon: Leitfaden wägetechnischer Begriffe. Berlin, [New York]: Springer; 2008.
- [46] Macherauch E, Zoch H-W. V47 Rasterelektronenmikroskopie. In: Macherauch E, Zoch H-W, editors. Praktikum in Werkstoffkunde: 100 ausführliche Versuche aus wichtigen Gebieten der Werkstofftechnik. Wiesbaden: Springer Vieweg; 2019, p. 367–375.
- [47] Ehrenstein GW. Thermische Analyse: Brandprüfung, Wärme- und Temperaturleitfähigkeit, DSC, DMA, TMA. München: Hanser; 2020.
- [48] Qiu TY, Song M, Zhao LG. Testing, characterization and modelling of mechanical behaviour of poly (lactic-acid) and poly (butylene succinate) blends. Mech Adv Mater Mod Process 2016;2(1).
- [49] Khan H, Yerramilli AS, D'Oliveira A, Alford TL, Boffito DC, Patience GS. Experimental methods in chemical engineering: X-ray diffraction spectroscopy— XRD. Can J Chem Eng 2020;98(6):1255–66.
- [50] XRD Labor - Röntgendiffraktometrie (XRD Analyse). [April 26, 2023]; Available from: <https://www.xrd-labor.com/XRD-Analyse/>.
- [51] Deutsches Institut für Normung e. V. Wärmedämmstoffe für das Bauwesen – Bestimmung der Zugfestigkeit senkrecht zur Plattenebene(1607:1997-01). Berlin: Beuth Verlag GmbH; 2013.

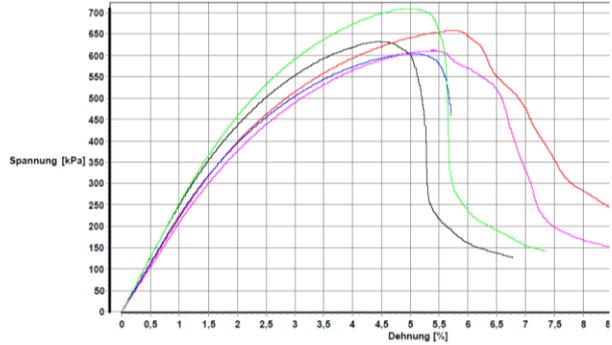
# Anhang

## Anhang 1: Spannungs-Dehnungs-Diagramme aus den Querzugversuchen

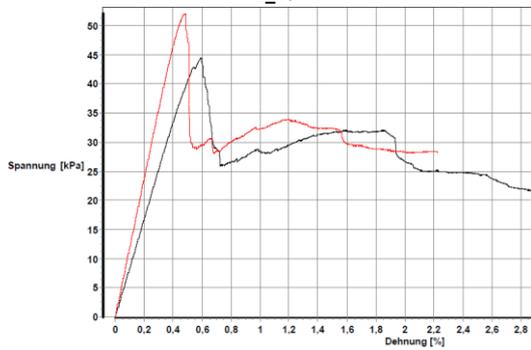
VK 1\_Ref

Keine Plattenherstellung möglich

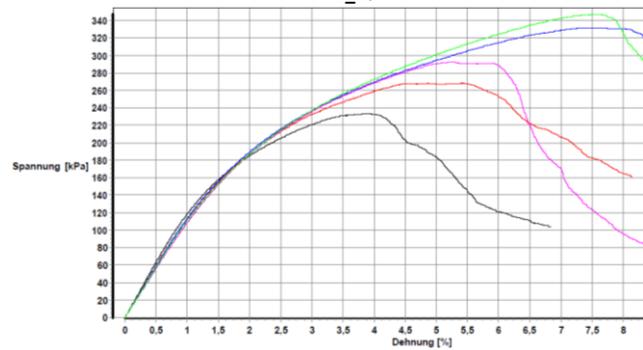
VK 2\_Ref



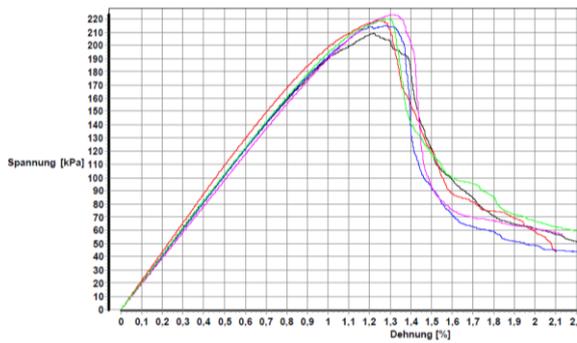
VK 1\_10



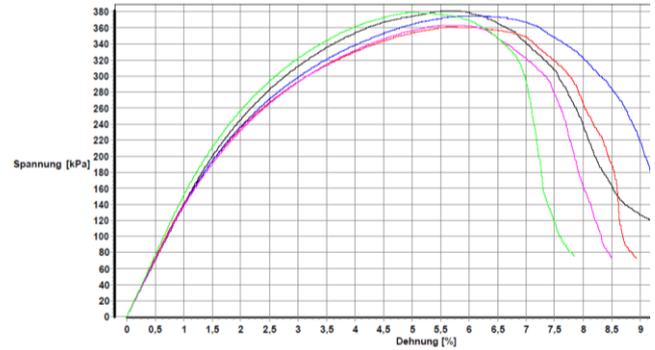
VK 2\_10



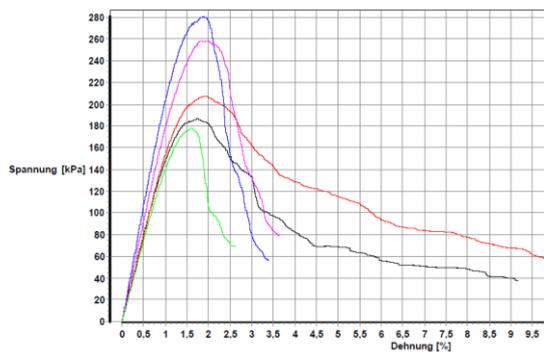
VK 1\_10



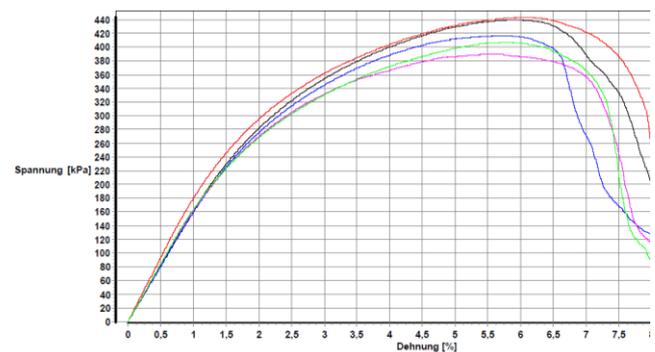
VK 2\_10



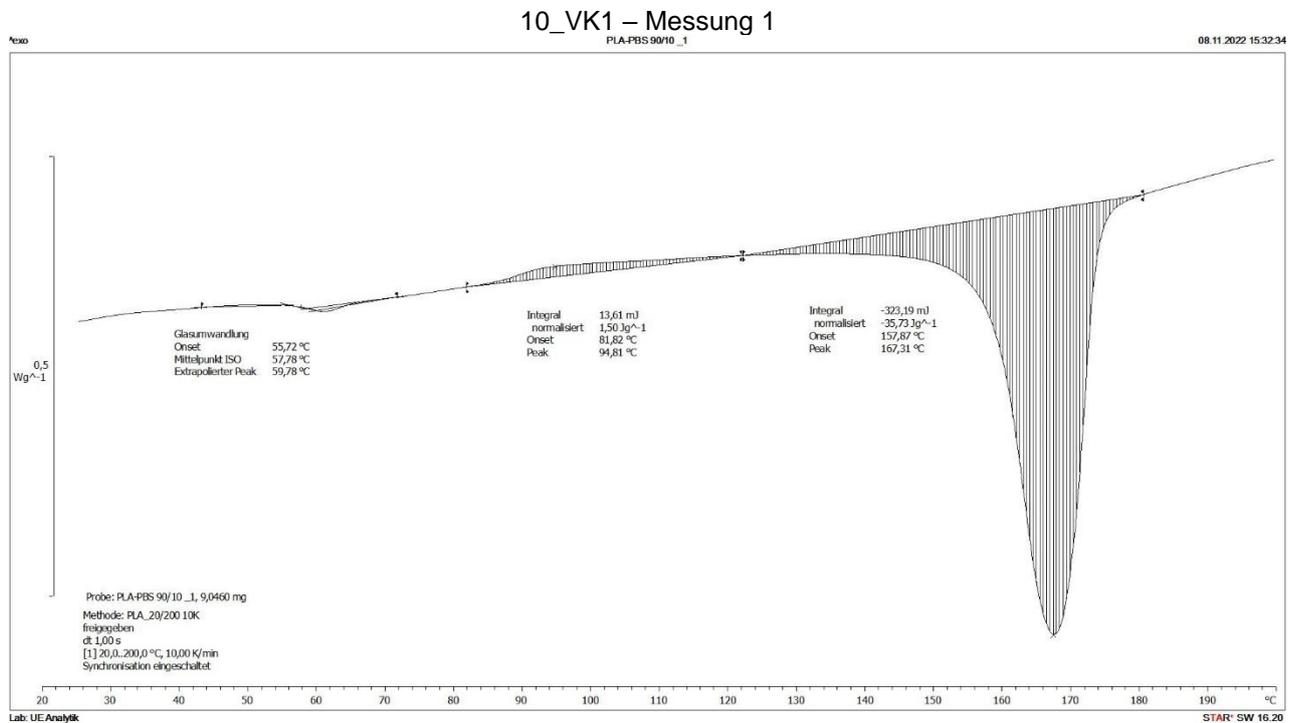
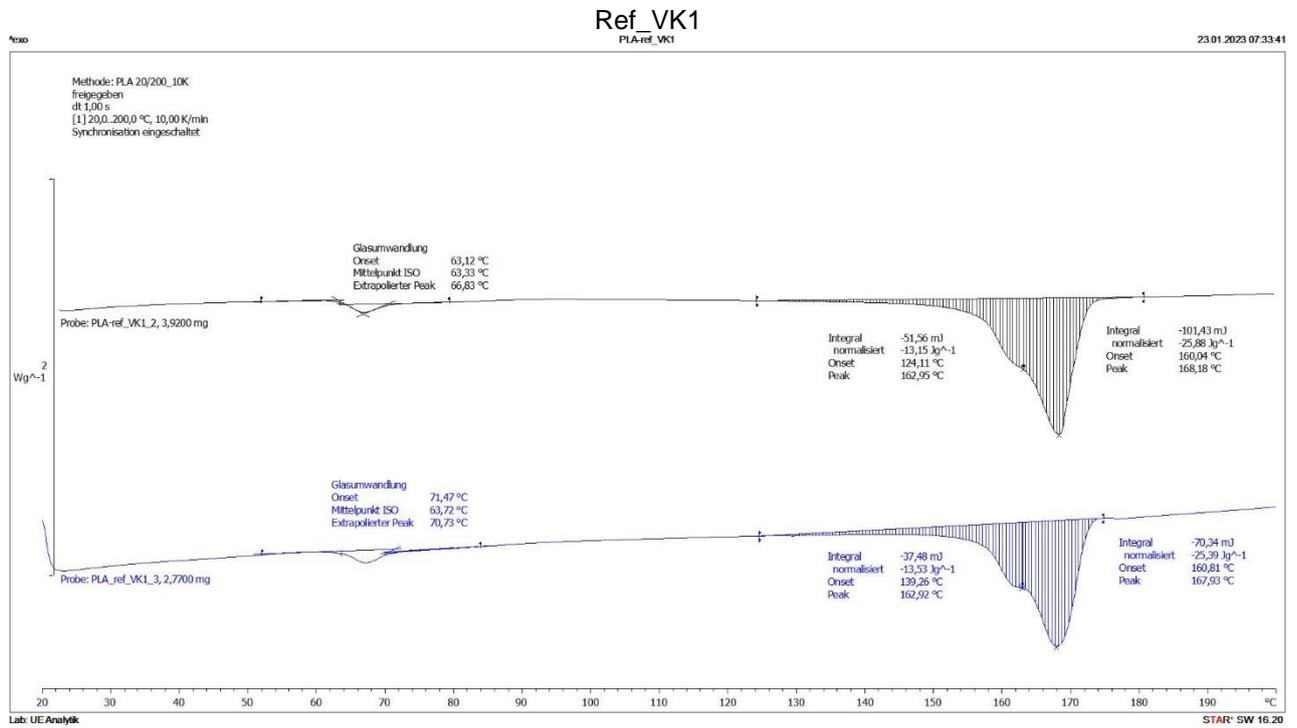
VK 1\_10



VK 2\_10



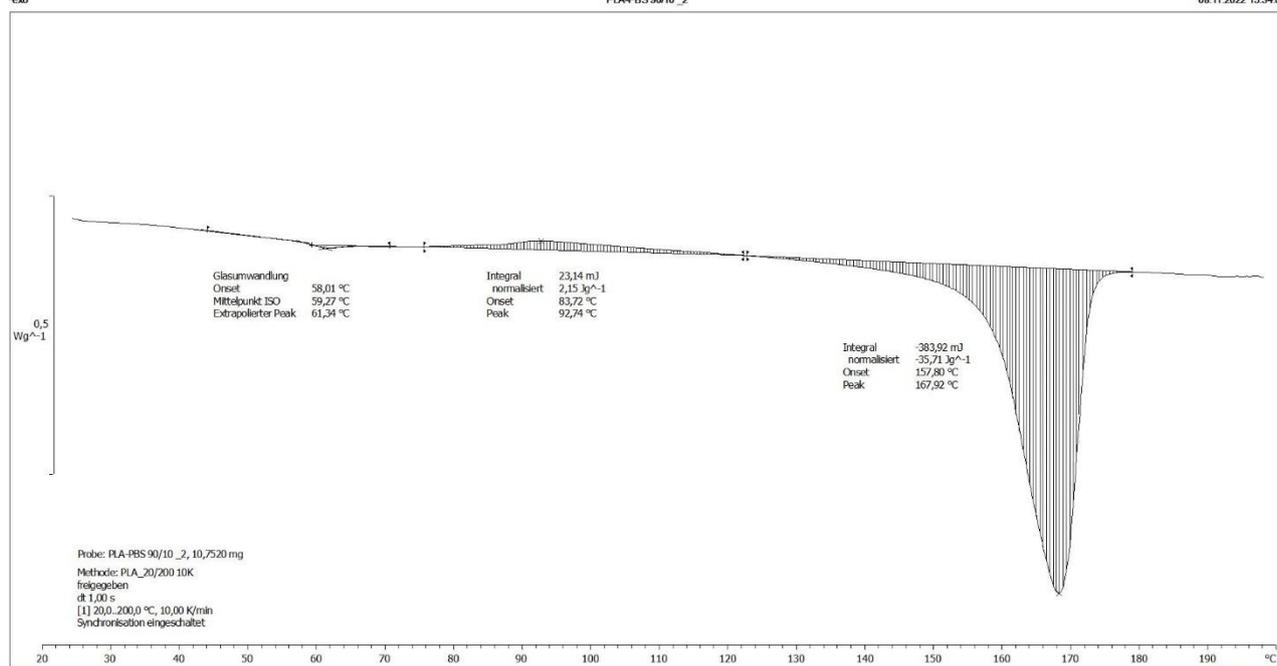
## Anhang 2: DSC-Messkurven der vorgeschäumten VK1 Partikel



## 10\_VK1 – Messung 2

PLA-PBS 90/10\_2

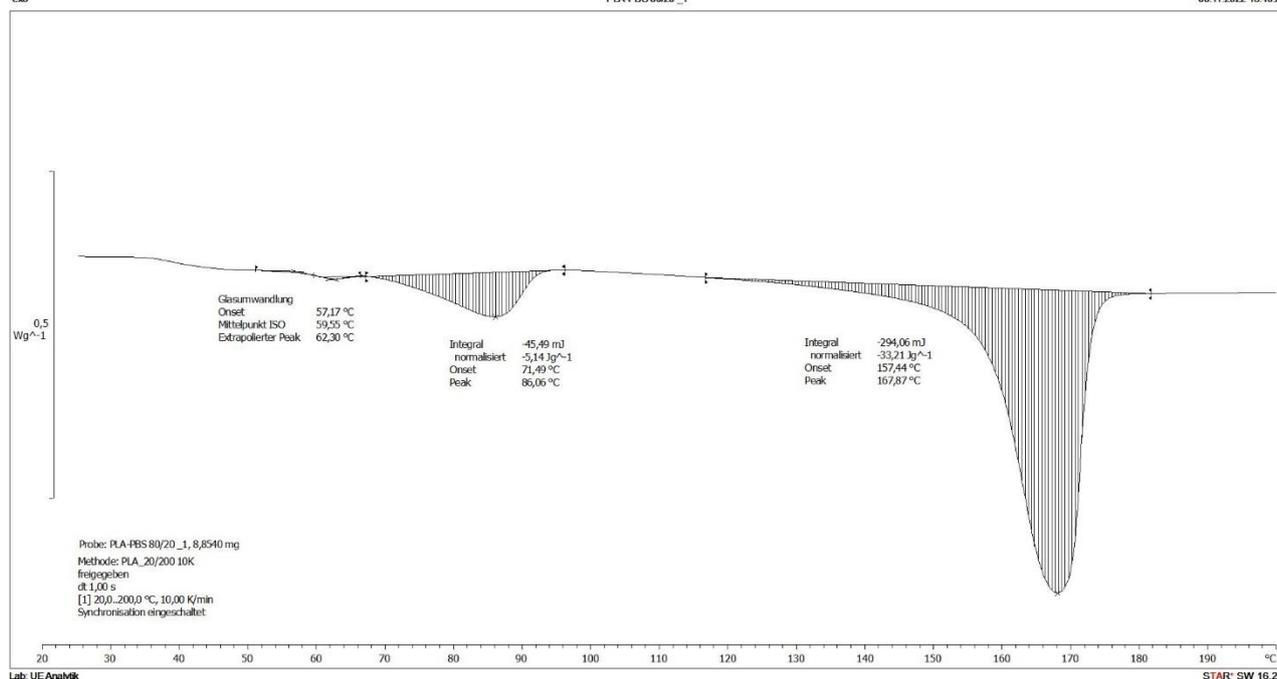
08.11.2022 15:34:04



## 20\_VK1 – Messung 1

PLA-PBS 80/20\_1

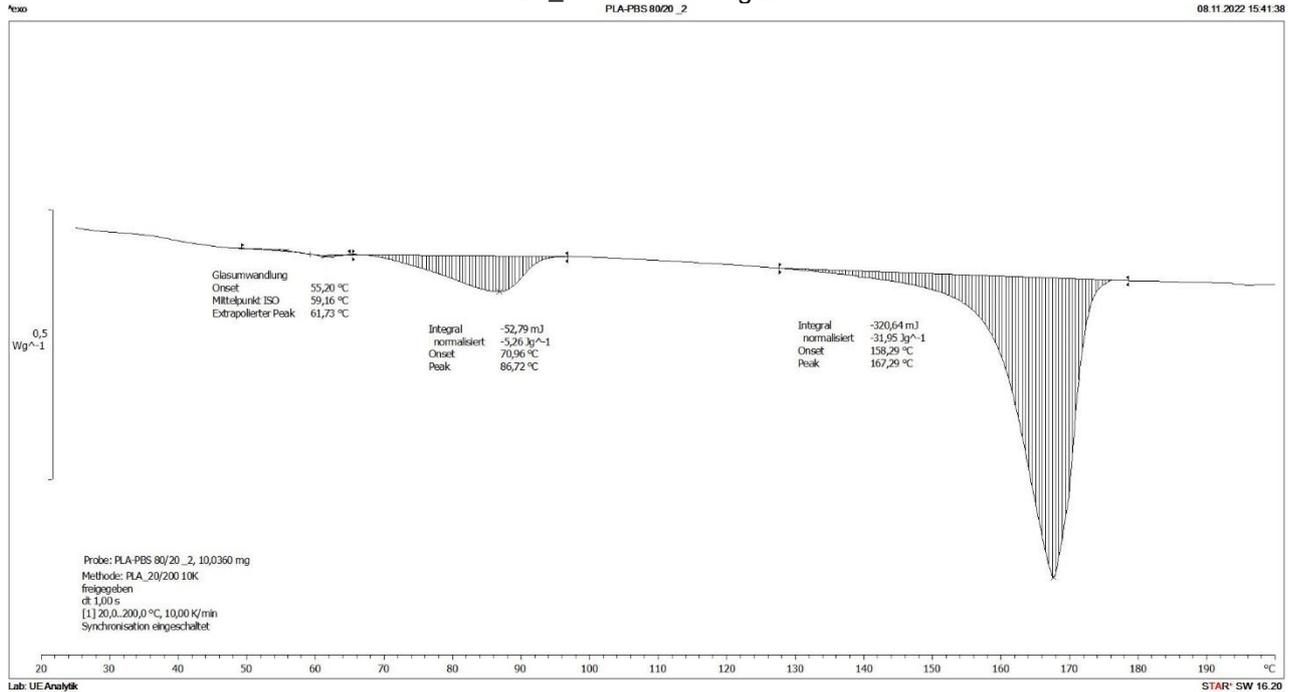
08.11.2022 15:40:23



## 20\_VK1 – Messung 2

PLA-PBS 80/20\_2

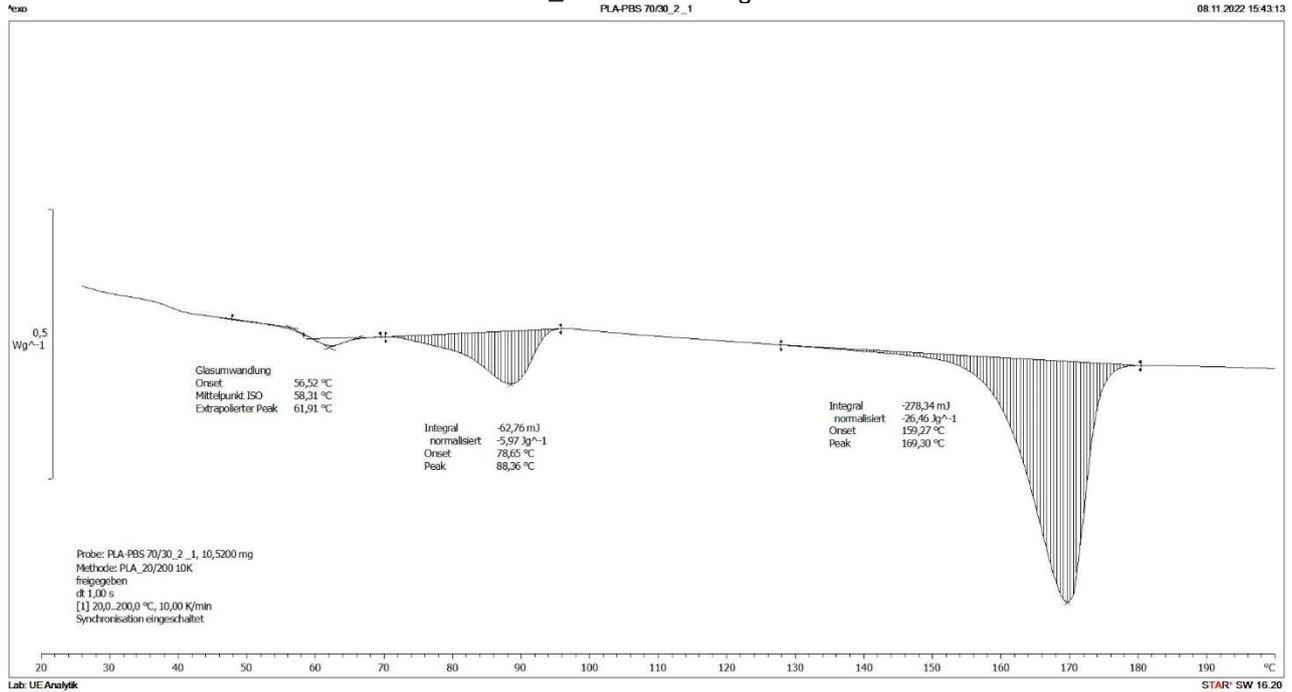
08.11.2022 15:41:38



## 30\_VK1 – Messung 1

PLA-PBS 70/30\_2\_1

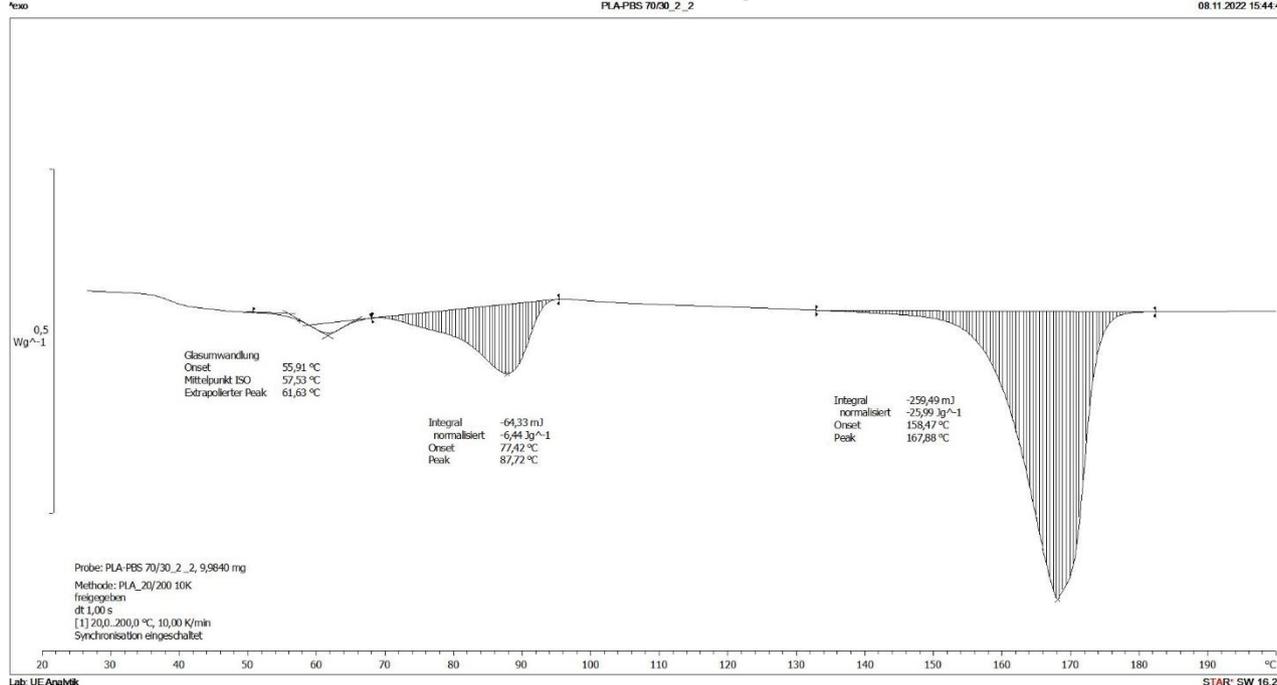
08.11.2022 15:43:13



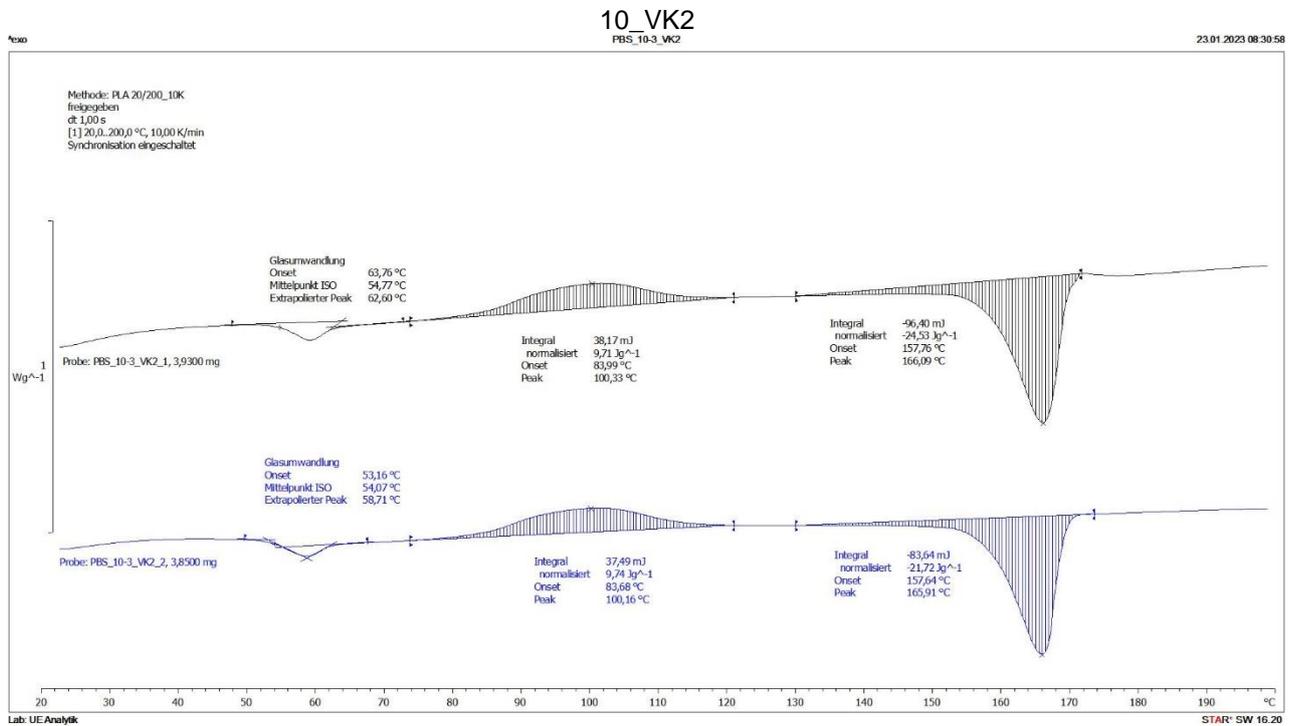
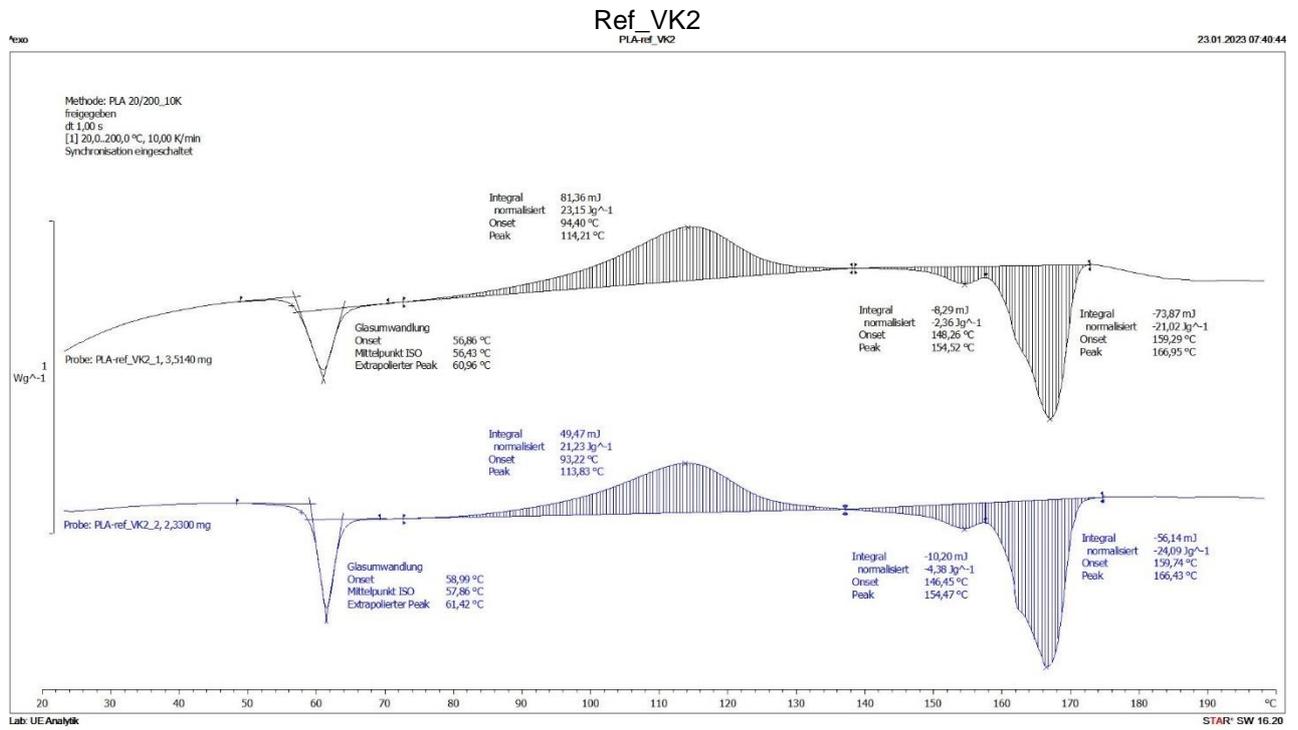
# 30\_VK1 – Messung 2

PLA-PBS 70/30\_2\_2

08.11.2022 15:44:43



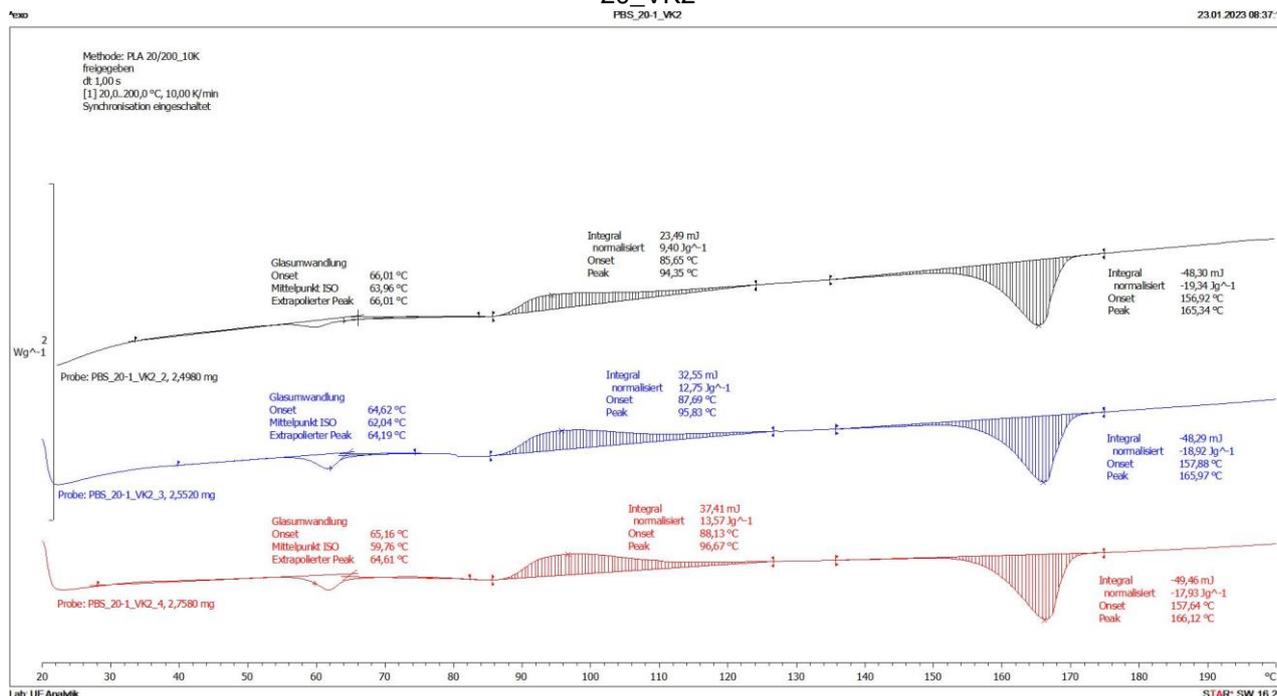
# Anhang 3: DSC-Messkurven der vorgeschäumten VK2 Partikel



## 20\_VK2

PBS\_20-1\_VK2

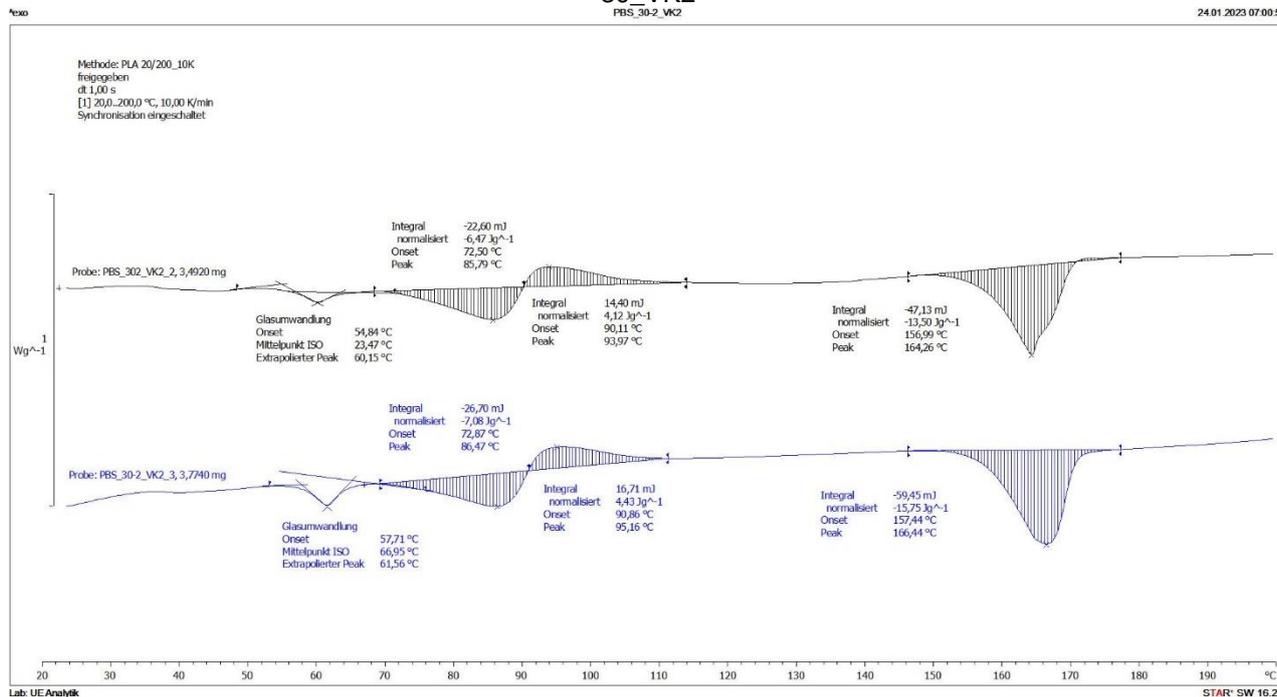
23.01.2023 08:37:19



## 30\_VK2

PBS\_30-2\_VK2

24.01.2023 07:00:52





## Ingeo™ Biopolmer 4032D Technical Data Sheet

### Extrusion Grade for Higher Heat Products

Ingeo biopolymer 4032D, a NatureWorks LLC product, is a thermoplastic resin derived from annually renewable resources and is specifically designed general extrusion processes when a higher melting point product is needed. Ingeo biopolymer 4032D is a general purpose extrusion grade that is used naturally or as part of a formulated blend. When formulated with nucleating agents, product may be crystallized to achieve parts with higher HDT than its amorphous counterpart. This is a high molecular weight biopolymer grade that processes easily on conventional extrusion equipment. Common nucleating agents are talc, ethylene bis-steramide and propriety offerings from third party suppliers

#### Applications

Potential applications for Ingeo biopolymer 4032D include:

- Signage
- Gift Cards
- Profiles

#### Processing Information

Ingeo biopolymer 4032D is easily processed on conventional extrusion equipment. The material is stable in the molten state, provided that the drying procedures are followed. More detailed recommendations and processing requirements are found in the Ingeo biopolymer sheet extrusion processing guide, the purging technical data sheet, and the drying and crystallizing processing guide, all of which can be found at [www.natureworksllc.com](http://www.natureworksllc.com).

#### Machine Configuration

Ingeo biopolymer 4032D will process on conventional extrusion machinery with the following equipment: General purpose screw with L/D ratios from 24:1 to 32:1 and compression ratio of

Typical Material & Application Properties <sup>(1)</sup>		
Physical Properties	Ingeo 4032D	ASTM Method
Specific Gravity	1.24	D792
MFR, g/10 min (210°C, 2.16kg)	7	D1238
Melt Density (g/cc)	1.08 at 230°C	
Mechanical Properties		
Tensile Strength @ Break, psi (MPa)	7,700 (53)	D882
Tensile Yield Strength, psi (MPa)	8,700 (60)	D882
Tensile Modulus, kpsi (GPa)	500 (3.5)	D882
Tensile Elongation, %	6.0	D882
Notched Izod Impact, ft-lb/in (J/m)	0.3 (16)	D256
Melting Point(°C)	155 - 170	

(1) Typical properties; not to be construed as specifications.

(2) Refer to Ingeo biopolymer Sheet Extrusion Processing Guide

2.5:1 to 3:1. Smooth barrels are recommended.

#### Process Details

##### Startup and Shutdown

Ingeo biopolymer 4032D is not compatible with a wide variety of commodity resins, and special purging sequences should be followed:

1. Clean extruder and bring temperatures to steady state with low viscosity, general purpose polystyrene or polypropylene.
2. Vacuum out hopper system to avoid contamination.
3. Introduce Ingeo biopolymers into the extruder at the operating conditions used in Step 1.
4. Once Ingeo biopolymer has purged, reduce barrel temperatures to desired set points.
5. At shutdown, purge machine with high viscosity polystyrene or polypropylene.

##### Drying

In-line drying may be required. A moisture content of less than 0.025% (250 ppm) is recommended to prevent viscosity degradation. Typical drying conditions for crystallized granules are 2 hours at 195°F (90°C) or to a dew point of -40°F (-40°C), airflow rate of greater than 0.5 cfm/lbs per hour of resin throughput. The resin should not be exposed to atmospheric conditions after drying. Keep the package sealed until ready to use and promptly reseal any unused material. Pellets that have been exposed to the atmosphere for extended time periods will require additional drying time. Amorphous regrind must be crystallized prior to drying, to assure efficient and effective drying.

Processing Temperature Profile <sup>(1)</sup>		
Melt Temperature	410°F	210°C
Feed Throat	113°F	45°C
Feed Temperature	355°F	180°C
Compression Section	375°F	190°C
Metering Section	390°F	200°C
Adapter	390°F	200°C
Die	375°F	190°C
Screw Speed	20-100 rpm	

(1) These are starting points and may need to be optimized.

## Safety and Handling Considerations

---

Safety Data Sheets (SDS) for Ingeo biopolymers are available from NatureWorks. SDS's are provided to help customers satisfy their own handling, safety, and disposal needs, and those that may be required by locally applicable health and safety regulations. SDS's are updated regularly; therefore, please request and review the most current SDS's before handling or using any product.

*The following comments apply only to Ingeo biopolymers; additives and processing aids used in fabrication and other materials used in finishing steps have their own safe-use profile and must be investigated separately.*

## Hazards and Handling Precautions

---

Ingeo biopolymers have a very low degree of toxicity and, under normal conditions of use, should pose no unusual problems from incidental ingestion or eye and skin contact. However, caution is advised when handling, storing, using, or disposing of these resins, and good housekeeping and controlling of dusts are necessary for safe handling of product. Pellets or beads may present a slipping hazard.

No other precautions other than clean, body-covering clothing should be needed for handling Ingeo biopolymers. Use gloves with insulation for thermal protection when exposure to the melt is localized. Workers should be protected from the possibility of contact with molten resin during fabrication.

Handling and fabrication of resins can result in the generation of vapors and dusts that may cause irritation to eyes and the upper respiratory tract. In dusty atmospheres, use an approved dust respirator.

Good general ventilation of the polymer processing area is recommended. At temperatures exceeding the polymer melt temperature (typically 175°C), polymer can release fumes, which may contain fragments of the polymer, creating a potential to irritate eyes and mucous membranes. Good general ventilation should be sufficient for most conditions. Local exhaust ventilation is recommended for melt operations. Use safety glasses (or goggles) to prevent exposure to particles, which could cause mechanical injury to the eye. If vapor exposure causes eye discomfort, improve localized fume exhausting methods or use a full-face respirator.

The primary thermal decomposition product of PLA is acetaldehyde, a material also produced during the thermal degradation of PET. Thermal decomposition products also include carbon monoxide and hexanal, all of which exist as gases at normal room conditions. These species are highly flammable, easily ignited by spark or flame, and can also

auto ignite. For polyesters such as PLA, thermal decomposition producing flammable vapors containing acetaldehyde and carbon monoxide can occur in almost any process equipment maintaining PLA at high temperature over longer residence times than typically experienced in extruders, fiber spinning lines, injection molding machines, accumulators, pipe lines and adapters. As a rough guideline based upon some practical experience, significant decomposition of PLA will occur if polymer residues are held at temperatures above the melting point for prolonged periods, e.g., in excess of 24 hours at 175°C, although this will vary significantly with temperature.

## Combustibility

---

Ingeo biopolymers will burn. Clear to white smoke is produced when product burns. Toxic fumes are released under conditions of incomplete combustion. Do not permit dust to accumulate. Dust layers can be ignited by spontaneous combustion or other ignition sources. When suspended in air, dust can pose an explosion hazard. Firefighters should wear positive-pressure, self-contained breathing apparatuses and full protective equipment. Water or water fog is the preferred extinguishing medium. Foam, alcohol-resistant foam, carbon dioxide or dry chemicals may also be used. Soak thoroughly with water to cool and prevent re-ignition.

## Disposal

---

**DO NOT DUMP INTO ANY SEWERS, ON THE GROUND, OR INTO ANY BODY OF WATER.** For unused or uncontaminated material, the preferred option is to recycle into the process otherwise, send to an incinerator or other thermal destruction device. For used or contaminated material, the disposal options remain the same, although additional evaluation is required. Disposal must be in compliance with Federal, State/Provincial, and local laws and regulations.

## Environmental Concerns

---

Generally speaking, lost pellets, while undesirable, are benign in terms of their physical environmental impact, but if ingested by wildlife, they may mechanically cause adverse effects. Spills should be minimized, and they should be cleaned up when they happen. Plastics should not be discarded into the environment.

## Product Stewardship

---

NatureWorks has a fundamental duty to all those that use our products, and for the environment in which we live. This duty is the basis for our Product Stewardship philosophy, by which we assess the health and environmental information on our products and their intended use, and then take

## *Ingeo Biopolymer 4032D Technical Data Sheet*

appropriate steps to protect the environment and the health of our employees and the public.

### **Customer Notice**

---

NatureWorks encourages its customers and potential users of its products to review their applications from the

standpoint of human health and environmental quality. To help ensure our products are not used in ways for which they were not intended or tested, our personnel will assist customers in dealing with ecological and product safety considerations. Your sales representative can arrange the proper contacts. NatureWorks literature should be consulted prior to the use of the company's products.

#### **NOTICE:**

No freedom from infringement of any patent owned by NatureWorks LLC or others is to be inferred. No information in this publication can be considered a suggestion to infringe patents.

The technical information, recommendations and other statements contained in this document are based upon tests or experience that NatureWorks believes are reliable, but the accuracy or completeness of such information is not guaranteed. Many factors beyond NatureWorks control can affect the use and performance of a NatureWorks product in a particular application, including the conditions under which the product is used and the time and environmental conditions in which the product is expected to perform. Since these factors are uniquely within the user's knowledge or control, it is essential that the user evaluate the NatureWorks product to determine whether it is fit for a particular purpose and suitable for the user's method of application. In addition, because use conditions are outside of NatureWorks control and applicable laws may differ from one location to another and may change with time, Customer is solely responsible for determining whether products and the information in this document are appropriate for Customer's use and for ensuring that Customer's workplace, use and disposal practices are in compliance with applicable laws and regulations. NatureWorks LLC assumes no obligation or liability for the information in this document.

NATUREWORKS MAKES NO WARRANTY, EXPRESS OR IMPLIED, REGARDING THE INFORMATION CONTAINED HEREIN OR ITS PRODUCTS, INCLUDING BUT NOT LIMITED TO ANY WARRANTY AS TO ACCURACY OR COMPLETENESS OF INFORMATION, OR ANY IMPLIED WARRANTY OF MERCHANTABILITY OR FITNESS FOR A PARTICULAR PURPOSE.

**NOTICE REGARDING PROHIBITED USE RESTRICTIONS:** Unless specifically agreed to in writing by NatureWorks, NatureWorks LLC will not knowingly sell or sample any product into any of the following commercial or developmental applications (i) components of or packaging for tobacco products, (ii) components of products intended for human or animal consumption, (iii) any application that is intended for any internal contact with human body fluids or body tissues, (iv) as a critical component in any medical device that supports or sustains human life, (v) in any product that is designed specifically for ingestion or internal use by pregnant women, (vi) in any application designed specifically to promote or interfere with human reproduction, (vii) in microbeads, including those used in personal care/cosmetic applications, or (viii) to manufacture bottles or bottle pre-forms in North America.

For additional information please contact NatureWorks via our [website](#) on the tab called [FAQ's](#) or by clicking [here](#).



15305 Minnetonka Blvd., Minnetonka, MN 55345

---

# Product Data Sheet

## Luminy® LX975

Revision date 15 July 2022  
 Page 1 of 3  
 Date previous version 13 Oct 2021  
 Version & language 3/0979 - EN  
 Product availability Global  
 Product status Commercial

PRODUCT DATA SHEET  
 LUMINY® LX975

Interested in solutions for bioplastics? Please contact us at  
[www.totalenergies-corbion.com](http://www.totalenergies-corbion.com) [pla@totalenergies-corbion.com](mailto:pla@totalenergies-corbion.com)

### DESCRIPTION

PLA is a biobased polymer derived from natural resources and offers a significant reduction in carbon footprint compared to oil-based plastics. Luminy® LX975 is a high viscosity resin suitable for use as a heat-seal layer in film applications or as a low melting component in sheath-core configurations.

### TYPICAL PROPERTIES<sup>1</sup>

Physical properties	Method	Typical value
Density	Literature value	1.24 g/cm <sup>3</sup>
Melt flow index	ISO 1133-A (210°C/2.16kg)	10 g/10 min
Melt flow index	ISO 1133-A (190°C/2.16kg)	4 g/10 min
Stereochemical purity	TotalEnergies Corbion method	86% (L-Isomer)
Appearance	Visual	Amorphous pellets
Residual monomer	TotalEnergies Corbion method	≤ 0.3%
Water / moisture	Coulometric Karl-Fischer	≤ 600 ppm
Melting temperature	DSC	130°C
Glass transition temperature	DSC	60°C
Mechanical properties	Method	Typical value
Tensile modulus	ISO 527-1	3500 MPa
Tensile strength	ISO 527-1	40 MPa
Elongation at break	ISO 527-1	≈ 5%
Charpy notched impact, 23°C	ISO 179-1eA	≈ 5 kJ/m <sup>2</sup>
Heat deflection temp., amorphous <sup>2</sup>	ISO 75-1	60°C

<sup>1</sup> Typical properties, not to be interpreted as specifications

<sup>2</sup> HDT<sub>B</sub>, 0.48MPa flatwise. HDT depends on processing conditions.

### PROCESSING INFORMATION & RECOMMENDATIONS

Luminy® LX975 can be processed on conventional extrusion equipment. It is recommended to use a general purpose screw with L/D ratios between 24 and 32. As the resin is amorphous and can start to become sticky at temperatures around 50°C, it is necessary to have screw cooling capabilities in the feed section. Luminy® LX975 is used only as a heat seal layer in coextrusion processes with other Luminy® PLA grades. Pre-drying of the resin is recommended.

#### Recommended extruder temperature settings

Predrying	24 hours at 40°C
Feed throat	20-40°C
Feed zone	180-190°C
Melt zone	180-190°C
Metering zone	190-210°C
Screen	190-210°C
Melt pump	190-210°C
Die	190-210°C

Typical settings, may require optimization

#### Start-up and shutdown

1. Purge the system with a polyolefin or a purging compound (e.g. Dyna-Purge, Clean LDPE) at its recommended temperature settings.
2. Reset the temperature settings to the recommended PLA temperature profile.
3. Purge with PLA resin or PLA compound until stable processing is obtained free of contaminants.
4. Reset the temperature settings to the recommended purging compound temperature profile.
5. Purge with a polyolefin or a purging compound for 5 times the average residence time.

After completion of the run, PLA must be removed from the whole system. PLA can degrade into lactic acid causing corrosion of the equipment (e.g. die plates).



© Copyright 2022 TotalEnergies Corbion. All rights reserved. No part of this publication may be copied, downloaded, reproduced, stored in a retrieval system or transmitted in any form by any means, electronic, mechanical, photocopying, recorded or otherwise, without permission of the publisher. No representation or warranty is made as to the truth or accuracy of any data, information or opinions contained herein or as to their suitability for any purpose, condition or application. None of the data, information or opinions herein may be relied upon for any purpose or reason. TotalEnergies Corbion disclaims any liability, damages, losses or other consequences suffered or incurred in connection with the use of the data, information or opinions contained herein. In addition, nothing contained herein shall be construed as a recommendation to use any products in conflict with existing patents covering any material or its use. TotalEnergies is a trademark owned and registered by TotalEnergies SE, used under license by TotalEnergies Corbion BV. CORBION is a trademark owned and registered by CORBION N.V. used under license by TotalEnergies Corbion BV.

101-FDS-LUMINY LX975-V3/0979-EN-020715

# Product Data Sheet

## Luminy® LX975

Revision date 15 July 2022  
Page 2 of 3  
Version & language 3/0979 - EN

### MOISTURE AND PRE-DRYING

It is recommended to dry Luminy® LX975 from the packaging for 24 hours at 40°C. Drying of standard PLA can be performed in a desiccant hot air dryer, with a dew point of -40°C or less. Drying at higher temperatures can result in pellet sticking and clogging of drying and conveying equipment. It is recommended to reduce the moisture content before spinning to a level preferably less than 100 ppm, measured by e.g. Karl-Fischer or Brabender aquatrac method. Moisture causes hydrolysis of the PLA polymer during melt processing, resulting in process instabilities and possibly decreased mechanical properties.

### PACKAGING & STORAGE CONDITIONS

Luminy® LX975 is available in 1250 kg form-stable aluminum-lined big bags and 25 kg sample bags (moisture level not guaranteed for sample bags). It is recommended to store PLA polymer in its closed, original moisture-barrier packaging at temperatures below 50°C. Storage in direct sunlight should be avoided. The supplied PLA polymer pellets are typically semi-crystalline, unless otherwise stated.

### COMPOSTABILITY

Composting of organic waste helps to divert organic waste from landfill or incineration. Composting is a biological process in which organic wastes are degraded by microorganisms into carbon dioxide, water and humus, a soil nutrient. Luminy® PLA polymers are in compliance with the EN-13432 standard. Luminy® LX975 has been certified compostable by TÜV Austria (OK Compost S478) and by European Bioplastics (Seedling 7W2030) up to a thickness of 3.5 mm. As the compostability of the end product is also dependent on the geometry of product, it is the responsibility of the manufacturer of the end product to ensure compliance with the regulations.



### BIOBASED CONTENT

Luminy® LX975 has a biobased content of 100% (confidence level 1) and a biobased carbon content of 100% according to EN16785-1 under certificate number DIC-00001. Luminy® LX975 is certified 100% biobased according to ASTM D6886 under the USDA BiopREFERRED program.



### FOOD CONTACT STATUS

In the European Union, Luminy® PLA polymers are compliant with EU commission regulation 10/2011 of 14 January 2011 (and amendments) on plastic materials and articles intended to come into contact with food. Lactic acid is considered a dual use substance, since lactic acid is approved as a food additive (additive number E270). There are no SMLs or SML(T)s for the ingredients used to produce Luminy® PLA. The regulation does include a migration limit of 10 mg/dm<sup>2</sup> on the overall migration from finished plastic articles into food. It is the responsibility of the manufacturer of the final product, when intended as a food contact product, to determine that the use of the product is safe and also suitable for the intended application. While it is TotalEnergies Corbion's conclusion that the above mentioned polymers are permitted, it is the final product which must meet the given regulations and the manufacturer should take responsibility to check if the final product is in compliance with these regulations

In the United States of America, Luminy® PLA as supplied by TotalEnergies Corbion has been evaluated and was found to be suitable for use in food contact applications. On 30 November 2018, FCN 001926 as applied for by TotalEnergies Corbion to the FDA became effective. It is included in the list of effective notifications for FCNs on the website of the FDA. The evaluation performed was in line with the requirements of Section 201(s) and Section 409 of the Federal, Drug and Cosmetic Act, and Parts 182, 184 and 186 of the Food Additive Regulations. Luminy® PLA neat resin is approved for all food types and conditions of use B through H.



© Copyright 2022 TotalEnergies Corbion. All rights reserved. No part of this publication may be copied, downloaded, reproduced, stored in a retrieval system or transmitted in any form by any means, electronic, mechanical, photocopied, recorded or otherwise, without permission of the publisher. No representation or warranty is made as to the truth or accuracy of any data, information or opinions contained herein or as to their suitability for any purpose, condition or application. None of the data, information or opinions herein may be relied upon for any purpose or reason. TotalEnergies Corbion disclaims any liability, damages, losses or other consequences suffered or incurred in connection with the use of the data, information or opinions contained herein. In addition, nothing contained herein shall be construed as a recommendation to use any products in conflict with existing patents covering any material or its use. TotalEnergies is a trademark owned and registered by TotalEnergies SE, used under license by TotalEnergies Corbion BV. CORBION is a trademark owned and registered by CORBION NV, used under license by TotalEnergies Corbion BV.

TCP-POS LUMINY LX975-V3/0909-EN 2/20215

# Product Data Sheet

## Luminy® LX975

Revision date 15 July 2022  
Page 3 of 3  
Version & language 3/0979 - EN

### NOTICE REGARDING USE RESTRICTIONS

Unless specifically agreed to in writing, TotalEnergies Corbion will not knowingly market any product into any of the following commercial or developmental applications: (1) bottles or preforms, unless specific arrangements on recycling and end-of-life are in place, (2) microbeads used in personal care products, including without limitation, cosmetics or over-the-counter drugs, (3) components of products intended for human or animal consumption or (4) any application that is intended to be used inside the human body.



© Copyright 2022 TotalEnergies Corbion. All rights reserved. No part of this publication may be copied, downloaded, reproduced, stored in a retrieval system or transmitted in any form by any means, electronic, mechanical, photocopying, recorded or otherwise, without permission of the publisher. No representation or warranty is made as to the truth or accuracy of any data, information or opinions contained herein or as to their suitability for any purpose, condition or application. None of the data, information or opinions herein may be relied upon for any purpose or reason. TotalEnergies Corbion disclaims any liability, damages, losses or other consequences suffered or incurred in connection with the use of the data, information or opinions contained herein. In addition, nothing contained herein shall be construed as a recommendation to use any products in conflict with existing patents covering any material or its use. TotalEnergies is a trademark owned and registered by TotalEnergies SE, used under license by TotalEnergies Corbion BV. CORBION is a trademark owned and registered by CORBION NV, used under license by TotalEnergies Corbion BV.

TECH-POS LUMINY LX975 - V3/0979-EN 202115

## Anhang 6: Datenblatt PBS FD92



### BioPBS™ FD92PM / FD92PB Technical Data Sheet

#### Film

##### Product Description

BioPBS™ is bio-based polybutylene succinate (PBS) produced from polymerization of bio-based succinic acid and 1,4-butanediol. Alike LDPE, BioPBS™ is soft and flexible semi-crystalline polyester with excellent properties suitable for both blown and cast film extrusion.

##### Features:

- Good processability and stable bubble in existing LDPE machine
- Suitable as sealant layer for flexible packaging
- Suitable to other blown film applications, i.e., bag liners, mulch film, agricultural film, etc.
- FD92PM is food contact grade, comply to EU10/2011
- OK COMPOST HOME and OK Biodegradable SOIL certified by Vincotte in European Union
- Compostable certified by BPI in North America
- Renewable content certified by DIN CERTCO and JBPA

Properties		Test Method	Unit	FD92PM/FD92PB
Density		ISO 1183	g/cm <sup>3</sup>	1.24
MFR (190°C, 2.16 kg)		ISO 1133	g/10 min	4
Melting Point		ISO 3146	°C	84
Tensile Modulus	MD	ISO 527-3	MPa	280
	TD			320
Yield Stress	MD	ISO 527-3	MPa	18
	TD			17
Stress at Break	MD	ISO 527-3	MPa	32
	TD			27
Strain at Break	MD	ISO 527-3	%	600
	TD			580
Elmendorf tear strength	MD	ISO 6383-2	N/mm	2
	TD			5
Puncture Impact		PTTMCC method	kJ/m	6

Fabrication conditions: B.U.R 2.5, Film thickness 20 µm



Information in this document is based on our current knowledge and experience. It does not relieve customers of the responsibility to carry out their own tests and experiments nor do they imply any legally binding assurance. Customers are responsible to determine their freedom to operate to ensure that their products do not infringe any intellectual properties. PTT MCC Biochem Company Limited assumes no obligation or liability for the information in this document



## Process Information

Recommended Processing Parameters	
Temperature	130-150°C
Die lip gap	0.8-1.0 mm
Blow up ratio	2-4

## Supplied form, storage condition and drying condition

BioPBS™ pellet is dried and packed in aluminum-lined packaging before delivering to customers.

Do not store outdoors. Keep dry at ambient temperature. Avoid humid environment, heat and direct sunlight. Use material within 6 months after delivery date, in order to prevent possible material quality deterioration.

Pre-dry of the unopened BioPBS™ is not necessary. It is recommended to keep packages sealed until ready to process and using up the whole 25-kg bag. Unused material should be tightly sealed, kept away from open air, and pre-dried (Temperature 80°C for over 5 hours) to moisture content of less than 1,000 ppm (preferable less than 700 ppm) prior to using next time.



Information in this document is based on our current knowledge and experience. It does not relieve customers of the responsibility to carry out their own tests and experiments nor do they imply any legally binding assurance. Customers are responsible to determine their freedom to operate to ensure that their products do not infringe any intellectual properties. PTT MCC Biochem Company Limited assumes no obligation or liability for the information in this document

## Anhang 7: Datenblatt Optron IR-Spot

### IR-Spot

#### Kurzwelliges-Infrarot-Modul

Der Optron® IR-Spot arbeitet im kurzwelligen IR-Spektrum mit dem Vorteil der hohen Eindringtiefe der Strahlungsenergie. Fokussierung der Infrarotstrahlungsenergie bei einem Fokusabstand von 50 mm.

- ▶ Leistung 150 W (17 V, 9 A)
- ▶ 100% Leistung innerhalb von 1-2 Sekunden
- ▶ keine Vorheiz- oder Abkühlzeit
- ▶ Online Leistungsverstellung im Prozess durch unsere Leistungssteller
- ▶ Fokusabstand 50 mm - mit Zusatzreflektor 17 mm
- ▶ Brennfleckdurchmesser Ø 10 mm - mit Zusatzreflektor Ø 6 mm
- ▶ Quarzglasschutzscheibe
- ▶ 2 m Anschlusskabel
- ▶ beliebige Einbaulage
- ▶ geringes Gewicht, ca. 500 g (ohne Kabel)

Das IR-Modul wird durch einen integrierten Lüfter gekühlt und ist dadurch ohne weitere Schutzmaßnahmen im industriellen Umfeld, auch im Dauerbetrieb, einsetzbar.

Die Befestigung erfolgt durch einen Nutenstein (M8) in der Profilschiene des IR-Spots.

Die höchste Energiedichte wird im Brennpunkt erreicht (s. Grafik Rückseite).

Die Fokussierung kann aber auch außerhalb des Brennpunktes erfolgen, mit dem Effekt der Vergrößerung der Bestrahlungsfläche; sowie einer Reduzierung der Intensität.

**OPTRON**  
INFRARED SYSTEMS



IR-Spot mit optionalem Klemmgelenk

#### Artikel

IR-Spot; 150 W; 17 V; Fokusabstand 50 mm mit 2 m Anschlusskabel und Hartingstecker



Artikel-Nr.:

600.5100.1

#### Leistungssteller

##### SC150

Tischgehäuse mit integriertem Leistungssteller und Hartingsteckverbindern, anschlussfertig für einen IR-Spot, stufenlose und flimmerfreie Einstellung der Heizleistung über Potentiometer oder durch ein externes 0-10 VDC-Signal, Netzanschluss mit Schuko-Stecker, Maße (B x H x T): 260 x 90 x 240 mm



600.5118.2

##### SC150plus

wie SC150, zusätzlich mit integrierter Leistungsregelung und Display zum Einstellen einer Zieltemperatur

131970.2

##### SC600

wie SC150 zum Anschluss und unabhängiger Steuerung von bis zu 4 Spots  
Maße (B x H x T): 360 x 145 x 340 mm

131948

Für mehr Informationen zu den Leistungsstellern, siehe Datenblatt „Leistungssteller IR-Spot“

#### Zubehör / Ersatzteile

Ersatz IR-Strahler

600.5111

Verstellbares, arretierbares Klemmgelenk zur Montage des IR-Spot

600.5113

Alle Preise zzgl. gesetzl. MwSt.  
Z:\Module\Spot\Grafik\Datenblatt\ir-spot\_DE.doc

Abbildung ähnlich  
Stand-Dokumentation: 10.06.2021

OPTRON GMBH • Steinriede 12 • D-30827 Garbsen / Hannover  
Telefon: 05131 7083-0 • Fax: 05131 7083-25  
www.optron.de • mail@optron.de

## IR-Spot

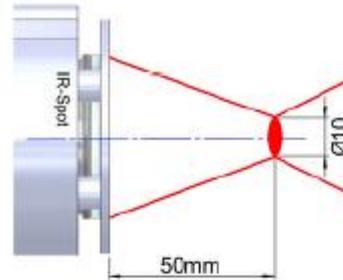
### Kurzweiliges-Infrarot-Modul

**Zusatzreflektor** (innen vergoldet)  
zur Verkleinerung des Brennfleckdurchmessers  
auf  $\varnothing 6\text{mm}$  bei erhöhter Leistungsdichte (Faktor 4)

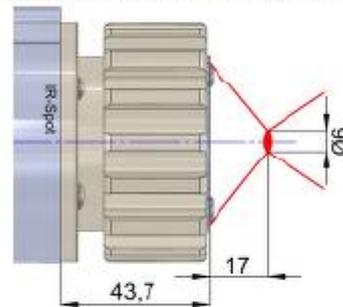


IR-Spot mit  
montiertem  
Zusatzreflektor

**Position des Brennpunktes**  
beim IR-Spot ohne Zusatzreflektor



**IR-Spot mit Zusatzreflektor und Schutzglas**

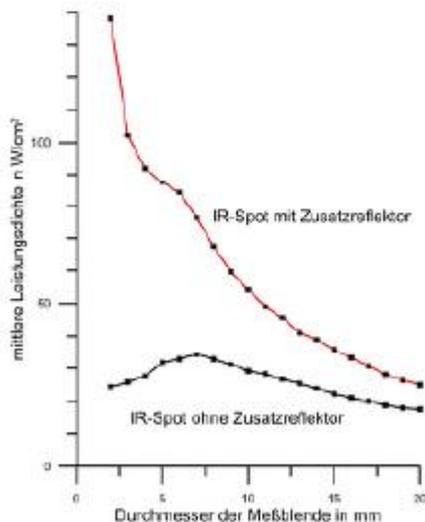
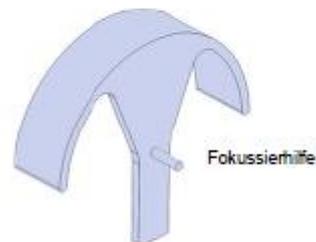


**Zusatzreflektor:**  
- mit Schutzglas und optimierter Kühlung

Artikel-Nr.: 600.5124

**Fokussierhilfe**  
zur Ermittlung der Brennpunktposition

Artikel-Nr.: 600.5125



Mittlere Leistungsdichte in Abhängigkeit  
vom Durchmesser einer im Fokus  
positionierten Meßblende.  
Je nach Objektgröße ist die mittlere  
Leistungsdichte demnach bis zu viermal größer  
wenn ein Zusatzreflektor verwendet wird.

**Anhang 8: Leistritz, Modell ZSE 27 iMAXX – 48D Doppelschneckenextruder mit UWG**



## Anhang 9: WAVE FOAMER RF-C der Firma Kurtz GmbH



## Anhang 10: RF-Werkzeugform

