

# Schlussbericht

## zum Vorhaben

Thema:

**Stärkebasierte Textilien: Kostengünstige Textilien aus Biopolymeren  
(Akronym: „StarTex“)**

Zuwendungsempfänger:

**Institut für Textiltechnik der RWTH Aachen  
Fraunhofer Institut für Chemische Technologie Pfinztal  
Tecnaro GmbH  
WarmX GmbH**

Förderkennzeichen:

**22010914  
22017015  
22017115  
22017215**

Laufzeit des Vorhabens:

**01.10.2015 bis 31.12.2018**

Ansprechpartner:

**Pavan Kumar Manvi**, Institut für Textiltechnik der RWTH Aachen  
**Christian Möbitz**, Institut für Textiltechnik der RWTH Aachen  
**Aleksandra Buczko**, Fraunhofer Institut für Chemische Technologie Pfinztal  
**Dirk Schawaller**, Tecnaro GmbH  
**Christoph Müller**, WarmX GmbH

Monat der Erstellung:

**02/2019**

Gefördert durch:



Bundesministerium  
für Ernährung  
und Landwirtschaft

aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages

Das diesem Bericht zugrundeliegende Vorhaben wurde aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages mit Mitteln des Bundesministeriums für Ernährung und Landwirtschaft (BMEL) über die Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe e.V. (FNR) als Projektträger des BMEL für das Förderprogramm Nachwachsende Rohstoffe unterstützt. Die Verantwortung für den Inhalt dieser Veröffentlichung liegt beim Autor.

## 1. Ziele

Die Verknappung des vorhandenen Rohöls und das stetig wachsende Umweltbewusstsein führen zu einer zunehmenden Nachfrage nach erneuerbaren Ressourcen. Von den Materialherstellern, verarbeitenden Unternehmen und Endanwendern wird daher eine eingehende Auseinandersetzung mit den Themengebieten nachhaltiger Rohstoffe und geschlossener Lebenszyklen von Polymerwerkstoffen gefordert. Marktführer sind aktuell Polymere auf Erdölbasis, wie z.B. Polyethylenterephthalat (PET), Polyamide (PA 6 / PA 6.6), Polypropylen (PP) und Polyacrylnitril (PAN). Die weltweite Produktion von Kunststoffen beträgt ca. 300 Megatonnen (MT) im Jahr 2016, von denen allein ca. 60 MT für die Produktion von Chemiefasern verwendet werden [Sta18].

Aufgrund knapper werdender Ölreserven, politischer Instabilität und der steigenden Verbrauchernachfrage hat die Entwicklung von Produkten aus nachwachsenden Polymeren großes Potenzial. Die bereits am Markt vorhandenen Polymere aus nachwachsenden Rohstoffen stehen wirtschaftlich aktuell in keiner Konkurrenz zu konventionellen Polymeren auf Erdölbasis. Beispiele für bereits erwerbliche nachhaltige Polymere sind Polymilchsäure (2,5 €/kg), Polybutylensuccinat (5 – 7 €/kg), Polyhydroxybutyrat (6 €/kg) und Biopolyamid (8 – 12 €/kg). Die Markteinführung von Biopolymeren als Alternative zu günstigeren erdölbasierten Polymeren wie z.B. Polyethylenterephthalat (1,2 €/kg), Polypropylen (1,4 €/kg) oder Polyamid 6 (2,7 €/kg) stellt eine große Herausforderung dar.

Aufgrund der geringen Rohstoffkosten und der Möglichkeit zur thermischen Verarbeitung wird Stärke als potentielle Alternative zu erdölbasierten Polymeren angesehen. Obwohl Stärke sich als kostengünstiger und nachhaltiger Rohstoff für die Herstellung von Verpackungsfolien [AFM01] auszeichnet, stellt die Herstellung von Textilien aus Stärke aufgrund der schlechten Schmelzspinbarkeit und der daraus resultierenden ungenügenden mechanischen Eigenschaften der Stärke-Filamente eine enorme Herausforderung dar.

Dieses Forschungsvorhaben beschäftigt sich mit der **chemischen und physikalischen Modifikation von Stärke mittels reaktiver Extrusion** und der **Herstellung von Stärke-Biopolymer Blends**, die zu **Filamenten schmelzgesponnen** und zu **Textilstrukturen** weiterverarbeitet werden können. Die Kombination der Polymer-modifizierung und der Schmelzspinntechnologie in einem Prozess, zur Herstellung von Vliesstoffen und Strickware bietet damit die Möglichkeit zur Entwicklung neuartiger textiler Materialien. Diese werden sich aufgrund ihres verbesserten Eigenschaftsprofils in mehreren Gebieten, wie z.B. Vliesstoffen als Geo- und Agrartextilien oder Textilien im Medizinbereich, bei welchen der Aspekt der biologischen Abbaubarkeit bzw. der Resorbierbarkeit eine wichtige Rolle spielt, einsetzen lassen. Außerdem können sie für die Herstellung von Strickwaren, z.B. für Bekleidung genutzt werden.

**Ziel der Arbeit ist die Entwicklung von stärkebasierten Textilien (z.B. Geotextilien, medizinische Textilien und gestrickte Pullover).** Für einen erfolgreichen Projektverlauf müssen die nachfolgenden Teilziele erreicht werden:

- Erhöhung der Schmelzspinbarkeit von Stärke durch chemische Modifikation und Compoundierung
- Filamentherstellung durch Schmelzspinnverfahren
- Demonstratorentwicklung durch Vlieslegung und Stricken

### 1.1 Aufgabenstellung

Das Projekts „Star-Tex“ ist in 6 Arbeitspakete gegliedert um die gesamte Prozesskette erfolgreich abdecken zu können. Die einzelnen Arbeitspakete sind nachfolgend gelistet:

- Arbeitspaket 1: Beschaffung von Rohstoffen und Materialien
- Arbeitspaket 2: Chemische Modifizierung von Stärke im Labor- und im technischem Maßstab
- Arbeitspaket 3: Compoundierung der thermoplastifizierten Stärke mit Ligning und weiteren Biopolymeren und Untersuchung ihrer Eigenschaften an den im Spritzgussverfahren hergestellten Prüfkörpern
- Arbeitspaket 4: Herstellung von Filamenten im Schmelzspinnprozess aus der modifizierten Stärke und aus den aus der modifizierten Stärke hergestellten Compounds
- Arbeitspaket 5: Vliesstoffherstellung
- Arbeitspaket 6: Gestrick Herstellung

Die zeitliche Struktur des Projekts ist nachstehendem Gantt-Diagramm in Abbildung 1.1 zu entnehmen.

Arbeitspakete		Jahr 1				Jahr 2				Jahr 3			
		Quartal				Quartal				Quartal			
		1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
<b>AP1</b>	<b>Beschaffung von Rohstoffen und Materialien (Fraunhofer ICT und Tecnar GmbH)</b>												
1.1	Beschaffung von Stärke und anderen Biopolymeren												
1.2	Beschaffung von Additiven												
<b>AP2</b>	<b>Chemische Modifizierung von Stärke im Labor- und im technischen Maßstab (Fraunhofer ICT)</b>												
2.1	Chemische Modifizierung der Stärke im Labormaßstab												
2.2	Entwicklung eines kontinuierlichen chemischen Modifizierungsprozesses							M 1					
<b>AP3</b>	<b>Compoundierung der thermoplastifizierte Stärke mit Lignin und weiteren Biopolymeren und Untersuchung ihrer Eigenschaften an den im Spritzgussverfahren hergestellten Prüfkörpern (Tecnar GmbH)</b>												
3.1	Herstellung von Compounds aus thermoplastifizierte Stärke und Lignin												
3.2	Herstellung von Compounds aus thermoplastifizierte Stärke und weiteren Biopolymeren												
3.3	Upscaling des Compoundierungsprozesses								M 2				
3.4	Herstellung und Untersuchung von Spritzguss Prüfkörpern aus Stärke-Lignin Compounds												
3.5	Herstellung und Untersuchung von Spritzguss Prüfkörpern aus Stärke-Biopolymer- Compounds												M 3
<b>AP4</b>	<b>Herstellung von Filamenten im Schmelzspinnprozess aus der modifizierten Stärke und aus den aus der modifizierten Stärke hergestellten Compounds (ITA, RWTH, Aachen)</b>												
4.1	Untersuchung der Schmelzspinnbarkeit												
4.2	Schmelzspinnen im Pilot-Maßstab												M 4
4.3	Untersuchung der gesponnenen Filamente												
<b>AP5</b>	<b>Vliesstoffherstellung (ITA, RWTH, Aachen)</b>												
5.1	Texturierung und Herstellung der Stapelfasern												
5.2	Herstellung von Vliesstoffen aus den texturierten Stapelfasern												M 5
<b>AP6</b>	<b>Gestrick Herstellung (WarmX GmbH)</b>												
6.1	Erarbeitung konstruktiver Lösungen durch Layoutforschung												
6.2	Erforschung von Lösungen für die Textilkonstruktion												
6.3	Erforschung der Anpassung des Gestricks für Bekleidungen												M 6
6.4	Charakterisierung der Ausgangsmaterialien												

Abbildung 1.1: Gantt-Diagramm des Projekts Star-Tex

## 1.2 Stand der Technik

Native Stärke ist nicht thermoplastisch verarbeitbar. [YGL96] Diverse physikalische oder chemische Methoden können zur Umwandlung der nativen Stärke in thermoplastisch verarbeitbare Stärke angewendet werden. Die erste Methode stellt eine extrusionstechnische Behandlung der nativen Stärke bei bestimmten Temperaturen, Feuchtigkeitsgehalten, Druck und Scherung dar, bei welcher sich die Stärkekörner zerkleinern und thermomechanisch bzw. thermochemisch destrukturieren lassen. [HS11] Die hierbei erhaltene denaturierte Stärke ist thermoplastisch verarbeitbar, allerdings sind die, aus denaturierter Stärke, hergestellten Materialien spröde. Deshalb wenden weitere Verfahren zur Herstellung denaturierter Stärke die Zumischung von

Weichmachern wie Glycerin oder Polyolen an. [BMT12, MSA+01, YWM05, SKS+03] Eine weitere Möglichkeit besteht in der Mischung mit anderen Bio-Polymeren. [WYW03] Die chemischen Methoden zur Thermoplastifizierung von Stärke beruhen auf der Derivatisierung der Stärke durch chemische Reaktion der OH-Gruppen mit bestimmten Reagenzien. Die Derivatisierung erfordert das Einbringen von funktionellen Gruppen in die Stärkemoleküle, dies verändert allerdings die physikalisch-chemischen Eigenschaften. [BMT11, CNN+99, CCG05, M11, RND08, RNN08, RNS08, XYL+06]

Diverse Ansätze wurden erprobt, um die Stärkederivate durch Veresterung, Umesterung, Vernetzung usw. herzustellen. Die **Veresterung** von Stärke, welche unter anderem meist untersucht wurde, umfasst die Substitution der hydrophilen Hydroxylgruppen durch verschiedene hydrophobe funktionelle Gruppen wie Carbonsäure-Gruppen, Acetat-Gruppen usw. Es wurde bereits versucht die veresterte Stärke, mit und ohne Lösungsmittel herzustellen. Das Verfahren um die veresterte Stärke in Lösungsmittelsystem zu produzieren umfasst das Mischen eines Stärkematerials mit einem ionischen flüssigen Lösungsmittel, gefolgt von der Behandlung mit einem Veresterungsmittel [MA06] oder der Reaktion zwischen aquous Stärke und verschiedene Säureanhydriden wie Essigsäureanhydrid, Propionsäureanhydrid, Buttersäureanhydrid und Octenylbernsteinsäureanhydrid. [BS06, CW53, JCN+06, MA10, SHR+06]. Stärkeester können auch durch Umsetzung von Stärke mit Fettsäure oder Fettsäurechloriden in organischen Lösungsmitteln, wie Pyridin [SM95, TAA+97], Dimethylsulfoxide (DMSO) [JSM+09] oder Methanol [JSM+08] hergestellt werden. Diese Methoden erlauben eine fast vollständige Derivatisierung der Stärke aber organische Lösungsmittel sind jedoch toxisch und schwer zu entfernen. Dies behindert die Verwendung von Stärkeestern in der Textilanwendung. Um die negativen Auswirkungen des Lösungsmittels während der Derivatisierung zu beseitigen, werden verschiedene lösungsmittelfreie Veresterungsprozesse entwickelt. Abdullah et.al. hat versucht, eine Veresterung in zwei Schritten durchzuführen. Die Stärke wird zunächst mit Ameisensäure bei 90 ° C behandelt, gefolgt von der Acetylierung mit Säurechlorid. [AKK+07]

Das oben erläuterte Verfahren ist nicht vollständig lösungsmittelfrei und enthält in irgendeiner Form ein Lösungsmittel bei der Veresterung. Es wurden Bemühungen getätigt, einen komplett lösungsmittelfreien Prozess der Veresterung von Stärke zu entwickeln. Eine lösungsmittelfreie Veresterung von Stärke ist nicht nur ungiftig, sondern auch im Hinblick auf die Wirtschaftlichkeit interessant. Fati und Namazi haben versucht, die Veresterung von alkalisch behandelter Stärke mit Säurechloriden (Octanoyl, Lauroyl-, Palmitoylchlorid) in einem Batch-Verfahren durchzuführen. [FN14] Die Veresterung der alkalischen Stärke wurde erfolgreich durchgeführt.

Die oben genannten Prozesse waren, wegen der Beteiligung eines Lösungsmittels auf einer Stufe der Veresterung oder eines Batch-Verfahrens, eingeschränkt zum Upscaling und Vermarkten. Ein kommerziell erfolgreiches Verfahren braucht nicht nur einen lösemittelfreien, sondern auch einen kontinuierlichen Prozess, der direkt in den industriellen Maßstab überführt werden kann. Reaktive Extrusion ist eine effiziente Methode, um die kontinuierliche chemische Modifizierung der Stärke durchzuführen und bietet die Möglichkeit der Hochskalierung auf einfache Weise. Doppelschneckenextruder sind eine effiziente Herangehensweise um eine reaktive Extrusion durchzuführen, vor allem, weil Extruder sich für die Handhabung und das Mischen von hochviskosen Polymerschmelzen und Durchführen von Reaktionen in diesen Medien sehr eignen. [GJ92, AIB10]

Die Acetylierung der Stärke wird in einem entgegengesetzt rotierenden Doppelschneckenextruder unter Verwendung von Vinylacetat und Natriumhydroxid durchgeführt. In diesem Verfahren hat eine unerwünschte Hydrolysereaktion von Vinylacetat und acetylierten Stärke, parallel zur gewünschte Stärke Acetylationsreaktion stattgefunden. Dies führte zu einer instabilen Reaktionskinetik. In der wissenschaftlichen Arbeit wird beschrieben, dass die Maschinen- und Prozessparameter einen großen Einfluss auf die Stärke Ableitung und Produkteigenschaften haben, aber keine gezielten Arbeiten durchgeführt wurden um ein Textilprodukt zu erhalten. [GBJ98]

Weitere Anstrengungen wurden unternommen, um die Veresterung der Stärke mit verschiedenen Anhydriden durch reaktive Extrusion durchzuführen. Es wurde festgestellt, dass die Veresterung erfolgreich durchgeführt und die thermoplastische Eigenschaften der Stärke verbessert werden konnte. Die Experimente wurden im Labormaßstab Batch-Verfahren durchgeführt. Es wurden keine Informationen zur Upscaling und Nutzung des Prozesses in der Textil-Anwendung zur Verfügung gestellt.

Alle oben genannten Modifizierungsverfahren dienen dazu, die veresterte Stärke zu entwickeln und ein bestimmtes chemisches Eigenschaftsprofil der Stärke einzustellen. Die Modifikationsprozesse auf Basis des Lösungsmittelsystems sind aufgrund der Umweltschädlichkeit des Lösungsmittels beschränkt und konnten nicht für das Upscaling akzeptiert werden. Reaktive Extrusion für die chemische Modifikation der Stärke bietet die Möglichkeit, eine kostengünstige, kontinuierliche und umweltfreundliche Verarbeitung zu erreichen. Allerdings sind die bisherigen Bemühungen auf den Labormaßstab oder das Batch-Verfahren und die Untersuchung der Eigenschaften der modifizierten Stärke beschränkt. Die hierbei anvisierten Modifikationsprozesse und Eigenschaftsprofile wurden jedoch noch nicht im Hinblick auf eine Weiterverarbeitung zu Fasern definiert und realisiert.

Es wurde bereits versucht Garn aus plastifizierter Stärke herzustellen. [BMT10] Tabelle 1.1 stellt die Eigenschaften von POY-Filamentgarnen, welche zu Stapelfasern weiterverarbeitet werden, den

Eigenschaften von Stärkefilamenten gegenüber. Die in der Tabelle dargestellten Messdaten zeigen, dass die Stärkefilamente eine relativ niedrige Festigkeit und eine sehr hohe Dehnung, sowie eine sehr hohe Feuchtigkeitsaufnahme im Vergleich zu den Standardpolymerfasern haben.

Tabelle 1.1: Eigenschaften von POY-Filamentgarnen hergestellt aus verschiedenen Polymeren [BBS+96, MGB+04, RKM12]

	Polyester	Polyamid	Polymilchsäure	Plastifizierte Stärke
Schmelztemperatur [°C]	225	215	130 - 175	160 - 190
Bruchfestigkeit [cN/tex]	50 - 84	40 - 80	32 - 36	0,13 – 2,0
Bruchdehnung [%]	10 - 40	14 - 22	5 - 10	20 - 60
Feuchtigkeitsaufnahme [%]	0,2 – 0,4	4,1	0,4 – 0,6	10 - 50

Wie aus der Tabelle ersichtlich, ist die Bruchfestigkeit von Stärkefilamenten sehr gering, während die Dehnung hingegen sehr hoch ist. Diese Tatsache macht es unmöglich die Filamente weiteren Verarbeitungsschritten, wie zum Beispiel der Texturierung oder der Stapelfaserherstellung, zuzuführen. In der Literatur gibt es keine Berichte über Stapelfasern, die zu 100 % aus Stärke gebildet sind. Um die Stärke zu Stapelfaserprodukten zu verarbeiten, ist es entscheidend, ein thermoplastisches Verhalten zu realisieren und ausreichend gute mechanische Eigenschaften zu erreichen, da dies neben dem Schmelzspinnen auch für das Texturieren erforderlich ist.

Bei Betrachtung bisheriger Forschungsarbeiten werden vorhandenen Möglichkeiten zur Modifikation der Stärke, entweder physikalisch (Blending oder Plastifizierung) oder chemisch, aufgezeigt. Außerdem ist eine Optimierung des Verfahrens und der Zusatzstoffe notwendig, um die gewünschten Produkteigenschaften zu erreichen. Interdisziplinäre Zusammenarbeit, von der Stärkewandlung bis zur Produktentwicklung, ist ein effizienter Ansatz für die Entwicklung von kostengünstigen und hochwertigen Produkten auf der Basis von Stärke.

Die Forschungsarbeiten im Projekt "Star-TEX" zielen auf die Entwicklung eines geeigneten Stärkewandlungsprozesses im Labormaßstab sowie die Hochskalierung auf einen kontinuierlichen Prozess ab. Modifizierte Stärke wird weiterhin mit anderen Biopolymeren compoundingiert, um die Schmelzspinnbarkeit anzupassen. Das hochskalierte Verfahren zur Stärkewandlung und der Compoundingprozess mit anderen Biopolymeren erfordern die ausreichende Menge an modifiziertem Stärkepolymer und Stärke-Blends zum Schmelzspinnen und zur Entwicklung von Textildemonstratoren. Die Ergebnisse der Forschungsarbeiten im Rahmen des Projekts "Star-TEX" werden in späteren Teilen des vorliegenden Berichts erläutert.

### 1.3 Zusammenarbeit mit anderen Stellen

Das Projektkonsortium besteht aus mehreren Partnern mit der für das Projekt erforderlichen Expertise. Das Fraunhofer Institut für chemische Technologie (ICT), Pfinztal besitzt Exzellenz in den Bereichen Polymer Engineering, Compounding und Additivierung. Das Fraunhofer ICT hat in verschiedenen Projekten bereits umfangreiche Erfahrungen gesammelt und verfügt über die technologischen Möglichkeiten der reaktiven Extrusion sowie der Verarbeitung und Analytik im Rahmen der Polymerchemie.

Die Firma Tecnar GmbH bietet Technologien für die industrielle Nutzung von nachwachsenden Rohstoffen in der Kunststoffverarbeitung. Die Entwicklung von Fasern aus diversen Polymeren ist eines der Kernkompetenzen vom Institut für Textiltechnik der RWTH Aachen University (ITA). Darüber hinaus besitzt das ITA, Aachen die Infrastruktur und Expertise die gesponnenen Fasern zu Vliesstoffen, Geweben, Gestricken und Kompositen weiterzuverarbeiten. Aufgrund ihrer langjährigen Erfahrungen mit der Herstellung von Strickwaren und ihrer ausgeprägten Infrastruktur zeichnet sich die Firma WarmX GmbH als ein kompetenter Partner für das Projekt aus.

Aufgrund der vollständigen Verfügbarkeit der erforderlichen Kompetenzen im Projektkonsortium, wurden die Forschungsarbeiten ausschließlich innerhalb des Konsortiums durchgeführt und kein weiterer Partner während der Laufzeit des Projekts eingebracht.

## 2 Ergebnisse

Nachfolgend werden die Forschungsarbeiten und die Versuchsergebnisse anhand der einzelnen Arbeitspakete des Projekts „Star-TEX“ dargestellt.

### 2.1 Erzielte Ergebnisse

#### 2.1.1 AP 1: Beschaffung von Rohstoffen und Materialien (Fraunhofer ICT und Tecnar GmbH)

Nach Recherche marktverfügbarer thermoplastischer Stärken wurde entschieden, das Produkt „Bioplast TPS®“ der Firma Biotec einzusetzen. Dieses Material wurde vom Fraunhofer ICT an die Projektpartner ITA und Tecnar für weitere Verarbeitungsversuche zur Verfügung gestellt.

Von der Firma Tecnar wurden im Dialog mit den Projektpartnern verschiedene Typen nativer Stärke ausgewählt, beschafft und dem Projektpartner Fraunhofer ICT für die Derivatisierungsversuche zur Verfügung gestellt. Alle Stärke-Typen werden auch als Bindemittel für Lebensmittelanwendungen am Markt vertrieben. Darüber hinaus wurden diverse Biopolymere und Additive für die geplanten Compoundierversuche bei Tecnar beschafft.

Tabelle 2.1.1.1: Native Stärke für die Derivatisierungsversuche

Stärke-Typ	Handelsname	Hersteller
Weizenstärke	C*Gel 20006	Cargill
Maisstärke	C*Gel 03402	Cargill
Kartoffelstärke	Kartoffelstärke Superior	Emsland-Stärke GmbH

#### 2.1.2 AP 2: Chemische Modifizierung der Stärke im Labor- und im technischen Maßstab (Fraunhofer ICT)

Dieses Arbeitspaket erfasst die Plastifizierung und chemische Modifizierung von nativer Stärke. Die detaillierte Beschreibung von Modifizierungsmethoden und die Ergebnisse folgen in weiterem Text.

##### 2.1.2.1 Plastifizierung von nativer Stärke

Um thermoplastische Stärke mit bekannter Formulierung zu erhalten und um den Basisprozess für die spätere Plastifizierung und Modifikation zu erstellen wurde zunächst versucht native Stärke in einem gleichläufigen Doppelschneckenextruder zu plastifizieren.

Es wurde die Weizenstärke „C\*Gel 20006“ von Cargill Inc., mit einem hohen Gehalt an Amylopectin, eingesetzt.

Neben einem Basis-Weichmacher wurden hierbei verschiedene alternative Weichmacher auf Basis von Zitronensäurederivaten eingesetzt. Es wurde besonderes Augenmerk darauf gelegt, dass sowohl der Basis-Weichmacher sowie alle verwendeten alternative Weichmacher biobasierte Komponenten darstellen oder biobasiert marktverfügbar sind.

Die Stärke wurde in einem Leistritz ZSE 18 Maxx Extruder mit einem Schneckendurchmesser von 18 mm und einem L/D Verhältnis von 60 plastifiziert. Eine schematische Darstellung von durchgeführtem Experiment ist in Abbildung 2.1.2.1-a dargestellt. Die Stärke, inklusive eines Wassergehalts von ca. 11 Gew.-% (bestimmt durch gravimetrische Messung vor und nach Trocknen im Ofen), wurde mittels einer gravimetrischen Dosierwaage DSR 28 bei einem Durchsatz von 1 kg/h dosiert. Die Mischungen der Weichmacher wurden mittels einer HPLC Pumpe zudosiert. Durch eine atmosphärische Entgasung wurden Feuchtigkeit und leichtflüchtige Störstoffe aus dem Produkt entfernt.

Die eingestellte Prozesstemperatur war 140 °C, die resultierende Schmelze-temperatur betrug 151 °C.

Mittels eines luftgekühlten Abzugstisches wurde das Material gekühlt (siehe Abbildung 2.1.2.1-b) und anschließend granuliert.

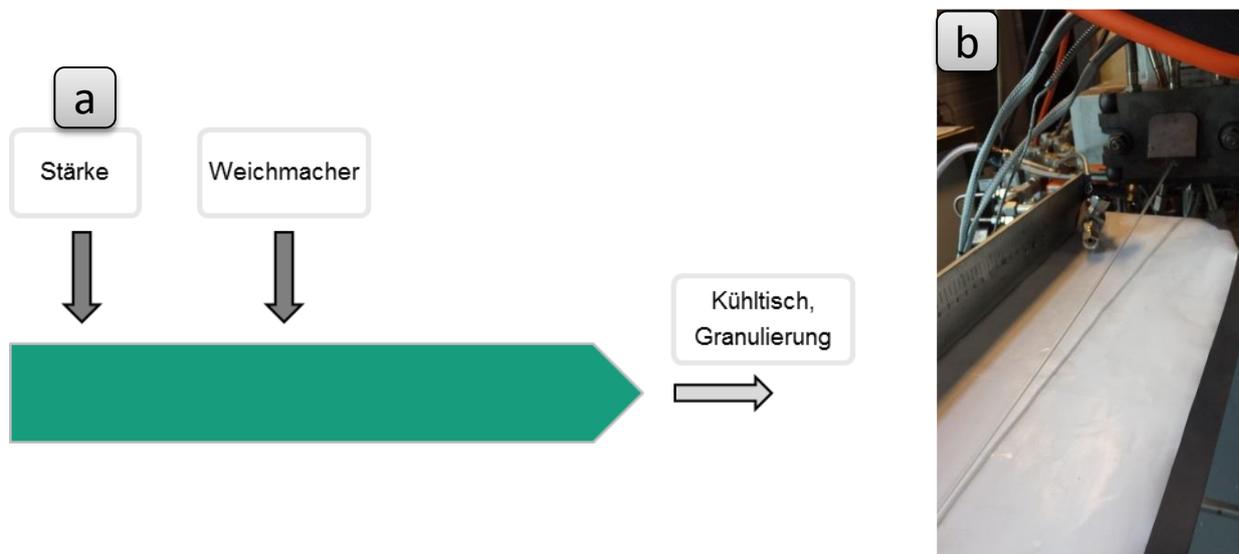


Abbildung 2.1.2.1: a) Schematische Darstellung Stärkeplastifizierprozess, b) Plastifizierter Stärkestrang auf Ablagetisch

### Variation des Basis-Weichmachergehalts

Der benötigte Gehalt an Basis-Weichmacher wurde nach erfolgter visueller Beurteilung der extrudierten Stränge und deren Flexibilität variiert.

Es wurden drei Materialien mit einem Gehalt von 40, 45 und 50 Teilen Weichmacher mit jeweils 100 Teilen Stärke hergestellt (siehe Tabelle 2.1.2.1).

Alle hergestellten Materialien erschienen transparent und ähnlich der kommerziellen thermoplastischen Stärke von leicht gelblicher Färbung.

Tabelle 2.1.2.1: Formulierungen mit Basis-Weichmacher

Probe	Handelsname		Basis-Weichmacher Konzentration [gew%]
	Stärke [phr]	Basis-Weichmacher [phr]	
1	100	40	28,6
2	100	45	31,0
3	100	50	33,3

Die hergestellten Stränge mit einem Gehalt von 28,6 Gew.-% Weichmacher zeigten dabei eine signifikante Sprödigkeit nach dem Abkühlen durch unzureichende Plastifizierung. Die Proben mit Weichmachergehalten von 31,0 und 33,3 Gew.-% behielten ihre Flexibilität. Die Proben wurden anschließend 12 Stunden lang in einem Ofen bei 50 °C getempert (simulierte Trocknung/Alterung), wonach die hergestellte Probe mit einem Gehalt von 31,0 Gew.-% Weichmacher ebenfalls stark versprödet war.

Lediglich die Probe mit Weichmachergehalt von 33,3 Gew.-% blieb auch hiernach flexibel. Dies konnte anhand der Knotenbildung an einem abgekühlten Strang eindrucksvoll demonstriert werden (siehe Abbildung 2.1.2.2).



Abbildung 2.1.2.2: Knotenbildung an einem Stärkestrang nach dem Abkühlen

### Variation der Co-Weichmacher basierend auf Zitronensäurederivaten

Drei Zitronensäurederivate wurden als Co-Weichmacher in Betracht gezogen und in verschiedenen Formulierungen eingearbeitet (siehe Tabelle 2.1.2.2).

Tabelle 2.1.2.2: Formulierungen mit Co-Weichmachern

Probe	Formulierung					Basis-Weichmacher Konzentration [gew%]	Co-Weichmacher Konzentration [gew%]	Gesamt Weichmacher Konzentration [gew%]
	Stärke [phr]	Basis-Weichmacher [phr]	Alt. 1 [phr]	Alt. 2 [phr]	Alt. 3 [phr]			
3	100	50				33,3		33,3
4	100	50	1			33,3	0,7	34,0
5	100	50		1		33,3	0,7	34,0
6	100	50	0,5	0,5		33,3	0,7	34,0
7	100	50	0,5		0,5	33,3	0,7	34,0

Es wurde beobachtet, dass die Einarbeitung von nur 0,7 gew% alternativen Weichmachers einen signifikanten Einfluss auf die resultierenden Materialeigenschaften ausübt. Die Proben blieben flexibel, schienen aber bei händischen Schnellversuchen eine erhöhte Schmelzfestigkeit zu besitzen. Die hergestellten Proben sind transparent, mit Ausnahme von Probe 8, welche eine leichte Trübung aufweist.

### Beschleunigte Materialalterung

Die hergestellten Materialproben wurden 113 h bei 50 °C in einem einer beschleunigten Alterung unterzogen. Aufgetragen wurde in Abbildung 2.1.2.3 der Gewichtsverlust in gew% über die Zeit, was als Indikator für austretende Feuchtigkeit dienen kann. Auch ein Austreten der Weichmacherkomponenten kann nicht ausgeschlossen werden.

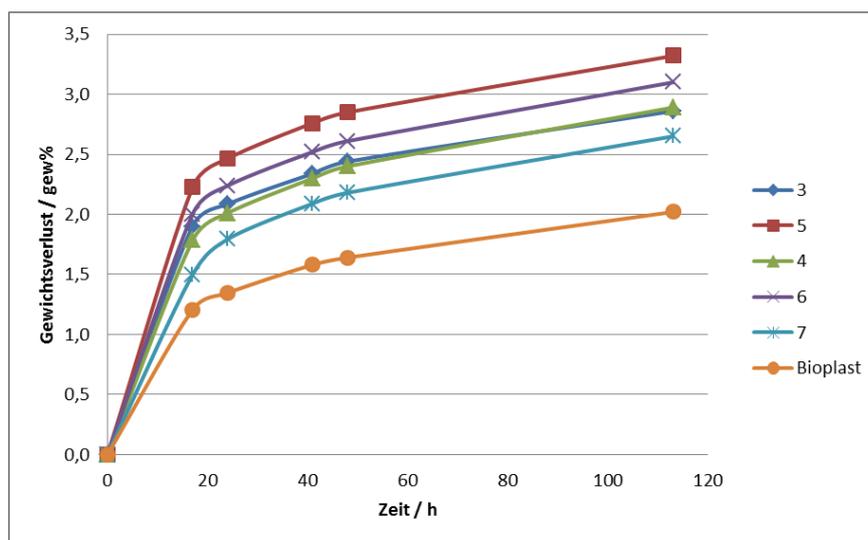


Abbildung 2.1.2.3: Gewichtsverlust der hergestellten Materialien bei 50°C

Augenscheinlich scheinen die selbst hergestellten Proben einen höheren Gewichtsverlust aufzuweisen verglichen mit dem kommerziell bezogenen Material. Diese Interpretation ist jedoch mit einem Fragezeichen zu versehen, da das kommerzielle Material wesentlich länger gelagert wurde und so den Gleichgewichtsanteil an Luftfeuchtigkeit schon aufnehmen konnte. Bei den selbst hergestellten Materialien ist dies nicht zwingend der Fall, wodurch gerade der prozentuale Gewichtsverlust fehlerbehaftet sein kann.

### Rheologische Untersuchung der hergestellten Proben

Die rheologischen Eigenschaften der hergestellten Proben wurden charakterisiert mittels Kapillarrheometrie bei einer Temperatur von 150 °C, sofern nicht anders angegeben. Der Radius der Kapillare war 1 mm, das L/D Verhältnis 30. Die in die Abbildung 2.1.2.4 und Abbildung 2.1.2.5 dargestellte Proben wurden entweder ohne Trocknungsvorbehandlung oder nach einem Trocknungsverfahren von 13 h t 50 °C getestet.

Alle Materialien zeigen ein scherverdünnendes Verhalten. Auch eine temperaturabhängige Viskosität wird festgestellt, sowohl im kommerziellen TPS Material als in den eigens hergestellten Materialien siehe Abbildung 2.1.2.4.

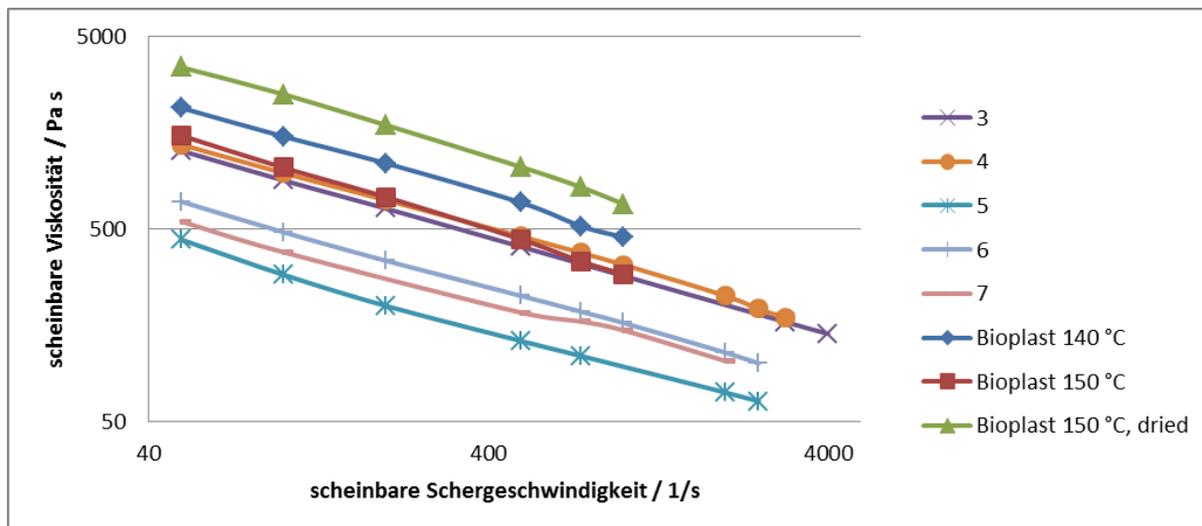


Abbildung 2.1.2.4: Rheologische Abhängigkeit der hergestellten Materialien und der kommerziell bezogenen TPS

Wie in Abbildung 2.1.2.4 ersichtlich liegt die Viskosität der hergestellten Materialien 3 und 4 im Bereich des kommerziellen Materials. Die stärkste Reduktion in der Viskosität konnte durch Formulierung Nr. 5 erreicht werden. Dies könnte neben der weichmachenden Eigenschaft der eingesetzten Additive auch auf eine kettenverkürzende Wirkung dieser zurückzuführen sein.

Auch ein starker Viskositätsanstieg durch vorheriges Trocknen wurde festgestellt, was durch das Entfernen von Wasser, aber auch der Extraktion anderer Weichmachersubstanzen herrühren kann (siehe Abbildung 2.1.2.5) und damit einen signifikanten Einfluss auf die Prozessierbarkeit des Materials besitzt.

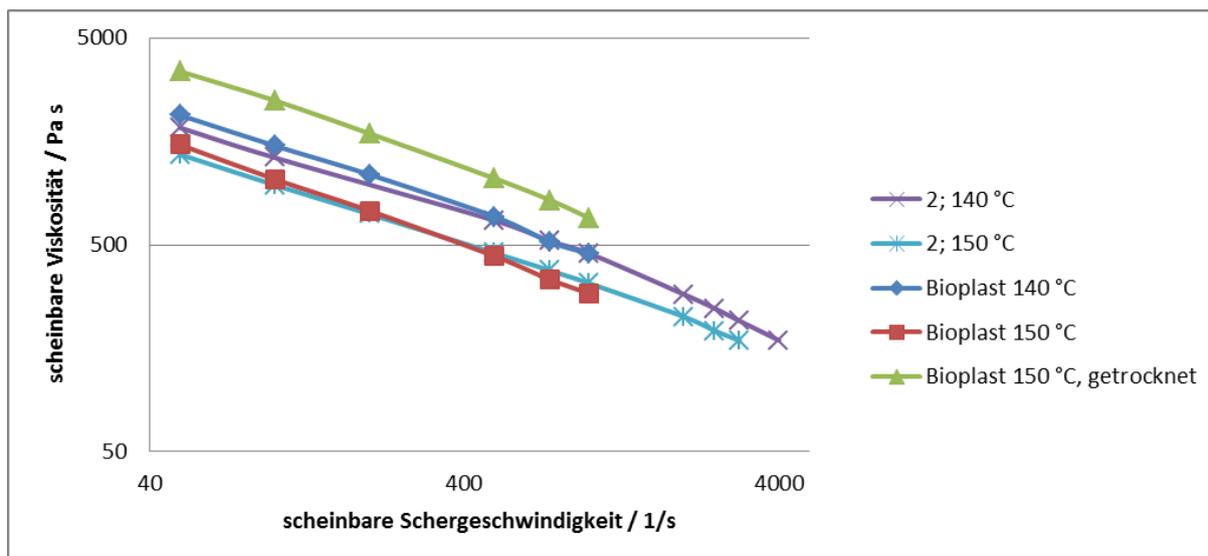


Abbildung 2.1.2.5: Rheologische Abhängigkeit kommerziell bezogenen TPS im Vergleich mit einer eigens hergestellten Formulierung bei verschiedenen Temperaturen

Weiterführende Untersuchungen zeigen, dass alle eigens hergestellten Materialien eine unwesentlich geringere Abhängigkeit der Viskosität gegenüber der Scherrate aufweisen und diese Abhängigkeit durch verschiedene Formulierungen in verschiedenem Umfang beeinflusst werden kann.

### 2.1.2.2 Chemische Modifizierung von Stärke:

Ziel der durchgeführten Experimente war es, ein thermoplastisches Stärkepolymer, gekennzeichnet durch gute Schmelzverarbeitbarkeit, mechanische Eigenschaften, Wasserbeständigkeit und Mischbarkeit mit Biopolymeren, durch Modifikation in einem Doppelschneckenextruder zu erhalten.

Zu diesem Zweck wurde die native Stärke mit Glycerin plastifiziert und chemisch derivatisiert durch den Einbau von:

- Polylactid (PLA) gefropft mit Maleinsäureanhydrid (MAH) (Probencode: PLA-g(%MAH))
- Polybutylen succinat (PBS) gefropft mit MAH (Probencode: PBS-g(%MAH))
- Methylendiphenyldiisocyanat (MDI) und biobasiertem thermoplastischem Polyurethan (bio-TPU)
- Lactid (LA) und e-Caprolacton (e-CL) in Gegenwart von Zinnoctoat

## I. Zielsetzung und Beschreibung von Wirkprinzip der Pfropfung

Die Pfropfung von MAH auf PLA und PBS wurde durchgeführt um funktionelle Gruppen herzustellen, die die Grenzflächenhaftung zwischen PLA/PBS und der Stärke verbessern. Die Herstellung von bio-basierten PLA- und PBS-Kompatibilisatoren wurde unter Verwendung von freier radikalischer Schmelzpfropfung von MAH, initiiert durch 2,5-Bis(tert-butylperoxy)-2,5-dimethylhexan (Luperox 101) durch reaktive Extrusion durchgeführt. MAH ist als Lebensmittelzusatzstoff zugelassen während Luperox einer der am meisten verwendeten Peroxidinitiatoren in Lebensmittelzusatzstoffen ist. Die durchgeführte freie radikalische Schmelzpfropfung gilt als eine der praktischsten und kostengünstigsten Methoden, da sie einen zufriedenstellenden Mischungsgrad bietet, lösemittelfrei ist, eine kurze Produktionszeit aufweist und für die Massenproduktion geeignet ist. Jedoch ist auch die freie radikalische Schmelzpfropfung sehr komplex und hat viele Nebenreaktionen, die den Grad und die Qualität des Pfropfens einschränken.

## II. Herstellung von gepfropftem PLA und PBS in Anwesenheit von L101

PLA und PBS wurden durch Pfropfen von MAH in Gegenwart von Peroxid Luperox® 101 modifiziert. Der Charakteristika der hergestellten Materialien von PLA-g(%MAH) und PBS-g(%MAH) sind in Tabelle 2.1.2.3 dargestellt. Das Pfropfen von PLA und PBS mit MAH und die Modifizierung der nativen Stärke erfolgte in einem gleichläufigen Doppelschneckenextruder Leistritz ZSE 18 Maxx mit einem Schneckendurchmesser von 18 mm, einem L/D-Verhältnis von 60 und 15 Heizzonen. Eine schematische Darstellung der durchgeführten Experimente wird dargestellt in Abbildung 2.1.2.6. Zunächst wurden Polymere bei 60 °C für 12 h in einem Luftstromofen getrocknet. Vor der Extrusion wurden das betreffende Polymer, MAH und L101 als Vormischung hergestellt und 15 min in einem Trommelmischer homogenisiert. Zur Verarbeitung wurde die Vormischung in die Hauptzufuhröffnung des Extruders unter Verwendung eines gravimetrischen Dosiersystems DSR 28 mit einem Durchsatz von 1,5 kg/h dosiert. Der erhaltene Polymerstrang wurde im Wasserbad gekühlt und anschließend pelletiert. Die erhaltenen Granulate wurden bei 60 °C für 12 h in einem Luftstromofen kurz nach der Herstellung getrocknet, um bei der Wasserkühlung absorbierte Feuchtigkeit zu entfernen. Das erhaltene PLA-g(%MAH)-Produkt war ein transparentes, leicht braunes, sprödes Polymer, das in Granulate mit kleiner Größe granuliert wurde, während PBS-g(%MAH) als undurchsichtiges, hellgelbes und flexibles oder leicht sprödes Material erhalten wurde. Die Färbung von gepfropften Polymeren ist ein typischer Effekt der MAH-Radikalpfropfung in der Schmelze. Ein solches Phänomen wird in der Literatur beschrieben und einer Wechselwirkung von Elektronendonorenverbindungen mit MAH als starker Elektronenakzeptor zugeschrieben.



Abbildung 2.1.2.6: Schematische Darstellung des PLA und PBS Pfropfprozesses

Tabelle 2.1.2.3: Hergestellte MAH gepfropfte Materialien

Name	Formulierung	Kommentar	Konzentration der Komponenten bezogen auf reines Polymer [gew% pro polymer]		Summe des Additivgehalts [gew%]
			L101	MAH	
StarTEX_1609_42 StarTEX_1611_65	PLA-g(2%MAH)	Transparent, hellbraun, spröde	0,5	2,0	2.5
StarTEX_1609_43 StarTEX_1611_66	PBS-g(2%MAH)	Undurchsichtig, hellgelb, flexibel	0,5	2,0	2.5

Die Anwesenheit von gepfropftem MAH auf PLA und PBS wurde durch Verwendung der FTIR-Analyse im Vergleich mit reinem Polymer und MAH identifiziert. Die FTIR-Messungen wurden auf einem NICOLET 6700 (Thermo SCIENTIFIC) Gerät mit ATR-Modus durchgeführt. Zweiunddreißig Spektren mit einer Auflösung von 4 cm<sup>-1</sup> wurden für jede Probe erhalten. Abbildung 2.1.2.7 veranschaulicht die erhaltenen Spektren.

Das Vorhandensein von gepfropften MAH wurde durch das Vorhandensein neuer Absorptionsbanden um 1850 und 695 cm<sup>-1</sup> identifiziert. Die Peaks bei 1850 und 1854 cm<sup>-1</sup> konnten der antisymmetrischen, asymmetrischen C-O-Streckschwingung von Bernsteinsäureanhydridringen zugeschrieben werden. Das bei

695  $\text{cm}^{-1}$  sichtbare Band ist ein Hinweis auf eine Biegung der CH-Gruppe des Anhydridrings. Da der Ursprungskonzentration des MAH 2 gew% beträgt, ist zu erwarten, dass der tatsächliche auf das PLA-Rückgrat gepropfte Prozentsatz unter diesem Wert liegt.

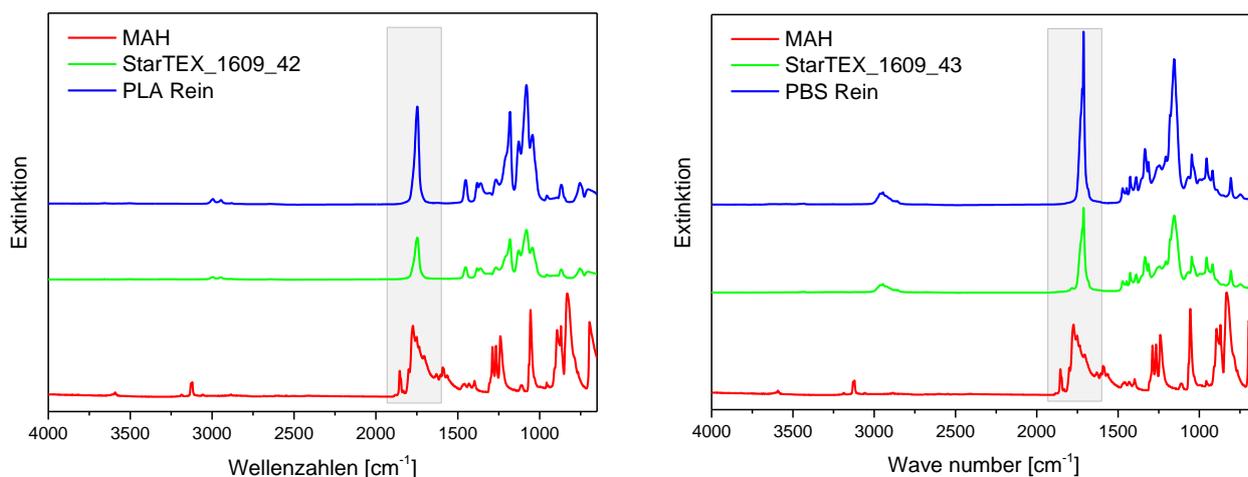


Abbildung 2.1.2.7: FTIR Spektren der Reinstoffe und der gepropften Polymere

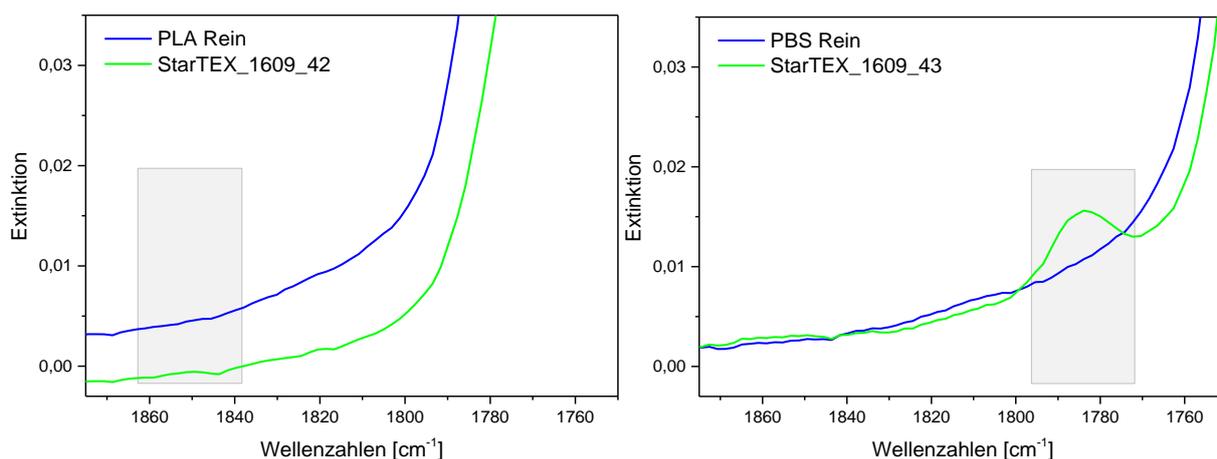


Abbildung 2.1.2.8: Detailansicht der FTIR Spektren des maleierten PLA und PBS

### III. Modifikation von nativer Stärke

Native Stärke wurde modifiziert unter Verwendung einer Mischung von Glycerin als Additiv-Weichmacher und den reaktiven Additiven PLA-g(%MAH), PBS-g(%MAH), Bio-TPU in Gegenwart von MDI und LA und e-CL in Gegenwart eines Katalysators. Um TPU und MDI als Vormischung durch die vorhandene Dosiereinheit effizient zu dosieren, wurde die Vormischung in einen Eimer vorgelegt, der bei ca. 60 °C in einem Ofen für ca. 30 min. temperiert wurde. Die erhaltene Vormischung mit geschmolzenem MDI (ca. 39 °C) wurde anschließend in einem Trommelmischer für 15 min gemischt.

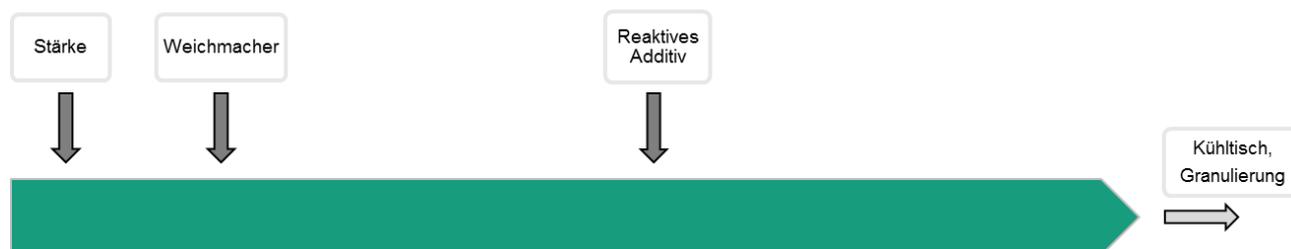


Abbildung 2.1.2.9: Schematische Darstellung des Stärkemonifikationsprozesses

Eine schematische Darstellung der durchgeführten Experimenten wird gezeigt in Abbildung 2.1.2.9. Stärkepulver wurde dem Extruder durch die Hauptzufuhröffnung unter Verwendung eines gravimetrischen Dosiersystems zugeführt. Die zuvor hergestellten Polymergranulate wurden durch ein gravimetrisches Dosiersystem dosiert. Der Gesamtdurchsatz des Verfahrens betrug 1,5 - 3 kg. Es wurden offene

Entlüftungsöffnungen eingebaut, um die überschüssige Feuchtigkeit zu entfernen. Das verwendete Temperaturprofil wurde in Abhängigkeit von der Modifikation zwischen 140-175 °C variiert. Ein Luftstrom-Kühlsystem mittels einem Teflon-bedeckten Tisch (ca. 4 m) und einem Granulator wurden zum Sammeln der extrudierten Stränge genutzt. Die erhaltenen Materialien waren typischerweise leicht transparent bis opake, weiße Polymerstränge mit variabler Flexibilität. Die Produkte wurden in verschlossenen Behältern aufbewahrt und zur weiteren Analyse und Spritzguss ohne Trocknung eingesetzt.

#### Eigenschaften der erhaltenen Materialien

Die hergestellten Materialien wurden analysiert auf ihre mechanischen Eigenschaften, Viskosität, Wasseraufnahme und thermische Stabilität. Die benötigten Materialeigenschaften für Faserapplikationen sind in Tabelle 2.1.2.4 gezeigt.

Tabelle 2.1.2.4: Materialeigenschaften für Faserapplikationen

Eigenschaften	Wert
Elastizitätsmodul [MPa]	> 350
Zugfestigkeit	> 350
Bruchdehnung [%]	10 – 50

Die Materialien wurden auf diese Eigenschaften untersucht, da Sie als maßgebliche Eigenschaften im Faserspinnprozess und der folgenden Anwendung erfüllt werden müssen.

#### IV. Stärke-PLA-g(2%MAH)

Tabelle 2.1.2.5 fasst die Formulierungen aller hergestellter Stärke-PLA-g(2%MAH) Materialien zusammen.

Tabelle 2.1.2.5: Hergestellte Stärke-PLA-g(2%MAH) Materialien

Formulierung	Versuchscode	Stärkeart	Konzentrationen	
			Stärke	Reaktive Komponente
			[gew%]	[gew%]
Bioplast TPS	Bioplast TPS <sup>a</sup>	-	-	-
PS_G33	StarTEX_1607_30 <sup>b</sup>	Kartoffel	67,0	-
PS_G30	StarTEX_1609_58 <sup>b</sup>	Kartoffel	70,0	-
PS_G33_PLA-g(2%MAH)20	StarTEX_1607_31	Kartoffel	57,4	14,3
PS_G33_PLA-g(2%MAH)10	StarTEX_1607_33	Kartoffel	62,4	6,9
PS_G30_PLA-g(2%MAH)10	StarTEX_1609_44	Kartoffel	65,0	7,0
PS_G28_PLA-g(2%MAH)10	StarTEX_1609_46	Kartoffel	67,0	7,0
PS_G30_PLA-g(2%MAH)20	StarTEX_1609_45	Kartoffel	59,0	15,0
PS_G32_PLA-g(2%MAH)10	StarTEX_1609_47	Kartoffel	63,0	7,0
MS_G32_PLA-g(2%MAH)20	StarTEX_1611_67	Mais	58,1	14,5
MS_G32_PLA-g(2%MAH)50	StarTEX_1611_69	Mais	40,5	40,5

<sup>a</sup> kommerzielles Produkt

<sup>b</sup> Referenzproben

#### Mechanische Eigenschaften

Mittels Zugversuchen angelehnt an die ISO 527 1-2 Norm wurden die Materialkennwerte in Form von Young Modul, Reißfestigkeit und Bruchdehnung ermittelt. Die erhaltenen Kennwerte finden sich in Abbildung 2.1.2.10, Abbildung 2.1.2.11 und Abbildung 2.1.2.12.

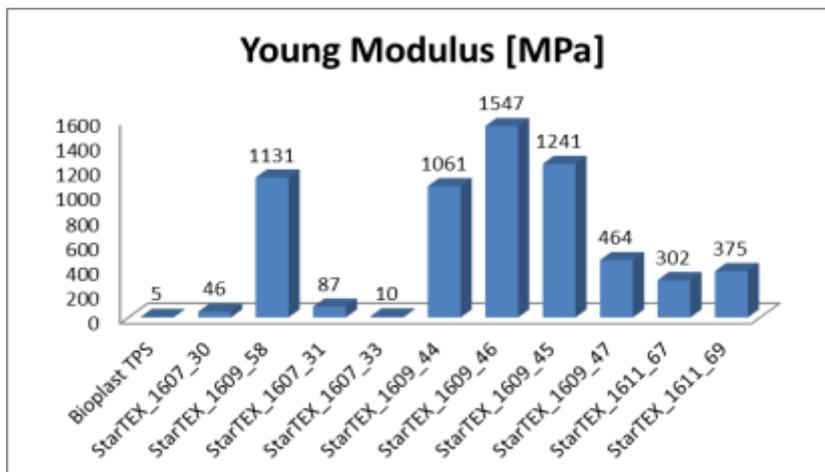


Abbildung 2.1.2.10: Ermittelter Young Modul der Stärke-PLA-g(2%MAH) Proben

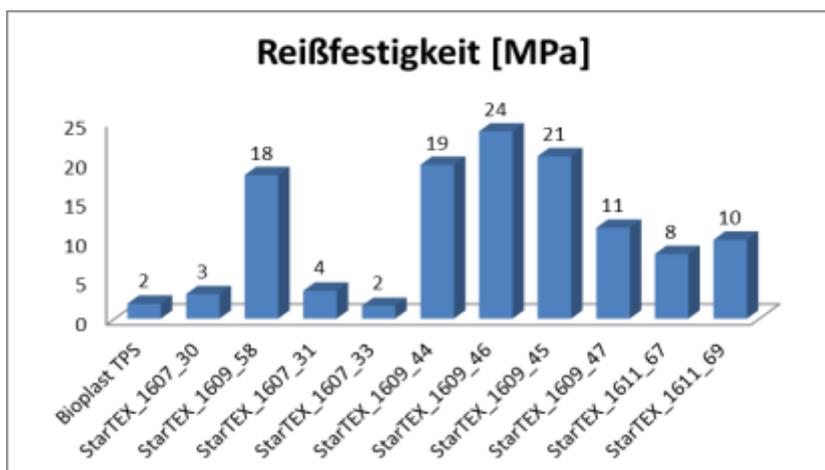


Abbildung 2.1.2.11: Ermittelte Reißfestigkeit der Stärke-PLA-g(2%MAH) Proben

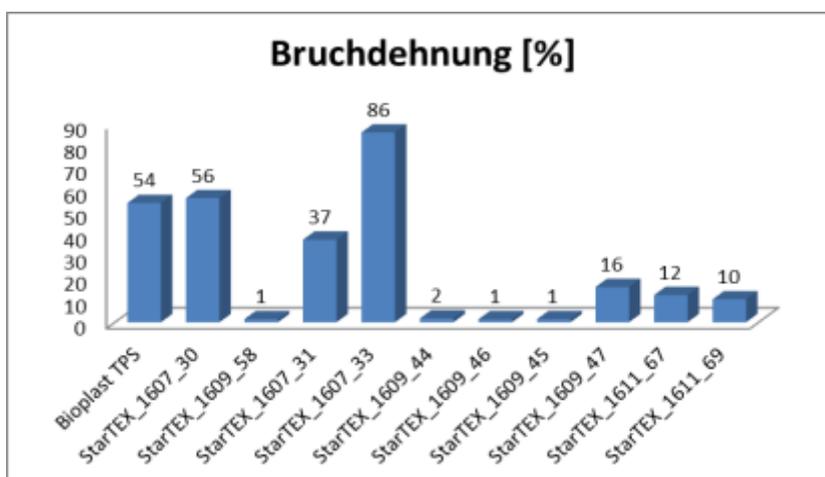


Abbildung 2.1.2.12: Ermittelte Bruchdehnung der Stärke-PLA-g(2%MAH) Proben

Die hergestellten Materialien zeigen mechanische Kennwerte welche über einen weiten Bereich variiert werden können. Das Young Modul sowie die Bruchdehnung können dabei in Bereiche optimiert werden, wie Sie für die Verarbeitung zu Fasern benötigt werden. Lediglich die Reißfestigkeit ist um einiges von den Anforderungen des Faserspinnprozesses entfernt und muss daher in einem nachfolgenden Compoundierschritt mittels eines geeigneten Blendpartners optimiert werden.

### Wasseraufnahme

Um die Wasserabsorption der erhaltenen Stärkeformulierungen zu messen, wurden die spritzgegossenen Proben in kleine Stücke mit einer Größe von 10 x 10 mm<sup>2</sup> geschnitten, die anschließend für 24 h bei 50 °C getrocknet wurden. Das Gewicht der getrockneten Proben wurde bestimmt und diese in destilliertem Wasser bei Raumtemperatur eingelegt. Nach 24 h wurden sie aus dem Wasser entfernt, vorsichtig mit einem

Papiertuch getrocknet und ihr Gewicht bestimmt. Die Daten wurden von zwei Proben bestimmt und der Durchschnitt bestimmt. Die Wasseraufnahme der Stärkeproben wurde wie folgt berechnet:

$$\text{Wasseraufnahme (\%)} = \frac{W_2 - W_1}{W_1} \cdot 100$$

mit  $W_2$  die Masse der Probe nach der Wasseraufnahme und  $W_1$  die Masse der trockenen Probe.

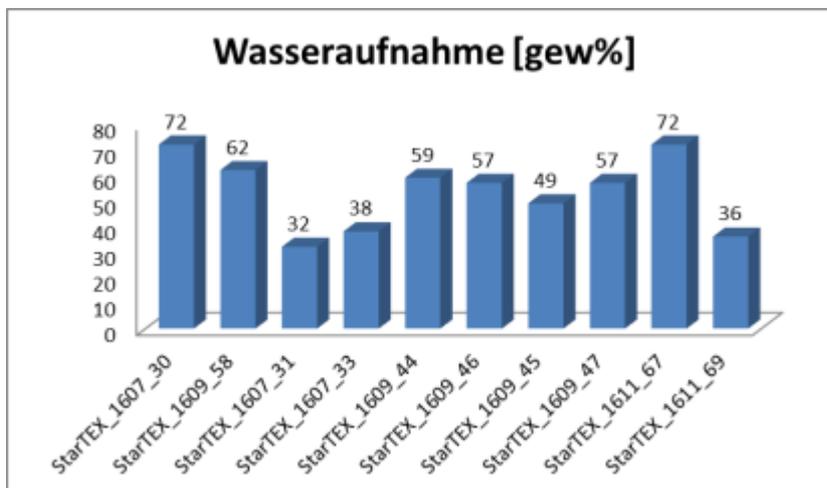


Abbildung 2.1.2.13: Ermittelte Wasseraufnahme der Stärke-PLA-g(2%MAH) Proben

Die Proben des kommerziellen TPS waren über die gesamte Masse angeschwollen und fielen auseinander und dadurch hatten die Messung behindert. Die Einarbeitung von MAH-g-PLA beeinflusste die Wasserabsorptionseigenschaften von Stärkeformulierungen. Die Form und Konsistenz der Stärke-PLA-g(2%MAH) Proben blieb erhalten, was auf ihre verbesserte Beständigkeit gegen Feuchtigkeit im Vergleich zum kommerziellen TPS hinweist. Dies belegt die erfolgreiche Modifikation des Materials. Basierend auf die Anforderungen der angestrebten Anwendung kann diese ausreichend sein oder durch einen geeigneten Blendpartner weiter reduziert werden.

### Thermische Stabilität

Mittels Thermogravimetrie wurde der Gewichtsverlust unter Temperatureinwirkung bestimmt. Der gemessene Gewichtsverlust ist gezeigt in Abbildung 2.1.2.14. Bis zu einer Temperatur von 150 °C wurde ein Gewichtsverlust von ca. 3,0 – 5,5 gew% gemessen. Dieser Gewichtsverlust ergibt sich aus dem Verdampfen von Wasser beziehungsweise dem Weichmacher. Die maximale thermische Dekomposition erfolgt bei ca. 300 °C.

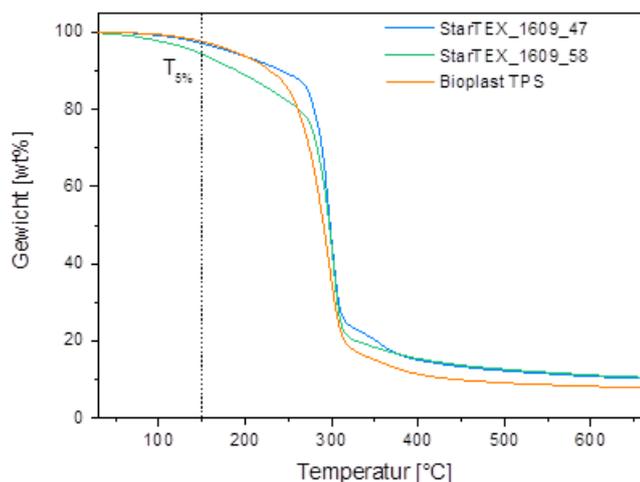


Abbildung 2.1.2.14: Ermittelte thermische Stabilität der Stärke-PLA-g(2%MAH) Proben

Damit besitzen die hergestellten Materialien eine ähnliche thermische Stabilität wie das kommerziell erhältliche Vergleichsmaterial und sind mit den gegebenen Verfahren prozessierbar.

Beachtung muss finden, dass ein Verdampfen des Weichmachers bei Prozesstemperaturen die Viskosität des Materials empfindlich beeinflusst. Dem ist durch eine entsprechende Prozessauslegung Rechnung zu tragen.

## Viskosität

Mittels Hochdruckkapillarrheometrie wurde das rheologische Verhalten der hergestellten Materialien bestimmt. Die gemessene Viskosität ist gezeigt in Abbildung 2.1.2.15.

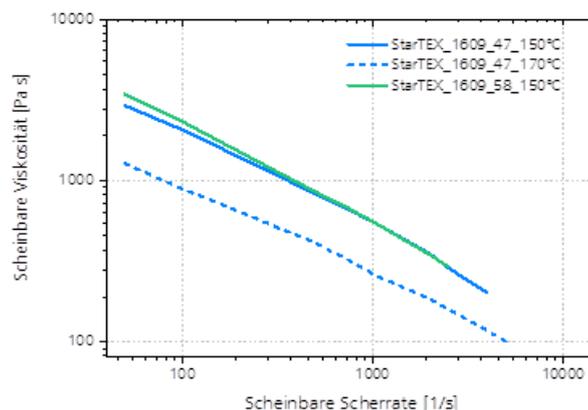


Abbildung 2.1.2.15: Ermittelte Viskosität der Stärke-PLA-g(2%MAH) Proben

Die Schmelzeviskosität der untersuchten Proben liegt zwischen 311 - 830 Pa·s bei einer Scherrate von 1000 s<sup>-1</sup> (bei einer Temperatur von 150 – 170 °C). Damit sind die rheologischen Eigenschaften der hergestellten Materialien basierend auf PLA und PBS Modifikation ausreichend für deren Nutzung in Faserspinnprozessen. Eine Entfernung von Weichmacher beziehungsweise Wasser aus den Proben (zum Beispiel durch Trocknen) wirkt sich jedoch nachteilig auf die Viskosität und damit die Verarbeitbarkeit der Materialien aus.

### V. Stärke-PBS-g(2%MAH)

Die Formulierungen aller hergestellter Stärke-PLA-g(2%MAH) Materialien werden in die Tabelle 2.1.2.6 zusammen gezeigt.

Tabelle 2.1.2.6: Hergestellte Stärke-PBS-g(2%MAH) Materialien

Formulierung	Versuchscode	Stärkeart	Konzentrationen	
			Stärke	Reaktive Komponente
			[gew%]	[gew%]
Bioplast TPS	Bioplast TPS <sup>a</sup>	-	-	-
PS_G33	StarTEX_1607_30 <sup>b</sup>	Kartoffel	67,0	-
PS_G30	StarTEX_1609_58 <sup>b</sup>	Kartoffel	70,0	-
PS_G30_PBS-g(2%MAH)10	StarTEX_1609_48	Kartoffel	65,4	7,0
PS_G30_PBS-g(2%MAH)20	StarTEX_1609_49	Kartoffel	59,0	15,0
MS_G32_PBS-g(2%MAH)20	StarTEX_1611_68	Mais	58,1	14,5
MS_G32_PBS-g(2%MAH)50	StarTEX_1611_70	Mais	40,5	40,5

<sup>a</sup> kommerzielles Produkt, <sup>b</sup> Referenzproben

### Mechanische Eigenschaften

Mittels Zugversuchen angelehnt an die ISO 527 1-2 Norm wurden die Materialkennwerte in Form von Young Modul, Reißfestigkeit und Bruchdehnung ermittelt. Die erhaltenen Kennwerte finden sich in Abbildung 2.1.2.16, Abbildung 2.1.2.17 und Abbildung 2.1.2.18.

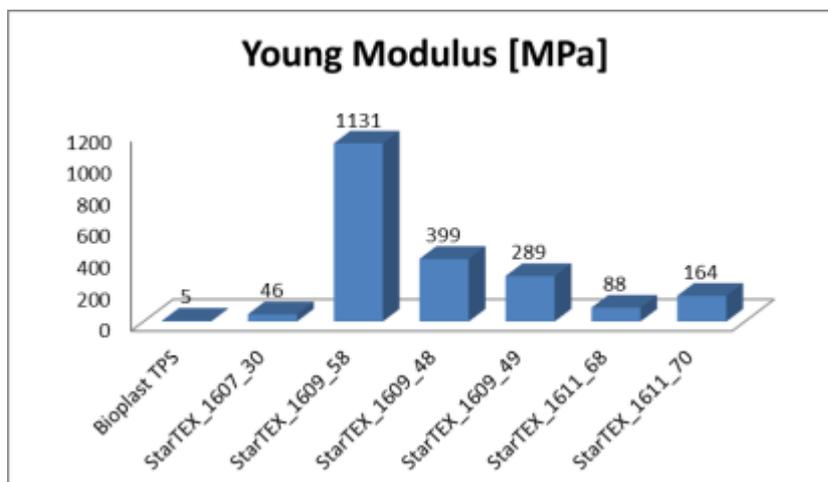


Abbildung 2.1.2.16: Ermittelter Young Modul der Stärke-PBS-g(2%MAH) Proben

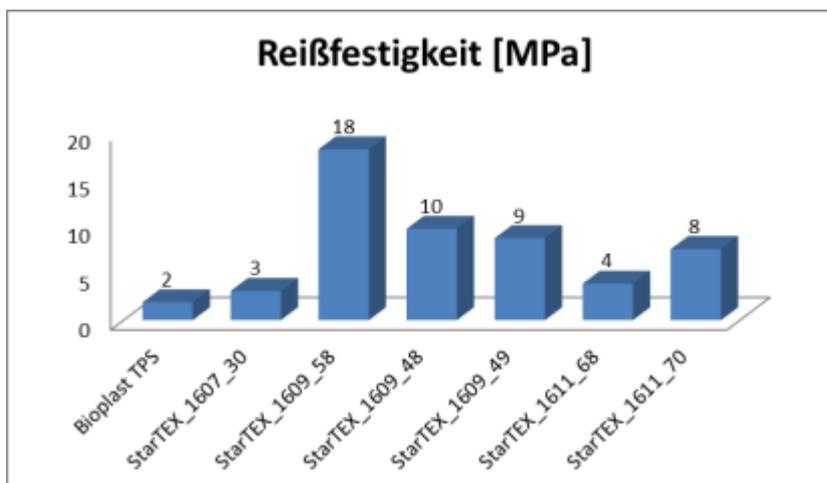


Abbildung 2.1.2.17: Ermittelte Reißfestigkeit der Stärke-PBS-g(2%MAH) Proben

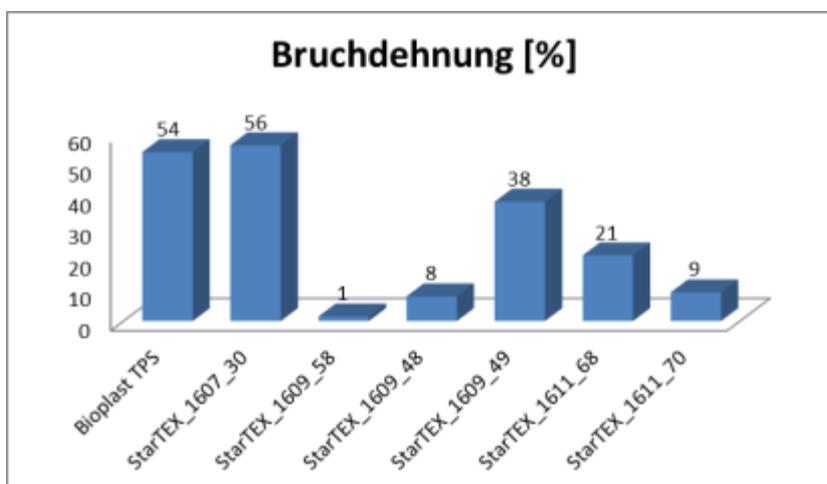


Abbildung 2.1.2.18: Ermittelte Bruchdehnung der Stärke-PBS-g(2%MAH) Proben

Wie auch im Fall der PLA Proben zeigen die hergestellten Materialien mechanische Kennwerte welche über einen weiten Bereich variiert werden können. Das Young Modul sowie die Bruchdehnung können dabei in Bereiche optimiert werden, wie Sie für die Verarbeitung zu Fasern benötigt werden. Lediglich die Reißfestigkeit ist auch hier um einiges von den Anforderungen des Faserspinnprozesses entfernt und muss daher in einem nachfolgenden Compoundierschritt mittels eines geeigneten Blendpartners optimiert werden.

### Wasseraufnahme

Die Wasseraufnahme der Stärke-PBS Systeme wurde an Hand der Methode beschrieben in Kapitel 2.1.2.2-IV gemessen.

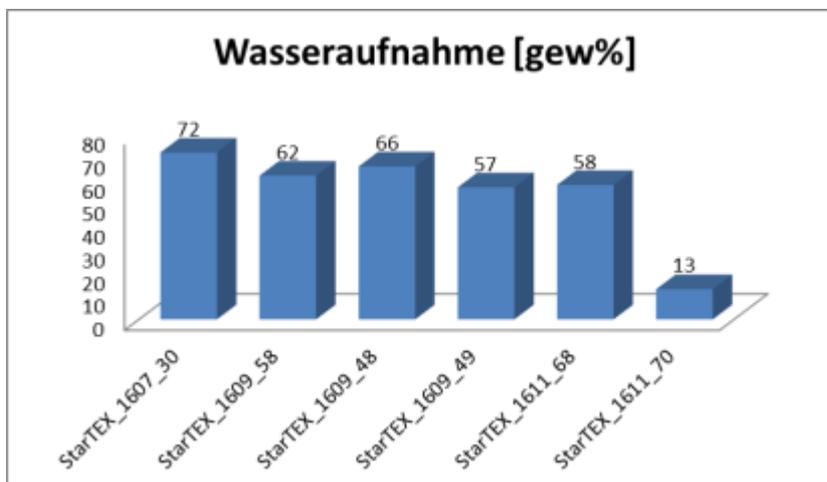


Abbildung 2.1.2.19: Ermittelte Wasseraufnahme der Stärke-PBS-g(2%MAH) Proben

Die Wasseraufnahme aller Proben liegt weit unter dem Wert für native / kommerzielle thermoplastische Stärke. Dies belegt die erfolgreiche Modifikation des Materials. Basierend auf die Anforderungen der angestrebten Anwendung kann diese ausreichend sein oder durch einen geeigneten Blendpartner weiter reduziert werden.

## VI. Stärke-TPU

Tabelle 2.1.2.7 fasst die Formulierungen aller hergestellter Stärke-PLA-g(2%MAH) Materialien zusammen.

Tabelle 2.1.2.7: Hergestellte Stärke-TPU Materialien

Formulierung	Versuchscode	Stärkeart	Konzentrationen	
			Stärke	Reaktive Komponente
			[gew%]	[gew%]
Bioplast TPS	Bioplast TPS	-	-	-
PS_G33	StarTEX_1607_30	Kartoffel	67,0	-
PS_G30	StarTEX_1609_58	Kartoffel	70,0	-
PS_G30_TPU(5%MDI)10	StarTEX_1609_51	Kartoffel	64,6	7,4
PS_G30_TPU(5%MDI)20	StarTEX_1609_52	Kartoffel	59,2	15,8
PS_G28_TPU(5%MDI)10	StarTEX_1609_53	Kartoffel	66,6	7,4
PS_G30_TPU(10%MDI)10	StarTEX_1609_54	Kartoffel	64,2	7,8
PS_G30_TPU(10%MDI)20	StarTEX_1609_55	Kartoffel	58,6	16,4
PS_G28_TPU(10%MDI)10	StarTEX_1609_56	Kartoffel	66,2	7,8
PS_G30_TPU10	StarTEX_1609_57	Kartoffel	65,0	-

### Mechanische Kennwerte

Mittels Zugversuchen angelehnt an die ISO 527 1-2 Norm wurden die Materialkennwerte in Form von Young Modul, Reißfestigkeit und Bruchdehnung ermittelt. Die erhaltenen Kennwerte finden sich in Abbildung 2.1.2.20, Abbildung 2.1.2.21 und Abbildung 2.1.2.22.

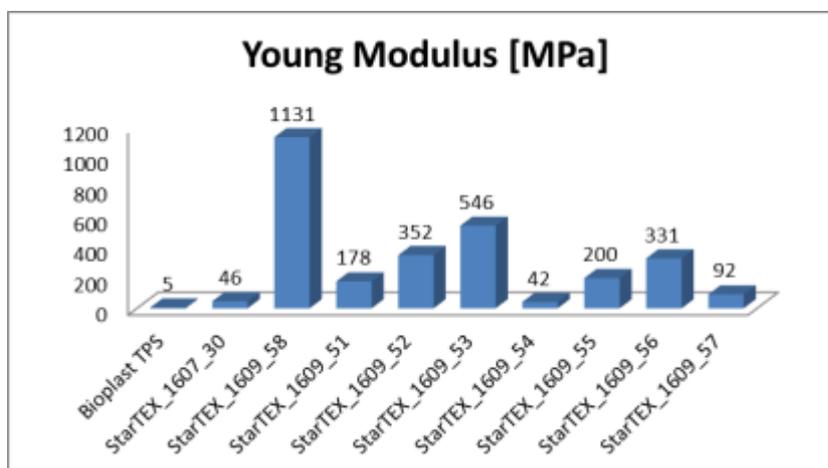


Abbildung 2.1.2.20: Ermittelter Young Modul der Stärke-TPU Proben

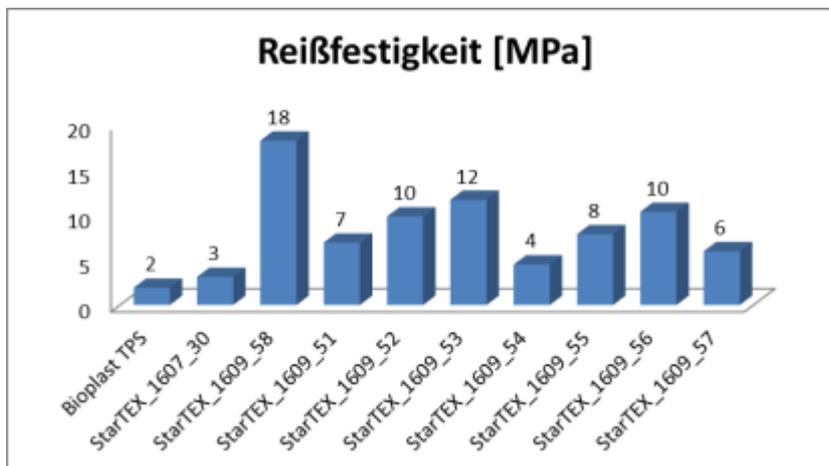


Abbildung 2.1.2.21: Ermittelte Reißfestigkeit der Stärke-TPU Proben

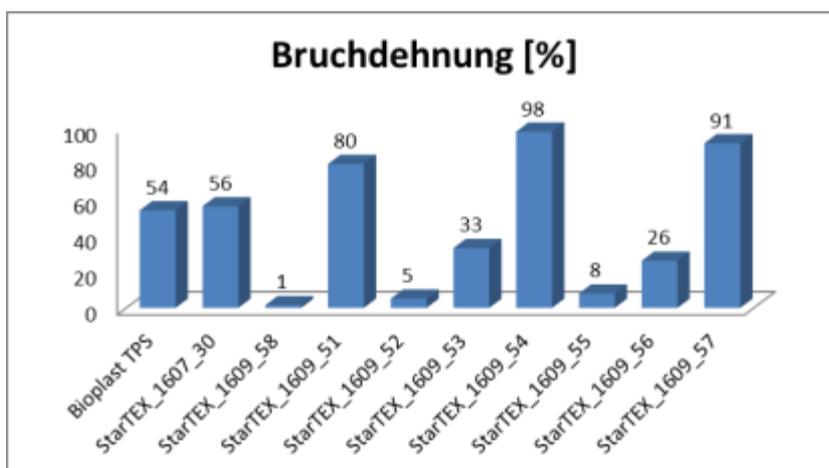


Abbildung 2.1.2.22: Ermittelte Bruchdehnung der Stärke-TPU Proben

Auch hier zeigen die hergestellten Materialien mechanische Kennwerte welche über einen sehr weiten Bereich variiert werden können. Das Young Modul sowie die Bruchdehnung können dabei in Bereiche optimiert werden, wie Sie für die Verarbeitung zu Fasern benötigt werden. Lediglich die Reißfestigkeit ist um einiges von den Anforderungen des Faserspinnprozesses entfernt und muss daher in einem nachfolgenden Compoundierschritt mittels eines geeigneten Blendpartners optimiert werden.

Auch wenn die gemessenen Materialeigenschaften rein zahlenmäßig in einem Bereich liegen welcher für den Faserspinnprozess als vorteilhaft gesehen wird, so zeigte sich in Spinnversuchen, dass die Schmelzestabilität dieser Materialklasse nicht ausreichend ist um hiermit einen stabilen Schmelzespinnprozess durchzuführen. Detailarbeiten sowie –auswertungen dieser Materialklasse wurden daher zurückgestellt.

### Wasseraufnahme

Die Wasseraufnahme der Stärke-TPU Systeme wurde an Hand der Methode beschrieben in Kapitel 2.1.2.2-IV gemessen.

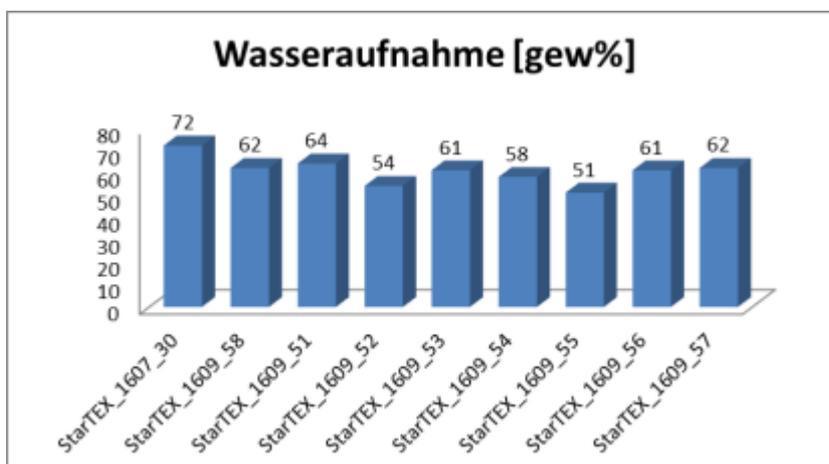


Abbildung 2.1.2.23: Ermittelte Wasseraufnahme der Stärke-TPU Proben

Die Wasseraufnahme aller Proben liegt weit unter dem Wert für native / kommerzielle thermoplastische Stärke. Dies belegt die erfolgreiche Modifikation des Materials. Basierend auf die Anforderungen der angestrebten Anwendung kann diese ausreichend sein oder durch einen geeigneten Blendpartner weiter reduziert werden.

#### VII. Stärke-Milchsäure/ $\epsilon$ -Caprolacton (Stärke-LA/ $\epsilon$ -CL)

Tabelle 2.1.2.8 fasst die Formulierungen aller hergestellter Stärke- LA/ $\epsilon$ -CL Materialien zusammen.

Tabelle 2.1.2.8: Hergestellte Stärke- LA/ $\epsilon$ -CL Materialien

Formulierung	Versuchscode	Stärkeart	Konzentrationen	
			Stärke	Reaktive Komponente
			[gew%]	[gew%]
Bioplast TPS	Bioplast TPS	-	-	-
MS_G32_r-LA_10	StarTEX_1611_71	Mais	63,2	7,1
MS_G32_r-LA_20	StarTEX_1611_73	Mais	58,1	14,6
MS_G32_e-CL_10	StarTEX_1611_74	Mais	63,2	7,1
MS_G32_e-CL_20	StarTEX_1611_75	Mais	58,1	14,6

#### Mechanische Kennwerte

Mittels Zugversuchen angelehnt an die ISO 527 1-2 Norm wurden die Materialkennwerte in Form von Young Modul, Reißfestigkeit und Bruchdehnung ermittelt. Die erhaltenen Kennwerte finden sich in Abbildung 2.1.2.24.

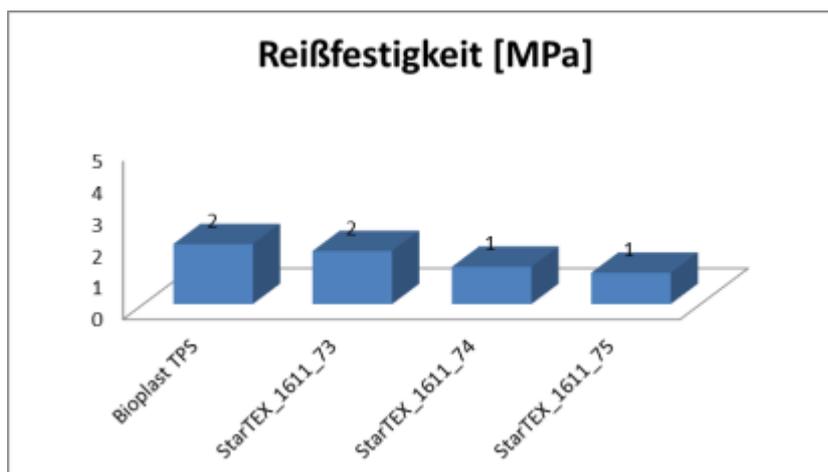


Abbildung 2.1.2.24: Ermittelte Reißfestigkeit der Stärke-LA/ $\epsilon$ -CL Proben

Die hergestellten Materialien zeigen sehr geringe mechanische Kennwerte, welche keinen Faserspinnprozess erlauben. Detailarbeiten sowie –auswertungen dieser Materialklasse wurden daher zurückgestellt.

#### Wasseraufnahme

Die Wasseraufnahme der Stärke-TPU Systeme wurde an Hand der Methode beschrieben in Kapitel 2.1.2.2-IV gemessen.

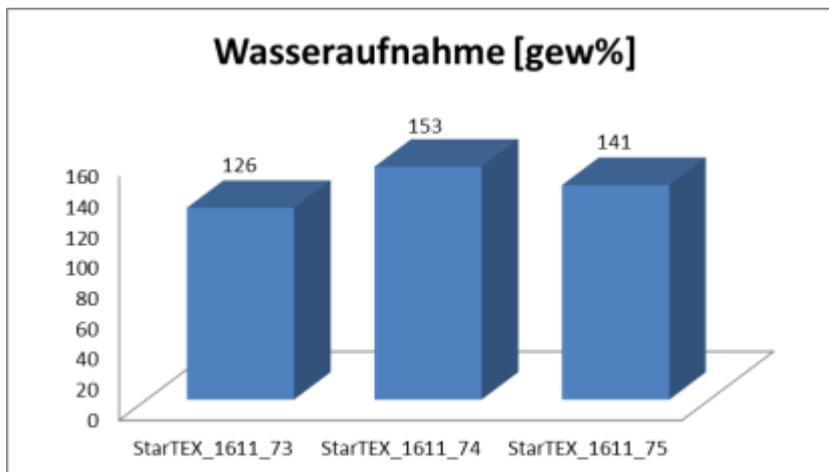


Abbildung 2.1.2.25: Ermittelte Wasseraufnahme der Stärke-LA/ε-CL Proben

Die Wasseraufnahme der hergestellten Materialien liegt immer noch unter der des kommerziellen Vergleichsmaterials, im Vergleich der anderen im Verlauf dieses Projektes hergestellten Materialien jedoch sehr hoch. Auch daher wurden Detailarbeiten sowie –auswertungen dieser Materialklasse zurückgestellt.

### Bioplast FTIR

Mittels Fourier-Transformations-Infrarotspektrometrie (FTIR) wurde das kommerzielle Vergleichsprodukt vor und nach dessen Prozessierung charakterisiert. Die erhaltenen Spektren sind dargestellt in Abbildung 2.1.2.26.

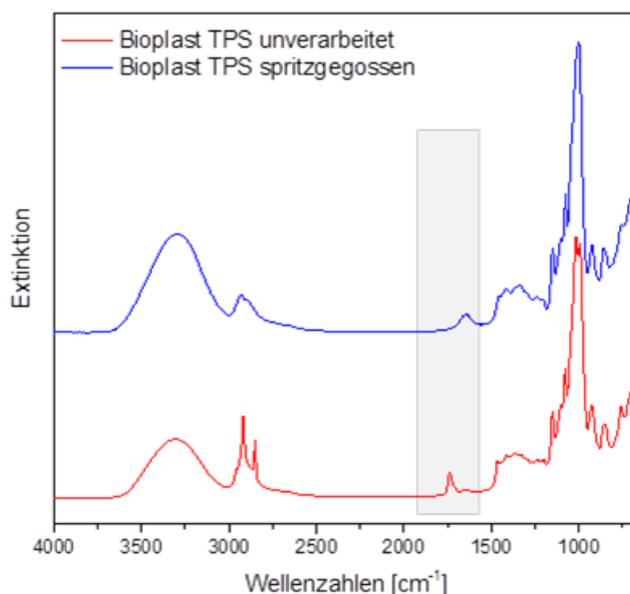


Abbildung 2.1.2.26: FTIR Spektrum des kommerziellen Vergleichsprodukts vor und nach dessen Prozessierung

Interessanterweise wurde vor der Prozessierung bei einer Wellenzahl von ca.  $1750\text{ cm}^{-1}$  das charakteristische Signal einer Esterbande gemessen, welches nach der Prozessierung nicht mehr auftrat.

Dies heißt zum einen, dass auch das kommerzielle Stärkematerial zumindest zu einem gewissen Teil durch Veresterung derivatisiert ist. Des Weiteren scheint diese chemische Modifikation durch die Verarbeitung im Spritzgussprozess gelöst zu werden.

### 2.1.2.3 Ein-Topf-Synthese von Stärke-PLA-g(2%MAH)

Die hier beschriebene Materialherstellung von Stärke-PLA-g(2%MAH) ist in der ersten Entwicklungsstufe ein zweistufiges Herstellungsverfahren, das heißt in der ersten Stufe wird das „reaktive Additiv“ PLA-g(2%MAH) in einem Extrusionsschritt hergestellt, welches abgekühlt, granuliert und getrocknet wird und in einem zweiten Extrusionsschritt mit Stärke umgesetzt wird (siehe Abbildung 2.1.2.27). Neben doppeltem Energieverbrauch auf Grund zweimaligen Schmelzens des Materials ist durch die zweimalige Scherbelastung auch mit Materialabbau zu rechnen und durch die benötigte Trocknung des Materials sowie der Extruder Rekonfigurierung ist das Verfahren zeitintensiv.

Um ein wirtschaftliches Verfahren zu erlauben sowie eine schnellere Herstellung von Mustermaterial für die Projektpartner realisieren zu können, wurde versucht beide Extrusionsschritte in einen Schritt zusammenzuführen. In diesem Schritt wird zunächst das PLA mit Maleinsäureanhydrid umgesetzt, und zu dieser Mischung direkt die Stärke zugeführt (siehe Abbildung 2.1.2.28).

Auch wenn nach ersten Versuchen noch Optimierungspotential vor allem in der Stärkeplastifizierung und Homogenisierung des Gemischs offensichtlich wurde, so wird davon ausgegangen, dass das einstufige Verfahren einen vielversprechenden Ansatz zum Herstellen von Stärke-PLA-g(2%MAH) darstellt.

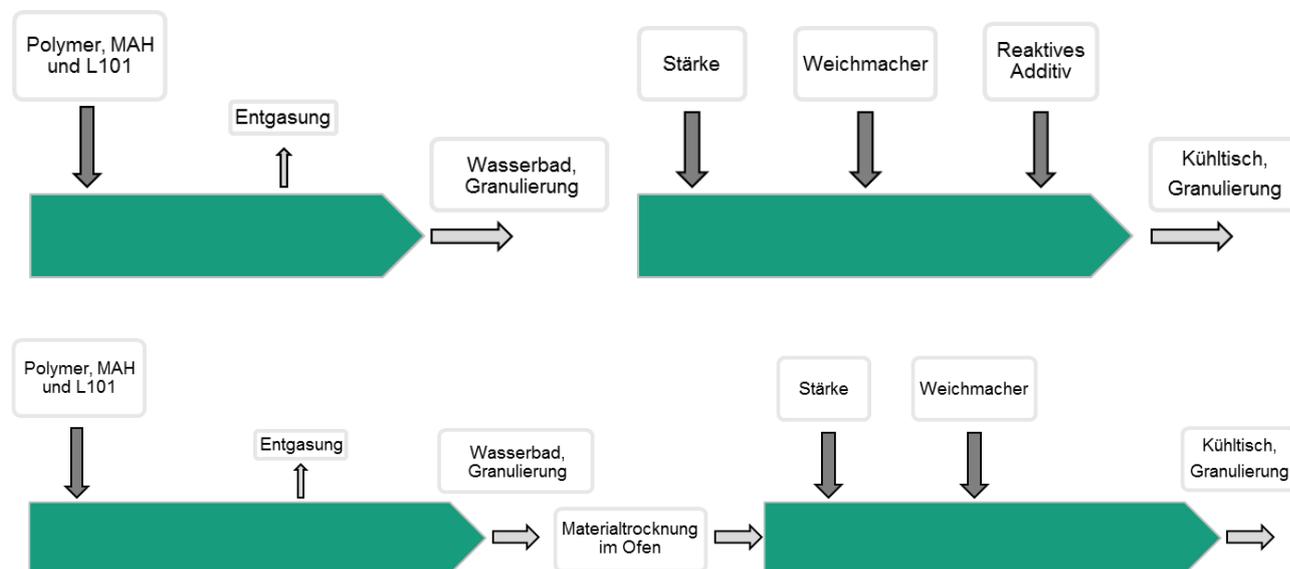


Abbildung 2.1.2.27: Zweistufiger Prozess zum Herstellen von Stärke-PLA-g(2%MAH)

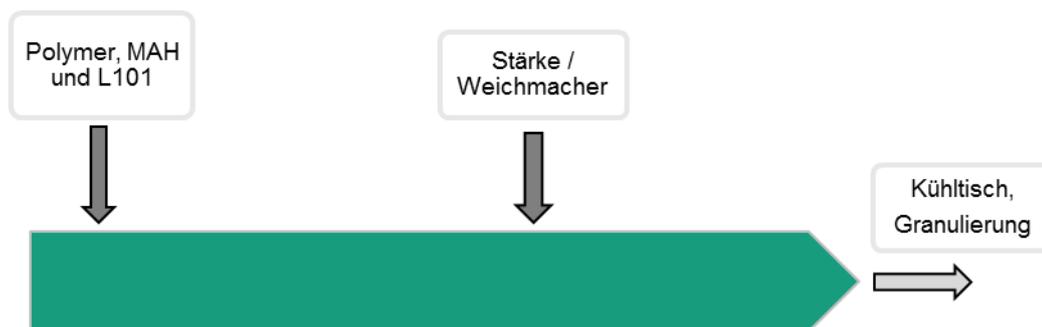


Abbildung 2.1.2.28: Einstufiger Prozess zum Herstellen von Stärke-PLA-g(2%MAH)

#### 2.1.2.4 Upscaling von chemischer Modifizierung von Stärke

##### I. Entwicklung eines kontinuierlichen chemischen Modifizierungsprozesses

Die bisherige Studie zur chemischen Modifikation des TPS wurde zunächst im Labormaßstab von ca. 2 kg/h mit dem Leistritz MAXX Extruder mit 15 Heizzonen, 18 mm Schneckendurchmesser und  $L/D = 60$  durchgeführt. Dies ermöglichte das Screening verschiedener chemischer Modifikationswege, den sparsamen Einsatz von Rohstoffen und die effiziente Versorgung der Projektpartner mit verschiedenen modifizierten TPS-Produkten. Zusätzlich lieferte die Studie Informationen über Herausforderungen, die sich während des Prozesses ergaben und die für seine weitere Optimierung unerlässlich sind. Sie waren typischerweise mit Schwierigkeiten bei der Dosierung der nativen Stärkekomponenten und dem hohen Drehmoment des Extrusionsprozesses verbunden, das durch die Plastifizierung der hochviskosen nativen Stärke entsteht. Um diese Nachteile zu überwinden und größere Mengen der TPS-Materialien herzustellen, wurde das Verfahren auf einen Extruder mit höherer Durchsatzleistung und Drehmomentkapazität übertragen.

##### II. Auswahl von Modifizierungsanlage für Upscaling

Um für erste Versuchsreihen mit möglichst wenig Material arbeiten zu können, wurden alle frühen Versuche zunächst auf einem Leistritz MAXX 18 mm durchgeführt. Die größte Herausforderung dieser Maschine, welche mit einem Durchsatz von circa 1-3 kg/h betrieben wurde, ist die hohe Viskosität der Mischung und hierdurch Drehmomentlimitierungen dieses sehr langen Extruders mit  $L/D = 60$ .

Um in der Lage zu sein von den Materialien mit guten Eigenschaften auch größere Mengen für die Projektpartner bereitstellen zu können, wurden die entsprechenden Prozesse von dem 18 mm Extruder auf einen Extruder des Herstellers Coperion mit 32 mm Schneckendurchmesser übertragen. Dieser Extruder erlaubt mit diesem System mit Durchsätzen von 16-17 kg/h zu arbeiten. Im Gegenzug ergeben sich neue

Herausforderungen insbesondere bei der Dosierung und Förderung des sehr hohen Volumenstroms der nativen Stärke bei diesen Durchsätzen.

Nichtsdestotrotz wurden diese Herausforderungen in generischen Prozessen gelöst und sowie die Projektentscheidung gefällt wurde welches Material in Prozesse mit höheren Durchsätzen überführt werden soll, wird mit dem so vorab generierten Wissen ein entsprechender Prozess auf dem 32 mm Extruder realisiert werden können.

### III. Auswahl von Stärke Arten für weitere Upscaling

Um ein geeignetes modifiziertes TPS-Produkt zu entwickeln wurden drei Arten von Stärkequellen getestet, darunter Weizen, Mais und Kartoffeln. Verschiedene Ansätze der chemischen Modifikation wurden mit monomeren reaktiven Additiven wie Lactid,  $\epsilon$ -Caprolacton oder Zitronensäurederivaten sowie polymeren reaktiven Additiven getestet, die durch radikalische Pfropfen von Maleinsäureanhydrid (MAH) in Polylactid (PLA) und Polybutylensuccinat (PBS) durch Reaktivextrusion hergestellt wurden. Basierend auf dem Feedback der Projektpartner über die Verarbeitbarkeit und Leistungsfähigkeit der chemisch modifizierten TPS-Materialien wurde festgestellt, dass der Einsatz von MAH-gepfropftem PLA die vielversprechendste Methode zur Verbesserung der Eigenschaften von TPS ist. Daher wurden TPS-Formulierungen chemisch modifiziert mit maleatierem PLA (20 Gew.-% pro Stärke) sowie reine TPS als Referenzprobe für die weitere Entwicklung ausgewählt. Von den getesteten nativen Stärkesorten zeigte die Weizenstärke eine bessere Verarbeitbarkeit und ein "freifließendes" Dosierverhalten, weshalb sie als Matrix für die folgenden Versuche verwendet wurde.

Tabelle 2.1.2.9: Untersuchte stärkebasierte Formulierungen, die für weitere Versuche ausgewählt wurden

Formulierung	Versuchscode	Stärkeart	Konzentrationen [gew%]			Bemerkungen
			Stärke	Weichmacher	Reaktive Komponente	
PS_G30	StarTex_1609_58	Kartoffel	70.0	30	-	plastifizierte Stärke, Referenzprobe
MS_G32_PLA-g(2%MAH)20	StarTex_1611_67	Mais	58.1	27	14.5	plastifizierte und modifizierte Stärke

### IV. Upscaling des Stärkemodifikationsprozesses

Der Upscaling-Prozess wurde mit einem Extruder des Herstellers Coperion mit 12 Heizzonen, 32 mm Schneckendurchmesser und  $L/D = 48$  durchgeführt. Neben der Erhöhung des Gesamtdurchsatzes bei den Upscalingversuchen auf bis zu 14 kg/h wurde der Prozess auch durch die Zusammenführung der bisher verwendeten zweistufigen Modifikation in den "Eintopf"-Prozess vereinfacht. Im zweistufigen Verfahren wurde die Aufpfropfung von MAH auf PLA separat durchgeführt und das erhaltene PLA-g(2%MAH)-Produkt im zweiten Extrusionsprozess mit plastifizierter Stärke weiter umgesetzt. Im einstufigen Verfahren wurden diese beiden Reaktionen in verschiedenen Zonen entlang des Extruderzylinders durchgeführt, wie in Abbildung 1 dargestellt. Dieser Ansatz eliminiert die Möglichkeit des Scherabbaus des Materials während mehrerer Verarbeitungsschritte und macht den Prozess energie- und zeiteffizienter.

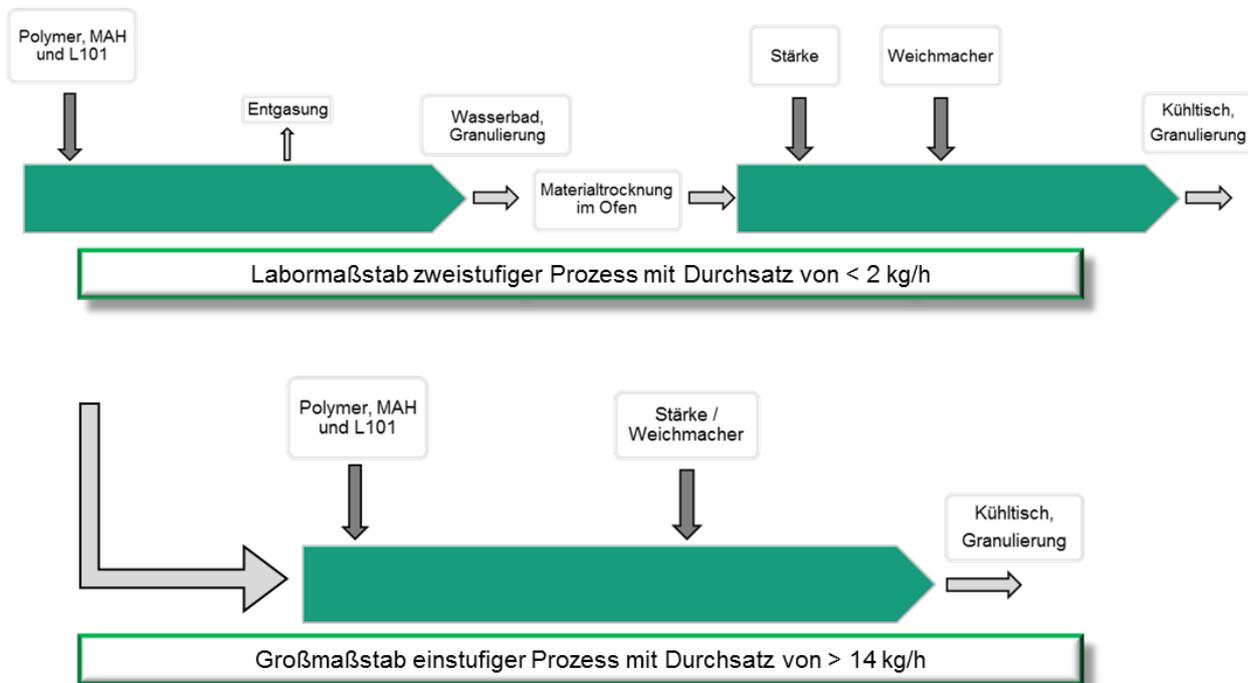


Abbildung 2.1.2.29: Zweistufiger und einstufiger Prozess zum Herstellen von Stärke-PLA-g(2%MAH)

Das Scale-up der Reaktivextrusionsprozesse war eine anspruchsvolle Aufgabe, da die Prozesseinstellungen unter Beibehaltung der gleichen Produkteigenschaften angepasst werden mussten. Um den Prozess vom Labor- in den großen Maßstab zu überführen, war es daher notwendig, die verwendeten Bedingungen einschließlich des Start-/Endverfahrens, des Temperaturprofils, der Schneckendrehzahl, der Entgasungsmöglichkeiten sowie der Polymerformulierungen selbst anzupassen. Zusätzlich wurde der geeignete Weichmacheranteil eingestellt. Die Endformulierungen der aufbereiteten reinen und modifizierten TPS sind in Tabelle 2.1.2.10 aufgeführt.

Tabelle 2.1.2.10: Auf Stärke basierende Formulierungen, hergestellt während des Upscaling des Reaktivextrusionsprozesses

Formulierung	Versuchscode	Stärkeart	Konzentrationen [Gew%]			Bemerkungen
			Stärke	Weichmacher	Reaktive Komponente	
WS_G32.5	StarTex_1708_87	Weizen	67.5	32.5	-	plastifizierte Stärke, Referenzprobe
WS_G32.5_PLA-g(2%MAH)20	StarTex_1708_88	Weizen	57.8	27.8	14.4	plastifizierte und modifizierte Stärke

PLA wurde durch Pfropfen von MAH in Gegenwart von Peroxid Luperox® 101 (0.5 Gew.-% pro Polymer) modifiziert. Zunächst wurde das PLA bei 60 °C für 12 h im Ofen getrocknet. Vor der Extrusion wurden MAH und L101 als Vormischung aufbereitet und 15 Minuten in einem Trommelmischer homogenisiert. Zur Verarbeitung wurde die Vormischung mit einem gravimetrischen Dosiersystem mit einem Durchsatz von 2,52 kg/h in die Hauptzufuhröffnung der ersten Extruderzone dosiert. Das Glycerin wurde in der siebten Extruderzone mittels volumetrischer Dosierung bei einem Durchsatz von 3,951 kg/h zugeführt. Der Gesamtdurchsatz des Prozesses betrug 14 188 kg/h. Das verwendete Temperaturprofil variierte zwischen 150 - 180 °C. Zur Herstellung der reinen TPS wurde auf die Zugabe der PLA-Vormischung verzichtet und die Konstruktion der Schnecke sowie der Dosieröffnungen für Stärke und Glycerin beibehalten. Das Temperaturprofil wurde auf 80 - 150 °C abgeändert und der Gesamtdurchsatz des Prozesses betrug 12,136 kg/h. Bei beiden Prozessen der reinen TPS-Produktion und der „Eintopf“-modifizierten TPS-Reaktivextrusion wurde die Schneckendrehzahl auf 200 U/min gehalten. Um ein Verstopfen am Extrudertritt durch nicht plastifiziertes Stärkematerial zu verhindern, wurde der Prozess ohne Düse und mit reduziertem Stärkedurchsatz gestartet, der schrittweise erhöht wurde, bis der geforderte Wert erreicht war und der Extruder mit einer Düse ausgestattet wurde. Um überschüssige Feuchtigkeit in Form von Dampf zu entfernen, wurden Öffnungen auf Oberseite des Extruders zur atmosphärischen Entgasung genutzt. Ein Luftstrom-Kühlsystem in einem Stahlblechrohr, gefolgt von einem Tisch (ca. 4 m) und einem Granulator, wurden verwendet, um die extrudierten Stränge zu sammeln. Aufgrund des relativ großen Durchmessers der Polymerstränge (ca. 5 mm) war der Granulationsprozess nicht stabil und es musste ein Teil des erhaltenen

Produktes nachgemahlen werden. Die erhaltenen Materialien waren in der Regel leicht transparent bis opak. Es handelte sich um weiß-gelbliche Polymerstränge mit variabler Flexibilität. Die produzierte reine TPS und modifizierte TPS in Mengen von 124 kg bzw. 25 kg wurden den Projektpartnern für Compoundier- und Spinnversuche zur Verfügung gestellt.

### Wasseraufnahmeeigenschaften

Die vom Projektpartner hergestellten Materialien auf Basis von Biopolymer mit der plastifizierten Stärke (StarTex\_1708\_87) und der modifizierte Stärke (StarTex\_1611\_67) wurden auf ihre Wasseraufnahmeeigenschaften getestet (Tabelle 2.1.2.11).

Die Wasseraufnahme der Stärke-TPU Systeme wurde an Hand der Methode beschrieben in Kapitel 2.1.2.2-IV gemessen.

Die Wasseraufnahme der modifizierten Stärkeprobe StarTEX\_1611\_67 mit 85.5 Gew.-% reiner TPS liegt deutlich unter dem Wert für natives / kommerzielles TPS, welches über 100 Gew.-% Wasseraufnahme zeigte. Dies zeigt die erfolgreiche Modifikation des Materials. Ähnlich geringe Wasseraufnahme der Proben SXC 4141-43 auf Basis von Biopolymermischungen mit ca. 30 - 35 Gew.-% StarTex\_1611\_67 TPS, sowie Proben SXHM 4070-74 mit zunehmender Menge StarTex\_1708\_87 TPS zeigen, dass die Vermischung den Verlust der integralen Polymerstruktur verhindert. Es ist daher zu erwarten, dass die Compoundierung des chemisch modifizierten TPS mit geeigneten Biopolymeren für die Anforderungen der vorgesehenen Anwendung ausreicht, wobei zu erwähnen ist, dass alle mit ICT TPS hergestellten Proben eine geringere Wasseraufnahme aufweisen als Textilien, die von den Projektpartnern unter Verwendung von kommerziellem Bioplast TPS hergestellt wurden.

Tabelle 2.1.2.11: Wasseraufnahme der Stärke-basierten Proben

Versuchscode	Wasseraufnahme [gew.%]	Bemerkungen
SXC3932 (StarTEX_1611_67)	2.8±1.6	weniger kompakte Struktur
SXC 4141	3.39±0.08	keine Änderung
SXC 4142	3.80±0.29	keine Änderung
SXC 4143	3.39±0.02	keine Änderung
SXHM 4070	1.91±0.03	keine Änderung
SXHM 4071	2.45±0.07	keine Änderung
SXHM 4072	5.20±0.02	keine Änderung
SXHM 4073	8.65±0.28	leicht flexibler
SXHM 4074	9.44±0.09	flexibler
Textil	18.20±0.53	keine Änderung
Textil gedämpft	10.59±0.24	keine Änderung

### 2.1.3 AP 3: Compoundierung der modifizierten Stärke mit Lignin und weiteren Biopolymeren und Untersuchung ihrer Eigenschaften an den im Spritzgussverfahren hergestellten Prüfkörpern (Tecnaro GmbH)

Für erste Entwicklungsarbeiten und Compoundierversuche innerhalb des ersten Berichtszeitraumes (01.10.2015 - 31.03.2016) wurde vom Projektpartner Fraunhofer ICT die kommerzielle thermoplastische Stärke „Bioplast TPS®“ der Firma Biotec zur Verfügung gestellt und beim Projektpartner Tecnaro zu Zugprüfkörpern im Spritzgießverfahren weiterverarbeitet.



Abbildung 2.1.3.1: Spritzgießmaschine bei Tecnaro zur Herstellung von Prüfkörpern

Die Bedingungen zur Herstellung der Zugprüfkörper sind in folgender Tabelle 2.1.3.1 aufgeführt. Die spritzgegossenen Prüfkörper wurden anschließend bei Tecnaro hinsichtlich ihrer thermischen, rheologischen und mechanischen Eigenschaften untersucht. Die Ergebnisse hierzu sind in der Tabelle 2.1.3.2 aufgeführt. Im Vergleich zu anderen Biopolymeren weist die thermoplastische Stärke Bioplast TPS® bei 190 °C einen relativ hohen MVR-Wert auf. Durch Übergang zu entsprechend niedrigeren Temperaturen lässt sich der MVR-Wert verringern. Es hat sich gezeigt, dass dieses Material bei nicht zu hohen Temperaturen verarbeitet werden darf. Bei den Spritzgießversuchen wurde deshalb bei niedrigeren Temperaturen, um die 140 °C, gearbeitet. Die Wärmeformbeständigkeit ist sehr schlecht ausgeprägt. Zusammenfassend kann gesagt werden, dass sich die kommerzielle thermoplastische Stärke aufgrund ihrer mechanischen, rheologischen und thermischen Eigenschaften zunächst nicht für textile Anwendungen als geeignet befunden wurde und im Hinblick auf die zu entwickelnden Produkte erst entsprechend modifiziert werden musste

Tabelle 2.1.3.1: Herstellungsbedingungen der Zugprüfkörper aus der kommerziellen thermoplastischen Stärke „Bioplast TPS®“ der Firma „Biotec“

Prozessparameter	Wert
Formtemperatur	30 °C
Schließkraft	500 kN
Zylindertemperatur Zone 4 (Einzugszone)	125 °C
Zylindertemperatur Zone 3	130 °C
Zylindertemperatur Zone 2	135 °C
Zylindertemperatur Zone 1 (Düse)	140 °C
Heißkanal Zone 1	145 °C
Heißkanal Zone 2	145 °C
Dosiervolumen	60 ccm
Dosiergeschwindigkeit	130 ccm/s
Staudruck	100 bar
Einspritzgeschwindigkeit	15 ccm/s
Einspritzdruck	980 bar
Einspritzzeit	2,48 s
Kühlzeit	50 s
Zykluszeit	87 s
Entformung	Ohne Trennmittel schlecht

Tabelle 2.1.3.2: Ergebnisse der Untersuchungen der mechanischen, rheologischen und thermischen Eigenschaften der kommerziellen thermoplastischen Stärke bei Tecnaro

Mechanische Eigenschaften	Norm	Einheit	Wert
E-Modul **	ISO 527	MPa	160
Maximale Zugspannung	ISO 527	MPa	9
Dehnung bei max. Zugspannung	ISO 527	%	54
Bruchspannung *	ISO 527	MPa	9
Bruchdehnung *	ISO 527	%	55
Charpy-Schlagzähigkeit (23 °C)	ISO 179/1eU	kJ/m <sup>2</sup>	19
Charpy-Kerbschlagzähigkeit (23 °C)	ISO 179/1eU	kJ/m <sup>2</sup>	3
Rheologische Eigenschaften	Norm	Einheit	Wert
MVR (190 °C / 2,16 kg)	ISO 1133	cm <sup>3</sup> /10 min	122
MVR (150 °C / 10 kg)	ISO 1133	cm <sup>3</sup> /10 min	4
Thermische Eigenschaften	Norm	Einheit	Wert
VST A 120	ISO 306	°C	nicht messbar
Sonstige Eigenschaften	Norm	Einheit	Wert
Schwund	-	%	4,0

\*\* Prüfgeschwindigkeit: 1 mm/min

\* Prüfgeschwindigkeit: 50 mm/min

Im Rahmen von Arbeitspaket 3 wurden bei Tecnar eine Vielzahl von Compounds entwickelt, wobei verschiedene Biopolymere eingesetzt wurden. Zu Beginn des Projektes wurden im ersten Berichtszeitraum (01.10.2015 - 31.03.2016) auch ligninhaltige Compounds entwickelt, die aber aufgrund der starken Geruchsbildung als problematisch erachtet wurden. Im Hinblick auf die Entwicklung marktfähiger Produkte für die beschriebenen textilen Anwendungsfelder wurde von einem weiteren Einsatz von Lignin als Blendpartner für die modifizierte/thermoplastifizierte Stärke abgesehen und der Fokus auf das Upscaling ligninfreier Biopolymer-Stärke-Compounds gerichtet.

Für die weiteren Compoundierungsversuche wurden deshalb andere verschiedene Biopolymere eingesetzt und auf den Einsatz von Lignin verzichtet:

- Biopolymer Typ 1 (ein Biopolyester)
- Biopolymer Typ 2 (ein Biopolyester)
- Biopolymer Typ 3 (ein Biopolyester)
- Biopolymer Typ 4 (ein Cellulosederivat)

#### Compoundentwicklungen im zweiten Berichtszeitraum 01.04.2016 - 31.03.2017

Bei den Compoundierungsversuchen im zweiten Berichtszeitraum (01.04.2016 – 31.03.2017) wurden zum einen kommerzielle thermoplastifizierte Stärke und zum anderen derivatisierte Stärketypen, die am Fraunhofer ICT hergestellt wurden, eingesetzt. Folgende thermoplastische Stärketypen wurden vom Fraunhofer ICT zur Verfügung gestellt und waren Gegenstand der Entwicklungsarbeiten im zweiten Berichtszeitraum:

- Thermoplastische Stärke BIOPLAST TPS® (BIOTEC)
- Derivatisierte, thermoplastische Stärketypen „Startex\_1611\_67“ und „Startex\_1611\_68“ (hergestellt am Fraunhofer ICT)

In den nachfolgend aufgeführten Tabellen sind die Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen aufgeführt, die an spritzgegossenen Prüfkörpern durchgeführt wurden. Diese wurden aus Compounds hergestellt, die aus der kommerziellen thermoplastischen Stärke BIOPLAST TPS® der Firma BIOTEC und weiteren verschiedenen Biopolymeren (Typen 1 bis 4) im Labormaßstab produziert wurden.

Tabelle 2.1.3.3: Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen an Zugprüfkörpern hergestellt aus verschiedenen Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 1 und BIOPLAST TPS®

Biopolymer Typ 1 + thermoplastische Stärke BIOPLAST TPS® (BIOTEC)			
Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]

SXHM3659	3496	48	3
SXHM3660	2944	43	5
SXHM3661	2518	38	5
SXHM3662	1970	30	6
SXHM3663	1969	27	7
BIOPLAST TPS	160	9	55
Werkstoff	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]
SXHM3659	16	59	0,3
SXHM3660	41	58	0,3
SXHM3661	37	57	0,5
SXHM3662	41	56	0,5
SXHM3663	62	56	0,5
BIOPLAST TPS	19	- *	4,0
* Messung nicht möglich			

In Tabelle 2.1.3.3 sind die Werkstoffeigenschaften der Compounds, die aus der kommerziellen Stärke und dem Biopolymer Typ 1 hergestellt wurden, dargestellt. So nimmt der Gehalt an thermoplastischer Stärke von Compound SXHM3659 bis hin zum Compound SXHM3663 zu. Mit steigendem Gehalt an thermoplastischer Stärke nehmen E-Modul und Bruchspannung ab, die Bruchdehnung nimmt zu. Darüber hinaus bewirkt ein steigender Stärkegehalt eine Vergrößerung der Schlagzähigkeit, wobei die Wärmeformbeständigkeit (Vicat-A) nur geringfügig von 59 °C auf 56 °C abnimmt. Bei den stärkehaltigen Compounds liegt jeweils ein gegenüber der reinen kommerziellen thermoplastischen Stärke geringerer Schwund vor. Für das Upscaling wurde die Rezeptur des Compounds SXHM3363 ausgesucht (in Tabelle 2.1.3.3 grau markiert) unter der Maßgabe, einen möglichst hohen Stärkegehalt bei gleichzeitig akzeptablen Werkstoffeigenschaften zu realisieren.

In Tabelle 2.1.3.4 sind die Werkstoffeigenschaften der aus der kommerziellen Stärke BIOPLAST TPS® und dem Biopolymer Typ 2 hergestellten Compounds dargestellt. Der Gehalt an thermoplastischer Stärke nimmt von Compound SXHM3664 bis hin zum Compound SXHM3671 zu. In gleicher Weise wie bei den zuvor beschriebenen Compounds nehmen E-Modul und Bruchspannung mit steigendem Gehalt an thermoplastischer Stärke ab, die Bruchdehnung nimmt zu. Darüber hinaus bewirkt ein steigender Stärkegehalt zunächst eine Vergrößerung der Schlagzähigkeit, die ein Maximum durchläuft um dann mit noch höheren Stärkegehalten wieder abzunehmen. Die Wärmeformbeständigkeit (Vicat-A) nimmt mit steigendem Stärkegehalt kontinuierlich von 107 °C bis 71 °C ab. Auch bei den aus Biopolymer Typ 2 hergestellten Compounds liegt jeweils ein gegenüber der reinen kommerziellen thermoplastischen Stärke geringerer Schwund vor. Die Versuche zum Upscaling wurden anhand der Rezeptur von Compound SXHM3668 durchgeführt (in Tabelle 2.1.3.4 grau markiert).

Tabelle 2.1.3.4: Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen an Zugprüfkörpern hergestellt aus verschiedenen Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 2 und BIOPLAST TPS®

<b>Biopolymer Typ 2 + Thermoplastische Stärke BIOPLAST TPS® (BIOTEC)</b>			
Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
SXHM3664	920	33	18
SXHM3665	715	26	29
SXHM3666	567	23	42
SXHM3667	456	22	20
SXHM3668	373	20	28
SXHM3669	281	16	33
SXHM3670	182	12	36

SXHM3671	26	3	74
BIOPLAST TPS	160	9	55
Werkstoff	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]
SXHM3664	49	107	1,7
SXHM3665	48	105	1,7
SXHM3666	46	104	1,9
SXHM3667	95	103	1,9
SXHM3668	122	100	1,9
SXHM3669	106	96	1,9
SXHM3670	78	78	1,3
SXHM3671	59	71	1,2
BIOPLAST TPS	19	- *	4,0
* Messung nicht möglich, da Probekörper zu weich.			

Tabelle 2.1.3.5 zeigt die mechanischen und thermischen Eigenschaften der aus der kommerziellen Stärke BIOPLAST TPS® und dem Biopolymer Typ 3. Der Anteil an thermoplastischer Stärke nimmt in diesen Werkstoffen von Compound SXHM3672 bis hin zum Compound SXHM3680 zu. Tendenziell nehmen E-Modul und Bruchspannung auch bei diesen Compounds mit steigendem Gehalt an thermoplastischer Stärke ab, die Bruchdehnung nimmt aber im Gegensatz zu den zuvor beschriebenen Compoundsystemen ebenfalls ab. Darüber hinaus weisen die Compounds mit geringeren Stärkegehalten eine „Kein Bruch“-Charakteristik im Charpy Schlagzähigkeitsversuch auf, bei höheren Stärkegehalten die Charakteristik eines partiellen Bruchs. Diese sehr guten Schlagzähigkeitseigenschaften sind auf die Eigenschaften des Biopolymers Typ 3 zurückzuführen. Die Wärmeformbeständigkeit (Vicat-A) nimmt mit steigendem Stärkegehalt kontinuierlich von 75 °C bis hin zu 36 °C ab. Auch bei den aus Biopolymer Typ 3 hergestellten Compounds liegt jeweils ein gegenüber der reinen kommerziellen thermoplastischen Stärke geringerer Schwund vor, der mit steigendem Stärkegehalt zunimmt. Die Versuche zum Upscaling wurden anhand der Rezepturen von Compound SXHM3676 (in Tabelle 2.1.3.5 grau markiert) durchgeführt.

Tabelle 2.1.3.5: Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen an Zugprüfkörpern hergestellt aus verschiedenen Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 3 und BIOPLAST TPS®)

<b>Biopolymer Typ 3 + Thermoplastische Stärke BIOPLAST TPS® (BIOTEC)</b>			
Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
SXHM3672	85	15	480
SXHM3673	65	- **	> 490 *
SXHM3674	57	- **	> 490 *
SXHM3675	50	- **	> 490 *
SXHM3676	50	- **	> 490 *
SXHM3677	38	- **	> 490 *
SXHM3678	69	6	120
SXHM3679	49	6	108
SXHM3680	26	5	102
BIOPLAST TPS	160	9	55
Werkstoff	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]

SXHM3672	Kein Bruch	75	0,5
SXHM3673	Kein Bruch	66	0,5
SXHM3674	Kein Bruch	61	0,7
SXHM3675	Kein Bruch	54	1,0
SXHM3676	Partieller Bruch	54	1,0
SXHM3677	Partieller Bruch	40	1,2
SXHM3678	Partieller Bruch	40	1,7
SXHM3679	Partieller Bruch	36	2,3
SXHM3680	Partieller Bruch	36	3,3
BIOPLAST TPS	19	- ***	4,0

\*\*\* Messung nicht möglich, da Probekörper zu weich.  
 \*\* Messwert kann nicht angegeben werden, da der Anschlag der Zugprüfmaschine vor dem Bruch erreicht wurde.  
 \* Der Anschlag der Zugprüfmaschine wurde bei einer Dehnung von 490 % ohne Bruch des Prüfkörpers erreicht.

In Tabelle 2.1.3.6 sind die Ergebnisse der Prüfungen, die an den entsprechenden Prüfkörpern - hergestellt aus den Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 4 - durchgeführt wurden, dargestellt. Bei dem Compound SXHM3688 handelt es sich um ein Material, welches nach Compoundierung von SXC3646 mit thermoplastischer Stärke erhalten wurde. Das Compound SXC3646 wurde durch Hinzucompoundieren eines teilbiobasierten Weichmachers zu einem Cellulosederivat erhalten. Gegenüber dem Ausgangscompound SXC3646 bewirkt die Hinzucompoundierung der thermoplastischen Stärke eine Abnahme von E-Modul und Bruchspannung, wohingegen die Bruchdehnung zunimmt. Bemerkenswert jedoch ist der Einfluß auf die Schlagzähigkeit. So weist Das Compound SXHM3688 eine Schlagzähigkeit auf, die größer ist als die beiden Ausgangskomponenten. Die hinzucompoundierte thermoplastische Stärke bewirkt eine Verringerung der Wärmeformbeständigkeit von 74 °C auf 61 °C. Ein Effekt auf den Schwund ist hier jedoch nicht erkennbar.

Tabelle 2.1.3.6: Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen an Zugprüfkörpern hergestellt aus verschiedenen Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 4 und BIOPLAST TPS®

<b>Biopolymer Typ 4 + Thermoplastische Stärke BIOPLAST TPS® (BIOTEC)</b>			
Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
SXHM3688	1011	23	21
SXC3646	1675	29	2
BIOPLAST TPS	159	9	55
Werkstoff	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]
SXHM3688	164	61	0,7
SXC3646	9	74	0,7
BIOPLAST TPS	19	- *	4,0

\* Messung nicht möglich, da Probekörper zu weich.

In Tabelle 2.1.3.7 sind die mechanischen und thermischen Eigenschaften der Compounds aufgeführt, welche aus dem Biopolymer Typ 3 und der am Fraunhofer ICT hergestellten derivatisierten Stärke „Startex\_1611\_67“ hergestellt wurden (gemessen an den entsprechenden spritzgegossenen Prüfkörpern). Auch bei den hierbei erhaltenen Compounds ist es so, dass mit steigendem Stärkegehalt E-Modul, Bruchspannung und Bruchdehnung abnehmen. Ebenso nehmen auch die Schlagzähigkeit und Wärmeformbeständigkeit (Vicat-A) mit steigendem Stärkegehalt ab. Für das Upscaling wurde die Rezeptur von Compound SXHM3838 ausgewählt (in Tabelle 2.1.3.7 grau markiert)

Tabelle 2.1.3.7: Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen an Zugprüfkörpern hergestellt aus verschiedenen Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 3 und „Startex\_1611\_67“

<b>Biopolymer Typ 3 + derivatisierte Stärke „Startex_1611_67“ (Fraunhofer ICT)</b>			
Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
SXHM3834	101	- **	> 490 *
SXHM3835	122	- **	> 490 *
SXHM3836	124	- **	> 490 *
SXHM3837	212	- **	> 490 *
SXHM3838	112	- **	> 490 *
SXHM3839	24	4	51
SXHM3840	21	3	34
SXHM3841	- ***	- ***	- ***
SXHM3842	- ***	- ***	- ***
StarTex_1611_67	340	8	4
Werkstoff	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]

SXHM3834	Kein Bruch	81	0,7
SXHM3835	Kein Bruch	75	0,7
SXHM3836	Kein Bruch	72	0,7
SXHM3837	Kein Bruch	71	0,7
SXHM3838	Kein Bruch	63	0,5
SXHM3839	Kein Bruch	33	0,5
SXHM3840	Kein Bruch	34	0,3
SXHM3841	21	33	0,3
SXHM3842	9	35	0,7
StarTex_1611_67	6	35	0,5
*** Messung nicht möglich, da Probekörper zu weich.			
** Messwert kann nicht angegeben werden, da der Anschlag der Zugprüfmaschine vor dem Bruch erreicht wurde.			
* Der Anschlag der Zugprüfmaschine wurde bei einer Dehnung von 490 % ohne Bruch des Prüfkörpers erreicht.			

In Tabelle 2.1.3.8 sind die Ergebnisse der Untersuchungen an den Compounds aufgeführt, die aus dem Biopolymer Typ 3 und der derivatisierten Stärke „Startex\_1611\_68“ hergestellt wurden. Es gibt sich hier ein vergleichbares Bild wie bei den Compounds hergestellt aus dem Material „Startex\_1611\_67“: ab einem bestimmten Stärkegehalt nehmen Bruchspannung und Bruchdehnung mit steigendem Stärkegehalt deutlich ab. In ähnlicher Weise gilt dies auch für die Schlagzähigkeit. Aufgrund der großen Weichheit der Zugstäbe konnte die Wärmeformbeständigkeitstemperatur (Vicat-A) für eine Reihe von Compounds nicht ermittelt werden. Man kann aber durch Auswertung der Ergebnisse für die Compounds SXHM3844 und SXHM3845 sagen, dass auch hier eine Erhöhung des Stärkegehalts mit einer Abnahme der Wärmeformbeständigkeit einhergeht. Ein Einfluss der Stärkekonzentration auf den Schrumpf ist nicht erkennbar, jedoch ist dieser bei den Compounds kleiner als bei der reinen derivatisierten Stärke. Die Versuche zum Upscaling wurden anhand der Rezeptur von Compound SXHM3848 durchgeführt (in Tabellen 2.1.3.8 grau markiert).

Tabelle 2.1.3.8: Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen an Zugprüfkörpern hergestellt aus verschiedenen Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 3 und „Startex\_1611\_68“

<b>Biopolymer Typ 3 + derivatisierte Stärke „Startex_1611_68“ (Fraunhofer ICT)</b>			
Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
SXHM3844	92	- **	> 490 *
SXHM3845	103	- **	> 490 *
SXHM3846	64	- **	> 490 *
SXHM3847	74	- **	> 490 *
SXHM3848	62	5	386
SXHM3849	56	- **	> 490 *
SXHM3850	50	- **	> 490 *
SXHM3851	119	6	20
SXHM3852	52	5	56
StarTex_1611_68	121	5	10
Werkstoff	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]
SXHM3844	Kein Bruch	72	0,7

SXHM3845	Kein Bruch	61	1,0
SXHM3846	Kein Bruch	- ***	1,0
SXHM3847	Kein Bruch	- ***	1,0
SXHM3848	Kein Bruch	- ***	1,0
SXHM3849	Kein Bruch	- ***	1,0
SXHM3850	Kein Bruch	- ***	1,0
SXHM3851	Kein Bruch	- ***	1,0
SXHM3852	49	- ***	1,0
StarTex_1611_68	12	81	1,7
<p>*** Messung nicht möglich, da Probekörper zu weich.</p> <p>** Messwert kann nicht angegeben werden, da der Anschlag der Zugprüfmaschine vor dem Bruch erreicht wurde.</p> <p>* Der Anschlag der Zugprüfmaschine wurde bei einer Dehnung von 490 % ohne Bruch des Prüfkörpers erreicht.</p>			

Ausgehend von den im Labormaßstab entwickelten Compounds wurden Versuche zum Upscaling bestimmter Compounds durchgeführt. Die Auswahl derselbigen erfolgte dabei zum einen unter der Maßgabe, möglichst hohe Stärkegehalte zu realisieren und zum anderen auch mit dem Ziel, den Anforderungen des Schmelzspinnprozesses und der textilen Weiterverarbeitung zu genügen und akzeptable Werkstoffeigenschaften zu gewährleisten. In Tabelle 2.1.3.9 sind die Werkstoffeigenschaften der Compounds SXC3717 und SXC3764 aufgeführt, die als Entwicklungen des Upscalings von Compound SXHM3663 hervorgegangen sind. Bei Compound SXC3764 wurde neben dem Biopolymer Typ 1 und der kommerziellen thermoplastischen Stärke ein zusätzliches Additiv eingesetzt mit dem Ziel, die Phasenverträglichkeit zwischen den beiden Polymeren zu verbessern. Die Ergebnisse zeigen darüber hinaus, dass durch den Übergang vom Labor- in den (halb)technischen Maßstab die Werkstoffeigenschaften sehr stark beeinflusst werden.

Tabelle 2.1.3.9: Versuche zum Upscaling von Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 1 und thermoplastischer Stärke BIOPLAST TPS®) - Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen

<b>Biopolymer Typ 1 + thermoplastische Stärke BIOPLAST TPS® (BIOTEC)</b>			
Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
SXC3764 *	1276	18	19
SXC3717	1053	18	9
SXHM3663	1969	27	7
Werkstoff	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]
SXC3764 *	11	54	0,5
SXC3717	9	47	0,3
SXHM3663	62	56	0,5
* Enthält zusätzlich ein Additiv zur Verbesserung der Phasenverträglichkeit.			

In Tabelle 2.1.3.10 sind die Werkstoffeigenschaften von Compound SXHM3668 (hergestellt im Labormaßstab) und Compound SXC3767 (hergestellt im halbtechnischen Maßstab als Upscaling-Produkt von Compound SXMH3668) dargestellt, bei deren Herstellung Biopolymer Typ 2 und die kommerzielle thermoplastische Stärke von BIOTEC eingesetzt wurde. Auch hier zeigt sich der Effekt des Upscalings auf die Werkstoffeigenschaften sehr deutlich. So verringert sich durch diesen der E-Modul deutlich und die Bruchdehnung nimmt zu. Im Zuge des Upscalings wurde bei gleicher Compoundrezeptur ein weiches Material erhalten. Die Weichheit war allerdings bereits so stark ausgeprägt, dass eine Bestimmung der

Wärmeformbeständigkeit (Vicat-A) nicht möglich war. Auch ist der Schwund bei dem im halbtechnischen Maßstab hergestellten Material deutlich kleiner ausgefallen als bei dem im Labormaßstab hergestellten Compound.

Tabelle 2.1.3.10: Versuche zum Upscaling von Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 2 und thermoplastischer Stärke BIOPLAST TPS® - Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen

<b>Biopolymer Typ 2 + thermoplastische Stärke BIOPLAST TPS® (BIOTEC)</b>			
Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
SXC3767	57	2,5	37
SXHM3668	373	20	28
Werkstoff	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]
SXC3767	Kein Bruch	- *	0,1
SXHM3668	122	100	1,9
* Messung nicht möglich, da Probekörper zu weich.			

In Tabelle 2.1.3.11 sind die Werkstoffeigenschaften der Compounds SXHM3676 (hergestellt im Labormaßstab) und SXC3719 (hergestellt im halbtechnischen Maßstab als Upscaling-Produkt von Compound SXMH3676) dargestellt, bei deren Herstellung nun Biopolymer Typ 3 und die kommerzielle thermoplastische Stärke von BIOTEC eingesetzt wurde. Hier zeigt sich der Effekt des Upscalings auf die Werkstoffeigenschaften nicht ganz so deutlich wie bei den zuvor beschriebenen Compounds. E-Modul, Bruchdehnung und Schwund sind vergleichbar. Im Zuge des Upscalings konnte jedoch die Schlagzähigkeit des Materials noch verbessert werden.

Tabelle 2.1.3.11: Versuche zum Upscaling von Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 3 und thermoplastischer Stärke BIOPLAST TPS® - Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen

<b>Biopolymer Typ 3 + thermoplastische Stärke BIOPLAST TPS® (BIOTEC)</b>			
Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
SXC3719	62	6	454
SXHM3676	50	- **	> 490 *
Werkstoff	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]
SXC3719	Kein Bruch	- ***	0,7
SXHM3676	Partieller Bruch	54	1,0
*** Messung nicht möglich, da Probekörper zu weich.			
** Messwert kann nicht angegeben werden, da der Anschlag der Zugprüfmaschine vor dem Bruch erreicht wurde.			
* Der Anschlag der Zugprüfmaschine wurde bei einer Dehnung von 490 % ohne Bruch des Prüfkörpers erreicht.			

Tabelle 2.1.3.12 zeigt die Werkstoffeigenschaften der Compounds SXC3818, SXC3764, und SXC3719. Hierbei entspricht das Compound SXC3818 einer Kombination der beiden Compounds SXC3764 und SXC3719. Compound SXC3818 ist dementsprechend zusammengesetzt aus den folgenden Komponenten: Biopolymer Typ 1, Biopolymer Typ 3, thermoplastische Stärke (BIOTEC) und ein Additiv zur Verbesserung der Phasenhomogenität (Koppler).

Tabelle 2.1.3.12: Versuche zum Upscaling unter Einsatz der thermoplastischen Stärke BIOPLAST TPS® - Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen

Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
SXC3818	200	1	130
SXC3764	1276	18	19
SXC3719	62	6	454
Werkstoff	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]
SXC3818	Kein Bruch	- *	0,7
SXC3764	11	54	0,5
SXC3719	Kein Bruch	- *	0,7

\* Messung nicht möglich, da Probekörper zu weich.

In Tabelle 2.1.3.13 sind die Werkstoffeigenschaften der Compounds SXHM3838 und SXC3932 aufgeführt. SXC3932 wurde durch Upscaling der Herstellung von SXHM3838 erhalten. Die Upscaling-Versuche sind erfolgreich verlaufen. Die Werkstoffeigenschaften der beim Upscaling hergestellten Compounds entsprechen im Wesentlichen denen der im Labormaßstab hergestellten Werkstoffen.

Tabelle 2.1.3.14 zeigt die Werkstoffeigenschaften der Compounds SXHM3848 und SXC3933. SXC3933 wurde durch Upscaling der Herstellung von SXHM3848 erhalten. Auch hier hat sich gezeigt, dass die Werkstoffeigenschaften der im Labormaßstab hergestellten Compounds bei den im halbtechnischen Maßstab hergestellten Werkstoffen im wesentlichen nachgestellt werden konnten.

Tabelle 2.1.3.13: Versuche zum Upscaling von Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 3 und derivatisierter Stärke „Startex\_1611\_67“ - Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen

Biopolymer Typ 3 + derivatisierte Stärke „Startex_1611_67“			
Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
SXC3932	128	- **	> 490 *
SXHM3838	112	- **	> 490 *
Werkstoff	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]
SXC3932	Kein Bruch	- ***	0,7
SXHM3838	Kein Bruch	63	0,5

\*\*\* Messung nicht möglich, da Probekörper zu weich.  
 \*\* Messwert kann nicht angegeben werden, da der Anschlag der Zugprüfmaschine vor dem Bruch erreicht wurde.  
 \* Der Anschlag der Zugprüfmaschine wurde bei einer Dehnung von 490 % ohne Bruch des Prüfkörpers erreicht.

Zusammenfassend sind in folgender Tabelle 2.1.3.15 alle Compounds unter Angabe der MVR-Werte (MVR = Melt Volume Rate) aufgeführt, die im zweiten Berichtszeitraum (01.04.2016 – 31.03.2017) zur Weiterverarbeitung an das ITA Aachen gesendet wurden. Die einzelnen Compounds sind mit abnehmenden MVR-Wert aufgelistet, das heißt, dass die Schmelzviskosität bei einer gegebenen Temperatur in der aufgeführten Reihenfolge zunimmt. Aufgrund der Korrelation zwischen Rheologie und Spinnbarkeit konnte angenommen werden, dass die Verarbeitungstemperaturen beim Schmelzspinnprozess in der genannten Reihenfolge zunehmen.

Tabelle 2.1.3.14: Versuche zum Upscaling von Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 3 und derivatisierter Stärke „Startex\_1611\_68“) - Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen

<b>Biopolymer Typ 3 + derivatisierte Stärke „Startex_1611_68“</b>			
Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
SXC3933	90	- **	> 490 *
SXHM3848	62	5	386
Werkstoff	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]
SXC3933	Kein Bruch	- ***	1,3
SXHM3848	Kein Bruch	- ***	1,0
<p>*** Messung nicht möglich, da Probekörper zu weich.</p> <p>** Messwert kann nicht angegeben werden, da der Anschlag der Zugprüfmaschine vor dem Bruch erreicht wurde.</p> <p>* Der Anschlag der Zugprüfmaschine wurde bei einer Dehnung von 490 % ohne Bruch des Prüfkörpers erreicht.</p>			

Tabelle 2.1.3.15: MVR-Werte der im zweiten Berichtszeitraum (01.04.2016 – 31.03.2017) zur Weiterverarbeitung an das ITA Aachen gelieferten Compounds

Compound	MVR (190 °C / 2,16 kg) [cm <sup>3</sup> /10min]
SXC3717	38
SXC3764	29
SXC3718	21
SXC3767	16
SXC3818	15
SXC3933	9
SXC3719	5
SXC3932	3

#### Compoundentwicklungen im dritten Berichtszeitraum (01.04.2017 bis 31.03.2018)

Im Rahmen von Arbeitspaket 3 wurden bei Tecnar auch im dritten Berichtszeitraum (01.04.2017 bis 31.03.2018) diverse Compounds entwickelt, wobei ebenfalls verschiedene Biopolymere eingesetzt wurden. Wie zuvor beschrieben wurden zu Beginn des Projektes auch ligninhaltige Compounds entwickelt, die aber aufgrund der starken Geruchsbildung als problematisch erachtet wurden. Im Hinblick auf die Entwicklung marktfähiger Produkte für die beschriebenen textilen Anwendungsfelder wurde deshalb von einem weiteren Einsatz von Lignin als Blendpartner für die modifizierte/thermoplastifizierte Stärke abgesehen und der Fokus auf das Upscaling ligninfreier Biopolymer-Stärke-Compounds gerichtet. Die Firma Tecnar verfolgte von Projektbeginn an die Strategie, parallel zu den Versuchen mit den Stärkeprodukten des Fraunhofer ICT auch kommerziell verfügbare thermoplastische Stärke bei der Compoundentwicklung einzusetzen. Diese Vorgehensweise war im Hinblick auf die wirtschaftliche Verwertung direkt im Anschluss an das Projekt unabdingbar, da die am Fraunhofer ICT entwickelten thermoplastischen und derivatisierten Stärketypen noch nicht am Markt kommerziell verfügbar sind. Sobald auch diese zukünftig von den diversen Stärkeherstellern am Markt angeboten werden, können diese Rohstoffe zukünftig problemlos unter Nutzung der Projektergebnisse in das Processing bei Tecnar integriert werden.

Für die Compoundierungsversuche wurden innerhalb des dritten Berichtszeitraumes die folgenden Biopolymere eingesetzt:

- Biopolymer Typ 1: (ein Biopolyester)
- Biopolymer Typ 3: (ein Biopolyester)

Bei den Compoundierversuchen wurden neue Stärke-Typen eingesetzt:

- Kommerziell erhältliche Thermoplastische Stärke (SUNAR)
- Thermoplastische Stärke WS\_G32.5 (Fraunhofer ICT)

Im dritten Berichtszeitraum wurden die Compounds SXHM4070, SXHM4071, SXHM4072, SXHM4073 und SXHM4074 hergestellt, die aus einer neu eingesetzten kommerziellen thermoplastischen Stärke der Firma SUNAR und dem Biopolymeren Typ 3 im Labormaßstab produziert wurden. So nimmt der Gehalt an thermoplastischer Stärke von Compound SXHM4070 bis hin zum Compound SXHM4086 zu.

Des Weiteren wurden im technischen Maßstab die beiden Biopolymer Typ 1 und Typ 3 sowie die thermoplastischen Stärke „WS\_G32.5“ vom Fraunhofer ICT auf unterschiedliche Weise miteinander kombiniert. Aus der Vielzahl an Compoundierversuchen wurden schließlich, die in den unten aufgeführten Tabellen eingetragenen Compounds, für die Schmelzspinnversuche am ITA Aachen ausgewählt. Bei der Compoundierung von SXC4141 und SXC3327 wurden die Biopolymere Typ 1 und Typ 3 eingesetzt. Bei SXC3327 handelt es sich um ein stärkefreies Referenzmaterial, welches sich durch seine ausgezeichnete Spinnbarkeit auszeichnet. Bei SXC4142 wurde Biopolymer Typ 3 und bei SXC4143 Biopolymer Typ 1 verarbeitet. In folgender Tabelle 2.1.3.16 ist die Zuordnung der Biopolymere zu den einzelnen Compounds dargestellt. Durch geschickte Kombination der Ausgangskomponenten wurde Einfluss auf das rheologische Verhalten genommen.

Die für das ITA Aachen ausgewählten Compounds SXC3327, SXC4141, SXC4142 und SXC4143 wurden im technischen Maßstab hergestellt. Bei der Produktion der Compounds gab es keine Probleme und die ausgewählten Materialien lassen sich in großen Maßstäben herstellen.

Tabelle 2.1.3.16: Zuordnung der verschiedenen Biopolymere in den für das ITA Aachen im dritten Berichtszeitraum (01.04.2017 bis 31.03.2018) ausgewählten Compounds

Werkstoff	Biopolymer Typ 1	Biopolymer Typ 3
SXC3327	X	X
SXC4141	X	X
SXC4142	-	X
SXC4143	X	-

Tabelle 2.1.3.17: Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen an Zugprüfkörpern hergestellt aus verschiedenen Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 3 und thermoplastischer Stärke (SUNAR)

Biopolymer Typ 3 + thermoplastische Stärke (SUNAR)			
Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
Biopolymer Typ 3	69	- **	> 490 *
SXHM4070	126	- **	> 490 *
SXHM4071	131	- **	> 490 *
SXHM4072	141	- **	> 490 *
SXHM4073	159	- **	> 490 *
SXHM4074	200	3,5	44
Werkstoff	Streckspannung [MPa]		Streckdehnung [%]
Biopolymer Typ 3	- ***		- ***
SXHM4070	6,7		21

SXHM4071	7,0	24	
SXHM4072	7,0	27	
SXHM4073	8,0	19	
SXHM4074	8,5	16	
Werkstoff	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]
Biopolymer Typ 3	Kein Bruch	91,2	0,00
SXHM4070	Kein Bruch	81,1	0,67
SXHM4071	Kein Bruch	75,7	0,67
SXHM4072	Kein Bruch	68,2	0,67
SXHM4073	Kein Bruch	63,1	0,67
SXHM4074	Kein Bruch	57,3	0,67
<p>*** Es liegt kein Streckpunkt vor.</p> <p>** Messwert kann nicht angegeben werden, da der Anschlag der Zugprüfmaschine vor dem Bruch erreicht wurde.</p> <p>* Der Anschlag der Zugprüfmaschine wurde bei einer Dehnung von 490 % ohne Bruch des Prüfkörpers erreicht.</p>			

Es wurden die im Labormaßstab hergestellten Compounds SXHM4070, SXHM4071, SXHM4072, SXHM4073 und SXHM4074, sowie die im Technikumsmaßstab hergestellten Compounds SXC3327, SXC4141, SXC4142 und SXC4143 thermischen und mechanischen Untersuchungen unterzogen. In der nachfolgend aufgeführten Tabelle 2.1.3.17 sind die Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen aufgeführt, die an spritzgegossenen Prüfkörpern durchgeführt wurden. Diese wurden aus Compounds hergestellt, die aus einer neu eingesetzten kommerziellen thermoplastischen Stärke der Firma SUNAR und dem Biopolymeren Typ 3 im Labormaßstab produziert wurden. So nimmt der Gehalt an thermoplastischer Stärke von Compound SXHM4070 bis hin zum Compound SXHM4086 zu. Mit steigendem Gehalt an thermoplastischer Stärke nimmt der E-Modul zu. Bruchspannung und Bruchdehnung konnten messtechnisch nicht erfasst werden, da der Anschlag der Zugprüfmaschine bei 490 % erreicht und der Prüfkörper hier noch nicht gebrochen war. Somit muss die Bruchdehnung der Compounds SXHM4070 bis SXHM4074 größer als 490 % sein, wobei über die Bruchspannung keine Aussage gemacht werden kann. Lediglich für SXHM4074 erfolgte ein Bruch im möglichen Messbereich. Mit steigendem Stärkegehalt nimmt die Streckspannung geringfügig zu, während die Streckdehnung ein Maximum durchläuft. Alle Compounds zeigen im Charpy-Schlagzähigkeitsversuch eine „Kein Bruch“-Charakteristik. Sowohl Biopolymer Typ 3 als auch die von diesem abgeleiteten stärkehaltigen Compounds zeichnen sich durch eine hohe Schlagzähigkeit aus. Während die Variation des Stärkegehalts bei den Compounds keinen Einfluss auf die Schwindung nach dem Spritzgießen der Zugprüfkörper zeigt, so zeigt sich, dass sich ein wachsender Stärkegehalt schlecht auf die Wärmeformbeständigkeit auswirkt. So ist die Wärmeformbeständigkeitstemperatur (Vicat-A) im Falle des Biopolymers Typ 3 am größten und nimmt mit steigendem Stärkegehalt von SXHM4070 bis hin zu SXHM4074 ab. Hier zeigt sich der negative Einfluss der thermoplastischen Stärke auf die Werkstoffeigenschaften der aus ihr abgeleiteten Compounds am deutlichsten. Für den nachfolgenden Berichtszeitraum waren Upscaling-Versuche mit der thermoplastischen Stärke von SUNAR geplant.

In Tabelle 2.1.3.18 sind die Ergebnisse der Zugprüfungen an den Zugprüfkörpern dargestellt, die aus den für das ITA Aachen ausgewählten Compounds SXC3327, SXC4141, SXC4142 und SXC4143 gefertigt wurden. So sieht man deutlich, dass das Biopolymer vom Typ 3 zu einer großen Weichheit (= niedriger E-Modul) und hohen Dehnbarkeit führt. Diese Compounds sollten zu hochdehnfähigen Multifilamenten verarbeitet werden. So zeigt sich anhand des stärkehaltigen Compounds SXC4142, dass das Biopolymer vom Typ 3 zu einer Maximierung der Schlagzähigkeit beiträgt. Das Biopolymer vom Typ 1 hingegen führt verstärkt zu einem spröden Werkstoffverhalten. Durch entsprechende Kombination wurde ein Werkstoffverhalten justiert, welches zwischen diesen beiden Extremfällen lag. Es wurde versucht, hierdurch auch Einfluss auf die textilmechanischen Eigenschaften der Endprodukte zu nehmen.

Tabelle 2.1.3.18: Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen an Zugprüfkörpern hergestellt aus den im dritten Berichtszeitraum für das ITA Aachen ausgewählten Compounds

Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
-----------	---------------	---------------------	------------------

SXC3327	3500	52	2
SXC4141	1202	17	5
SXC4142	100	7	380
SXC4143	3422	36	1
Werkstoff	Streckspannung [MPa]		Streckdehnung [%]
SXC3327	52		2
SXC4141	20		3
SXC4142	5		22
SXC4143	- *		- *
Werkstoff	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]
SXC3327	40	61	0,5
SXC4141	127	58	0,3
SXC4142	Kein Bruch	60	0,7
SXC4143	12	60	0,0
* Es liegt kein Streckpunkt vor.			

Zusammenfassend sind in folgender Tabelle 2.1.3.19 alle Compounds unter Angabe der MVR-Werte (MVR = Melt Volume Rate) aufgeführt, die im dritten Berichtszeitraum (01.04.2017 – 31.03.2018) zur Weiterverarbeitung an das ITA Aachen gesendet wurden. Die MVR-Werte bewegen sich zwischen 7 und 13 cm<sup>3</sup>/10 min. Da Rheologie und Spinnbarkeit direkt miteinander korreliert sind, musste davon ausgegangen werden, dass sich die Compounds in ihrem Spinnverhalten unterscheiden, was bei den Spinnversuchen am ITA Aachen auch gezeigt werden konnte. Aufgrund der Korrelation zwischen Rheologie und Spinnbarkeit wurde deshalb die Anpassung der Verarbeitungstemperaturen beim Schmelzspinnprozess als unabdingbar erachtet.

Tabelle 2.1.3.19: MVR-Werte der im dritten Berichtszeitraum (01.04.2017 – 31.03.2018) zur Weiterverarbeitung an das ITA Aachen gelieferte Compounds

Compound	MVR (190 °C / 2,16 kg) [cm <sup>3</sup> /10min]
SXC3327	12
SXC4141	8
SXC4142	7
SXC4143	13

Weitere Compoundentwicklungen im Rahmen der kostenneutralen Laufzeitverlängerung bis hin zum Projektende (01.04.2018 bis 31.12.2018)

Im Rahmen des Projektes „StarTex“ wurden bis zum Abschluss des dritten Berichtszeitraumes bei den Projektpartnern viele Versuche zur Herstellung stärkebasierter Compounds, Multifilamente und textiler Produkte durchgeführt. Am Fraunhofer ICT Pfinztal wurden dabei sowohl thermoplastische Stärke als auch chemisch derivatisierte Stärkeprodukte entwickelt, die letztgenannten mit dem Ziel, die hygroskopischen Eigenschaften zu minimieren und die Kompatibilität mit anderen Biopolymeren beim nachgeschalteten Compoundierungsprozess zu verbessern.

Aufgrund der besonderen chemischen Struktur der Stärke (aufgebaut aus Amylose und Amylopektin), besitzt diese aus sich heraus jedoch keine faserbildenden Eigenschaften und konnte ohne entsprechende Modifikationen nicht zu Multifilamenten weiterverarbeitet werden. Aus diesem Grunde wurden bei Tecnar die genannten Stärkeprodukte zusammen mit bestimmten filamentbildenden Biopolymeren zu neuen hochwertigen und marktfähigen Stärke-Compounds weiterverarbeitet, um so verspinnbare Werkstoffe für textile Anwendungsfelder bereit zu stellen. Aus diesen wurden am ITA Aachen auch erfolgreich Multifilamente gesponnen, die anschließend am selben Institut zu Vlies-Stoffen und bei der Firma WarmX zu Gestriken

verarbeitet wurden. Es waren jedoch noch weitere wichtige Optimierungsversuche erforderlich, um bei der Verspinnung der stärkehaltigen Compounds eine noch größere Prozessstabilität zu erreichen. Die Versuche deuteten auf einen Polymerabbau bestimmter Biopolymere (im ganz besonderen Maße Biopolymer Typ 1) durch die in allen Stärkeprodukten sowohl von den kommerziellen Herstellern als auch vom Fraunhofer ICT eingebrachten Weichmachern, wie z. B. Glycerin, hin (Alkoholysereaktion des Glycerins mit den Estergruppen der Biopolymere unter Polymerabbau). Hierdurch änderte sich das rheologische Verhalten der Schmelze während des Spinnprozesses und führte so zu Prozessinstabilitäten bei der Verspinnung. Von Seiten Tecnaro wurde vorgeschlagen, die durch die eingesetzten Stärkeprodukte hervorgerufenen Abbaureaktionen der eingesetzten Biopolyester hierdurch zu unterdrücken, dass **glycerinfreie** Stärkeprodukte vom Fraunhofer ICT bzw. von kommerziellen Anbietern als Blendpartner bei der Compoundierung eingesetzt werden sollten. Doch nicht nur auf der Materialseite, sondern im besonderen Maße auch bei der Weiterverarbeitung sollten noch weitere Möglichkeiten zur Prozessoptimierung ausgeschöpft werden. Die völlig andere chemische Zusammensetzung und morphologische Struktur der stärkehaltigen Compounds gegenüber den etablierten Faserpolymeren wie z. B. PET, PA6 oder PA6.6 etc. erforderte, dass bereits vorliegende und bewährte Spinnparameter für diese Systeme nicht direkt übernommen werden konnten, sondern vielmehr für die neuen Stärke-Compounds neu herausgearbeitet werden mussten. Hierbei waren nicht nur der Spinnverzug, sondern auch die Temperatur als direkter Einflussgeber für die Rheologie der Polymerschmelze relevant und sollten im Rahmen der weiteren Spinnversuche in noch stärkerem Maße berücksichtigt werden. Die Verarbeitung von Biopolymeren erfordert in der Regel eine völlig andere Temperaturführung als bei den erdölbasierten Faserpolymeren, hier sollte durch das Herausarbeiten eines prozessparametrischen Optimums auch auf Seiten des Processings am ITA Aachen im Dialog mit der Materialentwicklung am Fraunhofer ICT und bei Tecnaro ein Erfolg erreicht werden. Auch hat sich gezeigt, dass beim Endverarbeiter WarmX zusätzlich verfahrenstechnische Anpassungen vorgenommen werden müssten, da sich die neuen biobasierten Multifilamente bezüglich ihrer mechanischen und oberflächenspezifischen Eigenschaften aufgrund der inkorporierten Stärke deutlich von denen etablierter Polymer- und Textilfasern unterscheiden.

Aufgrund der genannten zusätzlichen Optimierungen sowohl auf Seiten der Materialentwicklung (Fraunhofer ICT und Tecnaro) als auch auf Seiten des Processings (ITA Aachen und WarmX) hat sich Tecnaro dem Wunsch seiner Projektpartner nach einer kostenneutralen Laufzeitverlängerung für das Projekt „StarTex“ angeschlossen, welche von der FNR genehmigt wurde und hierdurch der zusätzlich erforderliche Zeitbedarf vom Projektträger bereitgestellt wurde.

Durch die Verlängerung ergab sich zudem die Möglichkeit der Teilnahme von Tecnaro an der Fachmesse „FAKUMA“ im Oktober 2018 in Friedrichshafen, auf welcher diverse Demonstratoren aus dem Projekt „StarTex“ (Spulen, Vlies-Stoffe und Gestricke) ausgestellt wurden.

Im Rahmen von Arbeitspaket 3 wurden bei Tecnaro auch in der Zeit nach dem dritten Berichtszeitraum bis hin zum Projektende diverse Compounds entwickelt, wobei ebenfalls verschiedene Biopolymere eingesetzt wurden. Für die Compoundierungsversuche wurden innerhalb dieses Zeitraumes die folgenden Biopolymere eingesetzt:

- Biopolymer Typ 1: (ein Biopolyester)
- Biopolymer Typ 2: (ein Biopolyester)
- Biopolymer Typ 3: (ein Biopolyester)

Bei den Compoundierversuchen wurden darüber hinaus die folgenden thermoplastischen Stärken und Stärke-Produkte eingesetzt:

- Kommerziell erhältliche Thermoplastische Stärke (SUNAR)
- Kommerziell erhältliche Thermoplastische Stärke BIOPLAST TPS® (BIOTEC)
- Kommerziell erhältliches Stärkeprodukt BIOPLAST 105® (BIOTEC)
- Kommerziell erhältliche Thermoplastische Stärke AMITROPLAST 8945® (AGRANA)
- Thermoplastische Stärke WS\_G32.5 (Fraunhofer ICT)
- Derivatisierte Stärke WS\_G32.5\_PLA-g(2%MAH)25 (Fraunhofer ICT)

Tabelle 2.1.3.20 zeigt die Ergebnisse der Untersuchungen an den Compounds SXC4290, SXC4291, SXC4292 und SXC4293, welche zusammengesetzt sind aus den beiden Biopolymeren Typ 1 und Typ 3 und der derivatisierten Stärke „WS\_G32.5\_PLA-g(2%MAH)25“ des Fraunhofer ICT. Die Compounds SXC4290, SXC4291 und SXC4292 sind Abwandlungen des stärkefreien Referenzmaterials SXC3327, welche aus diesem formal durch Zugabe der oben genannten derivatisierten Stärke hervorgegangen ist und die genannten Biopolymere enthält. Der Gehalt an derivatisierter Stärke nimmt von SXC4290 bis hin zu SXC4292 zu. SXC4293 besitzt den gleich hohen Gehalt an derivatisierter Stärke wie SXC4292, unterscheidet sich aber gegenüber SXC4292 durch einen höheren Gehalt an Biopolymer Typ 3. Das Verhältnis der beiden Biopolymere Typ 1 und Typ 3 entspricht damit dem Verhältnis der beiden Biopolymere Typ 1 und Typ 3 in Compound SXC4141, welches sich gegenüber SXC4293 nur durch die enthaltene thermoplastische Stärke WS\_G32.5 des Fraunhofer ICT unterscheidet. Betrachtet man den E-Modul, so sieht man, dass dieser von Compound SXC4290 bis hin zu SXC4292 mit steigendem Gehalt an derivatisierter Stärke abnimmt. Die

weitere Erniedrigung des E-Moduls bei SXC4293 gegenüber SXC4292 ist auf den höheren Gehalt an Biopolymer Typ 3 zurückzuführen. Die Erhöhung des Gehaltes an Biopolymer Typ 3 war dem Effekt geschuldet, dass das in den einzelnen Stärkeprodukten enthaltene Glycerin zu einem Polymerabbau durch Alkoholysereaktionen führt, wobei dieser Effekt bei Biopolymer Typ 3 in einem viel geringeren Maße ausgeprägt ist als bei Biopolymer Typ 1. Die Bruchdehnung steigt von SXC4290 bis hin zu SXC4291 zunächst an und nimmt mit steigendem Gehalt an derivatisierter Stärke bis hin zu SXC4292 wieder ab. Der höhere Gehalt an Biopolymer Typ 3 bewirkt dann schließlich wieder einen Anstieg derselbigen. Dies ist umso verständlicher, als dass sich Biopolymer Typ 3 gegenüber Biopolymer Typ 1 durch eine wesentlich höhere Flexibilität und Dehnbarkeit auszeichnet. In ähnlicher Weise wirkt sich die Zusammensetzung auch auf die Schlagzähigkeit aus, welche mit steigendem Stärkegehalt zunächst abnimmt um dann mit steigendem Gehalt an Biopolymer Typ 3 wieder zuzunehmen. Die Wärmeformbeständigkeitstemperatur Vicat-A liegt für die genannten Rezepturen nahezu konstant bei 60 °C.

Tabelle 2.1.3.20: Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen an Zugprüfkörpern hergestellt aus verschiedenen Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 1, Typ 3 und derivatisierter Stärke WS\_G32.5\_PLA-g(2%MAH)25

<b>Biopolymer Typ 1 + Biopolymer Typ 3 + Derivatisierte Stärke WS_G32.5_PLA-g(2%MAH)25 (Fraunhofer ICT)</b>			
Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
SXC4290	3092	43	5
SXC4291	2921	39	8
SXC4292	2585	39	2
SXC4293	1268	22	5
Werkstoff	Streckspannung [MPa]		Streckdehnung [%]
SXC4290	54		2
SXC4291	44		2
SXC4292	39		2
SXC4293	24		3
Werkstoff	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]
SXC4290	68	60	0,5
SXC4291	46	61	0,5
SXC4292	29	59	0,5
SXC4293	131	60	0,7

Für die Compounds SXC4294, SXC4295 und SXC4296 ergibt sich ein ähnliches Bild (siehe Tabelle 2.1.3.21): E-Modul, Bruchspannung, Bruchdehnung und Schlagzähigkeit nehmen mit steigendem Gehalt an thermoplastischer Stärke WS\_G32.5 ab. Damit zeigt sich, dass sich sowohl die thermoplastische als auch die derivatisierte Stärke des Fraunhofer ICT werkstoffverschlechternd auswirken und dieser Effekt durch die Derivatisierung nicht aufgehoben werden kann. Die genannten Compounds lassen sich formal ebenfalls von dem stärkefreien Referenzmaterial SXC3327 ableiten und enthalten die Biopolymere Typ 1 und Typ 3 in solchen Anteilen, dass das Verhältnis der beiden Biopolymere zueinander gleich bleibt und dem im Material

SXC3327 entspricht. Somit stellt SXC4294 das Analogon zu SXC4290, SXC4295 das Analogon zu SXC4291 und SXC4296 das Analogon zu SXC4292 dar. Die Analoga unterscheiden sich lediglich durch die Art des eingesetzten Stärkeprodukte (derivatisierte Stärke WS\_G32.5\_PLA-g(2%MAH)25 bzw. thermoplastische Stärke WS\_G32.5).

Tabelle 2.1.3.21: Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen

an Zugprüfkörpern hergestellt aus verschiedenen Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 1, Typ 3 und thermoplastischer Stärke WS\_G32.5

<b>Biopolymer Typ 1 + Biopolymer Typ 3 + Thermoplastische Stärke WS_G32.5 (Fraunhofer ICT)</b>			
Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
SXC4294	3130	42	5
SXC4295	3030	39	3
SXC4296	2681	32	2
Werkstoff	Streckspannung [MPa]		Streckdehnung [%]
SXC4294	52		2
SXC4295	41		2
SXC4296	- *		- *
Werkstoff	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]
SXC4294	63,33	61	0,5
SXC4295	38,57	61	0,5
SXC4296	30,23	60	0,5
* Es liegt kein Streckpunkt vor.			

Tabelle 2.1.3.22 zeigt die Werkstoffdaten für Compound SXC4297. Dieses Material stellt ein Analogon zu SXC4141 dar und unterscheidet sich von diesem nur durch das enthaltene Stärkeprodukt, d. h. durch die enthaltene thermoplastische Stärke von SUNAR anstelle der bei SXC4141 eingesetzten thermoplastischen Stärke WS\_G32.5 vom Fraunhofer ICT.

Tabelle 2.1.3.22: Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen an Zugprüfkörpern hergestellt aus verschiedenen Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 1, Typ 3 und thermoplastischer Stärke (SUNAR)

<b>Biopolymer Typ 1 + Biopolymer Typ 3 + Thermoplastische Stärke (SUNAR)</b>			
Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
SXC4297	1207	21	7
	Streckspannung [MPa]		Streckdehnung [%]
	22		5
	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]
	Kein Bruch	61	0,5

Die Compounds SXC4298 und SXC4376 enthalten neben den beiden Biopolymeren Typ 1 und Typ 3 die thermoplastische Stärke BIOPLAST TPS® (BIOTEC). Der bei SXC4376 geringere Anteil an Biopolymer Typ 3 führt gegenüber SXC4298 zu einer Zunahme von E-Modul und Bruchspannung und zu einer Abnahme von Bruchdehnung und Schlagzähigkeit (siehe Tabelle 2.1.3.23).

Tabelle 2.1.3.23: Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen an Zugprüfkörpern hergestellt aus verschiedenen Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 1, Typ 3 und thermoplastischer Stärke BIOPLAST TPS® (BIOTEC)

<b>Biopolymer Typ 1 + Biopolymer Typ 3 + Thermoplastische Stärke BIOPLAST TPS® (BIOTEC)</b>			
Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
SXC4298	1079	14	75
SXC4376	3161	41	4
Werkstoff	Streckspannung [MPa]		Streckdehnung [%]
SXC4298	19		6
SXC4376	49		2
Werkstoff	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]
SXC4298	Kein Bruch	60	0,5
SXC4376	36	61	0,3

Compound SXC4377, dessen Eigenschaften in Tabelle 2.1.3.24 dargestellt sind, ist ein Analogprodukt zu SXC4376 und unterscheidet sich von diesem durch das eingesetzte BIOPLAST 105® (BIOTEC) anstelle von BIOPLAST TPS®. Durch den Austausch dieser Stärkeprodukte ändern sich die Compouneigenschaften kaum.

Durch Weglassen von Biopolymer Typ 1 und Erhöhung des Gehaltes an Stärkeprodukt BIOPLAST 105® gelangt man zu schließlich zu Compound SXC4378. Durch diese Rezepturänderung ändern sich die Compouneigenschaften drastisch und erklären die Abnahme von E-Modul und die Zunahme von Schlagzähigkeit und Bruchdehnung.

Compound SXC4378 stellt ein Analogprodukt zu SXC3719 dar, welches anstelle der im SXC3719 enthaltenen thermoplastischen Stärke BIOPLAST TPS® (BIOTEC) das Stärkeprodukt BIOPLAST 105® (BIOTEC) enthält. Es wurde davon ausgegangen, dass SXC4378 eine vergleichbar gute Weiterverarbeitbarkeit besitzt wie SXC3719, welches erfolgreich zu Filamenten und textilen Geweben weiterverarbeitet werden konnte.

Tabelle 2.1.3.24: Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen an Zugprüfkörpern hergestellt aus Compound SXC4377 auf Basis von Biopolymer Typ 1, Typ 3 und thermoplastischem Stärkeprodukt BIOPLAST 105® (BIOTEC)

<b>Biopolymer Typ 1 + Biopolymer Typ 3</b>
--

<b>+ Thermoplastisches Stärkeprodukt BIOPLAST 105® (BIOTEC)</b>			
Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
SXC4377	3267	48	3
	Streckspannung [MPa]		Streckdehnung [%]
	59		2
	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]
	39	62	0,3

Tabelle 2.1.3.25: Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen an Zugprüfkörpern hergestellt aus Compound SXC4378 auf Basis von Biopolymer Typ 3 und thermoplastischem Stärkeprodukt BIOPLAST 105® (BIOTEC)

<b>Biopolymer Typ 3</b>			
<b>+ Thermoplastisches Stärkeprodukt BIOPLAST 105® (BIOTEC)</b>			
Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
SXC4378	1106	- **	> 490 *
	Streckspannung [MPa]		Streckdehnung [%]
	16		7
	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]
	Kein Bruch	77	55

\*\* Messwert kann nicht angegeben werden, da der Anschlag der Zugprüfmaschine vor dem Bruch erreicht wurde.

\* Der Anschlag der Zugprüfmaschine wurde bei einer Dehnung von 490 % ohne Bruch des Prüfkörpers erreicht.

In Tabelle 2.1.3.26 sind die Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen an Zugprüfkörpern, welche aus verschiedenen Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 2 und der thermoplastischen Stärke AMITROPLAST 8945® (AGRANA) hergestellt wurden, dargestellt. Der E-Modul nimmt mit steigendem Stärkegehalt von SXC4433 bis hin zu SXC4436 zu, während die Bruchspannung und Schlagzähigkeit abnehmen. Die Bruchdehnung steigt zunächst an, um dann mit steigendem Stärkegehalt wieder abzunehmen. Damit zeigt sich auch hier, dass sich die eincompoundierte Stärke tendenziell negativ auf die resultierenden Werkstoffeigenschaften auswirkt.

Tabelle 2.1.3.26: Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen an Zugprüfkörpern hergestellt aus verschiedenen Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 2 und thermoplastischer Stärke AMITROPLAST 8945® (AGRANA)

<b>Biopolymer Typ 2</b>			
<b>+ Thermoplastische Stärke AMITROPLAST 8945® (AGRANA)</b>			
Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
SXC4433	1070	26	17
SXC4434	1314	21	24

SXC4435	1487	17	3
SXC4436	1780	16	1
Werkstoff	Streckspannung [MPa]		Streckdehnung [%]
SXC4433	- *		- *
SXC4434	- *		- *
SXC4435	18		2
SXC4436	- *		- *
Werkstoff	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]
SXC4433	24	108	1,5
SXC4434	15	109	1,3
SXC4435	10	109	1,2
SXC4436	8	107	1,0
* Es liegt kein Streckpunkt vor.			

Auch in Kombination mit Biopolymer Typ 3 ergibt sich ein vergleichbares Bild: mit steigendem Gehalt an thermoplastischer Stärke nehmen E-Modul und Bruchdehnung ab. Anders als bei Einsatz von Biopolymer Typ 2 bleibt die sehr gute Schlagzähigkeit („Kein Bruch“-Charakteristik) auch bei steigendem Stärkegehalt erhalten (siehe Tabelle). Die Weiterverarbeitung der in den Tabellen 2.1.3.26 und 2.1.3.27 dargestellten Compounds am ITA Aachen wurde von Seiten Tecnar als sehr wichtig erachtet, nicht zuletzt auch aufgrund des Einsatzes des neuen thermoplastischen Stärketyps AMITROPLAST 8945® (AGRANA) und dem ausschließlichen Einsatz der Biopolymere Typ 2 bzw. Typ 3, für welche eine größere Stabilität gegenüber unerwünschter Alkoholysereaktionen durch das in den diversen Stärkeprodukten enthaltene Glycerin angenommen wurde.

Tabelle 2.1.3.27: Ergebnisse der mechanischen und thermischen Untersuchungen an Zugprüfkörpern hergestellt aus verschiedenen Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 2 und thermoplastischer Stärke AMITROPLAST 8945® (AGRANA)

<b>Biopolymer Typ 3</b>			
<b>+ Thermoplastische Stärke AMITROPLAST 8945 (AGRANA)</b>			
Werkstoff	E-Modul [MPa]	Bruchspannung [MPa]	Bruchdehnung [%]
SXC4437	183	- **	> 490 *
SXC4438	308	- **	> 490 *
SXC4439	299	9	82
SXC4440	479	10	20
Werkstoff	Streckspannung [MPa]		Streckdehnung [%]
SXC4437	8		20
SXC4438	10		16
SXC4439	10		22
SXC4440	- ***		- ***
Werkstoff	Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	Vicat-A [°C]	Schwund nach dem Spritzgießen [%]
SXC4437	Kein Bruch	90	0,5
SXC4438	Kein Bruch	92	0,3
SXC4439	Kein Bruch	94	0,3

SXC4440	Kein Bruch	96	0,3
<p>*** Es liegt kein Streckpunkt vor.</p> <p>** Messwert kann nicht angegeben werden, da der Anschlag der Zugprüfmaschine vor dem Bruch erreicht wurde.</p> <p>* Der Anschlag der Zugprüfmaschine wurde bei einer Dehnung von 490 % ohne Bruch des Prüfkörpers erreicht.</p>			

In Tabelle 2.1.3.28 sind zusammenfassend alle Compounds mit den dazugehörigen MVR-Werten aufgeführt, welche im Rahmen der kostenneutralen Laufzeitverlängerung für den Projektpartner ITA Aachen hergestellt und an diesen versandt worden sind. Die MVR-Werte geben einen ersten Anhaltspunkt über das rheologische Verhalten der Compounds im schmelzflüssigen Zustand. Die MVR-Werte liegen für die angegebenen Bedingungen in Bereichen, welche eine gute Verspinnbarkeit erwarten lassen. Für die meisten Compounds liegen diese zwischen 5 und 12 cm<sup>3</sup>/10min bei einer Temperatur von 190 °C und einer Gewichtsauflage von 2,16 kg, welche denen der als sehr gut verspinnbaren Compounds SXC3327 (stärkefreies Referenzmaterial) und SXC3719 entsprechen.

Tabelle 2.1.3.28: MVR-Werte der im Rahmen der kostenneutralen Laufzeitverlängerung bis hin zum Projektende (01.04.2018 bis 31.12.2018) zur Weiterverarbeitung an das ITA Aachen gelieferten Compounds

Compound	MVR (190 °C / 2,16 kg) [cm <sup>3</sup> /10min]
SXC3327	12
SXC3719	5
SXC4290	12
SXC4291	16
SXC4292	11
SXC4293	9
SXC4294	12
SXC4295	14
SXC4296	11
SXC4297	5
SXC4298	7
SXC4376	11
SXC4377	9
SXC4378	4
SXC4433	8
SXC4434	7
SXC4435	6
SXC4436	4
SXC4437	4
SXC4438	3
SXC4439	2
SXC4440	2

#### 2.1.4 AP 4: Herstellung von Filamenten im Schmelzspinnprozess aus der modifizierten Stärke und aus den aus der modifizierten Stärke hergestellten Compounds (ITA Aachen)

Das Ziel des Arbeitspakets 4 ist die Herstellung von Filamenten aus chemisch modifizierter Stärke und aus Stärkeblends. Zunächst wird das thermoplastische Verhalten von Polymeren aus modifizierter Stärke charakterisiert, um anschließend einen geeigneten Schmelzspinnprozess zu entwickeln.

Die stärkebasierten Polymere sowie kommerzielle thermoplastische Stärke (TPS) als Benchmark wurden im Rahmen des Projekts von der Tecnar GmbH (stärkebasierte Compounds) und vom Fraunhofer ICT (modifizierte Stärke) bereitgestellt.

Die kommerzielle TPS wurde hinsichtlich ihrer thermischen und rheologischen Eigenschaften untersucht. Zur Beschreibung des thermoplastischen Verhaltens und des Aufschmelzverhaltens des Polymers wurde eine DSC Analyse durchgeführt. Die rheologischen Untersuchungen sind notwendig, um das Fließverhalten des Polymers bei verschiedenen Temperaturen und Schergeschwindigkeiten zu erfassen. Aus den Ergebnissen dieser Untersuchungen können die Prozesstemperaturen für den Schmelzspinnprozess abgeleitet werden, in denen im Folgenden die Spinnbarkeit des Materials untersucht wird.

#### 2.1.4.1 DSC Analyse von kommerzieller thermoplastischen Stärke, am Fraunhofer ICT modifizierter Stärke und Blends von Firma Tecnar

Um die thermischen Eigenschaften der thermoplastischen Stärke und den daraus entstehenden Blends zu untersuchen, wurden diese mit Hilfe der dynamischen Differenzkalorimetrie (engl. differential scanning calorimetry, DSC) untersucht. Die Untersuchungen wurden mit dem Instrument DSC 1 STARe System der Firma Mettler-Toledo, Herzogenrath durchgeführt und mit der STARe excellence Software ausgewertet.

Mit Hilfe der DSC-Untersuchungen wurde der Einfluss der Trocknungstemperatur auf das Polymerverhalten analysiert. Hierbei wurden eine Heiz- und Abkühlrate von 10 °C/min gewählt und nicht getrocknete und bei verschiedenen Temperaturen (60 °C-100 °C mit einem Intervall von 10 °C) getrocknete Proben untersucht. Im ersten Versuch wird die Stärke ohne Trocknung, im zweiten Versuch mit 60 °C Trocknungstemperatur untersucht und in den weiteren Analysen wird diese Temperatur schrittweise um 10 °C bis auf 100 °C erhöht. Das Temperaturprofil der DSC-Untersuchungen ist in Abbildung 2.1.4.1 dargestellt.

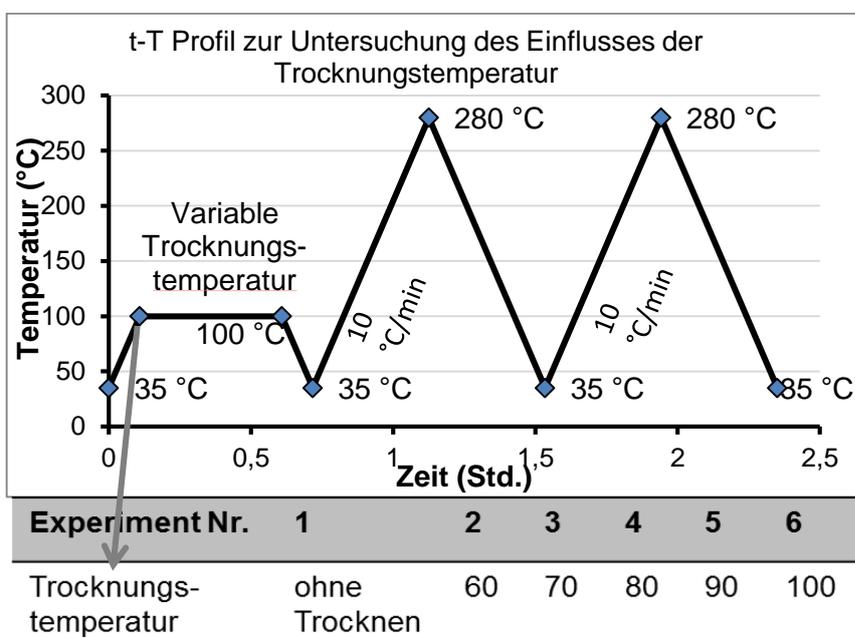


Abbildung 2.1.4.1: Temperaturprofil der DSC-Untersuchungen mit Vortrocknung

Die DSC-Kurven des ersten Aufheizens zeigen bei allen Proben einen Glasübergang bei ungefähr 50 °C. Die Probe ohne Vortrocknen weist zwei breite Schmelzpeaks auf. Durch den Einfluss des Trocknens bei 60 °C verringert sich die Fläche unter dem ersten Peak. Durch das Trocknen bei 70 °C und über 70 °C verschwindet der erste Peak. Bei steigenden Trocknungstemperaturen bleibt der zweite Peak immer ausgeprägt. Eine Ausnahme bildet lediglich die Probe bei der das Trocknen mit 70 °C erfolgte (Vgl. Abbildung 2.1.4.2).

Beim zweiten Aufheizen ist bei allen Proben nur noch ein sehr schwacher Glasübergangspk bei ungefähr 50 °C erkennbar (Peak 0). Des Weiteren zeigen alle Proben nur noch einen sehr schwachen Schmelzpeak (Peak 1) bei ungefähr 240 °C. Der Peak 2 lässt darauf schließen, dass es bei Temperaturen über 270 °C zu unerwünschten Nebenreaktionen kommt, wie zum Beispiel einem Polymerabbau oder einer Vernetzung.

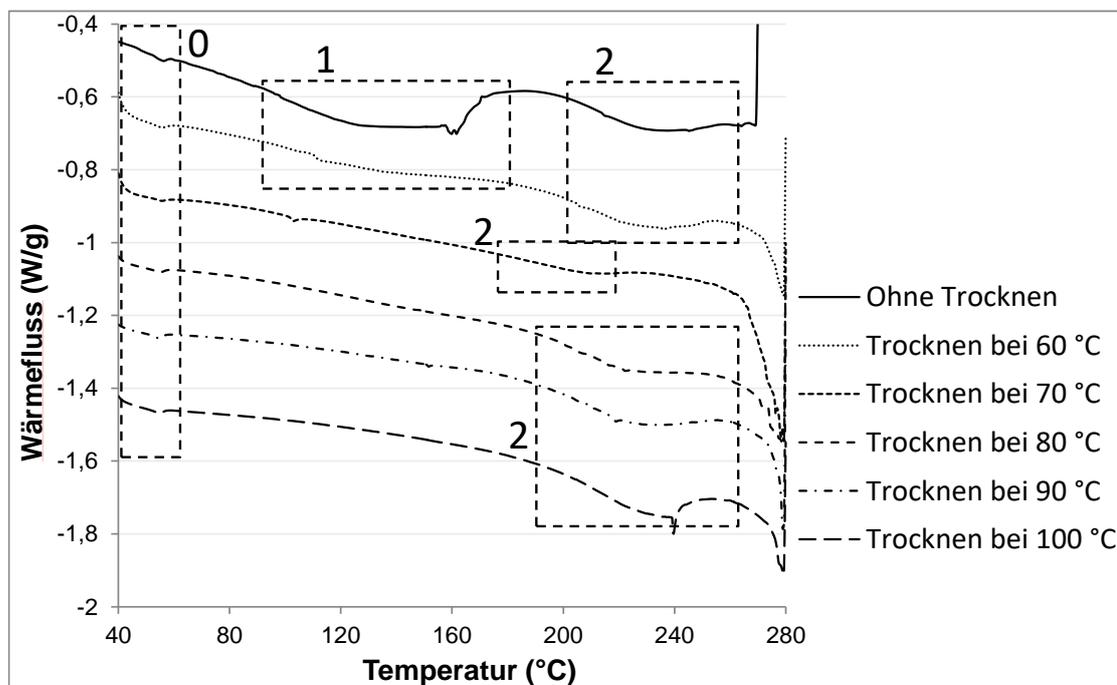


Abbildung 2.1.4.2: Erste DSC Heizkurve von kommerzieller TPS mit Vortrocknung

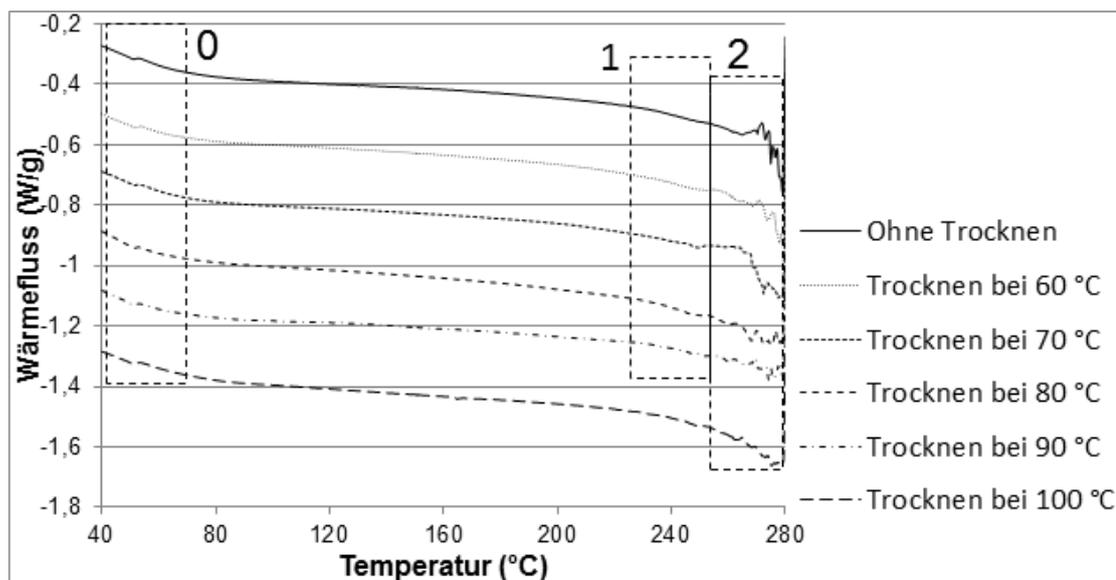


Abbildung 2.1.4.3: Zweite DSC Heizkurve von kommerzieller TPS mit Vortrocknung

Die thermischen Eigenschaften der Polymere wurden mithilfe der Mettler Toledo DSC bestimmt. Für die DSC Untersuchungen wurden die Proben von 35 °C bis 230 °C bei einer Aufheizrate von 10 °C/min aufgeheizt. Anschließend wurden die Proben wieder auf 35 °C abgekühlt und dann erneut auf 230 °C mit 10°C/min aufgeheizt. Die DSC-Ergebnisse von chemische modifizierten Stärkesorten von ICT sind in Abbildung 2.1.4.4 bis Abbildung 2.1.4.9 dargestellt.

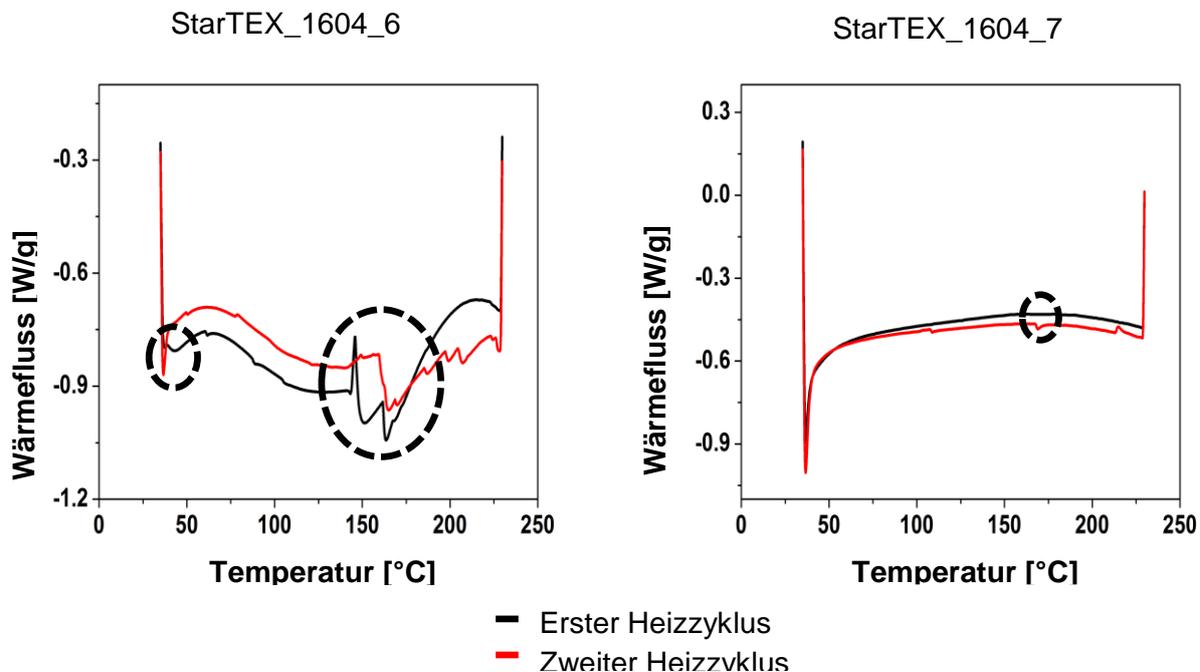


Abbildung 2.1.4.4: DSC- Ergebnisse von StarTEX\_1604\_6, 7

In Abbildung 2.1.4.4 kann im Falle des StarTEX\_1604\_7-Materials festgestellt werden, dass die Peaks bei beiden Materialien während des ersten Heizzyklus noch bestehen und im zweiten Zyklus nicht mehr zu verzeichnen sind. Dies lässt den Schluss zu, dass eine thermische Behandlung nicht möglich ist ohne das thermische Verhalten zu verändern. Bei dem Startex\_1604\_6-Material kann ein Schmelzpeak bei 160 °C und ein Glasübergang bei 50 °C während des ersten Heizzyklus ausgemacht werden. Diese Peaks verschieben sich im zweiten Zyklus. Dies lässt die Hypothese zu, dass eine thermische Behandlung bei nur geringfügigen Veränderungen des thermischen Verhaltens möglich ist.

Die DSC-Kurven der zweiten Materialcharge des ICT sind in 2.1.4.5 und 2.1.4.6 dargestellt.

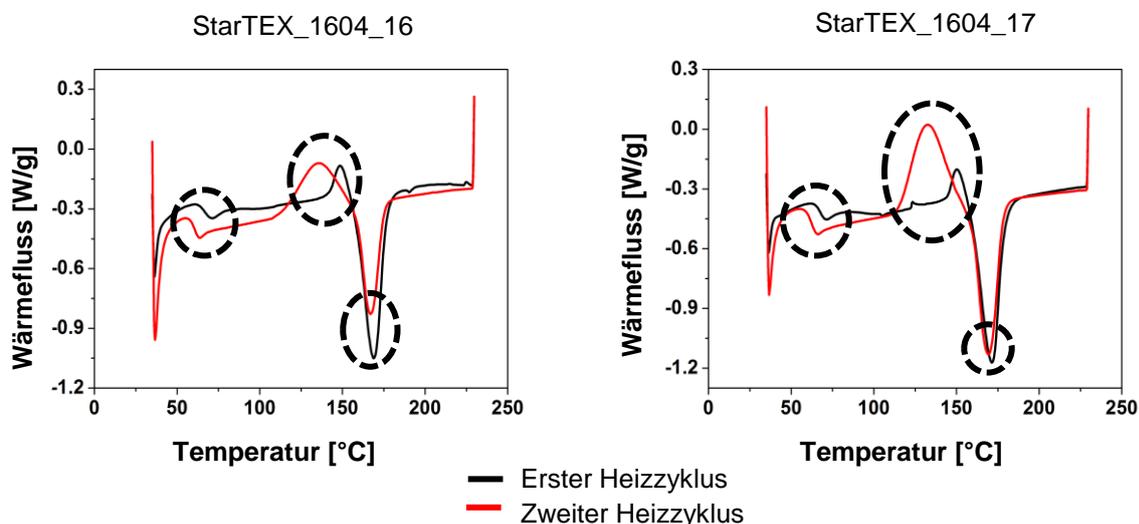


Abbildung 2.1.4.5: DSC- Ergebnisse von StarTEX\_1606\_16, 17

In Abbildung 2.1.4.5 ist zu erkennen, dass im ersten Heizzyklus von StarTEX\_1606\_16 und StarTEX\_1606\_17 eine Glasübergangstemperatur bei etwa 50 °C erfolgt. Der endotherme Peak bei 160 °C stellt möglicherweise einen Schmelzpeak dar. Sowohl Glasübergang als auch Schmelzpunkt können im zweiten Heizzyklus beobachtet werden, wobei sich diese zu niedrigeren Temperaturen verschieben. Hieraus kann geschlossen werden, dass das Material mit nur geringfügiger Veränderung der thermischen Eigenschaften thermisch behandelt werden kann. Dies bietet die Möglichkeit des Compoundierens und Mischens vor dem Schmelzspinnen.

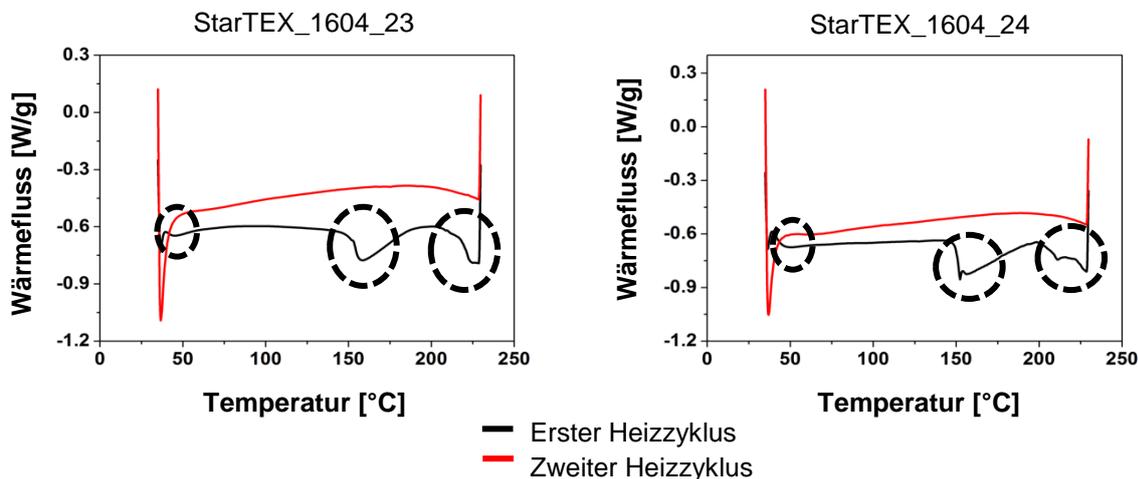
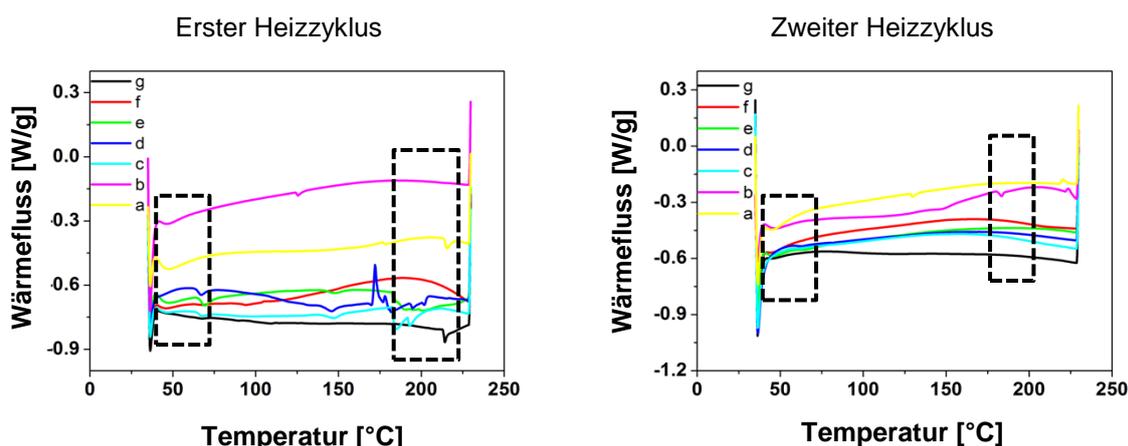


Abbildung 2.1.4.6: DSC- Ergebnisse von StarTEX\_1606\_23, 24

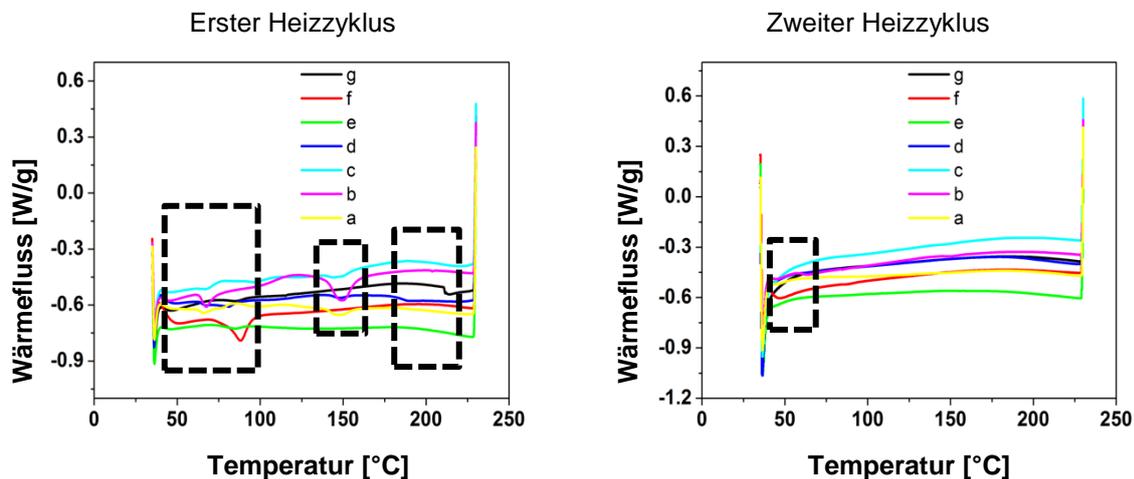
Ähnlich wie in Abbildung 2.1.4.5 ist In der Abbildung 2.1.4.6 zu erkennen, dass die Glasübergangstemperatur von StarTEX\_1606\_23 und StarTEX\_1606\_24 im ersten Heizzyklus bei etwa 50 °C liegt. Im zweiten Heizzyklus von StarTEX\_1606\_23 und StarTEX\_1606\_24 sind keine Peaks zu erkennen, obwohl im ersten Zyklus ausgeprägte Peaks bei 150 °C und 220 °C erkennbar sind. Daraus lässt sich schließen, dass keine thermische Behandlung des Materials ohne eine Veränderung des thermischen Verhaltens möglich ist.



a) Star_TEX_1607_30	b) Star_TEX_1607_37	c) Star_TEX_1607_38
d) Star_TEX_1607_39	e) Star_TEX_1607_40	f) Star_TEX_1607_34
g) Star_TEX_1607_35		

Abbildung 2.1.4.7: DSC-Ergebnisse vom StarTEX\_1607\_30, 34, 35, 37, 38, 39, 40

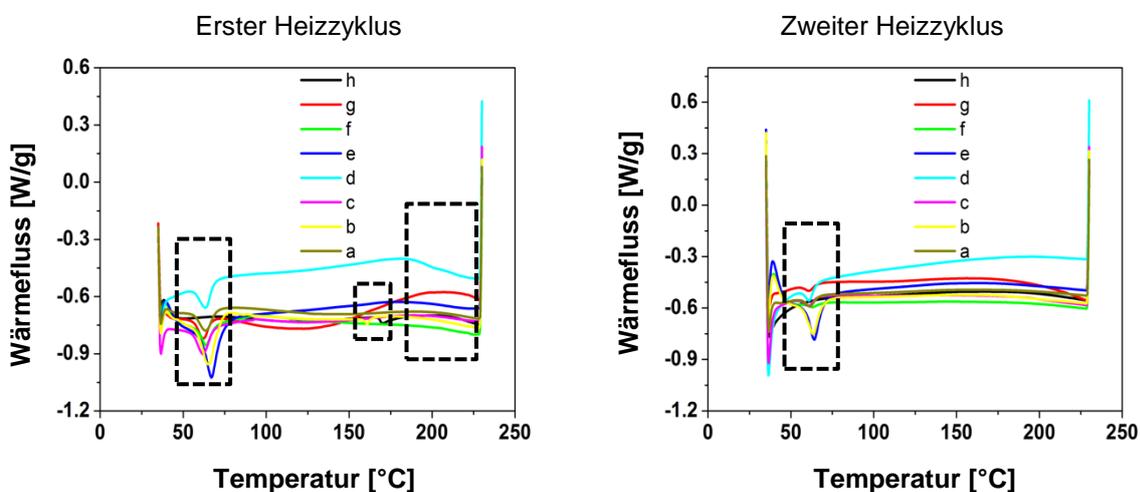
Die weitere gelieferte Stärke Materialien von Fraunhofer ICT wurden nach der vorherbeschriebener Methode in Abbildung 2.1.4.1 untersucht. Die Ergebnisse von Stärke Materialien 1607\_30, 34, 35, 37, 38, 39, 40 sind in Abbildung 2.1.4.7 dargestellt. Die DSC-Kurven des ersten Heizzyklus zeigen einen Glasübergangspeak um 50 °C. Um 200 °C ist ein Schmelzpeak zu sehen. In den Kurven des zweiten Zyklus ist ein schwacher Glasübergangspeak um 50 °C zu sehen und in den meisten Fällen ist kein Schmelzpeak mehr zu erkennen. Aus diesen Ergebnissen kann abgeleitet werden, dass die thermische Behandlung einen Einfluss auf das thermische Verhalten des Materials hat. Das Compoundieren dieser Materialien kann zu einer Veränderung des thermischen Verhaltens führen.



a) StarTEX_1609_44	b) StarTEX_1609_45	c) StarTEX_1609_46
d) StarTEX_1609_47	e) StarTEX_1609_48	f) StarTEX_1609_49
g) StarTEX_1609_50		

Abbildung 2.1.4.8: DSC-Ergebnisse von Startex\_1609\_44, 45, 46, 47, 48, 49, 50

Die Ergebnisse aus DSC Untersuchung von StarTEX\_1609\_44, 45, 46, 47, 48, 49, 50 sind in Abbildung 2.1.4.8 dargestellt. Die Glasübergänge sind im ersten Heizzyklus in den meisten Fällen im Bereich von 50-70 °C zu erkennen. Im zweiten Zyklus kann nur bei wenigen Proben ein schwacher Glasübergangsspeak erkannt werden, bei den anderen ist keiner zu verzeichnen. Ebenso sind die Schmelzpeaks im ersten Zyklus um 200 °C zu beobachten. Im zweiten Zyklus sind diese nicht mehr erkennbar. Diese Beobachtungen lassen den Schluss zu, dass die Materialien nicht thermisch behandelt werden können ohne das thermische Verhalten zu verändern.



a) StarTEX_1609_51	b) StarTEX_1609_52	c) StarTEX_1609_53
d) StarTEX_1609_54	e) StarTEX_1609_55	f) StarTEX_1609_56
g) StarTEX_1609_57	h) StarTEX_1609_58	

Abbildung 2.1.4.9: DSC-Ergebnisse von Startex\_1609\_51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58

Die DSC-Kurven der Analyse der Stärke Proben StarTEX\_1609\_51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58 sind in Abbildung 2.1.4.9. dargestellt. Der Glasübergangsspeak ist sowohl im ersten als auch im zweiten Heizzyklus bei ca. 60 °C zu erkennen. Im ersten Zyklus sind Schmelzpeaks bei 200 °C zu erkennen, im zweiten Zyklus sind diese in den meisten Fällen nicht mehr zu beobachten. Aus den obigen Ergebnissen kann geschlossen werden, dass keine thermische Behandlung des Materials ohne Veränderung der thermischen Eigenschaften erfolgen kann.

Zur Anpassung und Auslegung des Schmelzspinnprozesses im Pilotmaßstab werden die Stärkecompounds ebenfalls einer thermischen Voruntersuchung zur Bestimmung der Glasübergangs- und Schmelztemperatur durch die DSC unterzogen. Die Methode ist ähnlich der bereits vorgestellten Methode. Die einzige Änderung besteht in der Höhe der Temperatur bis zu welcher aufgeheizt wird. Diese beträgt 230 °C anstatt 280 °C. Die DSC Kurven der Materialien SXC 3932 und SXC 3933 sind in Abbildung 2.1.4.10 dargestellt.

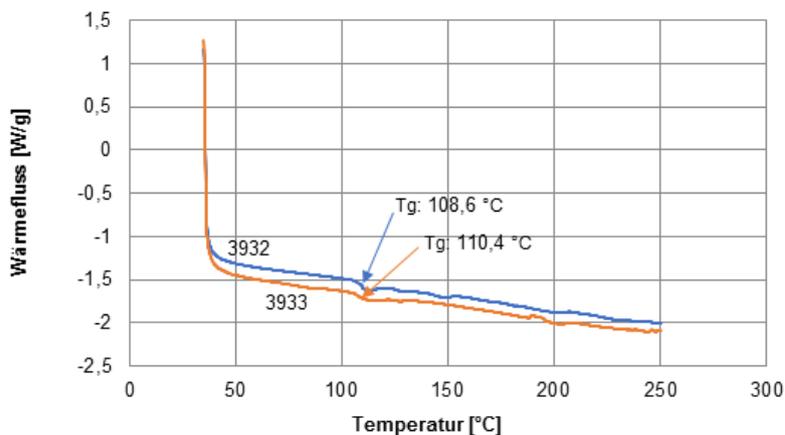


Abbildung 2.1.4.10: DSC-Kurven von SXC 3932 und SXC 3933

Eine Glasübergangstemperatur ( $T_g$ ) von 108,55 °C für SXC 3932 und 110,41 °C für SXC 3933 kann bestimmt werden. Ein eindeutiger Schmelzpunkt der Materialien ist nicht zu erkennen, was auf einen amorphen Zustand des Materials zurück schließen lässt. Mit Hilfe der vorangegangenen Ergebnisse der letzten Versuche und einer Untersuchung der Spinnbarkeit von ähnlichen Polymercompounds können die Spinnparameter unter Berücksichtigung der Schmelztemperaturen ausgewählt werden. Bei Bedarf werden diese in den weiteren Versuchen optimiert.

Die DSC Kurven der Materialien SXC 4141, 4142, 4143 und der pl. Stärke ICT in Abbildung 2.1.4.11 dargestellt.

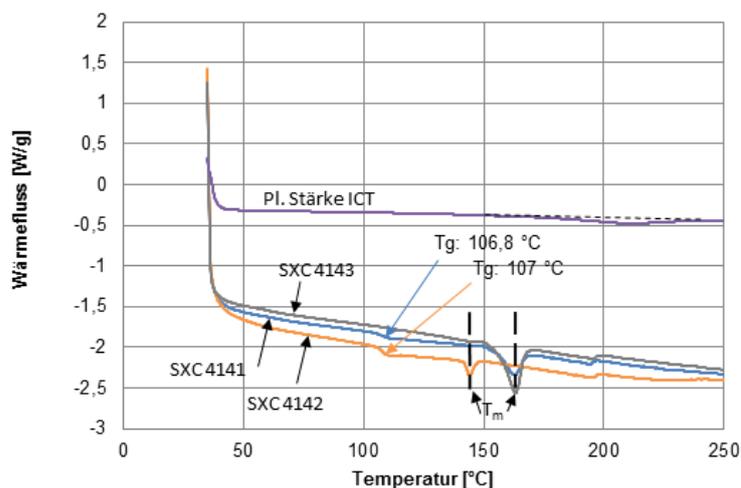


Abbildung 2.1.4.11: DSC-Kurven von SXC 4141, SXC 4142, SXC 4143 und ICT Stärke

Eine  $T_g$  von 107 °C für SXC 4141 und SXC 4142 kann bestimmt werden. Des Weiteren ergibt sich eine Schmelztemperatur ( $T_m$ ) von 162 °C für SXC 4141 und SXC 4143. Die Schmelztemperatur von SXC 4142 liegt bei etwa 148 °C. Die thermoplastifizierte ICT Stärke weist weder eine  $T_g$  noch einen  $T_m$  auf, wodurch auf ein amorphes Material zu schließen ist. Zu erkenne ist eine leichte Steigungsänderung des Wärmeflusses bei ungefähr 150 °C. Bei diesem Peak kann es sich um das Aufschmelzen erster, kurzer Molekülketten handeln. Da der Peak sehr breit ist, kann von einer großen Verteilung der Molekülketten ausgegangen werden. Für die Materialien SXC 3327 und 3094 wurde eine  $T_g$  60 °C und eine  $T_m$  von 165 °C ermittelt. Auf Basis der Ergebnisse aus DSC Untersuchung konnte die Temperaturen für die Untersuchung der Schmelzspinnbarkeit und Schmelzspinnversuche abgeschätzt werden. Jedoch ist die weitere Optimierung nur bei den laufenden

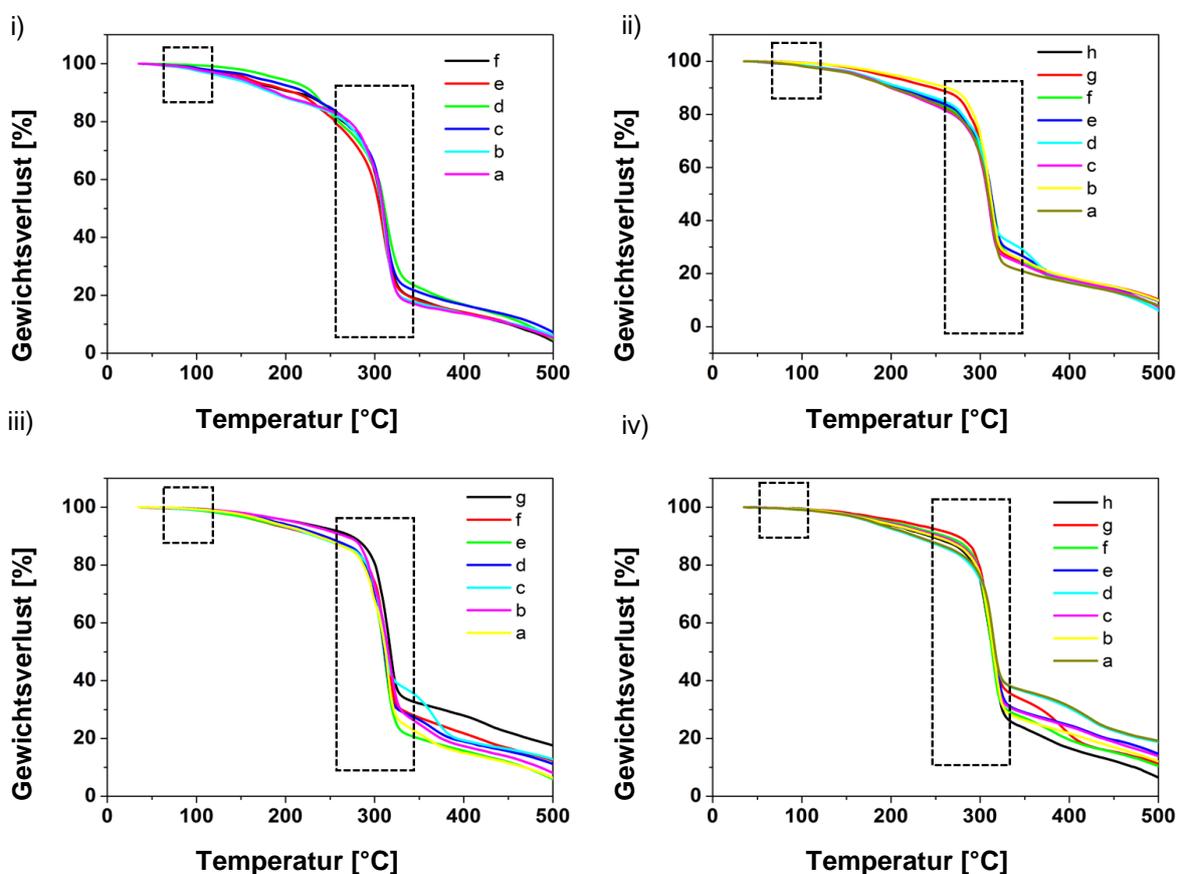
Versuchen möglich. DSC Ergebnisse unterstützen bei der Erstellung von erstem Temperaturprofil bei weiteren Versuchen.

### 2.1.4.2 TGA Analyse von am Fraunhofer ICT modifizierter Stärke

Das Ziel der thermogravimetrischen Analyse (TGA) ist die Anerkennung von Temperaturbereich, wobei ein Gewichtsverlust in Polymerprobe stattfindet. Bei der TGA Untersuchungen wurden die Proben von 35 °C bis 500 °C bei 10 °C/min unter Stickstoff aufgeheizt. Die Kurven aus der TGA-Analyse von am ICT chemischen modifizierten Stärkeproben sind in Abbildung 2.1.4.12 dargestellt.

In den TGA-Kurven kann beobachtet werden, dass bei den meisten Proben ein Gewichtsverlust von 3 % bis 200 °C erfolgt. Dies kann entweder durch den Verlust von Wasser oder den Weichmacher erklärt werden. Der größte Gewichtsverlust ist um 300 °C zu erkennen. Die mit a, b, c, usw. benannten Kurven kennzeichnen die verschiedenen Materialien, welche aus den verschiedenen Lieferungen des ICT stammen. Die Ergebnisse sind jedoch identisch, so dass nicht jedes Material einzeln gekennzeichnet ist.

Aus DSC und TGA Ergebnisse kann festgestellt werden, dass die thermische Verarbeitung von gelieferten bis 200 °C erfolgt werden kann. Die Polymer Materialien lassen sich unter 200 °C aufschmelzen und bis zum 200 ° kein Gewichtsverlust aufgrund thermischen Abbau des Polymer zu sehen ist.



i-a) Startex_1604_6	ii-a) Startex_1607_30	iii-a) Startex_1609_44	iv-a) Startex_1609_51
i-b) Startex_1604_7	ii-b) Startex_1607_34	iii-b) Startex_1609_45	iv-b) Startex_1609_52
i-c) Startex_1604_16	ii-c) Startex_1607_35	iii-c) Startex_1609_46	iv-c) Startex_1609_53
i-d) Startex_1604_17	ii-d) Startex_1607_37	iii-d) Startex_1609_47	iv-d) Startex_1609_54
i-e) Startex_1604_23	ii-e) Startex_1607_38	iii-e) Startex_1609_48	iv-e) Startex_1609_55
i-f) Startex_1604_24	ii-f) Startex_1607_39	iii-f) Startex_1609_49	iv-f) Startex_1609_56
	ii-g) Startex_1607_40	iii-g) Startex_1609_50	iv-f) Startex_1609_57
			iv-f) Startex_1609_58

Abbildung 2.1.4.12: TGA-Ergebnisse von chemische modifizierten Stärkeklassen

### 2.1.4.3 Rheologische Untersuchung von thermoplastische Stärke

Um das Fließverhalten der thermoplastischen Stärke bei verschiedenen Temperaturen und Düsengeometrien zu untersuchen, werden Rheologiemessungen mit dem **Geotfert Rheograph 25** gemacht. Aufgrund Klebrigkeit von modifizierten Stärkeproben, konnten allen Proben nicht untersucht werden. Für die Rheometer Analyse wurde kommerzieller Stärke ausgewählt, welche unter Umständen in Zylinder von Rheograph dosiert werden kann. Die Prozessparameter der rheologischen Untersuchungen sind in Tabelle 2.1.4.1 dargestellt.

Prozessparameter	Werte
Untersuchungstemperatur (°C)	150
	170
	190
Kapillar Durchmesser (mm)	0,5
Kapillar Länge (mm)	0,2
	1,0
	2,5
Scherrate (1/s)	50, 100, 500, 1000, 2500, 5000, 7500, 10000

Die Ergebnisse der rheologischen Untersuchungen sind in Abbildung 2.1.4.13 und Abbildung 2.1.4.14 dargestellt.

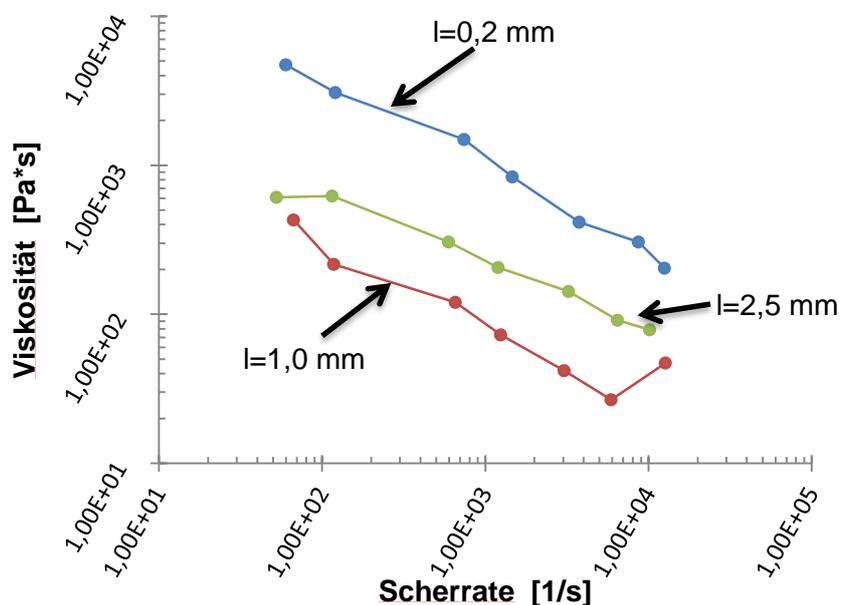


Abbildung 2.1.4.13: Schmelzeviskosität bei 170°C und unterschiedlichen Düsenlängen

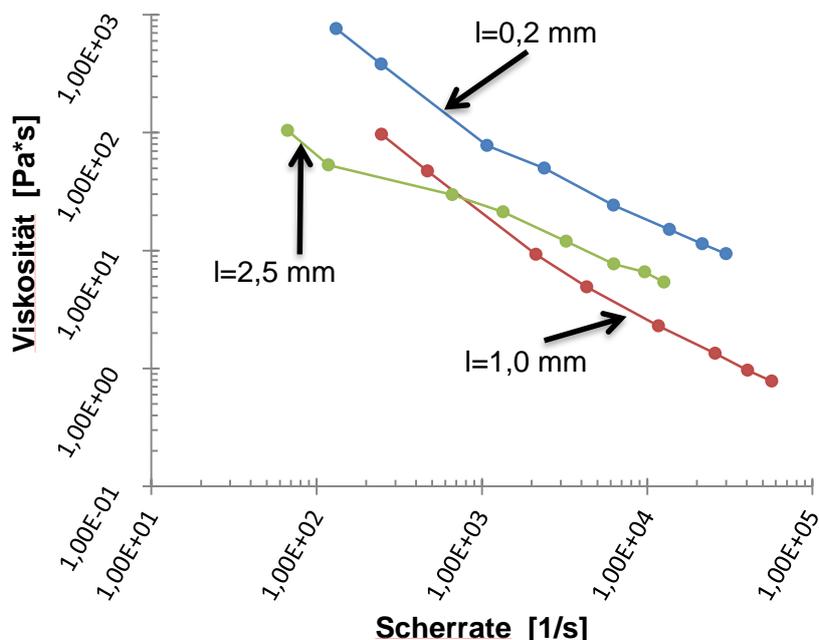


Abbildung 2.1.4.14: Schmelzeviskosität bei 190°C und unterschiedlichen Düsenlängen

Die Rheometer Versuche bei 150 °C zeigten keine guten Ergebnisse. Die Schmelzviskosität war, in Bezug auf das Schmelzspinnen, auf konstant hohem Niveau (Erfahrungswert) und wird hier nicht dargestellt.

Abbildung 2.1.4.13 und Abbildung 2.1.4.14 bilden die Schmelzviskosität von kommerzieller TPS bei verschiedenen Temperaturen und Kapillarlängen ab. Bei 170 °C und einer Kapillarlängen von 1,0 mm und 2,5 mm sinkt die Viskosität des Polymers unter 100 Pa\*s. Aus Erfahrung hat sich für das Schmelzspinnen eine Viskosität von 100 Pa\*s als geeignet erwiesen. Besonders zu beachten ist der Trend der Viskosität in Abhängigkeit der Spinndüsengeometrie. Bei Temperaturen von 190 °C sinkt die Viskosität noch weiter ab. Aus den Ergebnissen der rheologischen Untersuchungen können somit Schmelzspinntemperaturen im Bereich von 170 °C bis 190 °C ermittelt werden.

#### 2.1.4.4 Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung von kommerzieller thermoplastischen Stärke und am Fraunhofer ICT modifizierter Stärke

In den folgenden Kapiteln wird die Spinnbarkeit der einzelnen Materialien untersucht. Die Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung von Stärkeproben wurde mittels DSM Doppelschneckenextruders (siehe Abbildung 2.1.4.15) durchgeführt. Der Extruder besteht aus einem Granulathopper, einem Extruder mit drei Heizzonen, einer Spinndüse und anschließend einem Wickler. Bei den Versuchen wurde das Polymer mit Hilfe des Hoppers im Extruder dosiert, im Extruder compounding und durch die Spinndüse als Monofilament gesponnen. Das Monofilament wurde auf einem Wickler gewickelt. Bei der Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung wurde das Schmelzverhalten des Polymers, Filamentbildung und Stabilität des Spinnprozesses evaluiert.

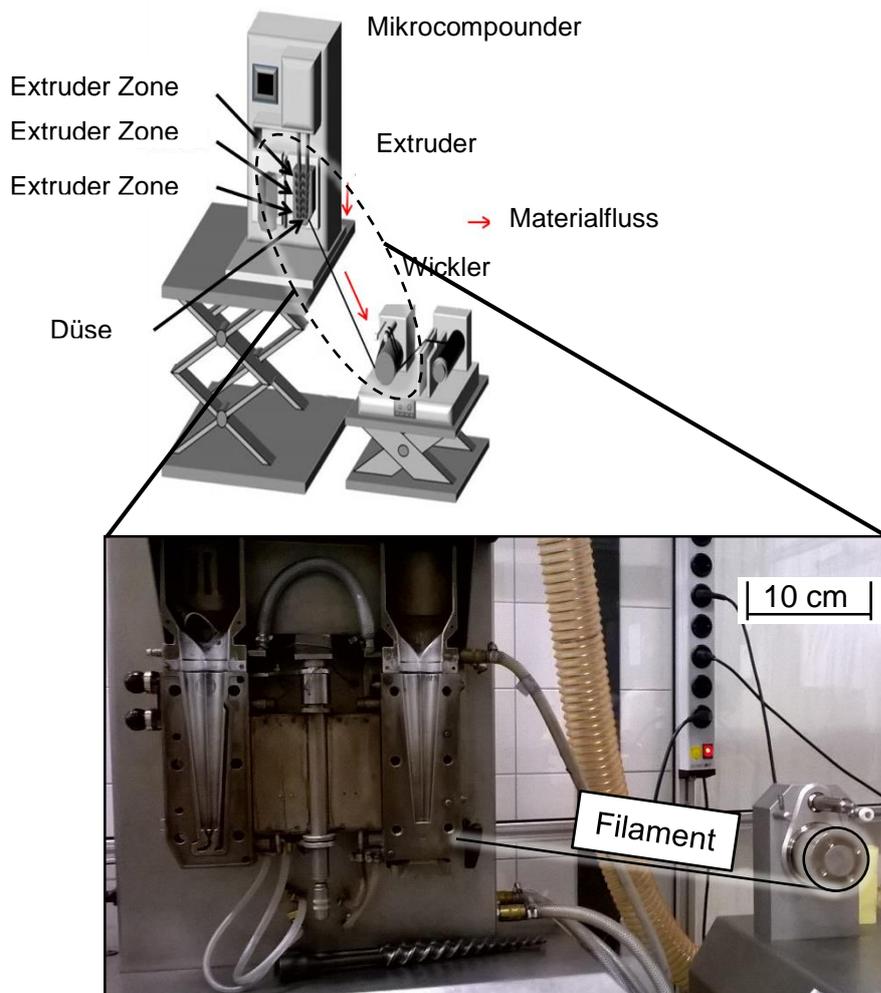


Abbildung 2.1.4.15: Versuchsaufbau bei der Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung

Die ersten Verarbeitungsversuche werden mit kommerzieller thermoplastischen Stärke durchgeführt. Während der Versuche werden verschiedene Prozessparameter variiert, um das Materialverhalten bei der Extrusion bestimmen zu können. Diese Parameter sind in der Tabelle 2.1.4.2 dargestellt.

An den Mikroextruderversuchen ist ersichtlich, dass thermoplastische Stärke grundsätzlich extrudierbar ist, wobei die hergestellten Filamente nach dem Abkühlen elastischer werden. Ein stabiler Verarbeitungsprozess ist bei einer Wicklergeschwindigkeit von 100 m/min realisierbar. Höhere Temperaturen ( $> 190\text{ °C}$ ) resultieren in Blasenbildung, während bei niedrigeren Temperaturen ( $< 170\text{ °C}$ ) die Filamente brüchig werden. In beiden Fällen reißen die Filamente beim Aufwickeln.

Ein Problem stellen die Brüchigkeit, das klebendes Verhalten von Filamenten und die fehlenden mechanischen Eigenschaften dar, denn so ist es nicht möglich, die Filamente in Garn oder Faser Form weiter zu verarbeiten.

Tabelle 2.1.4.2: Versuchsparametern und Ergebnissen bei der Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung von kommerzieller Stärke „Bioplast“

Versuchsnummer	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Zone 1 [°C]	180	180	180	180	170	185	180	180	180	180	180	180	180	170	165
Zone 2 [°C]	200	200	200	190	180	195	190	190	185	185	185	185	185	180	170
Zone 3 [°C]	200	210	205	200	190	200	200	195	190	190	190	190	190	190	175
Spinndüsen-Ø [mm]	3	3	0,5	0,5	0,5	0,5	3	3	3	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Schneckendrehzahl [U/min]	20	20	20	20	20	50	20	20	20	20	20	20	20	20	20
Wickler [m/min]	-	-	-	50	-	-	-	-	-	150	200	50	100	100	100
Beobachtungen	Extrudierbar, Glatte Oberfläche des Filaments	Raue Oberfläche des Filaments	Blasenbildung, kein Aufwickeln möglich	Filament ist spröde, Aufwickeln schwierig	Material wird nicht extrudiert, Schnecken-drehzahl und Temperaturen erhöhen	Keine Extrusion, knackende Geräusche (Kneten statt Aufschmelzen), Reinigung des Extruders, Spinndüse war	Blasenbildung, Temperatur senken	Blasenbildung, Temperatur senken	Keine Blasenbildung (Teile des Polymers zerfallen evtl. bei höheren Temperaturen zu Gas)	Stabiler Prozess, Filamente erscheinen opak wegen Kristallisation beim Aufwickeln	Filament reißt nach einer Minute, evtl. wegen Blasenbildung	Stabiler Prozess, Filamente erscheinen transparenter als bei höheren Wicklergeschw.	Stabiler Prozess	Stabiler Prozess	Filament reißt mehrere Male, Temperatur zu niedrig, Filament kühlt zu schnell und wird brüchig

Die Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung von am ICT Fraunhofer ICT modifizierten Stärkeproben wurde auch mithilfe DSM 15 ml Doppelschneckextruder (siehe Abbildung 2.1.4.15) durchgeführt. Die Versuchsparameter und die Ergebnisse sind nachgehend in diesem Kapitel dargestellt.

### I. Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung von ICT Probennummer StarTEX\_1604\_6, 7, 16, 17, 23, 24

Es werden Spinn Düsen mit drei verschiedenen Durchmessern (0,5 mm, 0,76 mm und 1,00 mm) für die Experimente verwendet. Verschiedene Prozessparameter wie Temperatur und Durchsatz werden während der Experimente variiert und eine Zusammenfassung der Beobachtungen gegeben. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 2.1.4.3 dargestellt.

Tabelle 2.1.4.3: Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung von StarTEX\_1604\_6, 7, 16, 17, 23, 24

Probe	1604_6, 1604_7	1604_16, 1604_17	1606_23, 1606_24
Temperaturbereich [°C]	165 - 175	160-170	160-190
Extrudergeschw. [rpm]	10-50	12-20	10-50
Wickelgeschw. [m/min]	10-40	12-20	10-20
Beobachtungen	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Granulate kleben in Plastikbeutel sehr stark aneinander</li> <li>• Granulate formen Klumpen im Hopper</li> <li>• Material ist spinnbar und garn ist dehnbar</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Granulat ist weniger klebrig</li> <li>• Fasern brauchen Unterstützung vor dem Aufwickeln</li> <li>• Material ist sehr spröde</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Granulat ist weniger klebrig</li> <li>• Fasern brauchen Unterstützung vor dem Aufwickeln</li> <li>• Material ist sehr spröde</li> </ul>

Die Materialien 1604\_6 und 1604\_7 sind aufgrund ihrer Klebrigkeit schwer zu verarbeiten, aber sie sind die vielversprechendsten der aufgelisteten Materialien für das Schmelzspinnen. Die Extrudierbarkeit und Aufwickelbarkeit sind gut sobald das Material in den Extruder gegeben wird. Die hergestellten Garne aus 1606\_23 und 1606\_24 haben eine sehr geringe Festigkeit und können nicht gedehnt werden. Aufwickeln ist außerdem nur möglich bei geringen Geschwindigkeiten. Die hergestellten Garne aus 1606\_17 und 1606\_16 sind besser zu verarbeiten als die vorher genannten Materialien. Ein Dehnen der Garne ist jedoch nicht möglich.

### II. Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung von ICT Probennummer StarTEX\_1607\_30, 34, 35, 37, 38, 39, 40

Für die Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung von obengenannten Materialien verschiedene Prozessparameter wie Temperatur, Durchsatz und Wicklergeschwindigkeiten versucht und die Ergebnisse sind in der Tabelle 2.1.4.4 dargestellt.

Tabelle 2.1.4.4: Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung von StarTEX\_1607\_30, 34, 35, 37, 38, 39, 40

Probe	1607_30, 1607_34, 1607_40	1607_35, 1607_37	1607_38, 1607_39
Temperaturbereich [°C]	170-180	180-190	140-150
Extrudergeschw. [rpm]	10	10	10
Wickelgeschw. [m/min]	10	10	25-40
Beobachtungen	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Granulate sind klebrig</li> <li>• Filamente werden spröde nach dem abkühlen. Das Aufwickeln möglich in heißem Zustand</li> <li>• Filamente schrumpfen während der Relaxation</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Extrusion ist spröde</li> <li>• Eine klebrige, viskose Schicht bildet sich im Inneren des Extruders</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Stabiler Spinnprozess</li> <li>• Während der Relaxation schrumpfen Fasern, was dazu führt, dass die Filamente aneinander kleben</li> </ul>

Die meisten der Granulate sind klebrig, einige müssen mit Kraft voneinander getrennt werden. Aufwickeln ist bei einigen Materialien möglich, aber nur bei geringen Wicklergeschwindigkeiten. Die Filamente schrumpfen

zudem während der Relaxation, was dazu führt, dass sie aneinander kleben und außerdem die Spule zusammengedrückt wird und das Garn auf der Spule manchmal bricht.

### III. Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung von ICT Probennummer StarTEX\_1609\_44, 45, 46, 47, 48, 49, 50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58

Für die Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung von obengenannten Materialien verschiedene Prozessparameter wie Temperatur, Durchsatz und Wicklergeschwindigkeiten versucht und die Ergebnisse sind in der Tabelle 2.1.4.5 dargestellt.

Tabelle 2.1.4.5: Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung von StarTEX\_1609\_44, 45, 46, 47, 48, 49, 50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58

44	160-170	10	10	<ul style="list-style-type: none"> <li>Extrusion sieht gut aus, kann aber nur bei geringen Geschw. Aufgewickelt werden</li> <li>Filamente sind elastisch, wenn sie warm sind und spröde, wenn sie kalt sind</li> </ul>
45, 46	170-200	10	10	<ul style="list-style-type: none"> <li>Fasern können während des Aufwickelns nicht gedehnt werden</li> <li>Fasern brauchen Unterstützung vor dem Aufwickeln</li> <li>Material sehr spröde</li> </ul>
47	170-180	10	10	<ul style="list-style-type: none"> <li>Schmelzfestigkeit ist besser als bei den ersten drei Materialinen</li> <li>Aufwickeln ist dennoch nur möglich bei sehr niedrigen Geschwindigkeiten</li> </ul>
48,49	140-200	10	5-10	<ul style="list-style-type: none"> <li>Spinnen war nicht möglich</li> </ul>
50	180-190	10	5	<ul style="list-style-type: none"> <li>Kein kontinuierliches Fließen des Materials</li> <li>Die Filamentfestigkeit ist sehr gering</li> <li>Spinnen ist nur möglich bei 5 m/min</li> </ul>
51	190-200	10	5	<ul style="list-style-type: none"> <li>Spinnen ist nur möglich für dicke Filamente bei einer Temperatur von 190 °C</li> <li>Das Material fängt jedoch an, bei dieser Temperatur zu degradieren und gelb-bräunliches Extrudat ist zu beobachten</li> </ul>
52, 53	140-225	10	5	<ul style="list-style-type: none"> <li>Material ist hochviskos bis etwa 200 °C und nicht spinnbar</li> <li>Spinnbar ab einer Temperatur von 200 °C, aber das Material degradiert bei so hohen Temperaturen, sodass ein bräunliches Extrudat zu beobachten ist</li> </ul>
54, 55	160-210	10	5-10	<ul style="list-style-type: none"> <li>Das Extrudat ist dehnbar, wenn es heiß ist, aber spröde, wenn es kalt ist</li> <li>Spinnen ist nicht möglich</li> <li>Die Filamente brechen nahe des Wicklers</li> </ul>
56, 57	200-210	20	5	<ul style="list-style-type: none"> <li>Die Filamente besitzen geringe Elastizität im kalten Zustand</li> <li>Spinnen ist möglich bei hohen Temperaturen und hohem Durchsatz</li> </ul>
58	140-200	10	10	<ul style="list-style-type: none"> <li>Stabiler Spinnprozess</li> <li>Die Filamente sind dehnbar in heißem Zustand, nicht dehnbar im kalten Zustand</li> </ul>
Probe	Temperaturbereich [°C]	Extrudergeschw. [rpm]	Wickelgeschw. [m/min]	Beobachtungen

Die Granulate der oben genannten Materialien sind nicht klebrig und verarbeitbar. Die Materialien 48, 49, 54 und 55 sind nicht spinnbar. Die Materialien 50, 51, 52, 53, 56 und 57 sind spinnbar, aber das Aufwickeln ist nur bei niedrigen Geschwindigkeiten möglich und manchmal ist eine Degradierung des Materials bei höheren Temperaturen beobachtbar. Die Materialien 44, 45, 46, 47 und 51 sind besser verarbeitbar als die restlichen Materialien.

#### IV. Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung von ICT Probennummer StarTEX\_1611\_67, 68, 69, 70, 71, 72, 73, 74, 75

Für die Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung von obengenannten Materialien verschiedene Prozessparameter wie Temperatur, Durchsatz und Wicklergeschwindigkeiten versucht und die Ergebnisse sind in der Tabelle 2.1.4.6 dargestellt.

Tabelle 2.1.4.6: Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung von StarTEX\_1611\_67, 68, 69, 70, 71, 72, 73, 74, 75

Probe	Temperaturbereich [°C]	Extrudergeschw. [rpm]	Wickelgeschw. [m/min]	Beobachtungen
67, 69	130-170	10	10	<ul style="list-style-type: none"> <li>Granulat ist gut dosierbar und Extrusion sieht gut aus</li> <li>Aufwickeln bis zu 25 m/min bei 160 °C möglich</li> <li>Filamente sind dehnbar aber Faserdurchmesser schwankt</li> </ul>
68	170-200	10	10	<ul style="list-style-type: none"> <li>Spröde Filamente, schlechte Spinnbarkeit</li> <li>Willkürliche Filamentbrüche</li> </ul>
70	140-200	10	5-10	<ul style="list-style-type: none"> <li>Granulat gut verarbeitbar</li> <li>Heiße Filamente sind klebrig und dehnbar und kalte Filamente spröde.</li> <li>Schmelze fließt instabil, Durchmesser variiert</li> <li>Spinnen bei 160 °C möglich, aber sehr unregelmäßig</li> </ul>
71, 72	130-188	10	10-50	<ul style="list-style-type: none"> <li>Die Filamente sind sehr klebrig und schlecht abwickelbar</li> <li>Stabiler Spinnprozess zwischen 140 °C und 160 °C</li> <li>Aufwickeln bis zu 50 m/min ist bei 160 °C möglich</li> <li>Ab 170 °C ist das Material sehr dünnflüssig und Filamentbrüche werden häufiger</li> </ul>
73	130-170	10	20	<ul style="list-style-type: none"> <li>Granulat ist klebrig</li> <li>Material ist spinnbar, aber die Filamente sind klebrig und schlecht abwickelbar</li> </ul>
74	130-170	20	10	<ul style="list-style-type: none"> <li>Granulat ist klebrig</li> <li>Material ist spinnbar bei 140 °C – 160 °C, besser bei höheren Temperaturen und niedrigen Wicklergeschwindigkeiten</li> </ul>
75	130-200	10	10	<ul style="list-style-type: none"> <li>Granulat ist sogar nach dem Trocknen klebrig</li> <li>Festigkeit ist sehr gering</li> <li>Nicht spinnbar</li> </ul>

Die Materialien 1611\_67 und 1611\_69 sind die am besten spinnbaren Materialien der Liste und können zwischen 160 °C und 170 °C gesponnen werden. Die Materialien 1611\_70, 1611\_71, 1611\_72, 1611\_73 und 1611\_74 sind nur spinnbar bei höherem Durchsatz und niedrigerer Aufwickelgeschwindigkeit. Zudem sind die Filamente klebrig. Das Spinnen war aufgrund der geringen Schmelzfestigkeit nicht erfolgreich mit den Materialien 1611\_68 und 1611\_75.

#### V. Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung von Stärke Compounds

Die Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung wurde mit einem DSM Doppelschneckextruder durchgeführt. Bei der Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung wurden die Polymer Compound auf das Schmelzverhalten des Polymers, Filamentbildung und Stabilität des Spinnprozesses evaluiert. In Tabelle 2.1.4.7 sind die Prozessparameter für die Experimente und die Ergebnisse dargestellt.

Tabelle 2.1.4.7 Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung von Compound SXC3717, Compound SXC3718, Compound SXC3719

Probe	Compound SXC3719	Compound SXC3718	Compound SXC3717
Temperaturbereich [°C]	160-200	160-200	160-200
Spinndüsen $\phi$ [mm]	0.5	0.5	0.5
Extrudergeschw. [rpm]	20	20	20
Wickelgeschw. [m/min]	10 - 100	10 - 30	50-200
Beobachtungen	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Stabiler Prozess zwischen 155 °C – 165 °C</li> <li>• Wickeln bis zu 60 m/min möglich</li> <li>• Dehnen der Filamente im heißen Zustand nicht möglich, im kalten Zustand hingegen möglich.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Schmelzspinnen nicht möglich</li> <li>• Gesponnene Filamente sehr schwach</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Stabiler Prozess bei 170 °C und 180 °C</li> <li>• Material schmilzt unter 170 °C nicht vollständig</li> <li>• Wickeln ist bis zu 200 m/min möglich</li> <li>• Filamente sind dehnbar</li> </ul>

In den Experimenten kann beobachtet werden, dass Compound SXC3717 und Compound SXC3719 vielversprechender für das Schmelzspinnen sind als Compound SXC3718. Daher werden die weiteren Experimente mit diesen Materialien geplant.

#### 2.1.4.5 Schmelzspinnen in Labormaßstab

Für die Verarbeitung der thermoplastischen Stärke aus Fraunhofer ICT und Stärke Blends im Labormaßstab wird eine Extruderlinie bestehend aus Extruder, Blasschacht, Galetten, Verstreck- und Relaxationseinheit und Wickler verwendet (Abbildung 2.1.4.16). Die Schlüsselparameter des Extrusionsprozesses sind die Schneckenkonfiguration, sowie die Schererwärmung und das Temperaturprofil im Extruder, der Spinnpumpe und dem Spinnkopf. Die wesentlichen Aspekte im Blasschacht sind die Effizienz der Abkühlung und der Spinnverzug. In der Verstreck- und Relaxationseinheit sind die Schlüsselpunkte die maßgeschneiderten Eigenschaften durch Verstrecken und Relaxieren und das Verhindern eines Anhaftens der Filamente an den Galetten. Die Aufgabe des Wicklers ist das Aufwickeln unter Spannung, ohne die Filamente zu verstrecken. Vor der Verarbeitung wird die thermoplastische Stärke in einem Vakuumofen bei 80 °C für 16 Stunden getrocknet.

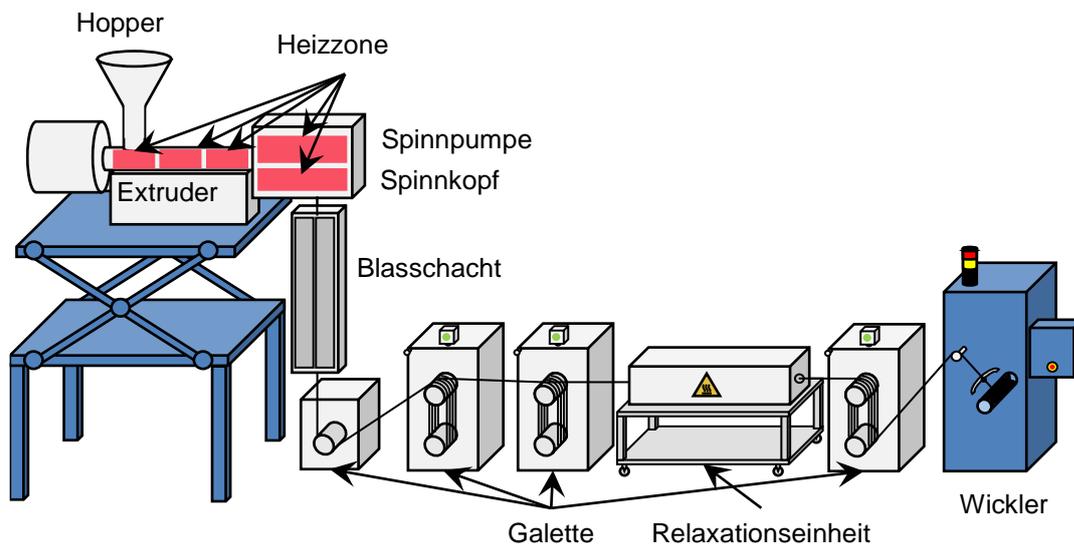


Abbildung 2.1.4.16: Schmelzspinnanlage im Labor Maßstab

### I. Schmelzspinnexperimente mit StarTEX\_1606\_24 im Labormaßstab

Für die Schmelzspinnversuche im Labormaßstab wurde das am wenigsten klebrige Material ausgewählt. Beim Versuch hat das Polymer Aggregate (siehe Abbildung 2.1.4.17) gebildet und dadurch wurde der Hopper blockiert und konnten keine Filamente gesponnen werden.



Abbildung 2.1.4.17: Materialblockade im Hopper durch aneinander klebende Granulate

### II. Schmelzspinnexperimente mit Compound SXC3719 im Labormaßstab

Bei den Versuchen wurden unterschiedliche Temperaturprofile eingestellt um einen stabilen Prozess zu finden. Zwei Düsendurchmesser nämlich 0,4 mm und 0,25 mm auch eingesetzt. Die beste Versuchsparameter im Bezug auf einem stabilen Extrusionsprozess sind in der Tabelle 2.1.4.8 dargestellt.

Tabelle 2.1.4.8: Schmelzspinnen Versuchsparameter für Compound SXC3719 im Labormaßstab

Prozessparameter		Set 1	Set 2	Set 3
Temperaturprofil [°C]	Heizzone 1	155	155	155
	Heizzone 2	160	160	160
	Heizzone 3	165	165	165
	Spinnpumpe	165	165	165
	Spinnkopf	165	165	165
Spindüsendurchmesser [mm]		0,4	0,25	0,25
Filamentanzahl		30	30	30
Drehzahl [rpm]	Spinnpumpe	20	20	10
Wickelgeschwindigkeit [rpm]	Mono	10	10	-
	Wickler [m/min]	20	20	20

Bei allen drei Versuchsprofilen lief der Extrusionsprozess stabil, wobei die Prozessstabilität wurde mit einem Durchmesser von 0,24 mm besser erfahren. Der Wickelgeschwindigkeit konnte max. von 20 m/min erreicht werden. Die Filamente waren schwach in heißem Zustand, welche nach dem Abkühlen gute Dehnbarkeit gezeigt hatten. Dadurch, dass das Polymer compound eine gute Prozessstabilität im Labormaßstab gezeigt hat, konnten die weitere Versuch im Pilotmaßstab geplant werden um weitere Prozessoptimierung durchzuführen.

### III. Schmelzspinnversuche mit Compound SXC3764 im Labormaßstab

Compound SXC3764 wurde im Labormaßstab unter ähnlichen Rahmbedingungen und methodisch verarbeitet wie Compound SXC3719. In Tabelle 2.1.4.8. sind die verwendeten Versuchsparameter dargestellt.

Tabelle 2.1.4.8: Schmelzspinnen Versuchsparameter für Compound SXC3764 im Labormaßstab

Prozessparameter		Wert
Temperaturprofil [°C]	Heizzone 1	170
	Heizzone 2	175
	Heizzone 3	180
	Spinnpumpe	180
	Spinnkopf	180
Spinndüsendurchmesser [mm]		0,25
Filamentanzahl		30
Drehzahl [rpm]	Spinnpumpe	22
Wickelgeschwindigkeit [rpm]	Wickler [m/min]	60



Gerissene Filamente auf Fadenführer

Die Extrusion lief stabil und konstante Filamentbildung war möglich. Eine Wickelgeschwindigkeit bis zum 60 m/min für eine kurze Zeit (< 1 min) möglich und führte zum Filament Risse auf dem Fadenführer.

### IV. Schmelzspinnversuche mit Compound SXC3764 im Labormaßstab

Compound SXC3767 wurde im Labormaßstab unter ähnlichen Rahmbedingungen und methodisch verarbeitet wie Compound SXC3719 und Compound SXC3764. Die verwendeten Versuchsparameter sind in der Tabelle 2.1.4.9 dargestellt.

Tabelle 2.1.4.9: Schmelzspinnen Versuchsparameter für Compound SXC3767 im Labormaßstab

Prozessparameter		Wert
Temperaturprofil [°C]	Heizzone 1	155
	Heizzone 2	160
	Heizzone 3	165
	Spinnpumpe	165
	Spinnkopf	165
Spinndüsendurchmesser [mm]		0,25
Filamentanzahl		30
Drehzahl [rpm]	Spinnpumpe	10-35
Wickelgeschwindigkeit	Wickler [m/min]	10



Filamentrisse unter der Düse

Mit Compound 3767 konnte keinen stabilen Extrusionsprozess entwickelt werden. Die Filament Risse unter der Düse zeigten die geringe Schmelzfestigkeit von Filamenten; welche zu einem sehr instabilen Prozess führte. Filamentvestrecken unter der Düse war nicht möglich.

#### 2.1.4.5 Schmelzspinnen im Pilotmaßstab mit thermoplastifizierter Stärke und Stärke Blends

In diesem Teil werden die Stärke-Compounds, die reine thermoplastifizierte Stärke des ICT und das kommerziell erhältliche Stärkematerial Sunar als Referenzmaterial im Pilotmaßstab ausgesponnen.

Für die Schmelzspinnversuche mit den Stärke-Compounds wurde eine Spinnanlage in Pilotmaßstab verwendet. Als Versuchsziel wurde das Verständnis über das Verhalten des Materials im Multifilament-Schmelzspinnprozess sowie die Eigenschaften der Multifilamente definiert. Die Versuchsparameter wurden in Abhängigkeit der Verarbeitbarkeit des Polymers eingestellt und die Ergebnisse gesammelt.

Im Prinzip besteht die Schmelzspinnanlage für den Pilotmaßstab aus ähnlichen Komponenten wie im Labormaßstab. Unterschiede sind zu erkennen in der Größe von einzelnen Komponenten und davon angebotener Prozessflexibilität. Zudem ein längerer Filament Quenchzone und zwei aufheizbare Geletten bieten noch Flexibilität im bezug auf die Eigenschaften der Filament, Eine schematische Darstellung von Pilotmaßstab Schmelzspinnanlage ist in der Abbildung 2.1.4.18 gegeben.

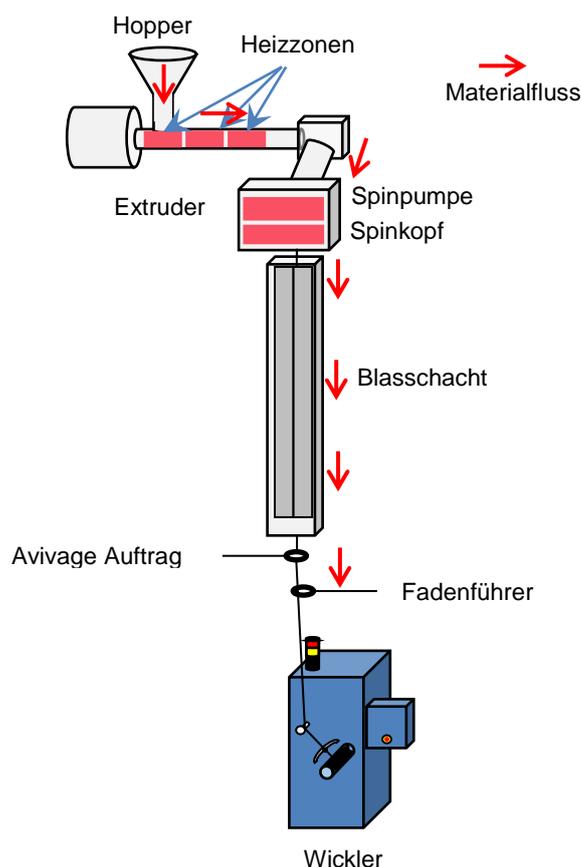


Abbildung 2.1.4.18: Schematische Darstellung der pilotmaßstab Schmelzspinnanlage

### I. Schmelzspinnversuche mit Compound SXC3717 in Pilotmaßstab

Der Polymer Compound wurde bei 80 °C unter Vakuum über Nacht getrocknet. Beim Versuch wurden die erste Versuchsparameter aus dem Versuch im Labormaßstab übernommen. Die Versuchsparameter wurden noch weiter eigestellt um einen stabilen Prozess zu erreichen. Brückenbildung im Hopper wurde in ersten Versuchen beobachtet, welche den Prozess komplette blockiert hatte. Brückenbildung konnte aber mit einer konstanten und langsamen Dosierung verhindert werden, wobei nicht mehr als 100 g Polymer im Hopper ist. Die Temperaturverteilung auf die vier Temperaturprofile wurde nur im Bereich der Schmelzspinnlinie, der Spinnpumpe und dem Spinnkopf geändert. Die Heizzonen hatten über alle Versuch eine konstante Verteilung von 165, 170, 175, 175 °C. In den ersten beiden Profilen ist die Temperatur von der Schmelzspinnlinie, der Spinnpumpe und dem Spinnkopf bei 180 °C. Bei den letzten beiden Profilen ist die Temperatur bei der Schmelzspinnlinie bei 190 °C, die der Spinnpumpe und des Spinnkopfes bei 210°C. Alle anderen Parameter waren konstant. Die Versuchsparameter für die vier Versuchsprofile sind in der Tabelle 2.1.4.10 dargestellt.

Tabelle 2.1.4.10: Schmelzspinnen Versuchsparameter für Compound SXC3717 im Pilotmaßstab

Prozessparameter		Set 1	Set 2	Set 3	Set 4
Temperaturprofil [°C]	Heizzone 1	165	165	165	165
	Heizzone 2	170	170	170	170
	Heizzone 3	175	175	175	175
	Extruderkopf	175	175	175	175
	Schmelzspinnlinie	180	180	190	190
	Spinnpumpe	180	180	210	210
	Spinnkopf	180	180	210	210
Spindüsendurchmesser [mm]		0,25	0,25	0,25	0,25
Filamentanzahl		30	30	30	30
Drehzahlen [rpm]	Spinnpumpe	15	15	15	15
	Spinfinish	15	15	15	15
Wickelgeschwindigkeit [rpm]	Duo 1	-	300	400	400
	Duo 2	-	320	420	420
	Duo 3	-	350	430	430
	Wickler [m/min]	300 & 500	380	450	450
Durchsatz [g/min]		22,5	22,5	22,5	22,5

Die Extrusion sah mit allen vier Versuchprofilen der Prozessparametern gut aus. Eine kontinuierliche Filamentbildung war möglich. Trotzdem war der Filamentwickelvorgang aufgrund geringerer Zugfestigkeit nicht stabil. Die Filamente unter der Düse sehen sehr dehnbar und flexibel aus, welche auf dem Wickler auch gesammelt werden können. Aber die geringere Zugfestigkeit führt zu einzelnen Filamentrissen. Die REM Untersuchung (siehe Abbildung 2.1.4.19) zeigt eine schlechte Mischbarkeit der Blend-Komponenten aber die Domain-Größe sieht sehr viel kleiner aus. Dies führt auch zur Hypothese, dass eine kleine Domain Größe ergibt keine Verhinderung in der Filamentbildung aber die Schlecht Mischbarkeit hat geringerer Zugfestigkeit ergeben.

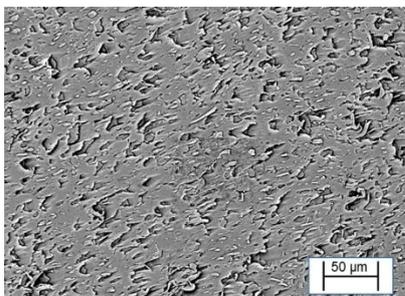


Abbildung 2.1.4.19 REM-Bild des Querschnitts eines Granulates von Compound SXC3717

## II. Schmelzspinnversuche mit Compound SXC3818

Die Versuch- und Materialvorbereitung wurde ähnlich durchgeführt wie in den vorherigen Versuchen. Zwei Sets an Parametern wurden für den Spinnprozess verwendet. Dabei wichen die Temperaturen im Prozess von denen der vorherigen Versuche ab. Die Temperaturen bei dem ersten Set waren, 135, 135, 135, 135, 140, 160 °C und in Set 2 150, 155, 160, 160, 170, 170 °C. Durchmesser der Düse beträgt 0,25 mm. Die Versuchsparemeter für die zwei Versuchsprofile sind in der Tabelle 2.1.4.11 dargestellt.

Tabelle 2.1.4.11: Schmelzspinnen Versuchsparemeter für Compound SXC3718 im Pilotmaßstab

Prozessparameter		Set 1	Set 2
Temperaturprofil [°C]	Heizzone 1	135	150
	Heizzone 2	135	155
	Heizzone 3	135	160
	Extruderkopf	135	160
	Schmelzspinnlinie	140	170
	Spinnpumpe	160	170
	Spinnkopf	160	170
Spinndüsendurchmesser [mm]		0,25	0,25
Filamentanzahl		30	52
Drehzahl [rpm]	Spinnpumpe	25	22-25
	Spinfinish	8	5
Wickelgeschwindigkeit [m/min]		30-60	25
Durchsatz [g/min]		37,5	33-37,5
Anmerkungen		Einzelne Filament Risse vorhanden	Keine Filament Risse, Filamente nicht weiter verarbeitbar

Die schmelzgesponnene Filamente waren sehr schwach und inline Verstrecken war nicht möglich. Die Filamente waren zudem sehr dick, aber die Filamente sind in kaltem Zustand verstreckbar.

### III. Schmelzspinnversuche mit Compound SXC3719

Das Material wurde vor den Spinnversuchen über Nacht bei 80 °C getrocknet. Aufgrund von Brückenbildung im Hopper wurde ähnlicher Dosierverfahren verwendet wie bei Compound SXC3717. Für dieses Material wurden zwei Temperaturprofile ausgewählt. Das erste Profil war analog zum ersten Profil des vorherigen Compounds SXC3717. Das zweite Profil hat geringere Temperaturen, beginnend bei 135 °C in der ersten Zone bis 145 °C in der Schmelzspinnlinie. Die restlichen Parameter sind ebenfalls gleich mit denen des vorherigen Compounds. Die Versuchsparameter für die zwei Versuchsprofile sind in der Tabelle 2.1.4.12 dargestellt.

Tabelle 2.1.4.12: Schmelzspinnen Versuchsparameter für Compound SXC3719 im Pilotmaßstab

Prozessparameter		Set 1	Set 2
Temperaturprofil [°C]	Heizzone 1	165	135
	Heizzone 2	170	135
	Heizzone 3	175	135
	Extruderkopf	175	135
	Schmelzspinnlinie	190	145
	Spinnpumpe	210	188
	Spinnkopf	210	188
Spinndüsendurchmesser [mm]		0,25	0,25
Filamentanzahl		30	30
Drehzahlen [rpm]	Spinnpumpe	25	25
	Spinfinish	8	8
Wickelgeschwindigkeit [m/min]		30	12
Durchsatz [g/min]		37,5	37,5

Ein stabiler Extrusionsprozess ist bei gegebenen Versuchsparmeter möglich, keine Schmelzverzug ist möglich und die dicken Filamente können auf der Spule gewickelt werden. Filamente sind im kaltem Zustand verstreckbar. Die schlechte Mischbarkeit aus den REM Untersuchungen (siehe Abbildung 2.1.4.20) und die Versuchsergebnisse führen zur Hypothese, dass die Domänbildung keinen Schmelzverzug ermöglicht. Die fibrillierte Struktur in den REM Untersuchungen führt zur Hypothese, dass eine oder die beide Komponente des Compounds bei Raumtemperatur sehr weich sind und Kaltverstrecken ermöglichen.

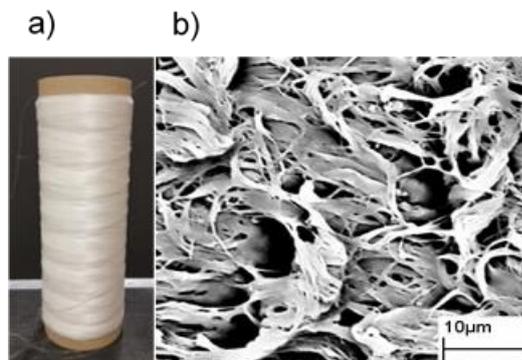


Abbildung 2.1.4.20 a) Spule b) REM-Bild des Querschnitts eines Granulates des Polymers

#### Filamente Verstrecken bei Raumtemperatur

Die Compound SXC3719 Filamenten wurden bei Raumtemperatur verstreckt um die Feinheit der Filamente zu reduzieren und die Zugfestigkeit zu verbessern. Ein Verstreckverhältnis von etwa 6,7 und Garnfeinheit von 1043 dtex konnte erreicht werden. Die Geschwindigkeit der einzelnen Gallettenduos betrug 29, 118, 194 m/min mit einer Wickelgeschwindigkeit von 194 m/min. Der Versuchsaufbau ist in der Abbildung 2.1.4.21 zu erkennen.

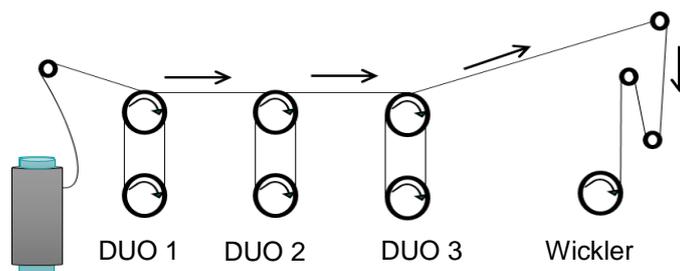


Abbildung 2.1.4.21: Versuchsaufbau fürs Kaltverstrecken von Compound SXC3719 Filamente

#### IV. Schmelzspinnexperimente mit Compound SXC3764

Die Versuch- und Materialvorbereitung wurde ähnlich durchgeführt wie in vorherigen Versuchen. Die Parameter sind dieselben, die für Compound SCX3719. Die Versuchsparmeter für das Schmelzspinnen von Compound SXC3764 sind in der Tabelle 2.1.4.13 dargestellt.

Die Extrusion bei gegebenen Versuchstemperaturen sah gut aus. Eine kontinuierliche Filamentbildung war möglich. Das Material ist bei der Extrusion sehr hochviskos, was zu einem hohen Druck geführt hatte. Zudem ist das Material sehr schwach und konnte während des Aufwickelns nicht gedehnt werden. Das Aufwickeln ist auch bei geringeren Geschwindigkeiten nicht stabil und einzelne Filamente reisen. Bei höheren Extrusionstemperaturen (um den Düsendruck zu verringern) war das Prozess noch weniger stabil. Das Bild einer Spule und ein REM-Bild des Querschnitts eines Granulatekorns sind in 2.1.4.22 gegeben. Das REM-Bild macht deutlich, dass die fehlende Polymermischbarkeit im Compounds zu einem instabilen Prozess und schlechte Filament Eigenschaften führt.

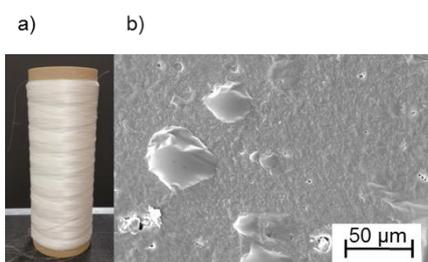


Abbildung 2.1.4.22 a) Spule b) REM-Bild des Querschnitts von Compound SXC3764 Granulat

Tabelle 2.1.4.13: Schmelzspinnen Versuchsparameter für Compound SXC3764 im Pilotmaßstab

Prozessparameter		Wert
Temperaturprofil [°C]	Heizzone 1	155
	Heizzone 2	160
	Heizzone 3	165
	Extruderkopf	170
	Schmelzspinnlinie	180
	Spinnpumpe	180
	Spinnkopf	180-200
Spinndüsendurchmesser [mm]		0,25
Filamentanzahl		30
Drehzahlen [rpm]	Spinnpumpe	8
	Spinfinish	-
Wickelgeschwindigkeit [m/min]		10-50
Durchsatz [g/min]		12

#### V. Schmelzspinnexperimente mit Compound SXC3767

Die Versuch- und Materialvorbereitung wurden ähnlich durchgeführt wie im vorherigen Versuch. Die Parameter sind analog und die Versuchsparameter für das Schmelzspinnen von Compound SXC3764 sind in der Tabelle 2.1.4.14 dargestellt.

Tabelle 2.1.4.14: Schmelzspinnen Versuchsparameter für Compound SXC3764 im Pilotmaßstab

Prozessparameter		Wert
Temperaturprofil [°C]	Heizzone 1	155
	Heizzone 2	160
	Heizzone 3	165
	Extruderkopf	170
	Schmelzspinnlinie	180
	Spinnpumpe	180
	Spinnkopf	180-200
Spinndüsendurchmesser [mm]		0,25
Filamentanzahl		30
Drehzahl [rpm]	Spinnpumpe	14
	Spinfinish	-
Wickelgeschwindigkeit [m/min]		10-50
Durchsatz [g/min]		12

Die schmelzgesponnene Filamente waren sehr schwach und inline-Vestrecken war nicht möglich. Die Filamente waren zudem sehr dick und die Filamente konnten auf dem Wickler nicht gewickelt werden. Die Mischbarkeit der Komponenten ist zudem schlecht, was anhand des REM-Bilds (Abbildung 2.1.4.19) deutlich wird.

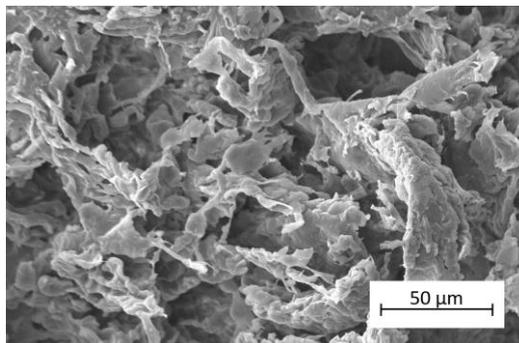


Abbildung 2.1.4.19 REM-Bild des Querschnitts eines Granulates von Compound SXC3767

## VI. Vorbereitung zu Schmelzspinnversuche mit Compound SXC 3932, 3933, 4141, 4142, 4143, Pl. Stärke ICT und SXC 3327

Zur Vorbereitung der Spinnversuche werden die Materialien für 24 Stunden unter Vakuum nach Empfehlung der Projektpartner ICT und Tecnaro getrocknet. Frühere Versuche haben gezeigt, dass mit den gewählten Parametern ausreichende Trocknung des Granulats für den Spinnprozess erzielt werden kann. Die Trocknungstemperaturen sind in Tabelle 2.1.4.15 aufgeführt.

Tabelle 2.1.4.15: Trocknungstemperaturen

Materialbezeichnung	Trocknungstemperatur [°C]
SXC 3932	110
SXC 3933	110
SXC 4141	110
SXC 4142	110
SXC 4143	110
Pl. Stärke ICT	50
Sunar Stärke	60
SXC 3327	80
SXC 3327	80

Auf Basis der thermischen Voruntersuchungen werden die Spinnparameter für die verschiedenen Materialien ausgewählt und im Laufe der einzelnen Spinnversuche für einen stabilen Prozess weiter angepasst.

## VII. Schmelzspinnversuche mit Compounds SXC3932 im Pilotmaßstab

Für das Material SXC 3932 können die folgenden Spinnparameter ermittelt werden: Die Heizzonen wurden auf 145, 150 und 155 °C eingestellt. Das Kopfstück hatte eine Temperatur von 155 °C und die Schmelzleitung, der Pumpen und Düsenblock jeweils 170 °C. Die Düse hatte ein Lochdurchmesser von 0,25 mm und war mit Filtersand und zwei Filtern gefüllt.

Mit den aufgeführten Parametern konnte ein Temperaturbereich (145 °C - 170 °C) gefunden werden in dem es möglich ist Filamente zu spinnen. Allerdings kommt es immer wieder zu zufälligen Filamentrisen. Diese können auch durch eine Anpassung der Parameter nicht vermieden werden. Im Temperaturbereich von 145 °C bis 170 °C lassen sich die Filamente anlegen und mit einer Geschwindigkeit von maximal 14 m/min aufwickeln. Die einzelnen Filamente halten durch den Auftrag von Spinnfinish zusammen und teilen sich nicht wie bei vorhergegangenen Versuchen. Die immer wieder auftretenden Filamentrisse sind mit einer unzureichenden Mischbarkeit der Blendkomponenten zu begründen. Die hergestellten Filamente sind spröde im heißen Zustand und werden dehnbar, wenn sie abgekühlt sind. Werden die SXC 3932 Filamente verstreckt, erhöht sich deren Festigkeit. Zu sehen sind die vereinzelt auftretenden Filamentrisse, sowie der schlechte Zusammenhalt der Filamente beim Wickeln auf die Spule. In Abbildung 2.1.4.20 ist eine Übersicht der Ergebnisse (Filament Risse in Bild 1, 2, 3, 4 und Filamente auf der Spule in Bild 5) von SXC 3932 dargestellt. Zu sehen sind die vereinzelt auftretenden Filamentrisse, sowie der schlechte Zusammenhalt der Filamente beim Wickeln auf die Spule.

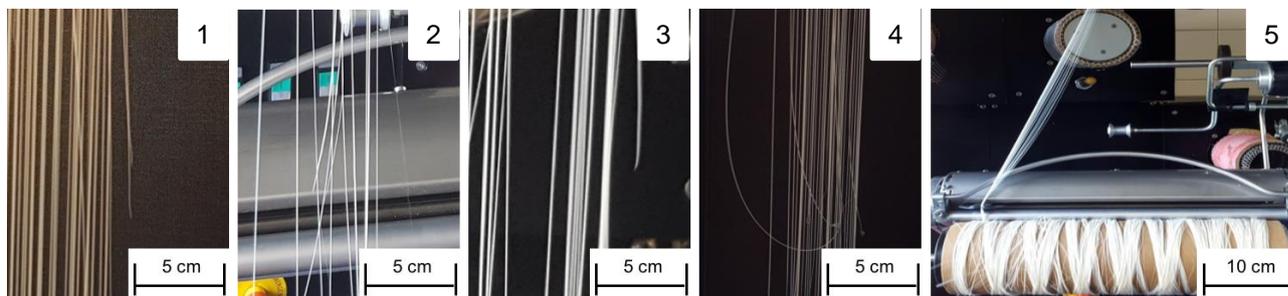


Abbildung 2.1.4.20: Übersicht der Ergebnisse von SXC 3932

### VIII. Schmelzspinnversuche mit Compounds SXC3933 im Pilotmaßstab

Die Temperatur in den Heizzonen ist niedriger als in den vorherigen Versuchen. Die Heizzonen sind auf 115, 120 und 125 °C eingestellt, während die Schmelzleitung, der Pumpen und der Düsenblock bei 130 °C liegen. Die Düsenkonfiguration wurde nicht verändert. Für das Material SXC 3933 können die folgenden Spinnparameter ermittelt werden (Tabelle 2.1.4.16):

Tabelle 2.1.4.16: Schmelzspinnparameter für SXC 3933

Prozessparameter		Wert
Temperaturprofil [°C]	Heizzone 1	115
	Heizzone 2	120
	Heizzone 3	125
	Extruderkopf	125
	Schmelzspinnlinie	130
	Spinnpumpe	130
	Spinnkopf	130
Spinndüsendurchmesser [mm]		0,25
Filamentanzahl		52
Drehzahl [rpm]	Spinnpumpe	8
	Spinfinish	6
Wickelgeschwindigkeit [m/min]		4,5

Mit den angegebenen Spinnparametern ist es möglich Filamente zu spinnen, an den Wickler anzulegen und abzuziehen. Mit den dargestellten Parametern konnte keine stabile Extrusion zu erzielen, wodurch gelegentliche Filamentrisse unter Eigengewicht auftreten. Bei höheren Temperaturen kommt es vermehrt zu Instabilitäten. In einem Temperaturbereich von 115 °C – 135 °C können die Filamente und mit einer maximalen Abzugsgeschwindigkeit von 4,5 m/min abgezogen werden. Die immer wieder auftretenden Filamentrisse sind, wie bei Compound SXC 3933, mit einer unzureichenden Mischbarkeit der Blendkomponenten zu begründen. Die hergestellten Fasern sind spröde im heißen Zustand und werden dehnbar, wenn diese abkühlen. Werden SXC 3933 Fasern verstreckt, erhöht sich deren Festigkeit. In Abbildung 2.1.4.21 ist eine Übersicht der Ergebnisse von SXC 3933 dargestellt.

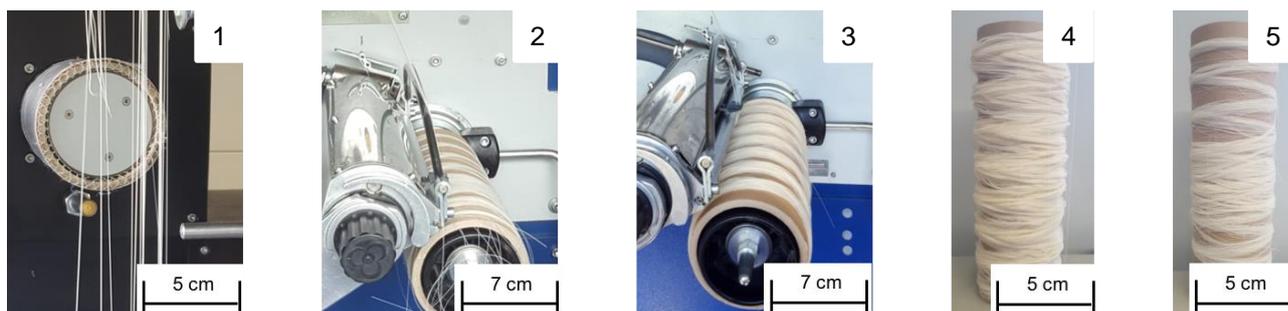


Abbildung 2.1.4.21: Übersicht der Ergebnisse von SXC 3933

### IX. Schmelzspinnversuche mit Compound SXC4141 im Pilotmaßstab

Für das Material SXC 4141 wurden die Heizzonen auf 160, 170 und 175 °C erwärmt. Die Schmelzleitung wurde auf 180 °C eingestellt und der Pumpen und Düsenblock auf 183. Die Düse war wie in den vorherigen Versuchen konfiguriert. Für das Material SXC 4141 können die folgenden Spinnparameter ermittelt werden (Tabelle 2.1.4.17):

Tabelle 2.1.4.17: Schmelzspinnparameter für SXC 4141

Einstellung der Spinnparameter	Wert
Temperatur Heizzone 1 [°C]	160
Temperatur Heizzone 2 [°C]	170
Temperatur Heizzone 3 [°C]	175
Temperatur Kopfstück [°C]	177
Temperatur Heizung Schmelzleitung [°C]	180
Temperatur Heizung Pumpenblock [°C]	183
Temperatur Düsenblock [°C]	183
Spinnpumpendrehzahl [2,4 cm <sup>3</sup> /U]	8
Präparationspumpendrehzahl [0,08 cm <sup>3</sup> /U]	10
Präparationstyp	DryFi MG 2F 12%
Drehzahl Wickler	Max. 300 m/min
<b>Spinndüsenaufbau:</b>	
Düse [Loch/Durchmesser/Länge]	80x48x0,25x2D
1. Filter [Anzahl Maschen]	5 fach/17000
Filtersandkörnung	125 - 177 µm
Filtersandmenge	150 g
2. Filter	4 fach/77µm

Mit den in der Tabelle 2.1.4.17 beschriebenen Parametern konnte ein fast stabiler Spinnprozess erreicht werden. Trotz einiger weniger Filamentbrüche an der Düse, konnten die Filamente mit einer Geschwindigkeit von 300 m/min erfolgreich abgezogen werden. Im Verlauf des Versuches wurden 12 Spulen mit einer Laufzeit von jeweils 10 Minuten hergestellt. Die Feinheit des Multifilamentgarns betrug hierbei um die 420 dtex. Für eine bessere Verarbeitbarkeit wurde im Anschluss versucht eine Schutzdrehung auf das Garn aufzubringen. Die hergestellte Spule ist in Abbildung 2.1.4.22 dargestellt.

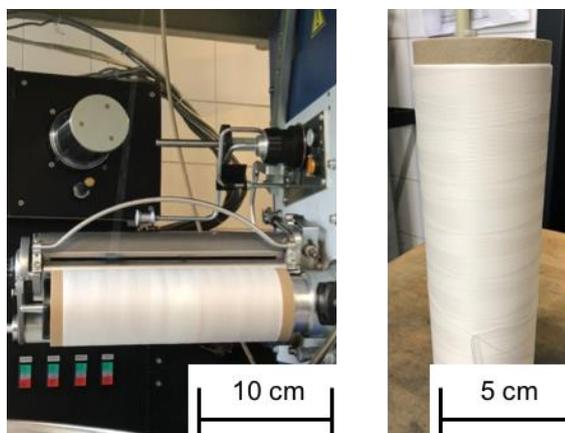


Abbildung 2.1.4.22: Ergebnisse von SXC 4141

## X. Schmelzspinnversuche mit Compound SXC4142 im Pilotmaßstab

Für das Material SXC 4142 konnten keine Spinnparameter gefunden werden mit denen es möglich ist Filamente zu spinnen. Abgefahren wurde ein Temperaturbereich von 160 °C bis 210 °C mit diversen Anpassungen und Annäherungen bzgl. der einzelnen Heizzonen des Extruders und des Spinnblocks. Im unteren Temperaturbereich konnten die Filamente ihr Eigengewicht nicht halten und rissen somit sofort an der Spinndüsenplatte. Wurden die Temperaturen erhöht, begann sich die Stärke im Extruder zu zersetzen, was ebenfalls dazu führte, dass keine Filamente extrudiert werden konnten. Dies lässt darauf schließen, dass die Blendkomponenten nicht ausreichend mischbar sind und es zu einer Trennung der Compoundbestandteile kommt.

## XI. Schmelzspinnversuche mit Compound SXC 4143 im Pilotmaßstab

Mit dem Material SXC 4143 konnten ebenfalls keine Filamente hergestellt werden. Auch hier wurde ein Temperaturbereich von 160 °C bis 210 °C abgefahren. Bei Temperaturen von bis zu 180 °C tropfte das Material aus der Düse. Wenn es zu einer vereinzelt Filamentbildung kam, konnten diese ihr Eigengewicht nicht halten. Trotz dieser anscheinend geringen Viskosität war der Düsendruck durchgehend hoch. Ab 200 °C beginnt das Material im Extruder zu kochen und zersetzt sich. Zu vermuten ist hierbei, dass der enthaltene Weichmacher mit einem der Biopolymertypen im Compound reagiert und die Zersetzung des Materials beschleunigt, wodurch ein Austreten aus der Spinndüse behindert wird.

## XII. Schmelzspinnversuche mit plastifizierte Stärke von Fraunhofer ICT im Pilotmaßstab

Für das Material Pl. Stärke (ICT) wurden dieselben Parameter verwendet wie für SXC 4141. Obwohl das Material stark zusammen klebte, war es möglich Filamente zu gesponnen. Die leichte Brückenbildung in der Einzugszone des Extruders konnte von der Schnecke aufgelöst werden. Aufgrund der hohen Viskosität des Materials überschritt der Druck in der Düse und der Spinnpumpe die zulässigen Grenzen, wodurch mit dem gewählten Düsenaufbau keine Multifilamente hergestellt werden konnten. Um zu testen, ob eine Filamentbildung mit dem Material generell möglich ist wurden mit einer Monofilamentdüse mit einem Durchmesser von 1,1 mm und einer Abzugsgeschwindigkeit von 30 m/min Filamente hergestellt. Bei höheren Abzugsgeschwindigkeiten kam es zu Filamentbrüchen.

## XIII. Schmelzspinnversuche mit Sunar Stärke im Pilotmaßstab

Für die Sunar Stärke wurde ebenfalls dieselben Spinnparameter wie für SXC 4141 verwendet. Wie bei der Pl. Stärke (ICT) konnten aufgrund des hohen Drucks von 180 bar in der Düse keine Multifilamente hergestellt werden. Mit derselben Düse wie bei der Pl. Stärke (ICT) wurden Monofilamente mit einem Durchmesser von 1,1 mm hergestellt. Die maximale Abzugsgeschwindigkeit betrug hierbei 25 m/min. Bei höheren Geschwindigkeiten kam es zu einem Abriss der Filamente.

## XIV. Schmelzspinnversuche mit Compound SXC3327 und 3094 im Pilotmaßstab

Für die Materialien SXC 3327 und 3094 konnten die folgenden Spinnparameter ermittelt werden.

Tabelle 2.1.4.18: Schmelzspinnparameter für Compound SXC3327 und 3094

Einstellung der Spinnparameter	Wert
Temperatur Heizzone 1 [°C]	190
Temperatur Heizzone 2 [°C]	195
Temperatur Heizzone 3 [°C]	200
Temperatur Kopfstück [°C]	220
Temperatur Heizung Schmelzleitung [°C]	220
Temperatur Heizung Pumpenblock [°C]	220
Temperatur Düsenblock [°C]	220
Spinnpumpendrehzahl [2,4 cm <sup>3</sup> /U]	16
Präparationspumpendrehzahl [0,08 cm <sup>3</sup> /U]	12
Präparationstyp	DryFi MG 2F 12%
Drehzahl Wickler	Max. 1400 m/min
Spinndüsenaufbau:	Siehe Düsenaufbau SXC 4141

Mit den in Tabelle 2.1.4.18 beschriebenen Parametern konnte für die Materialien SXC 3327 und 3094 ein fast stabiler Spinnprozess realisiert werden. Trotz einiger Filamentbrüche konnten die Filamente mit einer Geschwindigkeit von 1400 m/min erfolgreich abgezogen werden. Die Spulen waren nach den Spinnversuchen abwickelbar und die Filamente konnten weiterverarbeitet werden.

#### XV. Schmelzspinnversuche mit Compound SXC4290 im Pilotmaßstab

Der Compound SXC4290 wurde bei 110 °C getrocknet, um die Feuchtigkeit aus dem Polymer zu entfernen. Für den Compound SXC4290 konnten die folgenden Spinnparameter ermittelt werden.

Tabelle 2.1.4.19: Schmelzspinnparameter für Compound SXC4290

Einstellung der Spinnparameter	Wert
Temperatur Heizzone 1 [°C]	175 °C
Temperatur Heizzone 2 [°C]	180 °C
Temperatur Heizzone 3 [°C]	185 °C
Temperatur Kopfstück [°C]	187 °C
Temperatur Heizung Schmelzleitung [°C]	190 °C
Temperatur Heizung Pumpenblock [°C]	193 °C
Temperatur Düsenblock [°C]	193 °C
Spinnpumpendrehzahl [2,4 cm <sup>3</sup> /U]	10-15
Präparationspumpendrehzahl [0,08 cm <sup>3</sup> /U]	10
Präparationstyp	DryFi MG 2F 12%
Drehzahl Wickler	55 m/min

Mit den in der Tabelle 2.1.4.19 beschriebenen Parametern konnte ein fast stabiler Spinnprozess erreicht werden. Die Filamente konnten mit einer Geschwindigkeit bis 55 m/min abgezogen werden. Bei höheren Abzugsgeschwindigkeiten sind die Filamente gerissen und der Prozess wurde abgebrochen. Die gesponnenen Filamente aus dem Compound SXC4290 sind in Abbildung 2.4.1.23 dargestellt.



Abbildung 2.4.1.23: Filamente aus Compound SXC4290

### XVI. Schmelzspinnversuche mit Compound SXC4292 im Pilotmaßstab

Der Compound SXC4292 wurde bei den gleichen Prozessparametern getrocknet wie der Compound SXC4290. Die Spinnparameter für den Compound SXC4292 sind in Tabelle 2.1.4.20 dargestellt.

Tabelle 2.1.4.20: Schmelzspinnparameter für den Compound SXC4292 in Pilotmaßstab

Einstellung der Spinnparameter	Wert
Temperatur Heizzone 1 [°C]	160 °C
Temperatur Heizzone 2 [°C]	170 °C
Temperatur Heizzone 3 [°C]	175 °C
Temperatur Kopfstück [°C]	177 °C
Temperatur Heizung Schmelzleitung [°C]	180 °C
Temperatur Heizung Pumpenblock [°C]	183 °C
Temperatur Düsenblock [°C]	183 °C
Spinnpumpendrehzahl [2,4 cm <sup>3</sup> /U]	8
Düse [Loch/Durchmesser/Länge]	48x0,25x2D
1. Filter [Anzahl Maschen]	5 fach/17000
Filtersandkörnung	125 - 177 µm
Filtersandmenge	150 g
2. Filter	4 fach/77µ

Für den Compound SXC4292 konnte kein stabiles Spinnverfahren realisiert werden. In den Versuchen wurde das Spinnverhalten bei unterschiedlichen Temperaturen untersucht. Aus der Düse traten kontinuierliche Tropfen aus (vgl. Abbildung 2.4.1.23). Die Filamentextrusion war dennoch möglich, allerdings konnten die Filamente aufgrund zu geringer Festigkeit nicht aufgewickelt werden.



Abbildung 2.1.4.23: Tropfen aus der Düse bei Schmelzspinnversuchen mit Compound SXC4292

### XVII. Schmelzspinnversuche mit Compound SXC4293 im Pilotmaßstab

Der Compound SXC4293 wurde bei den gleichen Prozessparametern getrocknet wie der Compound SXC4290. Eine stabile Extrusion wurde bei den in Tabelle 2.1.4.21 dargestellten Versuchsparametern erreicht. Die Filamente aus Spinnversuchen im Temperaturbereich zwischen 160 °C und 210 °C konnten allerdings aufgrund zu geringer Festigkeit nicht auf die Hülse gewickelt werden. Bei niedrigeren Temperaturen (<170 °C) war der Druck in der Düse zu hoch, bei höheren Temperaturen (>200 °C) wurde die Stärke zersetzt.

### XVIII. Schmelzspinnversuche mit Compound SXC4294 im Pilotmaßstab

Für den Compound SXC4294 konnten die folgenden Spinnparameter ermittelt werden.

Tabelle 2.1.4.21: Schmelzspinnparameter für den Compound SXC4294

Einstellung der Spinnparameter	Wert
Temperatur Heizzone 1 [°C]	175 °C
Temperatur Heizzone 2 [°C]	180 °C
Temperatur Heizzone 3 [°C]	185 °C
Temperatur Kopfstück [°C]	187 °C
Temperatur Heizung Schmelzleitung [°C]	190 °C
Temperatur Heizung Pumpenblock [°C]	193 °C
Temperatur Düsenblock [°C]	193 °C
Spinnpumpendrehzahl [2,4 cm <sup>3</sup> /U]	10-15
Präparationspumpendrehzahl [0,08 cm <sup>3</sup> /U]	10
Düse [Loch/Durchmesser/Länge]	48x0,25x2D
1. Filter [Anzahl Maschen]	4 fach/77µ
Filtersandkörnung	
Filtersandmenge	
2. Filter	4 fach/77µ

In den Spinnversuchen wurde ein Temperaturbereich von 160 °C bis 200 °C untersucht. Bei diesen Versuchsparametern konnten die Filamente mit einer Wickelgeschwindigkeit von 65 m/min aufgewickelt werden. Höhere Geschwindigkeiten konnten aufgrund von Filamentbrüchen nicht realisiert werden.

### XIX. Schmelzspinnversuche mit Compound SXC4296 im Pilotmaßstab

Für die Versuche mit dem Compound SXC4296 wurden Versuchstemperaturen im Bereich von 160 °C und 200 °C eingestellt. Eine stabile Extrusion konnte bei den gleichen Versuchsparametern wie beim Compound SXC4292 erreicht werden. Die Filamente konnten bei max. 30 m/min gewickelt werden, aber der Wickelprozess war sehr instabil. Höhere Wickelgeschwindigkeiten waren nicht realisierbar und auch bei 30 m/min traten nach kurzer Zeit Filamentrisse auf.

### XX. Schmelzspinnversuche mit Compound SXC4298 im Pilotmaßstab

Im Rahmen der Versuche mit dem Compound SXC4298 wurden Versuchstemperaturen im Bereich von 160 °C und 210 °C untersucht. Das Polymer war bei den gleichen Prozessparametern wie in Tabelle 2.1.4.20 extrudierbar, aber die Filamente konnten aufgrund zu geringer Festigkeit nicht gewickelt werden.

### XXI. Schmelzspinnversuche mit Compound SXC4376 im Pilotmaßstab

Für die Versuche mit dem Compound SXC4376 wurden hohe Versuchstemperaturen bis 210 °C eingestellt, da bei niedrigen Temperaturen ein sehr hoher Düsendruck zu verzeichnen war. So konnten geeignete Temperaturen für eine stabile Extrusion ermittelt werden. Darüber hinaus wurde die maximale Wickelgeschwindigkeit ermittelt und ein Versuchsprofil entwickelt. Die Versuchsparameter und die maximale Wickelgeschwindigkeit sind in Tabelle 2.1.4.22 dargestellt.

Tabelle 2.1.4.22: Schmelzspinnparameter für den Compound SXC4376

Einstellung der Spinnparameter	Wert
Temperatur Heizzone 1 [°C]	195
Temperatur Heizzone 2 [°C]	200
Temperatur Heizzone 3 [°C]	200
Temperatur Kopfstück [°C]	205
Temperatur Heizung Schmelzleitung [°C]	210
Temperatur Heizung Pumpenblock [°C]	210
Temperatur Düsenblock [°C]	210
Spinnpumpendrehzahl [2,4 cm <sup>3</sup> /U]	20
Präparationspumpendrehzahl [0,08 cm <sup>3</sup> /U]	10
Düse [Loch/Durchmesser/Länge]	48x0,25x2D
1. Filter [Anzahl Maschen]	5 fach/17000
Filtersandkörnung	125 - 177 µm
Filtersandmenge	150 g
2. Filter	4 fach/77µ
Wickelgeschwindigkeit [m/min]	349

Bei den ermittelten Versuchsparametern wurden die Filamente mit einer Geschwindigkeit von 349 m/min erfolgreich gesponnen und für die weitere Untersuchung und Verarbeitung verwendet.

## XXII. Schmelzspinnversuche mit Compound SXC4377 im Pilotmaßstab

Bei den Versuchen mit Compound SXC4377 wurden die Versuchsparameter aus Tabelle 2.1.4.22 als Ausgangsparameter ausgewählt. Da der Düsendruck damit jedoch in einem zu hohen Bereich lag, wurden die Temperaturen um 5 °C angehoben. Die ermittelten Versuchsparameter sind in Tabelle 2.1.4.23 dargestellt.

Tabelle 2.1.4.23: Schmelzspinnparameter für den Compound SXC4377

Einstellung der Spinnparameter	Wert
Temperatur Heizzone 1 [°C]	195
Temperatur Heizzone 2 [°C]	200
Temperatur Heizzone 3 [°C]	200
Temperatur Kopfstück [°C]	210
Temperatur Heizung Schmelzleitung [°C]	210
Temperatur Heizung Pumpenblock [°C]	225
Temperatur Düsenblock [°C]	215
Spinnpumpendrehzahl [2,4 cm <sup>3</sup> /U]	35
Präparationspumpendrehzahl [0,08 cm <sup>3</sup> /U]	10
Düse [Loch/Durchmesser/Länge]	48x0,25x2D
1. Filter [Anzahl Maschen]	5 fach/17000
Filtersandkörnung	125 - 177 µm
Filtersandmenge	150 g
2. Filter	4 fach/77µ
Wickelgeschwindigkeit [m/min]	342

Die Filamente konnten bei den ermittelten Versuchsparametern in einem sehr stabilen Prozess mit 342 m/min gesponnen werden. Eine Filamentver Streckung war aufgrund auftretender Filamentbrüche jedoch nicht möglich. Direkt nach dem Spinnen waren die abgekühlten Filamente bei langsamer Ver Streckung dehnabr.

Nach einer Lagerzeit von ca. 4 Wochen waren die Filamente allerdings spöde, sodass sie nicht mehr abgewickelt und weiterverarbeitet werden konnten.

### **XXIII. Schmelzspinnversuche mit Compound SXC4378 im Pilotmaßstab**

Im Rahmen der Versuche mit Compound SXC4377 wurde ein sehr breiter Temperaturbereich zwischen 195 °C und 250 °C untersucht, aber keine stabile Extrusion erreicht. Statt Filamenten bildeten sich unter der Düse Tropfen, die aufgrund ihres Eigengewichts nach unten fallen. Bei geringeren Temperaturen war der Düsendruck zu hoch und bei höheren Temperaturen hatte das Polymer eine noch geringere Viskosität. Somit konnte für den Compound SXC4378 kein erfolgreiches Schmelzspinnverfahren entwickelt werden.



Abbildung 2.1.4.24: Tropfenbildung unter der Düse bei Compound SXC4378

#### **2.1.4.6 Analyse von gesponnen Filamenten**

Die gesponnenen Filamente wurden für die mechanischen Eigenschaften und für die morphologische Eigenschaften unter Mikroskop untersucht.

##### **I. Untersuchung von mechanischen Eigenschaften von Filamenten aus Compound SXC4141, plastifizierte Stärke von Fraunhofer ICT und Sunar Stärke**

Mit den gesponnenen Fasern SXC 4141, Pl. Stärke (ICT) und Sunar Stärke wurden im Anschluss Zugversuche zur Ermittlung der Dehnung und der feinheitenbezogenen Kraft durchgeführt (Abbildung 2.1.4.20)

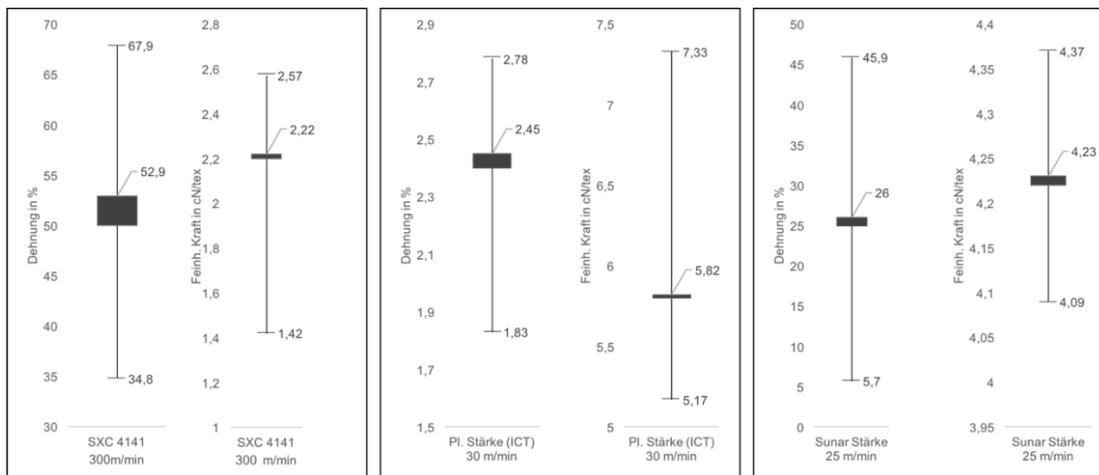


Abbildung 2.1.4.25: Ergebnisse der Zugversuche von SXC 4141, PI. Stärke (ICT) und Sunar Stärke

Die Ergebnisse des Zugversuches sind in Abbildung 2.1.4.25 dargestellt. Wichtig anzumerken ist hierbei, dass es sich bei dem Material SXC 4141, wie zuvor beschrieben, um ein Multifilamentgarn und bei PI. Stärke (ICT) und Sunar Stärke um ein Monofilament handelt. Zu erkennen ist, dass die Dehnung bei SXC 4141 im Durchschnitt bei 52% liegt, es jedoch zu starken Schwankungen von bis zu 25% kommt. Die feinheitsbezogene Kraft für das Material ist sehr gering. Mit einem Maximalwert von 2,57 cN/tex kann die Faser nicht viel Kraft aufnehmen. Die PI. Stärke (ICT) kann im Vergleich mehr als doppelt so viel Kraft aufnehmen wie SXC 4141, was auf die unterschiedliche Art der Faser zurückzuführen ist. Die Dehnung ist hierbei deutlich geringer mit einem Maximalwert von 2,78%. Die Sunar Stärke, von welcher ebenfalls nur Monofilamente hergestellt wurden, hat jedoch eine bessere Dehnbarkeit mit einem Durchschnittswert von 26%. Allerdings schwanken die Ergebnisse stark, mit bis zu  $\pm 20\%$ . Die feinheitsbezogene Kraft hingegen hat bei einem Durchschnittswert von 4,23 cN/tex nur geringe Schwankungen.

Da die gesponnenen Multifilamente von SXC 4141 nach dem Aufwickeln nicht zusammenhalten und dies ein Abwickeln der Spule behindert wurde versucht zur besseren Verarbeitbarkeit eine Schutzdrehung auf das Garn aufzubringen. Hierzu wurden zwei Wickler im 90° Winkel zueinander aufgestellt. Der Versuchsaufbau ist in Abbildung 2.1.4.26 dargestellt. Der erste Wickler wickelte die Spule mit einer Geschwindigkeit von 500 m/min ab. Die gedrehten Filamente laufen durch eine Fadenführung, über eine Galette und schließlich wird vom Greifer des zweiten Wicklers der Faden aufgezogen. Beim Abwickeln der Spule bildet sich zwischen dem Ende dieser und der Fadenführung durch die Zentripetalkraft ein Ballon aus den Filamenten, wodurch die Schutzdrehung aufgetragen wird. Bei der Durchführung kam es jedoch zu Filamentrissen, es bildeten sich Knäuel aus den Filamenten und einzelne Filamente blieben an der Fadenführung hängen und rissen. Aus diesen Gründen war es nicht möglich eine Schutzdrehung auf das Garn aufzubringen.



Abbildung 2.1.4.26: Aufbau des Umspulversuches

## II. Untersuchung von mechanischen Eigenschaften von Filamenten aus Compound SXC3327 und SXC4376

Aus dem Compound SXC3327 wurden die Filamente mit unterschiedlichen Verstreckverhältnisse gesammelt um die Filamenteigenschaften einstellen zu können. Die Unterschiedlichen Wickelparameter für 12 Spulen sind in der Tabelle 2.1.4.24 dargestellt.

Tabelle 2.1.4.24: Filamente aus Compound SXC3327 gesponnen bei unterschiedlichen Versuchsparameter

Spule Nummer	Spinnpumpen Drehzahl [rpm]	Geschwindigkeiten [m/min]				Gesamte Verstreckung
		Duo	Mono 1	Mono 2	Wickler	
1	20	850	860	925	935	1,100
2	20	800	810	925	935	1,169
3	20	750	780	925	935	1,247
4	20	700	730	925	935	1,336
5	20	650	680	925	935	1,438
7	20	550	580	925	935	1,700
8	20	500	530	925	935	1,870
9	20	450	480	925	935	2,078
10	21,5	500	530	925	935	1,870
11	23,7	500	505	925	935	1,870

Der Einfluss von Versuchsparameter ist in Abbildung 2.1.4.27 dargestellt.

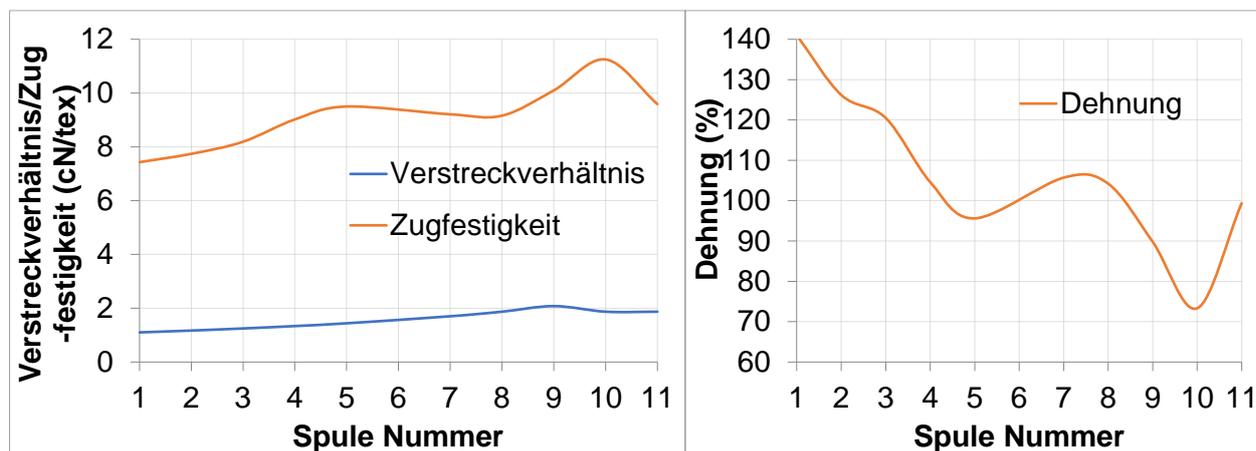


Abbildung 2.1.4.27: Mechanischen Eigenschaften von Filamenten aus Compound SXC3327

Es ist zu erkennen, dass mit Erhöhung im Verstreckverhältnis wird die Zugfestigkeit erhöht und die Dehnung verringert. Damit konnte eine maximale Zugfestigkeit von 11,25 cN/tex erreicht werden.

Die Wickelparameter für Filamente aus Compound SXC4376 sind in der Tabelle 2.1.4.25 dargestellt.

Tabelle 2.1.4.27: Filamente aus Compound SXC4376 gesponnen bei unterschiedlichen Versuchsparameter

Spule Nummer	Spinnpumpen Drehzahl [rpm]	Geschwindigkeiten [m/min]				Gesamte Verstreckung
		Duo	Mono 1	Mono 2	Wickler	
1	20	335	340	345	350	1,045
2	18	349	350	350	349	1,000
3	18	500	500	500	500	1,000

Die mechanischen Eigenschaften von Filamenten aus Compound SXC4376 sind in der Abbildung 2.1.4.28 dargestellt. Dabei ist ein gleicher Trend zu erkennen, wie bei der Filamenten aus Compound SXC3327.

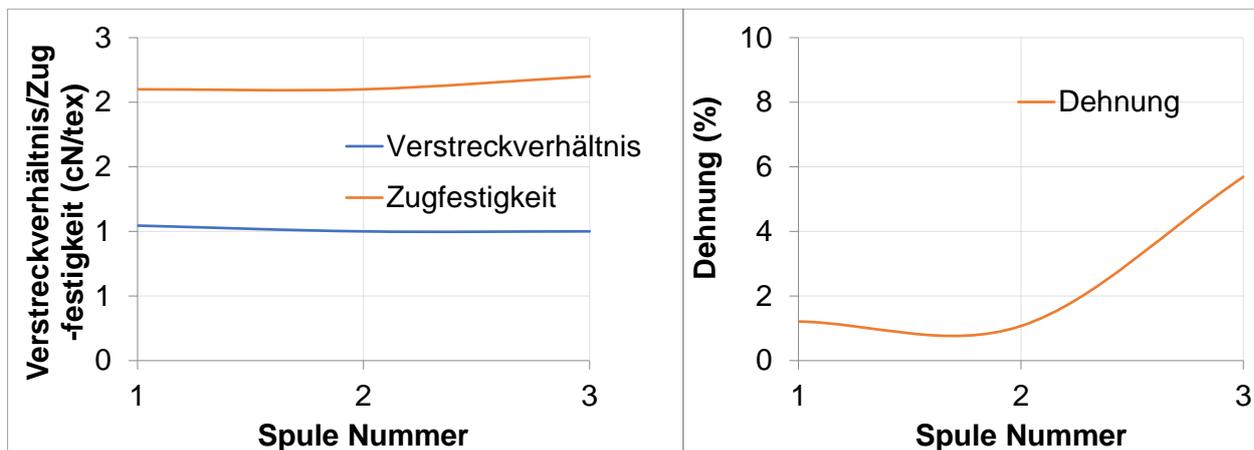


Abbildung 2.1.4.28: Mechanischen Eigenschaften von Filamenten aus Compound SXC4376

### III. Mikroskopische Untersuchung von Granulat und Filamente aus Compound SXC3932 und SXC3933

In Tabelle 2.1.4.3 sind die REM-Bilder der Materialien SXC 3932 und SXC 3933 dargestellt. Zu sehen sind die Aufnahmen des Granulats, sowie die Aufnahmen der verstreckten und unverstreckten Filamente.

Bei beiden Materialien sind sowohl im Granulat als auch im Garn unterschiedliche Phasen zu erkennen. Die Phasenbildung ist hierbei im Garn stärker ausgeprägt als im Granulat. Aufgrund der Aufnahmen ist davon auszugehen, dass die Compoundbestandteile nicht gut mischbar sind. Auftretende Filamentrisse während der Spinnversuche sind somit die Inhomogenität des Materials zurück zu führen.

Tabelle 2.1.4.3: REM Ergebnisse von SXC3932 und SXC3933 für Garn und Granulat

Material	Granulat	Garn	
		Verstreckt	Unverstreckt
Compound SXC3932			
Compound SXC3933			

## 2.1.5 AP 5: Vliesstoffherstellung (ITA, Aachen)

Ziel des fünften Arbeitspaketes ist es, die in AP 4 hergestellten Fasern zu texturieren, zu schneiden und mittels trockener Vliesstoffproduktionsverfahren (Airlay, Krempel) zu Vliesstoffen weiter zu verarbeiten. Bei erfolgreicher Vliesstoffherstellung werden die mechanischen und strukturellen Eigenschaften der Vliesstoffe untersucht und mögliche Einsatzbereiche identifiziert. Besonders im Fokus stehen dabei die Massenmärkte Geovliesstoffe und Hygienevliesstoffe.

### Texturierung und Herstellung der Stapelfasern

Aufgrund der niedrigen Festigkeit der hergestellten Garne ist eine Lufttexturierung der Garne innerhalb des Herstellungsprozess nicht möglich. Die Verwendung anderer Verfahren zur Texturierung, Crimpung und Kräuselung sind ebenfalls entweder aufgrund der geringen Festigkeiten oder aufgrund der geringen, hergestellten Mengen nicht praktikabel. Für die Vliesstoffherstellung werden daher untexturierte Fasern verwendet.

Die Herstellung von Stapelfasern aus den Spulengarnen ist unabhängig von der Texturierung möglich. In Abbildung 2.1.5.1 sind Stapelfasern aus dem TPS-Compound SXC 3831 dargestellt. Die Stapellänge beträgt 60 mm.

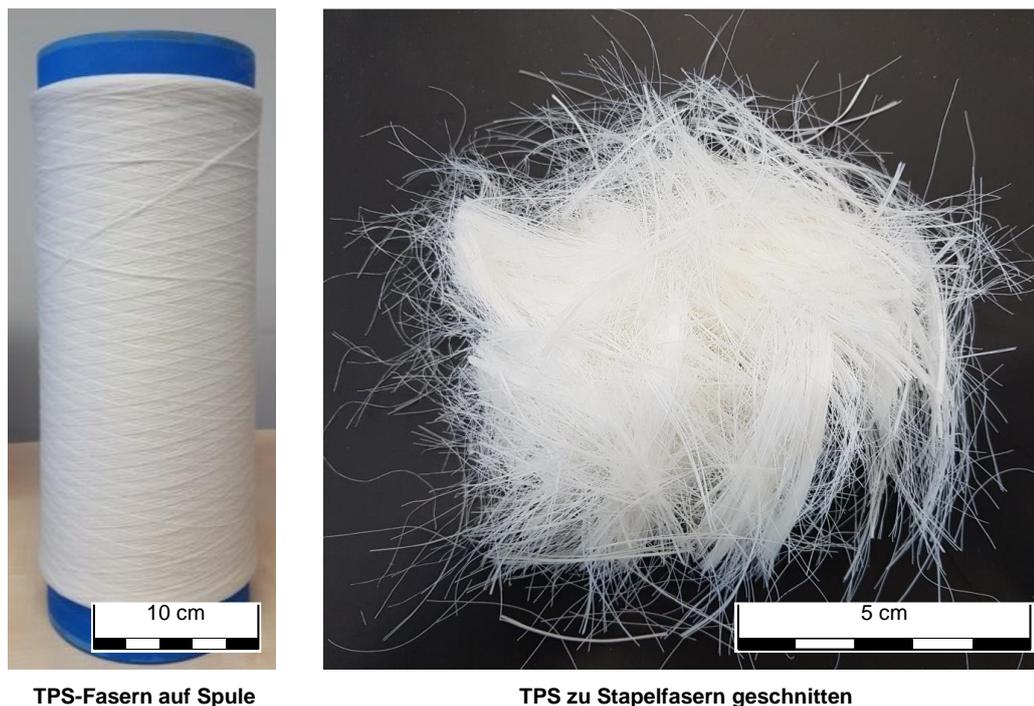


Abbildung 2.1.5.1: Verarbeitung von TPS-Spulen aus Compound SXC 3831 zu Stapelfasern

### Herstellung der Vliesstoffe

Für die Herstellung der Vliesstoffproben werden die in Abbildung 2.1.5.2 dargestellten Pilot-Krempel- und -Airlay-Anlagen des ITA verwendet.

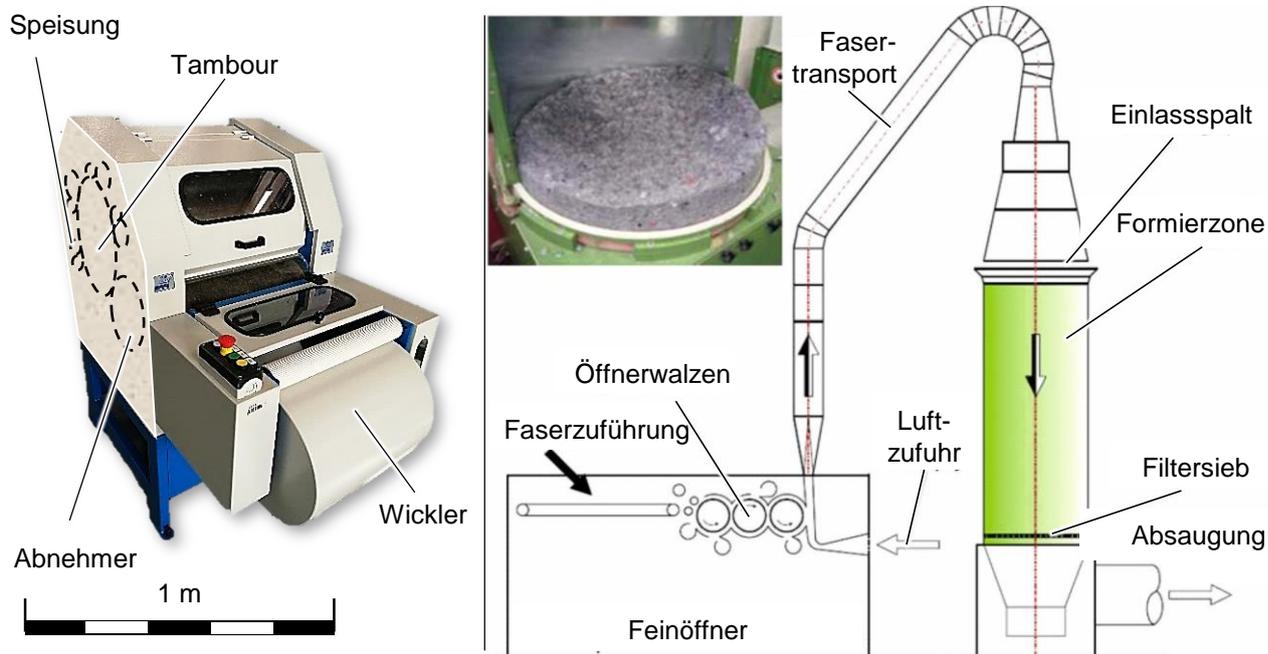


Abbildung 2.1.5.2: Mesdan-Laborkrempel (links) und diskontinuierliche Airlay-Produktionsanlage (rechts)

Bei der Pilotkrempel auf der linken Seite des Bildes handelt es sich um eine Laborkrempel des Herstellers Mesdan S.p.A., Puegnago del Garda, Italien. Die Laborkrempel verfügt über drei Arbeiter-Wender-Paare und hat eine einer Arbeitsbreite von maximal 500 mm. Die Faserbeschickung erfolgt manuell durch Auflage auf ein Transportband am Einzug.

Auf der rechten Seite des Bildes ist die diskontinuierliche Airlay-Produktionsanlage dargestellt, mit der batchweise runde Vliesproben mit einem Durchmesser von rund 700 mm hergestellt werden. Die Beschickung erfolgt über einen Feinöffner CVT3 der Firma Trützschler GmbH & Co KG, Mönchengladbach, der bei Bedarf

auch für die Herstellung und Vergleichmäßigung und Öffnung von Fasermischungen für die anschließende Verarbeitung als Airlay- oder Krempelvliesstoff genutzt wird. Ein mittels der diskontinuierlichen Airlay-Anlage abgelegter Faserflor ist in Abbildung 2.1.5.3 dargestellt.



Abbildung 2.1.5.3: Vliesbildung auf der diskontinuierlichen Airlay-Anlage.

Die Verfestigung des Vliesstoffes erfolgt durch das für Geovliesstoffe gängige Vernadelungsverfahren auf einem Nadelstuhl Modell LBM 6 der Firma Dilo GmbH, Eberbach, wie in Abbildung 2.1.5.4 dargestellt. Der Nadelstuhl hat eine maximale Arbeitsbreite von 60 cm und arbeitet mit einer Nadeldichte zwischen 2.000 bis 3.000 pro Meter. Die Auswahl der Nadeln erfolgt auf Basis von Erfahrungswerten und Empfehlungen des Lieferanten.

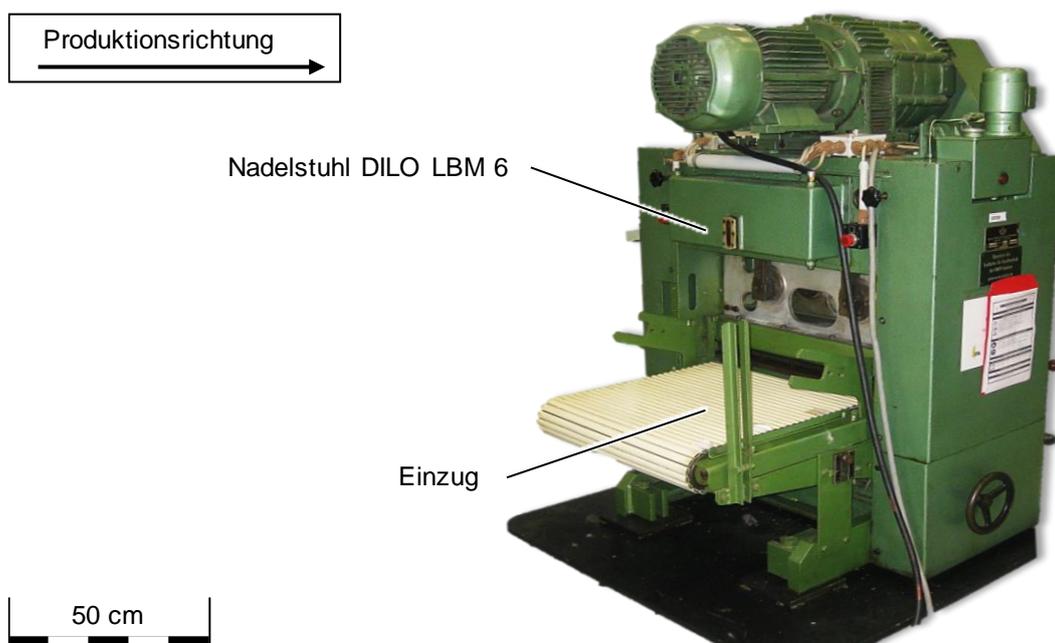


Abbildung 2.1.5.4: DILO LBM 6 Nadelstuhl

Im Folgenden sind die Ergebnisse der Vliesstoffherstellung beschrieben. Zunächst erfolgt die Beschreibung der Vliesstoffherstellung aus den Compounds SXC 3831 und SXC 3717. Bei diesen Compounds handelt es sich um die ersten Compounds, die im Rahmen des zweiten Projektjahres kontinuierlich spinnbar waren und in ausreichender Menge für die Versuche hergestellt werden könnten. Anschließend werden die Ergebnisse der Vliesstoffherstellung aus den Compounds SXC 3327 und SCX 4376 im dritten Projektjahr beschrieben.

#### **Versuche mit den Compounds SXC 3831 und SXC 3717**

Die Versuche mit den Compounds SXC 3831 und 3717 wurden im Laufe des zweiten Projektjahres durchgeführt. Es handelt sich dabei um die ersten kontinuierlich spinnbaren Compounds, so dass größere Fasermengen für die Weiterverarbeitung herstellbar sind. Die Fasern sind nicht texturiert. Die Stapellänge beträgt 60 mm.

In Abbildung 2.1.5.5 ist eine auf der diskontinuierlichen Airlay-Produktionsanlage hergestellte Vliesprobe aus Fasern des Compounds SXC 3831 abgebildet. Die Probe ist mit einer sehr feinen Nadeltypen vernadelt. Aus der Detailansicht ist zu erkennen, dass die Fasern nur eine geringe z-Orientierung aufweisen und somit kaum eine Verfestigung erreicht wird. Der größte Teil der Fasern liegt in der Ebene. Dies liegt daran, dass die feinen Nadeln nur wenige der groben Fasern ergreifen und kaum eine Vernadelung erfolgt. Versuche mit gröberen

Nadeln führen aufgrund der brüchigen Faserstruktur zu einer Zerstörung der TPS-Fasern. Durch die fehlende Texturierung rutschen die Fasern zudem voneinander ab. Der hergestellte Vliesstoff löst sich daher bereits bei der manuellen Entnahme aus dem Nadelstuhl.

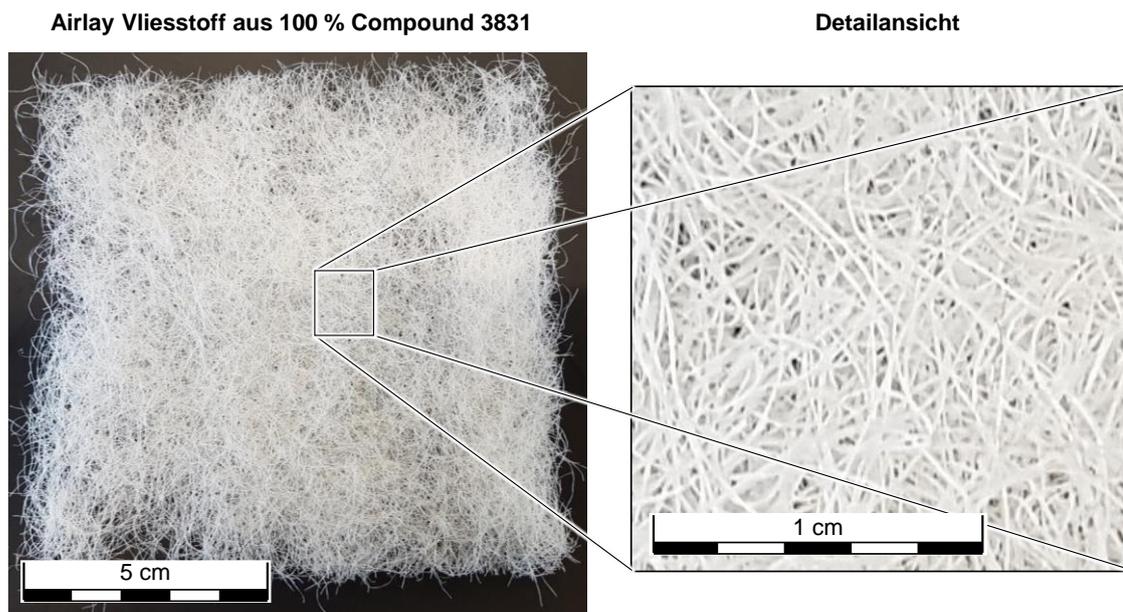


Abbildung 2.1.5.5: Airlay-Vliesstoff aus 100 % Fasern des Compounds SXC 3831

Um eine gute Verschlingung der Fasern bei einer gleichzeitig niedrigen Faserschädigung zu erzielen, können die TPS-Fasern mit weiteren Fasern gemischt werden. In Abbildung 2.1.5.6 ist ein Vliesstoff aus TPS-Fasern mit feineren PLA-Fasern dargestellt. Die PLA-Fasern haben dabei einen Titer von 6 dtex und werden dadurch auch von den feineren Nadeln erfasst, ohne dass die TPS-Fasern geschädigt werden. Durch die Verschlingung der PLA-Fasern werden die TPS-Fasern in eine Art „Exoskelett“ eingeschlossen, tragen jedoch aufgrund der fehlenden Texturierung nicht zur Festigkeit bei. Der hergestellte Vliesstoff ist durch die PLA-Fasern in sich stabil. Einzelne TPS-Fasern fallen jedoch aufgrund der fehlenden Texturierung heraus.

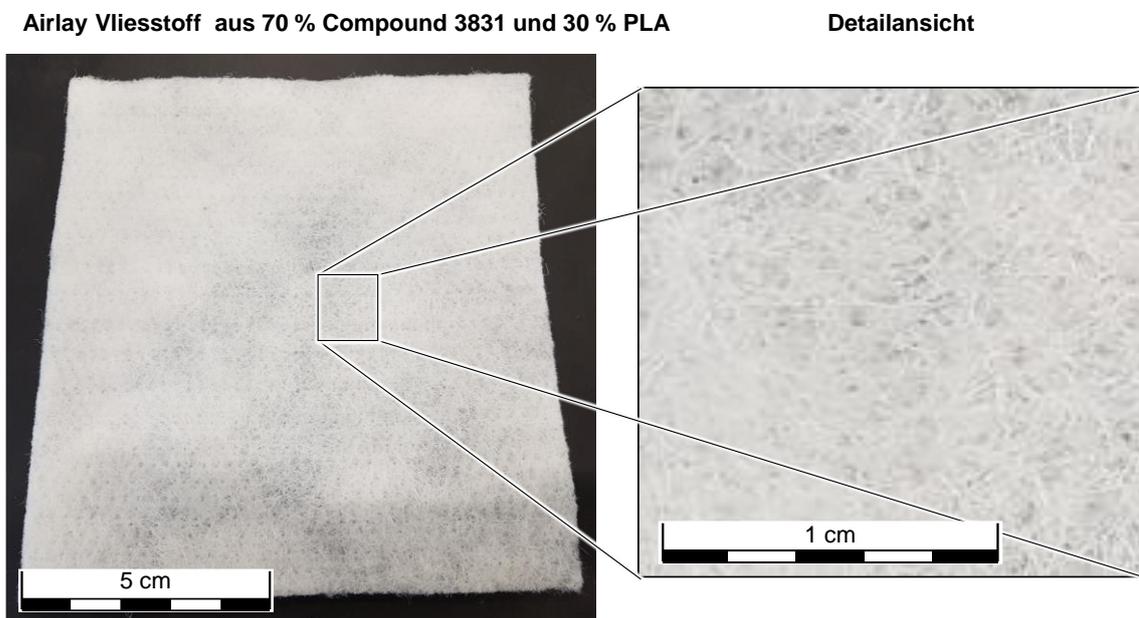


Abbildung 2.1.5.6: Airlay-Vliesstoff aus 70 % Fasern des Compounds SXC 3831 und 30 % PLA-Fasern

Die Herstellung von Vliesstoffen im Krempelverfahren aus dem Compound SXC 3831 ist nicht möglich, da die Fasern aufgrund des starren Struktur nicht an der Garnitur haften und nach unten von den Garnituren abfallen und nicht den Abnehmer erreichen.

Zusammenfassend ist festzustellen, dass aus den Fasern der Compounds SXC 3831 und SXC 3717 keine Vliesstoffstrukturen hergestellt werden können, die zu Produkten weiterverarbeitet werden können. Durch die fehlende Texturierung gleiten die Fasern voneinander ab. derzeit aus den TPS-Fasern keine Vliesstoffe hergestellt werden können, da die Faserfestigkeit zu gering ist und eine Texturierung der Fasern derzeit nicht

möglich ist. Der Fokus der weiteren Bemühungen liegt daher in der Herstellung von Fasern mit höheren Festigkeiten und der Suche nach alternativen Texturierverfahren.

### Versuche mit den Compounds SXC 3327 und SXC 4376

In diesem Abstand werden die Versuche zur Vliesstoffherstellung aus den Compounds SXC 3327 und SXC 4376 innerhalb des dritten Projektjahres beschrieben. In Abbildung 2.1.5.7 sind die Fasern aus dem Compound SXC 3327 direkt nach dem Schneiden von der Spule (noch kompaktiert), nach manueller Voröffnung sowie nach maschineller Voröffnung mittels des Feinöffners Trützschler CVT 03 dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die einzelnen Filamente nach manueller Öffnung noch stark aneinanderhaften, jedoch nach maschineller Öffnung gut für die Vliesstoffbildung vorgeöffnet sind. Es ist weiterhin zu erkennen, dass die Fasern trotz nicht durchführbarer Texturierung eine leichte Kräuselung haben.

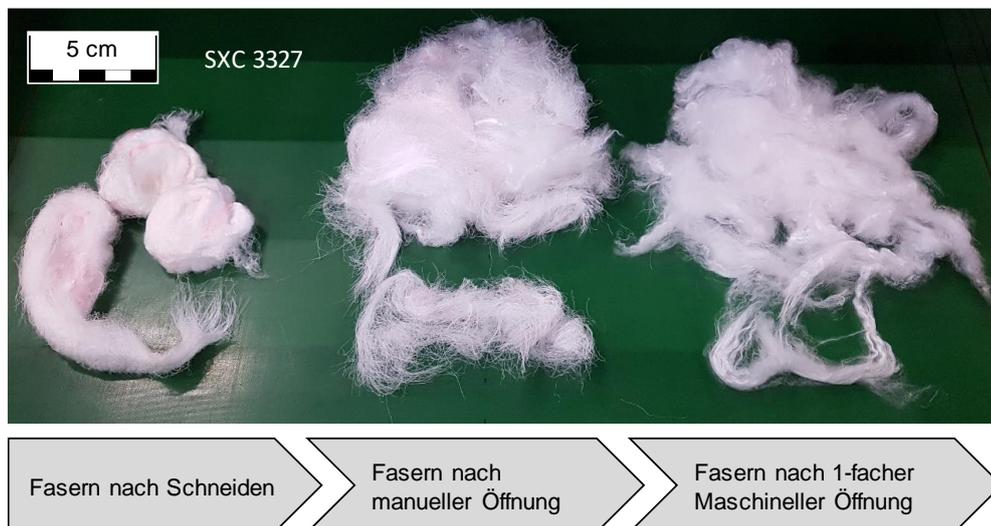


Abbildung 2.1.5.7: Stapelfasern aus Compound SXC 3327 nach dem Schneiden, nach manueller Voröffnung und nach maschineller Voröffnung

Mit dem Compound SXC 3327 sind sowohl im Airlay- als auch im Krempelverfahren Vliesstoffe herstellbar. In Abbildung 2.1.5.8 sind zwei auf der Laborkrempel hergestellte Vliesstoffproben abgebildet. Es handelt sich um Vliesstoffe mit 200 g/m<sup>2</sup> und 400 g/m<sup>2</sup> Flächengewicht. Die Vliesstoffe sind beidseitig einfach vernadelt.

Vliesstoffe aus Compound SXC 3327

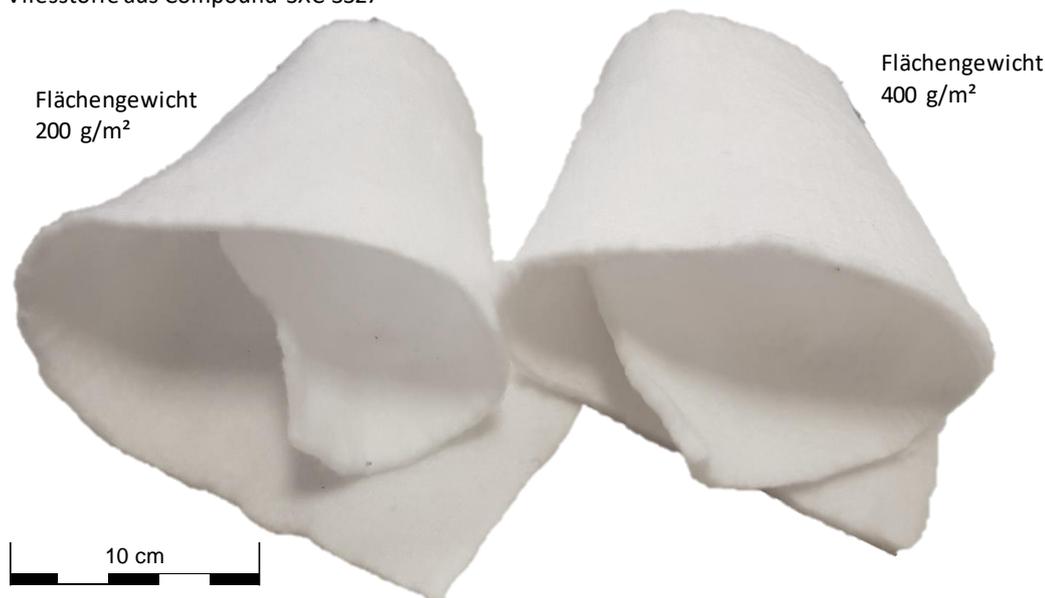


Abbildung 2.1.5.8: Krempelvliesstoffproben aus Compound SXC 3327 mit 200 und 400 g/m<sup>2</sup> Flächengewicht.

Für die Bewertung der Proben werden aus den hergestellten Vliesstoffen Probenstreifen mit 50 mm Breite entnommen und in Anlehnung an DIN EN ISO 29073 Teil 3 hinsichtlich der maximalen Zugkraft und Dehnung untersucht. Aus jeder Vliesstoffprobe werden jeweils fünf Prüfkörper in Produktionsrichtung (MD) und fünf Prüfkörper quer zur Produktionsrichtung entnommen (CD). Die Beschreibung der Prüflinge und der dazu gehörenden Prozesseinstellungen ist Tabelle 2.1.5.1 zu entnehmen. Zusätzlich ist in der Tabelle die mittlere Maximale Zugkraft der Proben in MD und CD angegeben. Es ist zu erkennen, dass die Werte der Zugkraft für die Krempelvliesstoffe in MD rund dem 2,3 bis 3,0-fachen der Zugkraft in CD entsprechen. Die Unterschiede

in der Zugkraft ist auf die Orientierung der Fasern im Krempelprozess zurückzuführen. Bei den hergestellten Vliesstoffen handelt es sich um längsgelegte Vliesstoffe. Durch Nutzung eines Querlegers kann die Aufteilung der Maximalzugkraft in MD und CD eingestellt werden. Der Vergleich zwischen Probe SXC3327-2 und -3 zeigt, dass durch eine doppelte Vernadelung eine Steigerung der maximalen Zugkraft um rund 20 % möglich ist. Dies ist auf die höhere Verschlingung der Fasern zurückzuführen.

Die Airlay-Vliesstoffe zeigen jeweils nur geringe Änderungen in der Maximalzugkraft zwischen MD und CD. Da es sich um einen diskontinuierlichen Prozess mit ortsgebundener Ablage der Fasern handelt, hat die Anlage keine Produktionsrichtung. MD und CD beschreiben daher lediglich zwei um 90 ° gedrehte Prüfrichtungen und lassen auf die Gleichmäßigkeit des isotropen Vliesstoffaufbaus zurückschließen.

Tabelle 2.1.5.1 Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung von Compound SXC3717, Compound SXC3718, Compound SXC3719

Probennummer	Vliesbildung	Flächengewicht [g/m <sup>2</sup> ]	Vernadelung	Mittlere maximale Zugkraft MD [N]	Mittlere maximale Zugkraft CD [N]
SXC3327-1	Krempel	440	beidseitig 1x	826,27	319,76
SXC3327-2	Krempel	216	beidseitig 1x	403,93	142,48
SXC3327-3	Krempel	232	beidseitig 2x	508,65	165,33
SXC3327-4	Airlay	193	beidseitig 2x	112,40	93,70
SXC3327-5	Airlay	112	beidseitig 1x	95,67	98,21
SXC3327-6	Krempel	63	Beidseitig 1x	34,57	15,07

In Abbildung 2.1.5.9 sind die mittleren maximalen Zugkräfte der Prüflinge in MD und CD aufgetragen und um die gemessenen Standardabweichungen ergänzt. Für die Airlay-Vliesstoffe wurden die Werte von MD und CD jeweils zu einem Wert gemittelt.

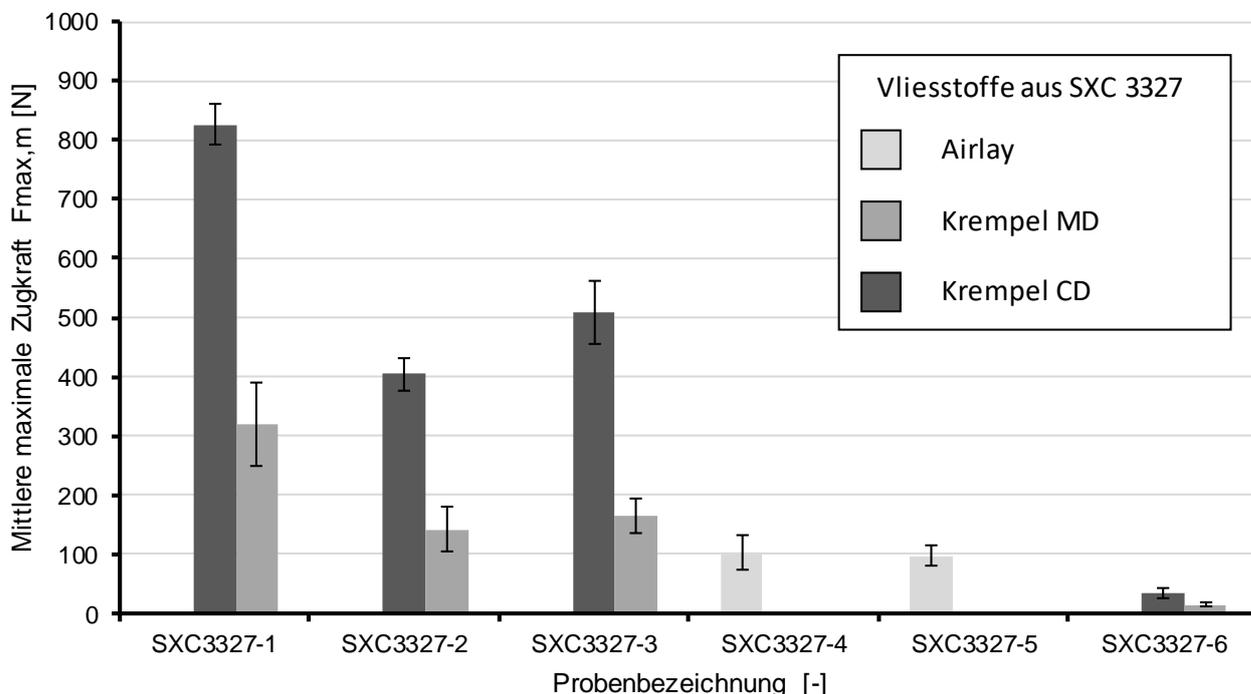


Abbildung 2.1.5.9: Mittlere maximale Zugkraft und Standardabweichungen für die Prüflinge aus SXC 3327

In Abbildung 2.1.5.10 ist die mittlere maximale Zugkraft der Prüflinge aus dem Material SXC 3327 in Produktionsrichtung über dem gemessenen Flächengewicht aufgetragen. Die Punkte wurden um eine lineare Ausgleichsgrade ergänzt.

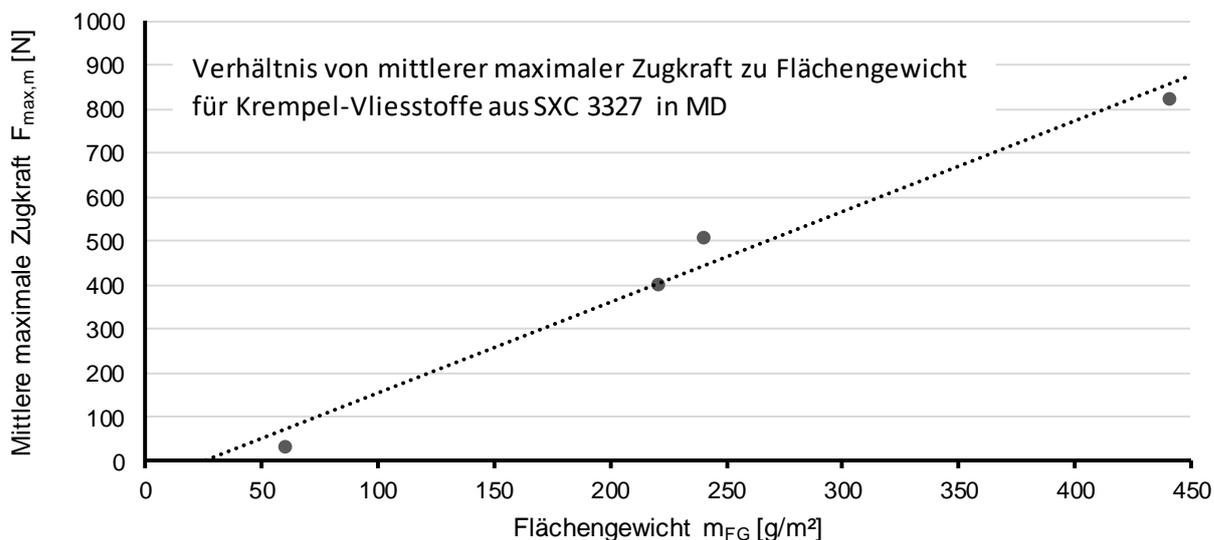


Abbildung 2.1.5.10: Mittlere maximale Zugkraft der Prüflinge aus SXC 3327 (MD) aufgetragen über dem Flächengewicht

In den Abbildungen 2.1.5.11 und 2.1.5.12 sind die gemessenen Zugkräfte der Proben aus dem Material SXC 3327 mit einem Flächengewicht von 400 g/m<sup>2</sup> über den gemessenen Dehnungen in MD und CD aufgetragen. Das „Rauschen“ in den Kurven ist auf das Abgleiten der Fasern im Vliesstoff zurückzuführen. Die Dehnung bei maximaler Zugkraft in MD beträgt im Schnitt ca. 50 %. Die Dehnung bei maximaler Zugkraft in CD beträgt ca. 125 %.

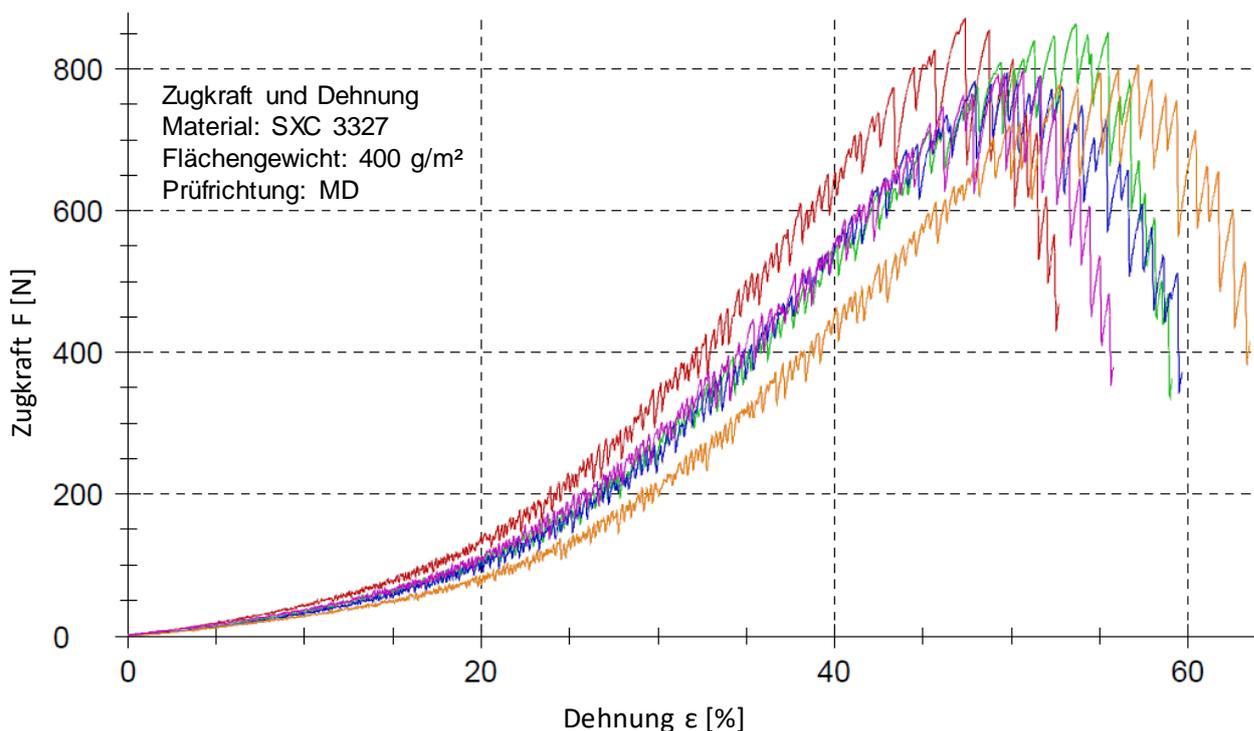


Abbildung 2.1.5.11: Mittlere maximale Zugkraft der Prüflinge aus SXC 3327 (MD) aufgetragen über dem Flächengewicht

Die Dehnung bei maximaler Zugkraft in CD beträgt ca. 125 %. Die höhere Dehnung resultiert aus der geringeren Faserorientierung in CD-Richtung.

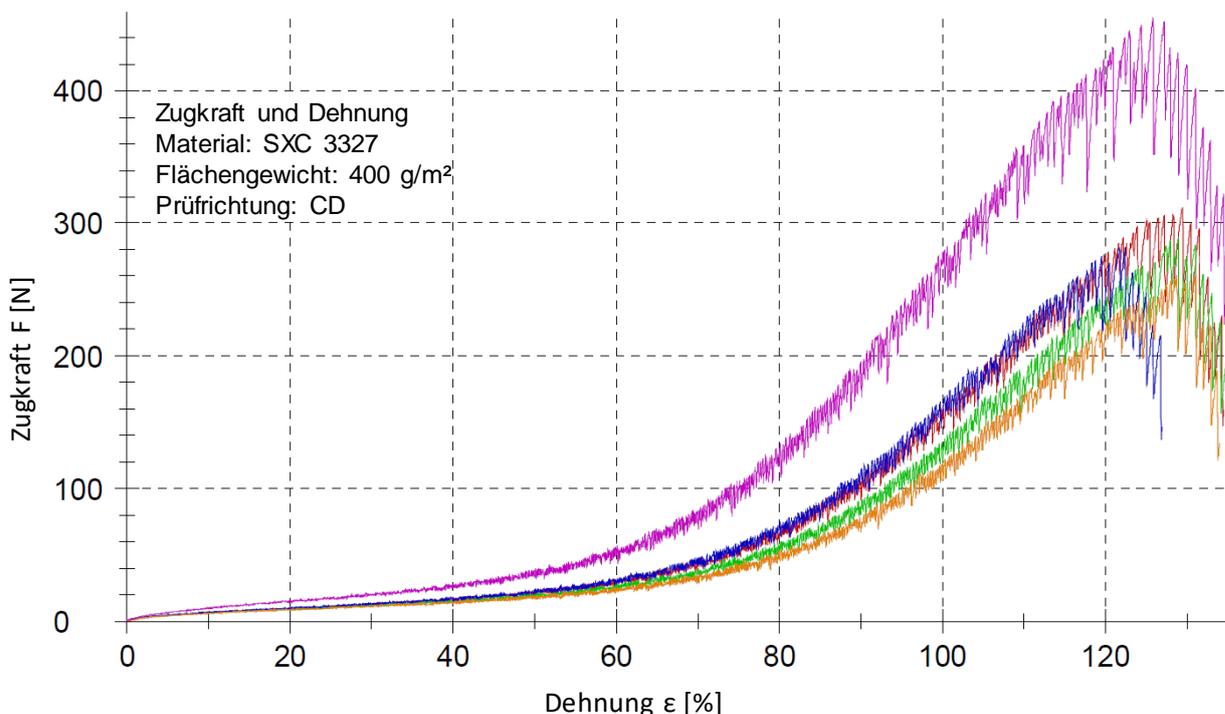


Abbildung 2.1.5.12: Mittlere maximale Zugkraft der Prüflinge aus SXC 3327 (MD) aufgetragen über dem Flächengewicht

In Abbildung 2.1.5.10 sind Fasern aus dem Compound SXC 4376 nach dem Schneiden und nach manueller Voröffnung dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die Fasern eine geringere Kräuselung als die Fasern aus Compound SXC 3327 haben. Die Haftung zwischen den Fasern ist daher so gering, dass für die Vliesbildung keine weitere maschinelle Voröffnung erforderlich ist.



Abbildung 2.1.5.10: Fasern aus Compound 4376 nach dem Schneiden und nach manueller Voröffnung

In Abbildung 2.1.5.11 ist ein aus Fasern des Compounds 4376 hergestellter Faserflor dargestellt. Es ist eine starke Ungleichmäßigkeit der Vliesbildung festzustellen. Grund dafür ist die geringe Textur der Fasern, durch die die Vergleichmäßigung der Fasern auf dem Tambour behindert wird. Auch eine Modifikation der Walzenabstände und Abnehmerdrehzahlen führten zu keiner Verbesserung der Verarbeitbarkeit.

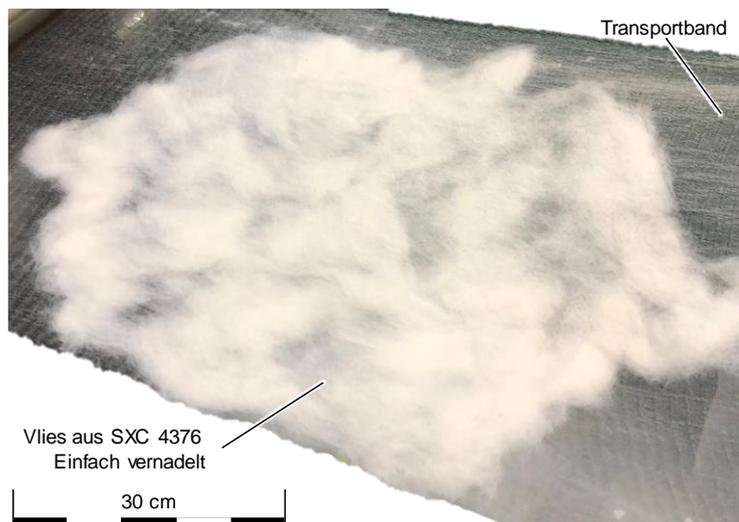


Abbildung 2.1.5.11: Airlay-Vliesstoff

Insgesamt ist festzustellen, dass die Fasern aus dem Material SXC 4376 weder im Krempel- noch im Airlay-Verfahren für die Herstellung eines Vliesstoffes geeignet sind.

### Zusammenfassung:

Aufgrund der Faserbeschaffenheit ist eine Texturierung der hergestellten Stärke-Fasern nicht möglich. Die geringe „natürlich“ Textur der Fasern macht eine Verarbeitung zu Krempelvliesstoffproben schwer bis unmöglich, da die Fasern aufeinander abgleiten. Dies führt zu geringen Festigkeiten der Proben. Die fehlende Texturierung führt des Weiteren zu Problemen bei der Vlieslegen im Krempelprozess, da die Fasern nicht gleichmäßig von den Walzen erfasst und verarbeitet werden können.

Die Vliesstoffherstellung aus dem Compound SXC 3327 im Krempelverfahren erzielte von allen Versuchen die besten Ergebnisse. Die Proben sind optisch gleichmäßig und die in den Zugprüfungen wurde eine maximale mittlere Zugkraft von 826 N in MD bei 400 g/m<sup>2</sup> Flächengewicht gemessen. Bei 200 g/m<sup>2</sup> Flächengewicht lag die maximale Zugkraft bei rund 500 N.

Ein Einsatz der Vliesstoffe im Bekleidungssegment und Hygienesektor ist aufgrund der hydrophilen Beschaffenheit und der Haptik der Fasern nicht empfehlenswert. Aufgrund der chemischen Beschaffenheit ist mit einer verbesserten Biodegradierbarkeit der Fasern zu rechnen. Gerade im Geotextil und Agrar-Sektor ist daher ein Einsatz der Vliesstoffe denkbar. Mögliche Einsatzgebiete werden im Anschluss an das Projekt identifiziert. Es ist des Weiteren denkbar, die Fasern bei der Herstellung um einen aktiven Wirkstoff zu ergänzen, der bei der Biodegradierung freigegeben wird. Möglich ist dazu auch die Verwendung von Fasern mit höheren Stärkegehalten (schlechtere Verarbeitbarkeit), die mit gut zu verarbeitenden Fasern gemischt werden.

### 2.1.6 AP 6: Gestrick Herstellung (WarmX GmbH)

Dieses Arbeitspaket umfasst die Forschungsarbeiten für die Gestrick-Herstellung aus den in Arbeitspaket 4 hergestellten Filamenten. Innerhalb des AP 6 wird ein Strickverfahren für Stärke-basierte Filamente zur industriellen Umsetzung und kommerziellen Verwertung des Polymers in der Textil-/Bekleidungsindustrie entwickelt.

#### Festlegung von Garneigenschaften für die Anwendung als Gestrick

Die Eigenschaften der textilen Flächengebilde und die Verarbeitung sind im großen Teil von den Garneigenschaften abhängig. In Absprache mit den Projektpartnern wurden die Benchmarks festgelegt und Zielwerte für die Eigenschaften der Stärkefasern festgelegt. Bei diesen Werten handelt es sich nicht um eine Anpassung der Zielwerte aus dem Antrag, sondern um eine Ergänzung der Zielparameter. Sie sind dazu auf ein konkretes Produktfeld fixiert, in dem stärkebasierte Produkte eingesetzt werden können. Tabelle 2.1.6.1 enthält die Zielwerte der Garneigenschaften eines bei der warmX GmbH standardmäßig für Damen-Bekleidung verwendeten Garnes.

Tabelle 2.1.6.1: Die Zielwerte der Garneigenschaften für Damen-Strickwaren

Benchmark	Schurwolle Garn
Garntyp	Zwirngarn
Gesamte Feinheit (tex)	70,65
Bruchfestigkeit (cN/tex)	5,53

Bruchdehnung (%)	5,91
Drehung im Zwirngarn (Drehung/Meter)	183,35
Drehungsrichtung	S
Drehung in Garnkomponente (Drehung/Meter)	73,94
Drehungsrichtung	Z

### Erarbeitung konstruktiver Lösungen durch Layouterforschung

In einem ersten Schritt wurde für die Materialien SXC3719, SXC3327, SXC4141 und SXC3094 unter Verwendung der Musterungssoftware M1plus und der zuvor Erarbeiteten konstruktiven Lösungen zur Layouterforschung ein Strickprogramm erstellt.

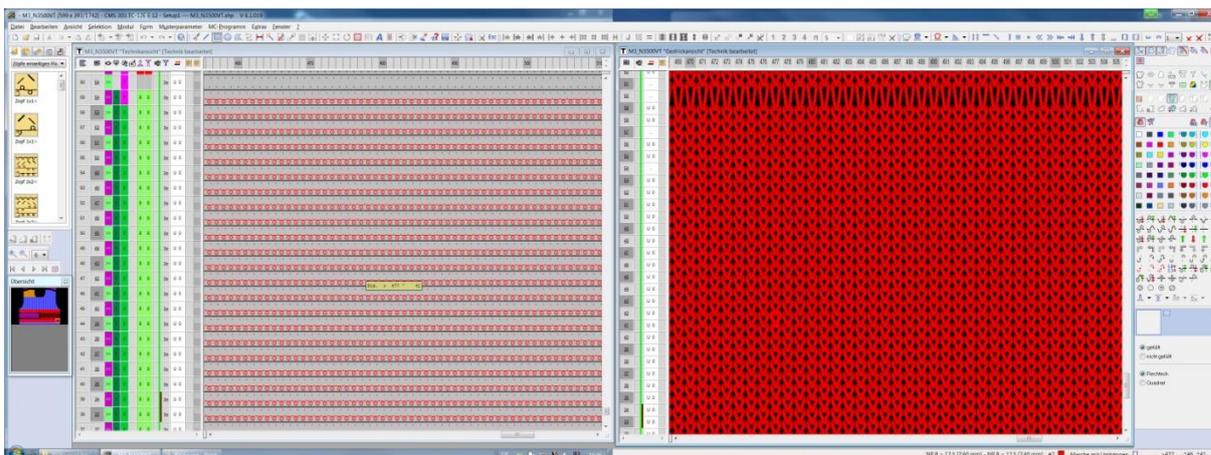


Abbildung 2.1.6.1: Strickprogramm für ein initiales Rechts-/Links-Gestrick

Darauf erfolgte die Umsetzung in maschinentechnische Parameter und anschließend die stricktechnologische Umsetzung. Die Eigenschaften des Gestricks sind durch die Feinheit der eingesetzten Strickmaschine, das Fadensmaterial und die Strickbindung beeinflussbar.

Es sind Versuche zur Variation der Maschenfeinheit, Maschendichte und Bindung durchgeführt worden. Dabei wurde versucht, die Abzugseinstellungen so zu wählen, dass das Abschlagen der Maschen von den Nadeln sichergestellt ist und gleichzeitig das Gestrick aus dem Maschenbildungsbereich ordentlich abgezogen wird. Ebenfalls ist die Fadenspannung entsprechend variiert worden, damit möglichst gleichmäßige Maschenlängen realisieren werden konnten.

Im Ergebnis zeigte sich, dass von den drei neuen Materialien allein mit Material SXC3719 und Material SXC3327 ein Gestrick realisiert werden konnte.



Abbildung 2.1.6.2: Gestrick SXC 3327

Die anderen beiden Materialien erwiesen sich als zu „klebrig“. Die geringe Gleitfähigkeit der Materialien SXC 4141 und 3094 führte bei der Umlenkung an den zahlreichen Ösen und Strickmaschinennadeln zum Reißen des Fadens. Ein Abstricken war mit diesen Materialien trotz zahlreicher Versuche und Modifikationen o.g. Parameter nicht möglich.

### Erforschung von Lösungen für die Textilkonstruktion

Mögliche Konfektionstechnologien wurden im Hinblick auf technische Machbarkeit auf Basis der in AP6.1 erarbeiteten Spezifikationen theoretisch eruiert. Die theoretisch anwendbaren Technologien wurden an den bislang verfügbaren Materialproben praktisch angewendet

Die Materialien wurden auf folgende Maschinentypen unter Variation diverser maschinenspezifischer Parameter getestet:

- 4-Faden-Überwendlich
- 3-Faden-Überwendlich
- 2-Nadel-Saum
- Tellermaschine
- Doppel-Steppstich
- Etiketten-Annähmaschine
- Kettelmaschinen 6er, 8er, 10er, 14er und 18er Teilung
- Knopfannähmaschine
- Blindstich

Im Bereich Konfektion lässt sich zusammengefasst festhalten, dass keines der Materialien SXC 4141, 3327, 3094 und 3719 für die Verwendung als Nähfaden geeignet ist, ganz gleich auf welcher Maschine und mit welcher Parametrisierung. Die hier auftretenden Zugkräfte sind für die Reißfestigkeit des Fadens zu hoch, so dass dieser sofort durchreißt.

Die Untersuchung der Materialien bezüglich ihrer Verarbeitbarkeit mit den Konfektionsmaschinen in Gestrickform (nicht als Nähfaden) kann erst erfolgen, wenn die Qualität der Proben so zugenommen hat, dass vernünftige Gestricke daraus herstellbar sind.

### Erforschung der Anpassung des Gestricks für Bekleidung

Materialien, die sich bei der Umsetzung des initialen Strickprogrammes bewährten, wurden mit modifizierten Strickprogrammen im Hinblick auf die spätere Bekleidungsherstellung weiter auf Verarbeitbarkeit getestet.

### Charakterisierung der Ausgangsmaterialien

Das verstrickbare Material SXC3719 und Material SXC3327 wurde im Anschluss mit verschiedenen durchführbaren Parametern abgestrickt, insbesondere unterschiedlichen Festigkeiten. Anschließend wurden alle Proben dem Dämpfungsprozess bei 140°C unterzogen. Hier zeigte sich - wie bei ausnahmslos allen bislang getesteten Proben – eine starke Schrumpfung bei gleichzeitiger Verhärtung des Gestricks.

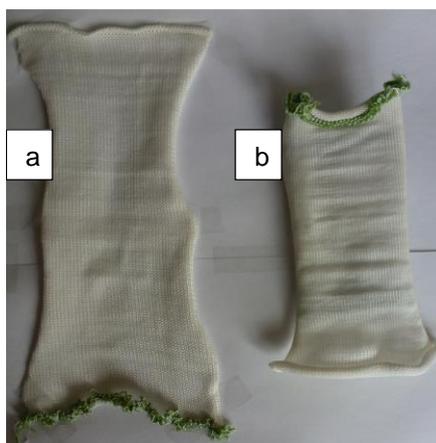


Abbildung 1.2.6.3: Gestricke Demonstratoren a) nach dem Stricken, b) nach dem Dämpfen



Abbildung 2.1.6.4: Drei Proben, links ungedämpft, rechts gedämpft mit 140°C

Bei allen verstrickbaren Materialien war Gestrick Herstellung möglich aber es kam in der Weiterverarbeitung insbesondere beim Dämpfen (140°C) eine starke Schrumpfung, welche eine Weiterverarbeitung zu herkömmlicher Bekleidung unmöglich macht.

Eine Variation der Dampftemperatur nach unten und oben zeigte bei allen Proben – nach Erreichen einer gewissen Initialtemperatur – eine quasi lineare Abhängigkeit zwischen Temperatur und Schrumpfungsgrad.

Sämtliche Proben wurden auf der Spulmaschine hinsichtlich ihrer Spulbarkeit untersucht. Hierzu wurden nacheinander verschiedene Parameter an der Maschine variiert, u.a. die Spulgeschwindigkeit. Das Ergebnis glich dem aus dem Bereich Strickerei. Die Materialien SXC3719 und SXC3327 überstanden den Spulprozess unbeschadet. Die anderen Materialien klebten aufgrund mangelnder Gleitfähigkeit zu sehr an den Umlenkpunkten und rissen schnell. Ein weiteres Problem besteht darin, dass die Materialien generell zu sehr an sich selbst haften, so dass das Spulbild miserabel ausfällt, selbst wenn der Faden nicht reißt.

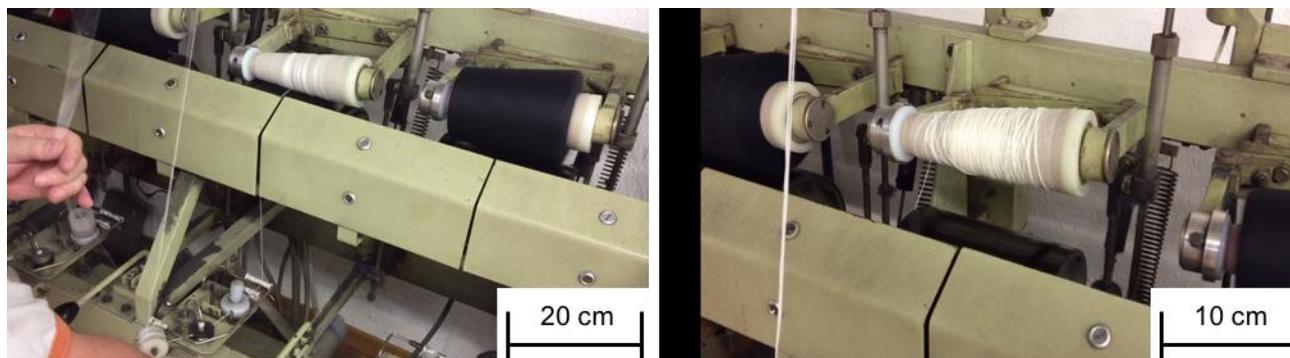


Abbildung 2.1.6.5: Übersicht Spulaufbau und Spulbild im Detail

Die Ergebnisse ermöglichen nunmehr die Suche nach geeigneten Endanwendungen für Stärke-basierte Gestricke, bei welchen die besonderen Eigenschaften (z.B. Schrumpfung) von Vorteil sind.

## 2.2 Verwertung

### 2.2.1 Voraussichtlicher Nutzen, insbesondere die Verwertbarkeit des Ergebnisses im Sinne des fortgeschriebenen Verwertungsplans

Die Verwertung von Forschungsergebnissen geschieht unter anderem durch gemeinsame Maßnahmen über spezifische Industriekontakte von Projektpartnern. Durch die langjährigen Erfahrungen aller Projektpartner besteht ein sehr intensiver Austausch zu vielen interessierten Firmen. Diese fallen in das Raster der Forschungsthematik, indem wie nach entsprechenden Lösungen suchen, die weitergedacht werden sollen.

Weiterhin findet der Ergebnistransfer im Rahmen von Maßnahmen der Presse- und Öffentlichkeitsarbeit statt. Hierzu gehören einerseits Übersichtsartikel in Fachmagazinen, wie dem Kunststoffreport-NRW oder dem Chemical Fibers International. Ferner erfolgen wissenschaftliche Fachvorträge auf Konferenzen, wie dem Dornbirn Global Fiber Congress und der Aachen-Dresden-Denkendorf International Textile Conference. Die Demonstratoren aus dem Projekt „Star-Tex“ werden in der Vitrine am Institut für Textiltechnik der RWTH Aachen University (ITA, Aachen) ausgestellt.

Im Rahmen des Projekts „Star-Tex“ wurden Studierende bei Forschungsinstituten z.B. ITA, Aachen und Fraunhofer ICT, Pfinztal, aus dem Studiengang Maschinenbau und Materialwissenschaft betreut. Diese werden nach Beendigung des Studiums voraussichtlich in Unternehmen der gewerblichen Industrie tätig werden. Hierdurch besteht die Möglichkeit einer Folgeverwertung der Projektergebnisse, durch die bereits im Studium erworbenen Material- und Prozesskenntnisse. Ein direkter Wissenstransfer ist zudem bereits durch enge Diskussionen mit interessierten Unternehmen in Konferenzen gegeben.

Die neuen Materialrezepturen von Fraunhofer ICT und Tecnaró stellen einen unmittelbar verwertbaren Nutzen dar. Die entwickelten Rezepturen am Fraunhofer ICT eröffnen die Möglichkeit zur Verbesserung des thermoplastischen Verhaltens von schlecht schmelzspinnbaren Polymeren zu verbessern. Darüber hinaus ergeben sich, durch die anwendungsspezifizierte Modifizierung von Stärke, neue Methoden sowohl für die Textilindustrie als auch für weitere polymerverarbeitende Industrien. Tecnaró wird die neu entwickelten Compounds für den Bereich der textilen Anwendungen bereitstellen, und für weitere Anwendungen branchenübergreifend nutzbar machen. Potenzielle Anwendungsgebiete sind sowohl Spritzguss- als auch Extrusionsprodukte. Das am ITA, Aachen entwickelte Schmelzspinnverfahren und die Demonstratoren in Form von Fasern und Vliesstoffen zeigen die Möglichkeiten der Entwicklung von stärkebasierten Produkten für diverse Anwendungen entwickeln zu können. Als Anwendungsbeispiele können genannt werden:

- Geotextilien zur Befestigung von Uferanlagen, die nach einer bestimmten Zeit biologisch abgebaut werden,
- Vliesstoffe für Anwendungen im Kosmetikbereich,
- Spezielle Profile zum Einsatz als Verbiss-Schutz für junge Bäume im Forstbereich, die nach einer bestimmten Zeit biologisch abgebaut werden,
- bioabbaubares Einweggeschirr, Strohhalme etc.

In Kundengesprächen bei diversen Messeauftritten, bei welchen die Demonstratoren des Projektes von Projektpartnern ausgestellt wurden (z.B. bei der Messe FAKUMA, Oktober 2018 in Friedrichshafen), hat sich gezeigt, dass der Fokus der Wirtschaft aktuell verstärkt auf bioabbaubare Produkte gerichtet ist. Der bevorzugte Fokus der Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe (FNR) liegt auf der Biobasiertheit und wird von Seiten vieler Wirtschaftsvertreter kontrovers diskutiert. Zuletzt auch im Hinblick auf die aktuelle Diskussion zur Verschmutzung der Weltmeere, die nur durch den Einsatz bioabbaubarer Materialien eingedämmt werden kann. Die Konzepte zur Biobasiertheit ergäben nur in denjenigen Ländern einen Sinn, in welchen, wie z.B. in Deutschland, entsprechende konzeptionierte Müllverbrennungsanlagen zur Verfügung stehen. Dies wird aktuell verstärkt in vielen Diskussionsansätzen von Vertretern der kunststoffverarbeitenden Industrie artikuliert. In den meisten Ländern dieser Welt stehen derartige Anlagen jedoch nicht zur Verfügung, so dass im Hinblick auf die weltweite Umweltverschmutzung die Bioabbaubarkeit verstärkt in den Fokus gerückt werden muss. Durch aktuelle Kundenanfragen wird die bei den Messeauftritten kommunizierte Sichtweise der Wirtschaft zusätzlich untermauert. Als beteiligte Projektpartner aus der Wirtschaft sehen die Firmen Tecnaró GmbH und WarmX GmbH sehr gute Chancen, dass durch einen verstärkten Dialog zwischen Wirtschaft und FNR umweltpolitische und marktrelevante Aspekte zukünftig noch stärker verzahnt werden können. Des Weiteren könnte die wirtschaftliche Verwertbarkeit von FNR-Projekten im Allgemeinen noch stärker sichergestellt werden. Von Seiten der Wirtschaft wird, wie im Dialog bei diversen Messeauftritten kommuniziert wurde, die Bedeutung der Förderung von Projekten zur Bioabbaubarkeit deshalb besonders hervorgehoben. Zur Unterstützung der Realisierung dieser Ziele bringen die Firmen Tecnaró GmbH und WarmX GmbH ihre wirtschaftlichen Erfahrungen, beispielsweise in Netzwerken, mit ein. Hier kann die Mitwirkung in dem von der FNR unterstützten Netzwerk „BioFoN“ als ein Musterbeispiel genannt werden.

Ein sehr hohes Umsetzungspotential für die Verwertung von Projektergebnissen sieht die Firma Tecnaró GmbH in ihrem eigenen Produktbereich. Tecnaró, der Entwickler und Hersteller von Biopolymer-Compounds, generiert durch die Ergebnisse des Projektes neue Anwendungsfelder für seine Ausgangsmaterialien und bedient die aktuell sehr stark angewachsene wirtschaftliche Nachfrage nach guten bioabbaubaren Produkten, was durch die inkorporierte Stärke in besonderer Weise sichergestellt werden kann. Durch diese hat Tecnaró eine weitere Kernkompetenz gewonnen, welche die Nachfrage des Marktes bedient, die Marktposition des Unternehmens dadurch stärkt und es zu einem Innovationsmotor im Markt macht. Durch das zusätzliche neue Anwendungsfeld der bioabbaubaren und stärkeenthaltenden Fasern wird die Wettbewerbsfähigkeit der Tecnaró GmbH gesteigert, da sich Mengeneffekte in der Maschinenauslastung und beim Rohstoffkauf kostensenkend auswirken. Zudem wird durch die gewonnene größere Anwendungsbreite größere Sicherheit vor Krisen einzelner Branchen erreicht. Die für die Markterschließung des Faserbereichs notwendigen Qualitätsmanagement-Maßnahmen wirken sich auch für andere Branchen positiv auf die Wettbewerbsfähigkeit aus. Tecnaró hat ein vitales Interesse daran, die neu entwickelten stärkebasierten Compounds zur Herstellung textiler Materialien auf den Markt zu bringen, die sich durch eine vollständige Bioabbaubarkeit auszeichnen und der aktuell hohen Nachfrage für derartige Produkte gerecht werden. Der Markt für Biopolymere befindet sich auch weiterhin im Wachstum, die Projekt-ergebnisse haben ein großes Potential und Relevanz für die Wirtschaft. Tecnaró wird die neu entwickelten Biomaterialien in verschiedenen Branchen vermarkten. Die starke Position am Markt sowie enge Kontakte zur kunststoffverarbeitenden Industrie und die Partnerschaft mit dem Kunststoff-Handels-/Distributionsunternehmen ALBIS Plastic werden bei der wirtschaftlichen Umsetzung sehr hilfreich sein. Der Verwertungsplan sieht vor, dass nach einer

zwischengeschalteten Kommerzialisierungsphase von fünf bis sechs Jahren große Mengen der auf Basis von thermoplastisch verarbeitbaren Stärkeprodukten und weiteren Biopolymeren neu entwickelten Alternativmaterialien für die anvisierten Anwendungen im Textilbereich etabliert werden, so dass erhebliche Umsatzsteigerungen in wenigen Jahren nach Projektende erwartet werden. In der Folge geht die Tecnaro GmbH in den ersten Jahren von gestiegenen Wachstumsraten aus, durch welche die Schaffung weiterer Arbeitsplätze ermöglicht wird.

## 2.2.2 Wissenschaftliche und/oder technische Erfolgsaussichten nach Projektende

Die entwickelten Kenntnisse im Projekt generieren neue Anwendungsfelder für die stärkebasierte Materialien. Neben Klebstoffen und Verpackungsanwendungen wurden die Möglichkeiten für Textilanwendungen mithilfe dieses Projekts dargestellt. Bislang wurden überwiegend Spritzgussteile, Profile und Folien aus Tecnaro-Biowerkstoffen hergestellt. Mit dem im Projekt erworbenen Wissen über die Modifizierung von Stärke und Herstellung von Stärke Blends wird es möglich sein, dass die stärkebasierte Fasern nach Anpassung für eine geeignete Anwendung in wenigen Jahren kommerzialisiert werden. Hierbei steht die Bioabbaubarkeit der daraus herzustellenden Produkte im Mittelpunkt. Die im Projekt erarbeiteten Ergebnisse sollen auch branchenübergreifend nutzbar gemacht werden und darüber hinaus weitere Anwendungsfelder erschlossen werden. Neben den primär in Betracht gezogenen Anwendungen im Textilbereich wird auch ein großes Einsatzpotenzial im Landwirtschaftsbereich gesehen. Hierbei können und sollen auch die Netzwerke und Veranstaltungen der FNR genutzt werden, um die erarbeiteten wissenschaftlichen Ergebnisse entlang der gesamten Wertschöpfungskette und branchenübergreifend nutzbar zu machen. Zur Unterstützung der Realisierung dieser Ziele bringt Tecnaro seinen wirtschaftlichen Erfahrungsschatz u. a. auch durch seine aktive Mitwirkung in dem von der FNR unterstützten Netzwerk „BioFoN“ mit ein, welches an dieser Stelle als ein Beispiel genannt werden kann. Die erarbeiteten Projektergebnisse eröffnen für Projektpartner die Möglichkeit, sich an weiterführenden Folgevorhaben im Dialog mit Partnern aus Industrie und Wissenschaft zu beteiligen. Das Ziel ist es, durch die Resultate die Bioabbaubarkeit gemäß der weltweiten Nachfrage verstärkt in den Fokus zu rücken. Die Entwicklung neuer und verschiedener Produkte erfolgt hierbei stets im Hinblick auf eine Maßstabsvergrößerung, durch welche der Übergang vom halbertechnischen in den technischen Maßstab vollzogen wird (Upscaling). Die Marktposition von Tecnaro GmbH und WarmX GmbH ermöglicht hierbei eine direkte Einführung der Projektergebnisse in den Markt.

## 2.2.3 Wissenschaftliche und wirtschaftliche Anschlussfähigkeit für eine mögliche nächste Phase

Die erarbeiteten Projektergebnisse eröffnen die Möglichkeit sich an weiterführenden Folgevorhaben im Dialog mit Partnern aus Industrie und Wissenschaft zu beteiligen, um so die im Projekt erarbeiteten Ergebnissen auch branchenübergreifend nutzbar zu machen. Zudem können die Ergebnisse weitere Anwendungsfelder erschließen, bei denen nun die Bioabbaubarkeit verstärkt im Fokus stehen soll. Die Entwicklung neuer und verschiedener bioabbaubarer Produkte erfolgt hierbei stets im Hinblick auf die weltweite Nachfrage des Marktes. Die Förderung von Projekten zur Bioabbaubarkeit wird deshalb von Seiten der Wirtschaft besonders begrüßt, wie im Dialog bei diversen Messeauftritten den Projektpartnern gegenüber kommuniziert wurde.

## 2.3 Erkenntnisse von Dritten

Während der Durchführung des Vorhabens sind dem Zuwendungsempfänger keine weiteren Fortschritte auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen bekannt geworden.

## 2.4 Erfolgte und geplante Veröffentlichungen

Während der Projektlaufzeit wurden die Ergebnisse im Rahmen der Projekttreffen bei den einzelnen Projektpartnern vorgestellt und diskutiert:

- Projekttreffen am 11. November 2015 am ITA, Aachen
- Projekttreffen am 16. Juni 2016 am Fraunhofer ICT, Pfinztal
- Projekttreffen am 25. Oktober 2016 bei der WarmX GmbH, Apolda
- Projekttreffen am 15. März 2017 am Fraunhofer ICT, Pfinztal
- Projekttreffen am 22. November 2017 bei der Tecnaro GmbH, Ilsfeld
- Projekttreffen am 13. März 2018 am ITA, Aachen
- Projekttreffen am 25. Oktober 2018 bei der WarmX GmbH, Apolda

Darüber hinaus wurden die Projektergebnisse auch auf mehreren Tagungen und Messeveranstaltungen vorgestellt sowie als Artikel veröffentlicht. Eine Übersicht von bereits erfolgten Verwertungsmaßnahmen ist in Tabelle 2.4.1. gegeben.

Tabelle 2.4.1: Übersicht von bereits erfolgten Verwertungsmaßnahmen

<b>Nr.</b>	<b>Medium</b>	<b>Art von Veröffentlichung</b>
1	Homepage des ITA, Aachen	Projektsteckbrief
2	Melliand International	Artikel im Magazin
3	Melliand Textilbericht	Artikel im Magazin
4	Autex 2016	Poster auf der Konferenz
5	Pressemitteilung der FNR	Dokument
6	Allgemeiner Vliesstoff-Report	Artikel im Magazin
7	Biomedica Konferenz	Poster auf der Konferenz
8	Smart Textile Workshop	Poster
9	FNR Stärke Symposium	Vortrag
10	ADDITC Konferenz	Poster auf der Konferenz
11	Applied Biopolymer Conference, Maastricht	Poster auf der Konferenz
12	EuroBioMat	Poster auf der Konferenz
13	Future Textiles Magazine	Artikel in Magazin
14	Textile Netzwerk	Online Artikel auf Internet Seite
15	Messe FAKUMA 2017 in Friedrichshafen (Messestand Tecnar)	Demonstratorausstellung (Spule) in Glasvitrine
16	Messe FAKUMA 2018 in Friedrichshafen (Messestand Tecnar)	Demonstratorausstellung (Spulen und Gestricke) in Glasvitrine
17	EDANA Nonwovens Innovation Academy	Vortrag

## 3. Literatur

- [AIB10] Avray, M.A.D.V.; Isambert, A.; Brochot, S.:  
Development of a global mathematical model for reactive extrusion processes in corotating twinscrew extruders  
20th European Symposium on Computer Aided Process Engineering – ESCAPE20
- [AFM01] Averous, L.; Fringant, C.; Moro, L.:  
Starch-based biodegradable materials suitable for thermoforming packaging  
Starch/Stärke 53 (2001), S. 368-371
- [AKK07] Abdullah, D.K.; Koon, S.Y.; Kassim, A.; Sharif, A.; Abdullah, A.H.:  
Chemical modification of sago starch by solventless esterification with fatty acid chlorides  
The malaysian journal of analytical sciences 11.2 (2007) S. 395-399
- [BBS+96] Buehler, F.; Baron, V.; Schmid, E.; Meier, P.; Schultze, H.:  
Starch-containing fibres, process for their production and products made therefrom  
United States Patent No. US 5 516 815, Veröffentlichungsdatum: 14.05.1996
- [BMT10] Bailey, V.A.; Mackey, L.N.; Trokhan, P.D.:  
Starch Fiber  
United States Patent No. US 7 704 328 B2, Veröffentlichungsdatum: 27.04.2010
- [BMT11] Bailey, V.A.; Mackey, L.N.; Trokhan, P.D.:  
Fiber comprising unmodified and/or modified starch and crosslinking agent  
United States Patent No. US 7 938 908 B2, Veröffentlichungsdatum: 10.05.2011
- [BMT12] Bailey, V.A.; Mackey, L.N.; Trokhan, P.D.:  
Fiber comprising starch and a surfactant  
United States Patent No. US 8 168 003 B2, Veröffentlichungsdatum: 01.05.2012
- [BS06] Bhosale, R.; Singhal, R.:  
Process optimization for the synthesis of octenyl succinyl derivative of waxy corn and amaranth starches  
Carbohydrate Polymers 66 (2006) S. 521-527
- [CCG05] Carvalho, A.J.F.; Curvelo, A.A.S.; Gandini, A.:  
Surface chemical modification of thermoplastic starch: reaction with isocyanates epoxy functions and stearyl chloride  
Industrial crops and products 21 (2005), S. 331-336
- [CNN+99] Carlson, D.; Nie, L.; Narayan, R.; Dubois, P.:  
Maleation of polylactide (PLA) by reactive extrusion  
Journal of Applied Polymer Science 72 (1999), H.4, S. 477–485
- [CW53] Cadwell, C.G.; Wurzburg, O.B.:  
Polysaccharides derivatives of substituted dicarboxylic acids  
United States Patent No. US 2 661 349, Date of Patent: 01.12.1953
- [FN14] Fathi, F.; Namazi, H.:  
Characterization and solvent-free synthesis of modified potato starch  
Journal of materials and chemical engineering 2.1 (2014) S. 11-15
- [GB98] Graaf, A. J. L. P.; Broekroelofs, R.A.D.:  
The Acetylation of Starch by Reactive Extrusion  
Starch/Stärke 50 (1998), S. 198–205
- [GJ92] Ganzeveld, K.J.; Janssen, L.P.B.M.:  
A mixing model for multicomponent reactions in twin screw extruders applied to the polymerization of urethanes  
Polymer engineering and science 32.7 (1992) S. 457-466

- [HS11] Haghayegh, G.; Schoenlechner, R.:  
Physically modified starches: A review  
Journal of food, agriculture and environment 9 (2011), H. 1, S. 27-29
- [JCN+06] Jerachaimongkol, S.; Chonhenchob, V.; Naivikul, O.; Poovarodom, N.:  
Modification of cassava starch by esterification and properties of cassava starch ester films  
Kasetsart Journal – Natural science 40 (2006) S. 148-151
- [JSM+08] Junistia, L.; Sugih, A.K.; Manurung, R.; Picchioni, F.; Janssen, L.P.B.M.; Heeres, H.J.:  
Synthesis of higher fatty acid starch esters using vinyl laurate and stearate as reactants  
Starch/Stärke 60 (2008) S. 667-675
- [JSM+09] Junistia, L.; Sugih, A.K.; Manurung, R.; Picchioni, F.; Janssen, L.P.B.M.; Heeres, H.J.:  
Experimental and modeling studies on the synthesis and properties of higher fatty esters of corn starch  
Starch/Stärke 61 (2009) S. 69-80
- [M11] Moad, G.:  
Chemical modification of starch by reactive extrusion  
Progress in Polymer Science 36 (2011), H. 2, S. 218–237
- [MA06] Myllymäki, V.; Aksela, R.:  
Starch esterification method  
European Patent No. 1664125 A1, Veröffentlichungsdatum: 07.06.2006
- [MA10] Myllymäki, V.; Aksela, R.:  
Starch esterification method  
European Patent No. 1664125 B1, Veröffentlichungsdatum: 24.03.2010
- [MGB+04] Mackey, L.N.; Gordon G.C.; Buchanen, L.L.; Heinzman, S.W.; Forschey, P.A.:  
Non thermoplastic starch fibres and starch composition for making same  
United States Patent No. US 6 802 895 B2, Date of Patent: 12.10.2004
- [MSA+01] Martin, O.; Schwach, E.; Averous, L.; Couturier, Y.:  
Properties of biodegradable multilayer film based on plasticized wheat starch  
Starch/Stärke 53 (2001), S. 372-380
- [RKM12] Radjabian, M.; Kish, M.H.; Mohammadi, N.;  
Structure-property relationship for poly(lactic acid) (PLA) filaments: physical, thermomechanical and shape memory characterization  
Journal of polymer research (2012), 19:9870
- [RND08] Raquez, J.-M.; Narayan, R.; Dubois, P.:  
Recent Advances in Reactive Extrusion Processing of Biodegradable Polymer-Based Compositions  
Macromolar Materials and Engineering 293 (2008), H. 6, S. 447–470
- [RNN08] Raquez, J.M.; Nabar, Y.; Narayan, R.; Dubois, P.:  
In situ compatibilization of maleated thermoplastic starch/polyester melt-blends by reactive extrusion  
Polymer Engineering and Science 48 (2008), H. 9, S. 1747–1754
- [RNS08] Raquez, J.M.; Nabar, Y.; Srinivasan, M.; Shin, B.Y.; Narayan, R.; Dubois, P.:  
Maleated thermoplastic starch by reactive extrusion  
Carbohydrate Polymers 74 (2008), H. 2, S. 159–169
- [SHR+06] Song, X.; He, G.; Ruan, H.; Chen, Q.:  
Preparation and properties of octanyl succinic anhydride modified early indica rice starch  
Starch/Stärke 58 (2006) S. 109-117
- [SKS+03] Smits, A.L.M.; Kruiskamp, P.H.; Soest, J.J.G.V.; Vliegenthart, J.F.G.:  
Interaction between dry starch and plasticizers glycerol or ethylene glycol, measured by

differential scanning calorimetry and solid state NMR Spectroscopy  
Carbohydrate Polymers 53 (2003), S. 409-416

- [SM95] Sagar, A.D.; Merrill, E.W.:  
Properties of fatty-acid esters of starch  
Journal of applied polymer science 58 (1995) S. 1647-1656
- [Sta18] Statista: Entwicklung der weltweiten Kunststoffproduktion seit 1950  
URL: <https://www.statista.com/statistics/282732/global-production-of-plastics-since-1950>  
Zugriff am 05.02.2018
- [TAA+97] Thiebaud, S.; Aburto, J.; Alric, I.; Borredon, E.; Bikiaris, D.; Prinos, J.; Panayiotou, C.:  
Properties of fatty acid esters of starch and their blends with LDPE  
Journal of applied polymer science 65 (1997) S. 705-721
- [WYW03] Wang, X.; Yang, K.; Wang, Y.:  
Properties of starch blend with biodegradable polymers  
Journal of macromolecular Science, Part C 43 (2003), S. 385–409
- [XYL+06] Xie, F.; Yu, L.; Liu, H.; Chen, L.:  
Starch Modification Using Reactive Extrusion  
Starch/Stärke 58 (2006), H. 3-4, S. 131–139
- [YGL96] Yu, J.; Gao, J.; Lin, T.:  
Note. Biodegradable thermoplastic starch  
Journal of Applied Polymer Science 62 (1996), S. 1491-1494
- [YWM05] Yu, J.; Wang, N.; Ma, X.:  
The effect of citric acid on the properties of thermoplastic starch plasticized by glycerol  
Starch/Stärke 57 (2005), S. 494-504

## ANHANG

### Teilvorhaben 1 (Fraunhofer ICT)

#### Ziel und Gegenstand des Teilvorhabens

Dieses Forschungsvorhaben beschäftigte sich mit der chemischen und physikalischen Modifikation von Stärke mittels reaktiver Extrusion und der Herstellung von Stärke-Biopolymer Blends, die zu Filamenten versponnen und zu Textilstrukturen weiterverarbeitet werden können. Im Rahmen dieses Projektes wurde Stärke mittels Reaktivextrusion chemisch modifiziert, um ihr auf diese Weise nicht nur thermoplastische Eigenschaften zu verleihen, sondern auch die Werkstoffeigenschaften positiv zu beeinflussen.

Dazu wurde neben der Materialoptimierung durch Additivierung vor allem die chemische Modifikation von Stärke mittels funktionalisierten Polymeren realisiert. Neben den Materialkennwerten wurde vor allem die Wasseraufnahme der Materialien reproduzierbar untersucht.

Die aussichtsreichen Materialien wurden schließlich im größeren Umfang hergestellt und den Projektpartnern zur weiteren Untersuchung bereitgestellt.

#### Bearbeitete Arbeitspakete

In diesem Teilvorhaben wurden die folgenden Arbeitspakete bearbeitet:

- 1 Beschaffung von Rohstoffen und Materialien (Fraunhofer ICT und Tecnar GmbH)
- 2 Chemische Modifizierung von Stärke im Labor- und im technischen Maßstab (Fraunhofer ICT)

#### Wesentliche Ergebnisse des Teilvorhabens

##### 1) Plastifizierung nativer Stärke und Materialoptimierung durch Additivierung

Um thermoplastische Stärke mit bekannter Formulierung zu erhalten und um den Basisprozess für die spätere Plastifizierung und Modifikation zu erstellen wurde zunächst native Stärke in einem gleichsinnig drehenden Doppelschneckenextruder plastifiziert.

Es wurde eine Weizenstärke mit einem hohen Gehalt an Amylopectin eingesetzt.

Neben Glycerol als einem Basis-Weichmacher wurden hierbei verschiedene alternative Weichmacher auf Basis von Zitronensäurederivaten eingesetzt. Es wurde besonderes Augenmerk daraufgelegt, dass sowohl der Basis-Weichmacher sowie alle verwendeten alternative Weichmacher biobasierte Komponenten darstellen oder biobasiert marktverfügbar sind.

Der benötigte Gehalt an Basis-Weichmacher wurde nach Beurteilung der extrudierten Stränge und deren Flexibilität variiert. Alle hergestellten Materialien erschienen transparent und ähnlich kommerzieller thermoplastischer Stärke von leicht gelblicher Färbung.

##### 2) Herstellung funktionalisierter Polymere

Stärke wurde mit modifizierter Polymilchsäure (engl.: Poly Lacticacid; PLA) sowie modifiziertem Polybutylensuccinat (PBS) umgesetzt. Die Funktionalisierung von PLA und PBS wurde durchgeführt um funktionelle Gruppen herzustellen, die die Grenzflächenhaftung dieser und der Stärkemischungen verbessern. Die Herstellung von bio-basierten PLA- und PBS-Kompatibilisatoren wurde unter Verwendung von freier radikalischer Schmelzepfropfung, initiiert durch einen Radikalinitiator, durch reaktive Extrusion durchgeführt. Das verwendete Säureanhydrid ist als Lebensmittelzusatzstoff zugelassen während der verwendete Radikalinitiator einer der am meisten verwendeten Peroxidinitiatoren in Lebensmittelzusatzstoffen ist. Die durchgeführte freie radikalische Schmelzepfropfung gilt als eine der praktischsten und kostengünstigsten Methoden, da sie einen zufriedenstellenden Mischungsgrad bietet, lösemittelfrei ist, eine kurze Produktionszeit aufweist und für die Massenproduktion geeignet ist. Jedoch ist auch die freie radikalische Schmelzepfropfung sehr komplex und hat viele Nebenreaktionen, die den Grad und die Qualität des Pfropfens einschränken.

Funktionalisierung von Stärke Polymere wurde in einem gleichsinnig drehenden Doppelschneckenextruder durchgeführt. Vor der Extrusion wurde die Stärke mit Additiven vormischt. Die Stärke Mischung mit Additiven wurde im Extruder mit einem Durchsatz von 1,5 kg/h dosiert. Der erhaltene Polymerstrang wurde im Wasserbad gekühlt und anschließend pelletiert. Die erhaltenen Granulate wurden bei 60 °C für 12 h in einem Luftstromofen kurz nach der Herstellung getrocknet, um bei der Wasserkühlung absorbierte Feuchtigkeit zu entfernen. Das erhaltene PLA-Produkt war ein transparentes, leicht braunes, sprödes Polymer, das in Granulate mit kleiner Größe granuliert wurde, während das modifizierte PBS als undurchsichtiges, hellgelbes und flexibles oder leicht sprödes Material erhalten wurde. Die Färbung von gepfropften Polymeren ist ein typischer Effekt der MAH-Radikalpfropfung in der Schmelze. Durch die spektroskopische Untersuchung der präparierten gepfropften Biopolymere konnte festgestellt werden, dass eine auszureichende Modifikation durchgeführt wurde.

### 3) Modifikation von nativer Stärke

Native Stärke wurde mittels verschiedener Strategien modifiziert. Dazu wurde native Stärke unter Verwendung eines Weichmachers sowie verschiedenen reaktiven Additiven in einem gleichläufigen Doppelschneckenextruder modifiziert. Als reaktive Additive wurden verwendet:

- Das oben beschriebene funktionalisierte PLA,
- Das oben beschriebene funktionalisierte PBS,
- Ein (teilweise-)biobasiertes, thermoplastisches Polyurethan (in eines Kopplungsagenzes)
- Biotechnologisch herstellbare Monomere in Gegenwart eines Katalysators.

Die Mischungskomponenten wurden im Extruder separat dosiert, wodurch die Plastifizierung und Modifikation der Stärke in geeigneter Reihenfolge durchgeführt werden kann. Der Gesamtdurchsatz des Verfahrens betrug 1,5 - 3 kg. Es wurden offene Entlüftungsöffnungen eingebaut, um die überschüssige Feuchtigkeit zu entfernen. Das verwendete Temperaturprofil wurde in Abhängigkeit von der Modifikation zwischen 140-175 °C variiert. Die erhaltenen Stränge wurden mittels Luftstrom gekühlt. Die erhaltenen Materialien waren typischerweise leicht transparent bis opake, weiße Polymerstränge mit variabler Flexibilität. Die Produkte wurden in verschlossenen Behältern aufbewahrt und zur weiteren Analyse und Spritzguss ohne Trocknung eingesetzt.

Die hergestellten Materialien wurden den Projektpartnern zur weiteren Verarbeitung bereitgestellt.

Mittels Zugversuchen, angelehnt an die ISO 527 1-2 Norm, wurden die Materialkennwerte in Form von Young Modul, Reißfestigkeit und Bruchdehnung ermittelt.

Die hergestellten Materialien modifiziert mittels PLA, PBS oder Polyurethan zeigten mechanische Kennwerte welche über einen weiten Bereich variiert werden können. Das Young Modul sowie die Bruchdehnung können dabei in Bereiche optimiert werden, wie Sie für die Verarbeitung zu Fasern benötigt werden. Lediglich die Reißfestigkeit aller Materialien ist um einiges von den Anforderungen des Faserspinnprozesses entfernt und muss daher in einem nachfolgenden Compoundierschritt mittels eines geeigneten Blendpartners optimiert werden.

Auch wenn die gemessenen Materialeigenschaften der Polyurethan modifizierten Stärke rein zahlenmäßig in einem Bereich liegen welcher für den Faserspinnprozess als vorteilhaft gesehen wurde, so zeigte sich in Spinnversuchen, dass die Schmelzestabilität dieser Materialklasse nicht ausreichend ist um hiermit einen stabilen Schmelzespinnprozess durchzuführen. Auch die Detailarbeiten sowie –auswertungen dieser Materialklasse wurden daher zurückgestellt.

### 4) Wasseraufnahme der hergestellten Materialien

Als eine der größten Herausforderung, welche den Einsatz von stärkebasierten Materialien für Textilien behindert, wurde im Vorfeld des Projektes die hohe Wasseraufnahme der Materialien identifiziert.

Daher wurde im Rahmen des Projektes zunächst eine reproduzierbare Messung der Wasseraufnahme der Materialien erarbeitet und mittels dieser die hergestellten Materialien evaluiert.

Um die Wasserabsorption der erhaltenen Stärkeformulierungen zu messen, wurden spritzgegossenen Proben in Stücke mit einer Größe von 10 x 10 mm<sup>2</sup> geschnitten, die anschließend für 24 h bei 50 °C getrocknet wurden. Das Gewicht der getrockneten Proben wurde bestimmt und diese in destilliertem Wasser bei Raumtemperatur eingelegt. Nach 24 h wurden sie aus dem Wasser entfernt, vorsichtig mit einem Papiertuch getrocknet und ihr Gewicht bestimmt. Die Messung wurden zweifach durchgeführt und der Durchschnitt bestimmt.

Eindrucksvoll ist zu bemerken, dass die Wasseraufnahme kommerzieller thermoplastischer Stärke so hoch ist, dass die spritzgegossenen Prüfstücke delaminieren, auseinanderfallen / sich lösen und so gar nicht erst reproduzierbar analysiert werden können.

Die Wasseraufnahme aller hergestellten Proben liegt weit unter dem Wert für native / kommerzielle thermoplastische Stärke. Dies belegt die erfolgreiche Modifikation des Materials. Basierend auf die Anforderungen der angestrebten Anwendung kann diese ausreichend sein oder durch einen geeigneten Blendpartner weiter reduziert werden.

### 5) Upscaling / Ein-Topf-Synthese des Materialsystems Stärke / funktionalisiertes Polymer

Die oben beschriebene Materialherstellung des Materialsystems Stärke / funktionalisiertes Polymer ist in der ersten Entwicklungsstufe ein zweistufiges Herstellungsverfahren, das heißt in der ersten Stufe wird das „reaktive Additiv“ in einem Extrusionsschritt hergestellt, welches abgekühlt, granuliert und getrocknet wird und in einem zweiten Extrusionsschritt mit Stärke umgesetzt wird. Neben doppeltem Energieverbrauch auf Grund zweimaligen Schmelzens des Materials ist durch die zweimalige Scherbelastung auch mit Materialabbau zu rechnen und durch die benötigte Trocknung des Materials sowie der Extruder Rekonfigurierung ist das Verfahren zeitintensiv. Im ersten Projektstadium wurden alle Materialien darüberhinaus auf einem kleinen Laborextruder mit einem Schneckendurchmesser von 18 mm durchgeführt.

Um ein wirtschaftliches Verfahren zu erlauben sowie eine schnellere Herstellung von Mustermaterial für die Projektpartner realisieren zu können, wurden die oben erarbeiteten Prozesse zunächst auf einen größeren Doppelschneckenextruder mit einem Schneckendurchmesser von 32 mm übertragen. Darüber hinaus wurden die beiden oben beschriebenen Extrusionsschritte zur Herstellung reaktiv modifizierter Stärke in einem Schritt zusammengeführt. In diesem Schritt wird zunächst das Polymer mit dem Säureanhydrid umgesetzt, und zu dieser Mischung direkt die Stärke zugeführt.

Das Scale-up der Reaktivextrusionsprozesse war eine anspruchsvolle Aufgabe, da die Prozesseinstellungen unter Beibehaltung der gleichen Produkteigenschaften angepasst werden mussten. Um den Prozess vom Labor- in den großen Maßstab zu überführen, war es daher notwendig, die verwendeten Bedingungen einschließlich des Start-/Endverfahrens, des Temperaturprofils, der Schneckendrehzahl, der Entgasungsmöglichkeiten sowie der Polymerformulierungen selbst anzupassen. Zusätzlich wurde der geeignete Weichmacheranteil eingestellt.

Die Herstellung der reinen thermoplastischen Stärke konnte mit einem Gesamtdurchsatz des Prozesses von > 12 kg/h realisiert werden. Dieser sehr geringe Durchsatz trotz des großen Schneckendurchmessers erklärt sich zum einen durch das geringe Schüttgewicht der nativen Stärke, vor allem aber durch eingetragene Luft und Feuchtigkeit, welche während der Extrusion wieder entfernt werden muss.

Die Ein-Topf-Synthese des Materialsystems Stärke / funktionalisiertes Polymer konnte mit einem Gesamtdurchsatz des Prozesses von > 14 kg/h realisiert werden. Im Vergleich, dass diese Herstellung zuvor in einem zweistufigen Verfahren mit einem Durchsatz von jeweils < 3 kg/h durchgeführt wurde, entspricht dies einer drastischen Vervielfachung der geschaffenen Materialbereitstellungskapazität.

Ein Luftstrom-Kühlsystem wurde verwendet um die extrudierten Stränge zu sammeln. Die erhaltenen Materialien waren in der Regel leicht transparent bis opak. Es handelte sich um weiß-gelbliche Polymerstränge mit variabler Flexibilität. Die produzierte reine thermoplastische Stärke bzw. modifizierte thermoplastische Stärke wurde in Mengen von circa 150 kg hergestellt und den Projektpartnern für Compoundier- und Spinnversuche zur Verfügung gestellt.

## Teilvorhaben 2

### Ziel und Gegenstand des Teilvorhabens

#### **Compoundierung der thermoplastifizierten Stärke mit Lignin und weiteren Biopolymeren und Untersuchung ihrer Eigenschaften an den im Spritzgussverfahren hergestellten Prüfkörpern (Tecnaro GmbH)**

Das Teilvorhaben von Tecnaro beschäftigte sich mit der Herstellung von Stärke-Biopolymer Compounds, die zu Filamenten schmelzgesponnen und zu Textilstrukturen weiterverarbeitet werden sollten. Durch Überführung der thermoplastifizierten und derivatisierten Stärkeprodukte in entsprechende stärkehaltige Biopolymercompounds sollte das notwendige Attribut der Spinnbarkeit realisiert werden und die Erreichung der Ziele des Gesamtprojektes sichergestellt werden, insbesondere auch für den Fall, dass allein durch die Derivatisierung der nativen Stärke am Fraunhofer ICT keine ausreichende Spinnbarkeit realisiert werden kann und hierdurch das Hinzufügen bestimmter filamentbildender Biopolymere in einem Compoundierungsprozess unabdingbar wird. Durch die Entwicklung von Compounds unter Einsatz verschiedener Stärkeprodukte und weiterer Biopolymere und Additive sollten in den resultierenden Werkstoffen neben Fadenziehvermögen und Spinnbarkeit günstige Eigenschaften generiert werden, die die reinen Ausgangskomponenten noch gar nicht in sich tragen und die sich erst im Compound durch eine geschickte Kombination der Ausgangskomponenten einstellen. Die Rohstoffe wurden dabei auch gezielt im Hinblick auf eine spätere biologische Abbaubarkeit der aus den stärkebasierten Compounds herzustellenden textilen Endprodukten ausgesucht.

### Bearbeitete Arbeitspakete

Im Rahmen des Projektes „StarTex“ wurden bis zum Abschluss des dritten Berichtszeitraumes bei den Projektpartnern viele Versuche zur Herstellung stärkebasierter Compounds, Multifilamente und textiler Produkte durchgeführt. Am Fraunhofer ICT Pfinztal wurden dabei sowohl thermoplastische Stärke als auch chemisch derivatisierte Stärkeprodukte entwickelt, die letztgenannten mit dem Ziel, die hygroskopischen Eigenschaften zu minimieren und die Kompatibilität mit anderen Biopolymeren beim nachgeschalteten Compoundierungsprozess zu verbessern.

Aufgrund der besonderen chemischen Struktur der Stärke (aufgebaut aus Amylose und Amylopektin), besitzt diese aus sich heraus jedoch keine faserbildenden Eigenschaften und konnte ohne entsprechende Modifikationen durch Compoundierung nicht zu Multifilamenten weiterverarbeitet werden. Die am Fraunhofer ICT durchgeführten Modifikationen (Thermoplastifizierung und Derivatisierung von nativer Stärke) haben nicht zur Einstellung der Spinnbarkeit beitragen können.

Aus diesem Grunde wurden bei Tecnaro die genannten Stärkeprodukte zusammen mit bestimmten filamentbildenden Biopolymeren zu neuen hochwertigen und marktfähigen Stärke-Compounds weiterverarbeitet, um so verspinnbare Werkstoffe für textile Anwendungsfelder bereit zu stellen. Aus diesen wurden am ITA Aachen auch erfolgreich Multifilamente gesponnen, die anschließend am selben Institut zu Vlies-Stoffen und bei der Firma WarmX zu Gestriicken verarbeitet wurden. Es waren jedoch noch weitere wichtige Optimierungsversuche erforderlich, um bei der Verspinnung der stärkehaltigen Compounds eine noch größere Prozessstabilität zu erreichen. Die Versuche deuteten auf einen Polymerabbau bestimmter Biopolymere (im ganz besonderen Maße Biopolymer Typ 1) durch die in allen Stärkeprodukten sowohl von den kommerziellen Herstellern als auch vom Fraunhofer ICT eingebrachten Weichmachern, wie z. B. Glycerin, hin (Alkoholsereaktion des Glycerins mit den Estergruppen der Biopolymere unter Polymerabbau). Hierdurch änderte sich das rheologische Verhalten der Schmelze während des Spinnprozesses und führte so zu Prozessinstabilitäten bei der Verspinnung. Von Seiten Tecnaro wurde vorgeschlagen, die durch die eingesetzten Stärkeprodukte hervorgerufenen Abbaureaktionen der eingesetzten Biopolyester hierdurch zu unterdrücken, dass glycerinfreie Stärkeprodukte vom Fraunhofer ICT bzw. von kommerziellen Anbietern als Blendpartner bei der Compoundierung eingesetzt werden sollten. Doch nicht nur auf der Materialseite, sondern im besonderen Maße auch bei der Weiterverarbeitung sollten noch weitere Möglichkeiten zur Prozessoptimierung ausgeschöpft werden. Die völlig andere chemische Zusammensetzung und morphologische Struktur der stärkehaltigen Compounds gegenüber den etablierten Faserpolymeren wie z. B. PET, PA6 oder PA6.6 etc. erforderte, dass bereits vorliegende und bewährte Spinnparameter für diese Systeme nicht direkt übernommen werden konnten, sondern vielmehr für die neuen Stärke-Compounds neu herausgearbeitet werden mussten. Hierbei waren nicht nur der Spinnverzug, sondern auch die Temperatur als direkter Einflussgeber für die Rheologie der Polymerschmelze relevant und sollten im Rahmen der weiteren Spinnversuche in noch stärkerem Maße berücksichtigt werden. Die Verarbeitung von Biopolymeren erfordert in der Regel eine völlig andere Temperaturführung als bei den erdölbasierten Faserpolymeren, hier sollte durch das Herausarbeiten eines prozessparametrischen Optimums auch auf Seiten des Processings am ITA Aachen im Dialog mit der Materialentwicklung am Fraunhofer ICT und bei Tecnaro ein Erfolg erreicht werden. Auch hat sich gezeigt, dass beim Endverarbeiter WarmX zusätzlich verfahrenstechnische Anpassungen vorgenommen werden müssten, da sich die neuen biobasierten Multifilamente bezüglich ihrer mechanischen und oberflächenspezifischen Eigenschaften aufgrund der inkorporierten Stärke deutlich von denen etablierter Polymer- und Textilfasern unterscheiden. Aufgrund der genannten zusätzlichen Optimierungen sowohl auf Seiten der Materialentwicklung (Fraunhofer ICT und Tecnaro) als auch auf Seiten des Processings (ITA Aachen und WarmX) hat sich Tecnaro dem Wunsch seiner Projektpartner nach einer kostenneutralen

Laufzeitverlängerung für das Projekt „StarTex“ angeschlossen, welche von der FNR genehmigt wurde und hierdurch der zusätzlich erforderliche Zeitbedarf vom Projektträger bereitgestellt wurde.

### **AP 1: Beschaffung von Rohstoffen und Materialien**

Im Rahmen von AP1 wurden zunächst die einzusetzenden Stärkeprodukte, Lignin und weitere Biopolymere und Additive für die Compoundierungsversuche bei Tecnaro beschafft. Die Auswahlkriterien wurden im Hinblick auf die Herstellung thermoplastisch verarbeitbarer Polymerblends und -compounds auf Basis von thermoplastifizierter Stärke, im Zusammenspiel mit verschiedenen Biopolymeren (biobasierte bzw. bioabbaubare Polyester) und Lignintypen festgelegt. Die Beschaffung der geeigneten Biopolymere war mit einem gewissen Aufwand verbunden und wurde mit diesem AP abgedeckt.

### **AP 3: Compoundierung der thermoplastifizierten Stärke mit Lignin und weiteren Biopolymeren und Untersuchung ihrer Eigenschaften an den im Spritzgussverfahren hergestellten Prüfkörpern**

Dieses Arbeitspaket beinhaltete die Compoundierung geeigneter Biopolymere sowohl mit thermoplastifizierter als auch mit chemisch derivatisierter Stärke. Bei den verschiedenen Versuchen wurde die Compoundzusammensetzung variiert und im Hinblick auf eine ausreichende Phasenhomogenität optimiert. Durch Zugabe von Additiven sollten je nach den Anforderungen des späteren Einsatzes weitere chemisch-physikalisch eingestellt werden. Es wurde darauf geachtet, dass sich die eingesetzten Biopolymere in vergleichbaren Temperaturbereichen verarbeiten lassen wie die eingesetzten modifizierten Stärkeprodukte. Schließlich erfolgte die Übertragung der Erkenntnisse bezüglich Rezeptur und Prozessbedingungen auf den industriellen Maßstab. Dabei wurden Zwischenschritte einbezogen, die bei Tecnaro auf einem kleineren Maßstab weitere Erkenntnisse für das Upscaling lieferten. Um die erfolgreiche Übertragung des Upscaling-Prozesses zu beweisen, wurden die benötigten thermischen, rheologischen und makroskopischen Untersuchungen zur Materialcharakterisierung sowohl vor Ort begleitet, als auch an den Instituten der Projektpartner durchgeführt. Am Ende dieses Arbeitspaketes stand ein Compoundierungsprozess im industriellen Maßstab. Im Anschluss an die Compoundierungsversuche im Labor- und Industriemaßstab erfolgte die Anfertigung von Prüfkörpern im Spritzgussverfahren aus den Stärke-Biopolymer-Compounds. Hierbei wurden die Compoundzusammensetzung und die Maschinenparameter mit den gewünschten mechanischen Eigenschaften korreliert. Hierzu wurden aus den hergestellten Compounds definiert dimensionierte Prüfkörper im Spritzgussverfahren hergestellt, an denen anschließend Versuche zur Untersuchung der mechanischen Eigenschaften sowie der Thermoformbeständigkeit durchgeführt wurden.

### **Wesentliche Ergebnisse des Teilvorhabens**

Für erste Entwicklungsarbeiten und Compoundierungsversuche innerhalb des ersten Berichtszeitraumes (01.10.2015 - 31.03.2016) wurde vom Projektpartner Fraunhofer ICT die kommerzielle thermoplastische Stärke „BIOPLAST TPS®“ der Firma BIOTEC zur Verfügung gestellt und beim Projektpartner Tecnaro zu Zugprüfkörpern im Spritzgießverfahren weiterverarbeitet. Die spritzgegossenen Prüfkörper wurden anschließend bei Tecnaro hinsichtlich ihrer thermischen, rheologischen und mechanischen Eigenschaften untersucht. Die Ergebnisse hierzu sind detailliert im Schlussbericht beschrieben.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass sich die kommerzielle thermoplastische Stärke aufgrund ihrer mechanischen, rheologischen und thermischen Eigenschaften zunächst nicht für textile Anwendungen für geeignet befunden wurde und im Hinblick auf die zu entwickelnden Produkte erst entsprechend modifiziert werden musste. Im weiteren Verlauf des Projektes hat sich gezeigt, dass weder die kommerziellen, noch die am Fraunhofer ICT hergestellten Stärkeprodukte in einem Schmelzspinnprozess zu Multifilamente weiterverarbeitet werden können, d. h., dass die am Fraunhofer ICT angesetzten Modifizierungen (Thermoplastifizierung und Derivatisierung) nicht zu einer Spinnbarkeit der entsprechenden Materialien beigetragen haben. Das Attribut der Spinnbarkeit musste deshalb durch Hinzucompoundieren von verspinnbaren Biopolymeren erreicht werden.

Im Rahmen von Arbeitspaket 3 wurden deshalb bei Tecnaro eine Vielzahl von Compounds entwickelt, wobei verschiedene Biopolymere eingesetzt wurden. Zu Beginn des Projektes wurden im ersten Berichtszeitraum (01.10.2015 - 31.03.2016) auch ligninhaltige Compounds entwickelt, die aber aufgrund der starken Geruchsbildung als problematisch erachtet wurden. Im Hinblick auf die Entwicklung marktfähiger Produkte für die beschriebenen textilen Anwendungsfelder wurde von einem weiteren Einsatz von Lignin als Blendpartner für die modifizierte/thermoplastifizierte Stärke abgesehen und der Fokus auf das Upscaling ligninfreier Biopolymer-Stärke-Compounds gerichtet.

Für die weiteren Compoundierungsversuche wurden deshalb andere verschiedene Biopolymere eingesetzt und auf den Einsatz von Lignin verzichtet:

- Biopolymer Typ 1 (ein Biopolyester)
- Biopolymer Typ 2 (ein Biopolyester)
- Biopolymer Typ 3 (ein Biopolyester)
- Biopolymer Typ 4 (ein Cellulosederivat)

Bei den Compoundierungsversuchen im zweiten Berichtszeitraum (01.04.2016 – 31.03.2017) wurden zum einen kommerzielle thermoplastifizierte Stärke und zum anderen derivatisierte Stärketypen, die am Fraunhofer ICT

hergestellt wurden, eingesetzt. Folgende thermoplastische Stärketypen wurden vom Fraunhofer ICT zur Verfügung gestellt und waren Gegenstand der Entwicklungsarbeiten im zweiten Berichtszeitraum:

- Thermoplastische Stärke BIOPLAST TPS® (BIOTEC)
- Derivatisierte, thermoplastische Stärketypen „Startex\_1611\_67“ und „Startex\_1611\_68“ (hergestellt am Fraunhofer ICT)

Im Folgenden wird auf die Ergebnisse der Untersuchungen der Werkstoffeigenschaften der Compounds, die aus der kommerziellen Stärke und dem Biopolymer Typ 1 hergestellt wurden, eingegangen. So wurde der Gehalt an thermoplastischer Stärke variiert. Mit steigendem Gehalt an thermoplastischer Stärke nehmen E-Modul und Bruchspannung ab, die Bruchdehnung nimmt zu. Darüber hinaus bewirkt ein steigender Stärkegehalt eine Vergrößerung der Schlagzähigkeit, wobei die Wärmeformbeständigkeit (Vicat-A) nur geringfügig von 59 °C auf 56 °C abnimmt. Bei den stärkehaltigen Compounds liegt jeweils ein gegenüber der reinen kommerziellen thermoplastischen Stärke geringerer Schwund vor. Für das Upscaling wurden bestimmte Rezepturen ausgesucht unter der Maßgabe, einen möglichst hohen Stärkegehalt bei gleichzeitig akzeptablen Werkstoffeigenschaften zu realisieren.

Für die aus der thermoplastischen Stärke BIOPLAST TPS® und dem Biopolymer Typ 2 hergestellten Compounds haben sich vergleichbare Ergebnisse ergeben. E-Modul und Bruchspannung nehmen mit steigendem Gehalt an thermoplastischer Stärke ab, die Bruchdehnung nimmt zu. Darüber hinaus bewirkt ein steigender Stärkegehalt zunächst eine Vergrößerung der Schlagzähigkeit, die ein Maximum durchläuft um dann mit noch höheren Stärkegehalten wieder abzunehmen. Die Wärmeformbeständigkeit (Vicat-A) nimmt mit steigendem Stärkegehalt kontinuierlich von 107 °C bis 71 °C ab. Auch bei den aus Biopolymer Typ 2 hergestellten Compounds liegt jeweils ein gegenüber der reinen kommerziellen thermoplastischen Stärke geringerer Schwund vor.

Auch in den Werkstoffen hergestellt aus der kommerziellen Stärke BIOPLAST TPS® und dem Biopolymer Typ 3 wurde der Anteil an thermoplastischer Stärke variiert. Tendenziell nehmen E-Modul und Bruchspannung auch bei diesen Compounds mit steigendem Gehalt an thermoplastischer Stärke ab, die Bruchdehnung nimmt aber im Gegensatz zu den zuvor beschriebenen Compoundssystemen ebenfalls ab. Darüber hinaus weisen die Compounds mit geringeren Stärkegehalten eine „Kein Bruch“-Charakteristik im Charpy Schlagzähigkeitsversuch auf, bei höheren Stärkegehalten die Charakteristik eines partiellen Bruchs. Diese sehr guten Schlagzähigkeitseigenschaften sind auf die Eigenschaften des Biopolymers Typ 3 zurückzuführen. Die Wärmeformbeständigkeit (Vicat-A) nimmt mit steigendem Stärkegehalt kontinuierlich von 75 °C bis hin zu 36 °C ab. Auch bei den aus Biopolymer Typ 3 hergestellten Compounds liegt jeweils ein gegenüber der reinen kommerziellen thermoplastischen Stärke geringerer Schwund vor, der mit steigendem Stärkegehalt zunimmt. In Folgenden werden die Ergebnisse der Prüfungen, die an den entsprechenden Prüfkörpern - hergestellt aus den Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 4 - durchgeführt wurden, diskutiert. Zunächst wurde ein Compound auf Basis eines Cellulosederivates und eines teilbasierten Weichmachers produziert. Zu diesem hierbei erhaltenen Material wurde die bis hier beschriebene thermoplastische Stärke hinzucompoundiert. Die Hinzucorrespondierung der thermoplastischen Stärke hat eine Abnahme von E-Modul und Bruchspannung bewirkt und eine Zunahme der Bruchdehnung. Bemerkenswert jedoch war der Einfluss auf die Schlagzähigkeit. So wies das resultierende Compound eine Schlagzähigkeit auf, die größer war als die der beiden Hauptausgangskomponenten. Die hinzucompoundierte thermoplastische Stärke bewirkte eine Verringerung der Wärmeformbeständigkeit von 74 °C auf 61 °C. Ein Effekt auf den Schwund war hier jedoch nicht erkennbar.

Nachdem nun auch die derivatisierten Stärkeprodukte für die Compoundversuche bei Tecnar zur Verfügung gestellt wurden, wurde begonnen, Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 3 und der am Fraunhofer ICT hergestellten derivatisierten Stärke „Startex\_1611\_67“ herzustellen. Auch bei den hierbei erhaltenen Compounds war es so, dass mit steigendem Stärkegehalt E-Modul, Bruchspannung und Bruchdehnung abnehmen. Ebenso nahmen auch die Schlagzähigkeit und Wärmeformbeständigkeit (Vicat-A) mit steigendem Stärkegehalt ab.

Weiterhin wurden Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 3 und der derivatisierten Stärke „Startex\_1611\_68“ hergestellt. Es ergab sich hier ein vergleichbares Bild wie bei den aus dem Material „Startex\_1611\_67“ hergestellten Compounds: ab einem bestimmten Stärkegehalt nahmen Bruchspannung und Bruchdehnung mit steigendem Stärkegehalt deutlich ab. In ähnlicher Weise galt dies auch für die Schlagzähigkeit. Aufgrund der großen Weichheit der Zugstäbe konnte die Wärmeformbeständigkeitstemperatur (Vicat-A) für eine Reihe von Compounds nicht ermittelt werden. Man kann aber durch Auswertung der Ergebnisse für bestimmte Compounds sagen, dass auch hier eine Erhöhung des Stärkegehalts mit einer Abnahme der Wärmeformbeständigkeit einhergeht. Ein Einfluss der Stärkekonzentration auf den Schrumpf war nicht erkennbar, jedoch war dieser bei den Compounds insgesamt kleiner als bei der reinen derivatisierten Stärke.

Ausgehend von den im Labormaßstab entwickelten Compounds wurden Versuche zum Upscaling bestimmter Compounds durchgeführt. Die Auswahl derselbigen erfolgte dabei zum einen unter der Maßgabe, möglichst hohe Stärkegehalte zu realisieren und zum anderen auch mit dem Ziel, den Anforderungen des Schmelzspinnprozesses und der textilen Weiterverarbeitung zu genügen und akzeptable Werkstoffeigenschaften zu gewährleisten. Es wurden auch Compounds hergestellt, die neben dem

Biopolymer Typ 1 und der kommerziellen thermoplastischen Stärke ein zusätzliches Additiv eingesetzt mit dem Ziel, die Phasenverträglichkeit zwischen den beiden Polymeren zu verbessern. Die Ergebnisse zeigen darüber hinaus, dass durch den Übergang vom Labor- in den (halb)technischen Maßstab die Werkstoffeigenschaften sehr stark beeinflusst werden.

Auch in der Diskussion der Werkstoffeigenschaften von Compounds (hergestellt im Labormaßstab und anschließend im technischen Maßstab), bei deren Herstellung Biopolymer Typ 2 und die kommerzielle thermoplastische Stärke von BIOTEC eingesetzt wurde, zeigte sich der Effekt des Upscalings auf die Werkstoffeigenschaften sehr deutlich. So verringert sich infolge des Upscalings der E-Modul deutlich und die Bruchdehnung nimmt zu. Darüber hinaus wurde im Zuge des Upscalings bei gleicher Compoundrezeptur ein weicherer Material erhalten. Die Weichheit war allerdings bereits so stark ausgeprägt, dass eine Bestimmung der Wärmeformbeständigkeit (Vicat-A) nicht möglich war. Auch ist der Schwund bei dem im halbtechnischen Maßstab hergestellten Material deutlich kleiner ausgefallen als bei dem im Labormaßstab hergestellten Compound.

Im Falle der Compounds, bei deren Herstellung nun Biopolymer Typ 3 und die kommerzielle thermoplastische Stärke von BIOTEC eingesetzt wurde zeigt sich der Effekt des Upscalings auf die Werkstoffeigenschaften nicht ganz so deutlich wie bei den zuvor beschriebenen Compounds. E-Modul, Bruchdehnung und Schwund sind vergleichbar. Im Zuge des Upscalings konnte die Schlagzähigkeit des Materials sogar noch verbessert werden.

Weitere Versuche zum Upscaling erfolgten mit der Herstellung von Compounds unter Einsatz von Biopolymer Typ 1, Biopolymer Typ 3, thermoplastischer Stärke (BIOTEC) und eines Additivs zur Verbesserung der Phasenhomogenität (Koppler).

Die Upscaling-Versuche sind auch hier erfolgreich verlaufen. Die Werkstoffeigenschaften der beim Upscaling hergestellten Compounds entsprechen im Wesentlichen denen der im Labormaßstab hergestellten Werkstoffen.

An den im zweiten Berichtszeitraum (01.04.2016 – 31.03.2017) zur Weiterverarbeitung an das ITA Aachen gesendeten Compounds wurden ebenfalls MVR-Messungen durchgeführt. Aufgrund der Korrelation zwischen Rheologie und Spinnbarkeit wurde von Seiten Tecnaros darauf hingewiesen, dass die Verarbeitungstemperaturen beim Schmelzspinnprozess angepasst und optimiert werden müssen.

Im Rahmen von Arbeitspaket 3 wurden bei Tecnaros auch im dritten Berichtszeitraum (01.04.2017 bis 31.03.2018) diverse Compounds entwickelt, wobei ebenfalls verschiedene Biopolymere eingesetzt wurden. Im Hinblick auf die Entwicklung marktfähiger Produkte für die beschriebenen textilen Anwendungsfelder wurde von einem weiteren Einsatz von Lignin als Blendpartner für die modifizierte/thermoplastifizierte Stärke abgesehen und der Fokus auf das Upscaling ligninfreier Biopolymer-Stärke-Compounds gerichtet. Die Firma Tecnaros verfolgte von Projektbeginn an die Strategie, parallel zu den Versuchen mit den Stärkeprodukten des Fraunhofer ICT auch kommerziell verfügbare thermoplastische Stärke bei der Compoundentwicklung einzusetzen. Diese Vorgehensweise war im Hinblick auf die wirtschaftliche Verwertung direkt im Anschluss an das Projekt unabdingbar, da die am Fraunhofer ICT entwickelten thermoplastischen und derivatisierten Stärketypen noch nicht am Markt kommerziell verfügbar sind. Sobald auch diese zukünftig von den diversen Stärkeherstellern am Markt angeboten werden, können diese Rohstoffe zukünftig problemlos unter Nutzung der Projektergebnisse in das Processing bei Tecnaros integriert werden.

Für die Compoundierungsversuche wurden innerhalb des dritten Berichtszeitraumes die folgenden Biopolymere eingesetzt:

- Biopolymer Typ 1: (ein Biopolyester)
- Biopolymer Typ 3: (ein Biopolyester)

Bei den Compoundierungsversuchen wurden neue Stärke-Typen eingesetzt:

- Kommerziell erhältliche Thermoplastische Stärke (SUNAR)
- Thermoplastische Stärke WS\_G32.5 (Fraunhofer ICT)

Im dritten Berichtszeitraum wurden diverse Compounds hergestellt, die aus einer neu eingesetzten kommerziellen thermoplastischen Stärke der Firma SUNAR und dem Biopolymeren Typ 3 im Labormaßstab produziert wurden. So wurde der Gehalt an thermoplastischer Stärke variiert.

Des Weiteren wurden im technischen Maßstab die beiden Biopolymer Typ 1 und Typ 3 sowie die thermoplastische Stärke „WS\_G32.5“ vom Fraunhofer ICT auf unterschiedliche Weise miteinander kombiniert. Aus der Vielzahl an Compoundierungsversuchen wurden schließlich bestimmte Compounds für die Schmelzspinnversuche am ITA Aachen ausgewählt.

Bei der Compoundierung wurden zum einen die Biopolymere Typ 1 und Typ 3 eingesetzt. Die stärkefreie Variante fungierte als Referenzmaterial, welches sich durch seine ausgezeichnete Spinnbarkeit auszeichnete. In weiteren Compounds wurde Biopolymer Typ 3 bzw. Biopolymer Typ 1 verarbeitet. Durch geschickte Kombination der Ausgangskomponenten wurde Einfluss auf das rheologische Verhalten genommen.

Die für das ITA Aachen ausgewählten Compounds sind aus den erfolgreichen Upscaling-Versuchen hervorgegangen. Bei der Produktion der Compounds gab es keine Probleme und die ausgewählten Materialien ließen sich im großen Maßstab herstellen.

Sowohl an den im Labormaßstab hergestellten Compounds als auch an den im Technikumsmaßstab hergestellten Compounds wurden unter Einsatz der entsprechenden Prüfkörper thermische und mechanische Untersuchungen durchgeführt. Diese wurden aus Compounds hergestellt, die aus einer neu eingesetzten kommerziellen thermoplastischen Stärke der Firma SUNAR und dem Biopolymeren Typ 3 im Labormaßstab produziert wurden. Mit steigendem Gehalt an thermoplastischer Stärke nimmt der E-Modul zu. Bruchspannung und Bruchdehnung konnten zum Teil messtechnisch nicht erfasst werden, da der Anschlag der Zugprüfmaschine vereinzelt bei 490 % erreicht und der Prüfkörper hier noch nicht gebrochen war. Somit mussten hier Bruchdehnungen von größer als 490 % angenommen werden, wobei über die Bruchspannung keine Aussage gemacht werden konnte. Lediglich im Falle eines Compounds erfolgte ein Bruch im möglichen Messbereich.

Mit steigendem Stärkegehalt hat die Streckspannung geringfügig zugenommen, während die Streckdehnung ein Maximum durchlaufen hat. Alle Compounds zeigten im Charpy-Schlagzähigkeitsversuch eine „Kein Bruch“-Charakteristik. Sowohl Biopolymer Typ 3 als auch die von diesem abgeleiteten stärkehaltigen Compounds zeichneten sich durch eine hohe Schlagzähigkeit aus. Während die Variation des Stärkegehalts bei den Compounds keinen Einfluss auf die Schwindung nach dem Spritzgießen der Zugprüfkörper zeigte, so zeigte sich, dass sich ein wachsender Stärkegehalt schlecht auf die Wärmeformbeständigkeit auswirkt. So war die Wärmeformbeständigkeitstemperatur (Vicat-A) im Falle des Biopolymers Typ 3 am größten und nahm mit steigendem Stärkegehalt ab. Hier zeigte sich der negative Einfluss der thermoplastischen Stärke auf die Werkstoffeigenschaften der aus ihr abgeleiteten Compounds am deutlichsten. Für den nachfolgenden Berichtszeitraum waren Upscaling-Versuche mit der thermoplastischen Stärke von SUNAR geplant.

Anhand der für das ITA Aachen hergestellten Compounds sieht man deutlich, dass das Biopolymer vom Typ 3 zu einer großen Weichheit (= niedriger E-Modul) und hohen Dehnbarkeit führt. Diese Compounds sollten zu hochdehnfähigen Multifilamenten verarbeitet werden. So zeigt sich anhand der stärkehaltigen Compounds, dass das Biopolymer vom Typ 3 zu einer Maximierung der Schlagzähigkeit beiträgt. Das Biopolymer vom Typ 1 hingegen führt verstärkt zu einem spröden Werkstoffverhalten. Durch entsprechende Kombination wurde ein Werkstoffverhalten justiert, welches zwischen diesen beiden Extremfällen lag. Es wurde versucht, hierdurch auch Einfluss auf die textilmekanischen Eigenschaften der Endprodukte zu nehmen.

Es wurden auch für alle Compounds die MVR-Werte (MVR = Melt Volume Rate) gemessen, die im dritten Berichtszeitraum (01.04.2017 - 31.03.2018) zur Weiterverarbeitung an das ITA Aachen gesandt wurden. Die MVR-Werte bewegten sich zwischen 7 und 13 cm<sup>3</sup>/10 min. Da Rheologie und Spinnbarkeit direkt miteinander korreliert sind, musste davon ausgegangen werden, dass sich die Compounds in ihrem Spinnverhalten unterscheiden, was bei den Spinnversuchen am ITA Aachen auch gezeigt werden konnte. Aufgrund der Korrelation zwischen Rheologie und Spinnbarkeit wurde deshalb auch hier die strikte Anpassung und Optimierung der Verarbeitungstemperaturen beim Schmelzspinnprozess als unabdingbar erachtet.

Im Rahmen von Arbeitspaket 3 wurden bei Tecnar auch in der Zeit nach dem dritten Berichtszeitraum bis hin zum Projektende (01.04.2018 bis 31.12.2018) unter Nutzung der kostenneutralen Laufzeitverlängerung diverse Compounds entwickelt, wobei ebenfalls verschiedene Biopolymere eingesetzt wurden. Für die Compoundierungsversuche wurden innerhalb dieses Zeitraumes die folgenden Biopolymere eingesetzt:

- Biopolymer Typ 1: (ein Biopolyester)
- Biopolymer Typ 2: (ein Biopolyester)
- Biopolymer Typ 3: (ein Biopolyester)

Bei den Compoundierungsversuchen wurden darüber hinaus die folgenden thermoplastischen Stärken und Stärke-Produkte eingesetzt:

- Kommerziell erhältliche Thermoplastische Stärke (SUNAR)
- Kommerziell erhältliche Thermoplastische Stärke BIOPLAST TPS® (BIOTEC)
- Kommerziell erhältliches Stärkeprodukt BIOPLAST 105® (BIOTEC)
- Kommerziell erhältliche Thermoplastische Stärke AMITROPLAST 8945® (AGRANA)
- Thermoplastische Stärke WS\_G32.5 (Fraunhofer ICT)
- Derivatisierte Stärke WS\_G32.5\_PLA-g(2%MAH)25 (Fraunhofer ICT)

Es wurden Compounds hergestellt, die aus den beiden Biopolymeren Typ 1 und Typ 3 und der derivatisierten Stärke „WS\_G32.5\_PLA-g(2%MAH)25“ des Fraunhofer ICT zusammengesetzt waren. Diese Compounds waren im Grunde Abwandlungen des stärkefreien und sehr gut verspinnbaren Referenzmaterials der Firma Tecnar, welche aus diesem formal durch Zugabe der oben genannten derivatisierten Stärke hervorgegangen sind und die genannten Biopolymere enthielten. Der Gehalt an derivatisierter Stärke wurde variiert.

Bei Compounds mit gleich hohem Gehalt an derivatisierter Stärke wurde schließlich noch das Verhältnis von Biopolymer Typ 3 zu Biopolymer Typ 1 variiert. Betrachtet man den E-Modul, so sieht man, dass dieser von mit steigendem Gehalt an derivatisierter Stärke abnimmt. Eine weitere Erniedrigung des E-Moduls ist auf den höheren Gehalt an Biopolymer Typ 3 zurückzuführen. Die Erhöhung des Gehaltes an Biopolymer Typ 3 war

dem Effekt geschuldet, dass das in den einzelnen Stärkeprodukten enthaltene Glycerin zu einem Polymerabbau durch Alkoholysereaktionen führt, wobei dieser Effekt bei Biopolymer Typ 3 in einem viel geringeren Maße ausgeprägt ist als bei Biopolymer Typ 1. Die Bruchdehnung steigt mit steigendem Gehalt an derivatisierter Stärke zunächst an und nimmt dann wieder ab. Ein höherer Gehalt an Biopolymer Typ 3 bewirkt dann schließlich wieder einen Anstieg derselbigen. Dies ist umso verständlicher, als dass sich Biopolymer Typ 3 gegenüber Biopolymer Typ 1 durch eine wesentlich höhere Flexibilität und Dehnbarkeit auszeichnet. In ähnlicher Weise wirkt sich die Zusammensetzung auch auf die Schlagzähigkeit aus, welche mit steigendem Stärkegehalt zunächst abnimmt um dann mit steigendem Gehalt an Biopolymer Typ 3 wieder zuzunehmen. Die Wärmeformbeständigkeitstemperatur Vicat-A liegt für die genannten Rezepturen nahezu konstant bei 60 °C.

Bei den Compounds, die aus der Thermoplastischen Stärke WS\_G32.5 (Fraunhofer ICT) in Kombination mit Biopolymer Typ 1 und Biopolymer Typ 3 hergestellt wurden, hat sich ein ähnliches Bild ergeben: E-Modul, Bruchspannung, Bruchdehnung und Schlagzähigkeit nehmen mit steigendem Gehalt an thermoplastischer Stärke WS\_G32.5 ab.

Damit zeigte sich, dass sich sowohl die thermoplastische als auch die derivatisierte Stärke des Fraunhofer ICT werkstoffverschlechternd auswirken und dass diese Effekte durch die am ICT erfolgte Derivatisierung nicht aufgehoben werden konnten. Die betreffenden stärkehaltigen Compounds ließen sich formal ebenfalls von dem stärkefreien Referenzmaterial auf Basis von Biopolymer Typ 1 und Typ 3 ableiten und enthielten die genannten Biopolymere in solchen Anteilen, dass das Verhältnis der beiden Biopolymere zueinander immer gleich blieb und dem des Referenzmaterials entsprach.

Es wurden Compounds entwickelt, die neben den beiden Biopolymeren Typ 1 und Typ 3 die thermoplastische Stärke BIOPLAST TPS® (BIOTEC) enthielten. Eine Verringerung des Anteils an Biopolymer Typ 3 führt zu einer Zunahme von E-Modul und Bruchspannung und zu einer Abnahme von Bruchdehnung und Schlagzähigkeit.

Analogprodukte, welche das eingesetzte Stärkeprodukt BIOPLAST 105® (BIOTEC) anstelle der thermoplastischen Stärke BIOPLAST TPS® enthalten, unterscheiden sich kaum in ihren Compouneigenschaften.

Durch Weglassen von Biopolymer Typ 1 und Erhöhung des Gehaltes an Stärkeprodukt BIOPLAST 105® gelangt man zu schließlich zu einem Compound mit drastisch veränderten Compouneigenschaften mit verringertem E-Modul und angewachsener Schlagzähigkeit und Bruchdehnung. Für dieses Compound auf Basis von Biopolymer Typ 3 und dem Stärkeprodukt BIOPLAST 105® wurde eine gleich gute Verspinnbarkeit erwartet wie für das Analogcompound hergestellt aus Biopolymer Typ 3 und thermoplastischer Stärke BIOPLAST TPS®, welches erfolgreich zu Filamenten und textilen Produkten weiterverarbeitet werden konnte.

Gegen Ende des Projektes wurden Compounds auf Basis von Biopolymer Typ 2 und der thermoplastischen Stärke AMITROPLAST 8945® (AGRANA) hergestellt. Der E-Modul nimmt mit steigendem Stärkegehalt zu, während die Bruchspannung und Schlagzähigkeit abnehmen. Die Bruchdehnung steigt zunächst an, um dann mit steigendem Stärkegehalt wieder abzunehmen. Damit zeigt sich auch hier, dass sich die eincompoundierte Stärke tendenziell negativ auf die resultierenden Werkstoffeigenschaften auswirkt.

Auch in Kombination mit Biopolymer Typ 3 ergibt sich ein vergleichbares Bild: mit steigendem Gehalt an thermoplastischer Stärke nehmen E-Modul und Bruchdehnung ab. Anders als bei Einsatz von Biopolymer Typ 2 bleibt die sehr gute Schlagzähigkeit („Kein Bruch“-Charakteristik) auch bei steigendem Stärkegehalt erhalten. Die Weiterverarbeitung der genannten Compounds am ITA Aachen wurde von Seiten Tecnaro als sehr wichtig erachtet, nicht zuletzt auch aufgrund des Einsatzes des neuen thermoplastischen Stärketyps AMITROPLAST 8945® (AGRANA) und dem ausschließlichen Einsatz der Biopolymere Typ 2 bzw. Typ 3, für welche eine größere Stabilität gegenüber unerwünschter Alkoholysereaktionen durch das in den diversen Stärkeprodukten enthaltene Glycerin angenommen wurde.

Auch für diese Compounds, welche im Rahmen der kostenneutralen Laufzeitverlängerung für den Projektpartner ITA Aachen hergestellt und an diesen versandt worden sind, wurden die MVR-Werte gemessen. Die MVR-Werte liegen für die angegebenen Bedingungen in Bereichen, welche eine gute Verspinnbarkeit erwarten lassen. Für die meisten Compounds lagen diese zwischen 5 und 12 cm<sup>3</sup>/10min bei einer Temperatur von 190 °C und einer Gewichtsauflage von 2,16 kg, welche denen der als sehr gut verspinnbaren Compounds SXC3327 (stärkefreies Referenzmaterial) und SXC3719 entsprechen.

## Teilvorhaben 3 (ITA, RWTH Aachen)

### Ziel und Gegenstand des Teilvorhabens

Dieses Teilvorhaben beschäftigte sich mit der Filamententwicklung aus modifizierter Stärke und stärkebasierten Biopolymerblends, welche zu Textilstrukturen weiterverarbeitet werden können. Im Rahmen dieses Projektes wurde die modifizierte Stärke vom Fraunhofer ICT, Pfinztal und Stärke basierte Biopolymerblends der Firma Tecnar GmbH zur Verfügung gestellt. Diverse Varianten von modifizierter Stärke wurden mittels DSC und TGA hinsichtlich ihrer thermischen Eigenschaften und mittels einen DSM Doppelschneckextruder im Labor-Maßstab hinsichtlich der Schmelzspinnbarkeit untersucht. Des Weiteren wurden die modifizierte Stärke und deren Biopolymerblends im Pilotmaßstab schmelzgesponnen. Die schmelzgesponnenen Filamente wurden zu strickbaren Garnen und zu Stapelfasern für die Vliesstoffherstellung weiterverarbeitet.

Dazu wurden die Schmelzspinnverfahren für einzeln gelieferten Stärke-basierten Polymermaterialien entwickelt und im Blick auf die Anforderungen optimiert. Die Prozessentwicklung wurde anhand eines iterativen Verfahrens durchgeführt. Nach der Entwicklung von erfolgreichen Schmelzspinnbaren Stärke-basierten Polymermaterialien, wurden Filamente gesammelt und diese weiter verarbeitet. Die gesponnenen Filamente wurden den Projektpartnern zur weiteren Untersuchungen bereitgestellt.

### Bearbeitete Arbeitspakete

In diesem Teilvorhaben wurden die folgenden Arbeitspakete bearbeitet:

1. AP 4: Herstellung von Filamenten im Schmelzspinnprozess aus der modifizierten Stärke und aus den aus der modifizierten Stärke hergestellten Compounds
2. AP 5: Vliesstoffherstellung

### Wesentliche Ergebnisse des Teilvorhabens

#### 1) Untersuchung der Schmelzspinnbarkeit

Um eine Voraussage über die Schmelzspinnbarkeit von modifizierter Stärke zu machen, wurde die modifizierte Stärke auf die thermischen und rheologischen Eigenschaften sowie für die Schmelzspinnbarkeit mit Hilfe des DSM Xplore 15 ml Doppelschneckextruder untersucht.

Bei den DSC Untersuchung war im Fall von modifizierter Stärke kein reproduzierbares thermoplastisches Verhalten erkennbar. Die Glasübergänge waren im ersten Heizzyklus in den meisten Fällen im Bereich von 50-70 °C zu erkennen, welche im zweiten Zyklus entweder sehr schwach oder nicht mehr erkannt werden konnten. Ein schwacher Schmelzpeak wurde im ersten Zyklus um 200 °C beobachtet, welcher im zweiten Zyklus nicht mehr gesehen werden konnte. In den TGA-Kurven konnte beobachtet werden, dass bei den meisten Proben ein Gewichtsverlust von 3 % bis 200 °C erfolgte. Dies kann entweder durch den Verlust von Wasser oder durch den Einsatz von Weichmacher erklärt werden. Der größte Gewichtsverlust ist um 300 °C zu erkennen. Auf Basis DSC und TGA Ergebnisse konnte eine Voraussage darüber gemacht werden, ob die Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung bis zu 250 °C durchgeführt werden kann.

Ein sehr weites Spektrum von chemischer modifizierten Stärkeproben wurden auf die Schmelzspinnbarkeit untersucht und dadurch sehr unterschiedliche Ergebnisse erhalten. Aufgrund der Klebrigkeit auf der Granulatoberfläche der thermischen modifizierten Stärke, konnte das Material nur manuell dosiert werden. Bei den Materialien 1604\_6 und 1604\_7 wurde eine gute Extrudierbarkeit beobachtet aber aufgrund hoher Klebrigkeit konnten die Filamente nicht weiterverarbeitet werden. Die Filamente aus Materialien 1606\_16, 1606\_17, 1606\_23 und 1606\_24 konnten gewickelt werden aber aufgrund sehr geringer Zugfestigkeit und Dehnung nicht mehr weiterverarbeitet werden. Die Filamente aus Materialien 1607\_30, 34, 35, 37, 38, 39, 40 konnten aufgrund sehr hoher Klebrigkeit nicht mehr weiterverarbeitet werden. Die Materialien 1609\_44, 45, 46, 47 und 51 wurden hinsichtlich ihrer Verarbeitbarkeit besser eingeschätzt als die restlichen Materialien. Die Materialien 1611\_67 und 1611\_69 sind die am besten spinnbaren Materialien der Liste und können zwischen 160 °C und 170 °C gesponnen werden. Nach einer intensiven Untersuchung von 36 Material-Proben für Schmelzspinnbarkeit wurden zwei Proben auf Basis der Performance bei der Schmelzspinnbarkeitsuntersuchung und Filament Verarbeitbarkeit zum Upscaling von Stärke Modifizierung vorgeschlagen:

1. Material 1609\_58
2. Material 1609\_47

#### 2) Schmelzspinnen im Pilot-Maßstab

Für die Schmelzspinnversuche mit Stärke Compounds wurde eine Spinnanlage auf Pilotmaßstab verwendet. Als Ziel wurde angesetzt das Verhalten des Materials beim Multifilament Schmelzspinnprozess zu verstehen und ein Verständnis über Multifilament Eigenschaften zu gewinnen. Abhängig von Polymer Verarbeitbarkeit wurden die Versuchsparameter eingestellt und Ergebnisse gesammelt.

Bei den Versuchen mussten unterschiedliche Temperaturprofile für einzelne Materialien eingestellt werden um einen stabilen Prozess zu finden. Zwei Düsendurchmesser (0,4 mm und 0,25 mm) wurden eingesetzt. Die leicht fließenden Materialien konnten gut mit 0,25 mm Durchmesser-Düse gesponnen werden. Wobei die Materialien mit hoher Viskosität und geringerer Schmelzfestigkeit mit 0,4 mm Düse gesponnen wurden.

Das Trocknen von Stärke-basierten Biopolymer-Blends war sehr notwendig. Die schlecht getrockneten Materialien hatten wiesen meistens Filamentbrüche auf.

Die erste Charge von Stärke-basierten Blends Compounds SXC3717, 3718 und 3719 hatte sehr unterschiedliche Ergebnisse gezeigt. Bei einer Spinnkopftemperatur von 210 °C lässt sich das Compound SXC3717 gut spinnen. Eine kontinuierliche Filamentbildung war möglich. Trotzdem war der Filamentwickelvorgang, aufgrund geringerer Zugfestigkeit, nicht stabil. Die Filamente unter der Düse, welche unter dem Wickler auch gesammelt werden können, sehen sehr dehnbar und flexibel aus. Die Filamente konnten bei 300 m/min Geschwindigkeit von Wickler abgezogen werden. Compounds SXC3718 wurde auf ein breites Spektrum von Versuchsparametern (Extrusionstemperaturen) untersucht. Eine stabile Extrusion war jedoch bei 170 °C in Spinnkopf möglich, aber durch eine sehr geringe Filament-Festigkeit konnte die Filamente sich nicht wickeln lassen. Compounds SXC3719 konnte bei 145 °C langsam, mit 60 m/min, gesponnen werden. Ein stabiler Extrusionsprozess ist bei gegeben Versuchsparameter möglich, ohne Schmelzverzug und die dicken Filamente können auf der Spule gewickelt werden. Filamente sind im kalten Zustand verstretchbar.

Die Filamente wurden mithilfe REM weiter untersucht. Die schlechte Mischbarkeit aus den REM-Untersuchungen und die Versuchsergebnisse führen zur Hypothese, dass die Blendkomponente eigene Domänen bilden. Abhängig von der Domäne-Größe zeigen die Materialien unterschiedliche Spinnbarkeit.

Aus der Erfahrung wurden die weiteren Versuchsmaterialien in Pilotmaßstab gesponnen. Für jedes Compound wurde ein eigenes Temperaturprofil für die Extrusion eingestellt. Die Wickelgeschwindigkeiten für einzeln Compounds sind in Tabelle 1 dargestellt.

Tabelle 1: Wicklungsgeschwindigkeit für verschiedene Compounds

Compound	Ergebnisse/Wickelgeschwindigkeit
SXC3717	300 m/min
SXC3718	Sehr dicke Filamente bis zum 60 m/min spinnbar, ständige Filamentrisse
SXC3719	30 m/min
SXC3764	50 mit Filamentrisse
SXC3767	Instabiler Prozess, Bis zum 50 m/min spinnbar mit sehr vielen Filamentrisse
SXC3932	14 m/min
SXC3933	4,5 m/min
SXC4141	300 m/min
SXC4142	Instabiler Prozess
SXC4143	Instabiler Prozess
Pl. Stärke	Brückenbildung in Hopper, Monofilamentspinnen bis 30 m/min möglich
Sunar Stärke	Sehr hoch Düsendruck, Monofilamentspinnen bis 25 m/min möglich
SXC3327 (Referenz Compound)	1400 m/min
SXC3094	1400 m/min
SXC4290	55 m/min
SXC4292	Spinnen nicht möglich
SXC4293	Spinnen nicht möglich
SXC4294	65 m/min
SXC4296	30 m/min
SXC4298	Spinnen nicht möglich
SXC4376	349 m/min
SXC4377	342 m/min
SXC4378	Spinnen nicht möglich

### 3) Untersuchung der gesponnenen Filamente

Mit den gesponnenen Fasern wurden im Anschluss Zugversuche zur Ermittlung der Dehnung und der feinheitenbezogenen Kraft durchgeführt. Bei den Ergebnissen der Analyse von mechanischen Eigenschaften kann man festlegen, dass die Zugeigenschaften sehr variieren. Die Multifilamente aus Compound SXC 4141 und SXC4376 weisen eine durchschnittliche Zugfestigkeit von 2,22 cN/tex und 2,10 cN/tex auf. Die höchste Zugfestigkeit wurde Multifilamenten aus Compound SXC3327 erreicht, welche bei ca. 11,25 cN/tex liegt. Das am Fraunhofer ICT plastifizierte-Stärke Monofilament kann im Vergleich mehr als

doppelt so viel Kraft wie SXC 4141 aufnehmen, was auf die unterschiedliche Art der Faser zurückzuführen ist. Die Dehnung ist hierbei deutlich geringer mit einem Maximalwert von 2,78%. Die Sunar Stärke, von welcher ebenfalls nur Monofilamente hergestellt wurden, hat jedoch eine bessere Dehnbarkeit mit einem Durchschnittswert von 26%. Allerdings schwanken die Ergebnisse stark, mit bis zu 20%. Die feineheitsbezogene Kraft hingegen hat bei einem Durchschnittswert von 4,23 cN/tex nur geringe Schwankungen.

Anhand von REM Aufnahmen wird deutlich, dass die Mischbarkeit der Komponenten schlecht ist, welche bei unterschieden Compounds auch unterschiedliche Ergebnisse zeigt.

#### **4) Texturierung und Herstellung der Stapelfasern**

Aufgrund der niedrigen Festigkeit ist eine Lufttexturierung der Garne innerhalb des Herstellungsprozesses bisher nicht möglich. Die Verwendung anderer Verfahren zur Texturierung, Crimpung und Kräuselung sind ebenfalls entweder aufgrund der geringen Festigkeiten oder aufgrund der geringen, hergestellten Mengen nicht praktikabel.

Die Herstellung von Stapelfasern aus den Spulengarnen war unabhängig von der Texturierung möglich und die Stapelfasern wurden aus dem TPS-Compound SXC3327, SXC3476 und SXC3831 hergestellt.

#### **5) Herstellung der Vliesstoffe**

Es wurde die Herstellung von Vliesstoffen im Krempel- und im Airlay-Verfahren untersucht. Die Airlay Vliesstoffe werden mithilfe der diskontinuierlichen Airlay-Produktionsanlage des ITA hergestellt, wodurch batchweise runde Vliesproben mit einem Durchmesser von 700 mm hergestellt werden. Die Beschickung erfolgt über einen Feinöffner CVT3 der Firma Trützschler GmbH & Co KG, Mönchengladbach, der bei Bedarf auch für die Herstellung und Vergleichmäßigung und Öffnung von Fasermischungen für die anschließende Verarbeitung als Airlay- oder Krempelvliesstoff genutzt wird. Die Herstellung der Krempelvliesstoffe erfolgt auf einer Laborkrempel des Herstellers Mesdan S.p.A., Puegnago del Garda, Italien. Die Laborkrempel verfügt über drei Arbeiter-Wender-Paare und hat eine einer Arbeitsbreite von maximal 500 mm. Die Faserbeschickung erfolgt manuell durch Auflage auf ein Transportband am Einzug.

Die Verfestigung des Vliesstoffes wird im durch das für Geovliesstoffe gängige Vernadelungsverfahren durchgeführt. Die Vernadelung wird mit unterschiedlichen Nadelstärken durchgeführt.

Die fehlende Texturierung und nur geringe „natürlich“ Textur der Fasern macht eine Verarbeitung zu Krempelvliesstoffproben schwer bis unmöglich, da die Fasern aufeinander abgleiten. Dies führt zu geringen Festigkeiten der Proben. Die fehlende Texturierung führt des Weiteren zu Problemen bei der Vlieslegen im Krempelprozess, da die Fasern nicht gleichmäßig von den Walzen erfasst und verarbeitet werden können.

Die Vliesstoffherstellung aus dem Compound SXC 3327 im Krempelverfahren erzielte von allen Versuchen die besten Ergebnisse. Die Proben sind optisch gleichmäßig und die in den Zugprüfungen wurde eine maximale mittlere Zugkraft von 826 N in MD bei 400 g/m<sup>2</sup> Flächengewicht gemessen. Bei 200 g/m<sup>2</sup> Flächengewicht lag die maximale Zugkraft bei rund 500 N.

Ein Einsatz der Vliesstoffe im Bekleidungssegment und Hygienesektor ist aufgrund der hydrophilen Beschaffenheit und Haptik der Fasern nicht empfehlenswert. Aufgrund der chemischen Beschaffenheit ist mit einer verbesserten Biodegradierbarkeit der Fasern zu rechnen. Gerade im Geotextil und Agrar-Sektor ist daher ein Einsatz der Vliesstoffe denkbar. Mögliche Einsatzgebiete werden im Anschluss an das Projekt identifiziert. Es ist des Weiteren denkbar, die Fasern bei der Herstellung um einen aktiven Wirkstoff zu ergänzen, der bei der Biodegradierung freigegeben wird. Möglich ist dazu auch die Verwendung von Fasern mit höheren Stärkegehalten (schlechtere Verarbeitbarkeit), die mit gut zu verarbeitenden Fasern gemischt werden.

## Teilvorhaben 4 (WarmX GmbH, Apolda)

### Ziel und Gegenstand des Teilvorhabens

Ziel des Teilprojektes von warmX im Rahmen des StarTex-Projektes war die Entwicklung von Gestriken für Bekleidungen, wie z.B. Pullover und Unterwäsche. Es waren Gestricke zu entwickeln, zu testen und auf ihre Eignung für die Herstellung von Bekleidungen zu überprüfen.

Dazu sollten Lösungen für die Textilkonstruktion auf Basis der Stricktechnologie untersucht werden. Die Anforderungen an Größe und Positionierung waren in Kombination mit den Kennwerten der ausgewählten Garnmaterialien zur Konstruktion der Gestricke zu nutzen. Ausgehend vom grundlegenden Systemaufbau, Maschinendaten und gewünschten Gestriken, sollte das Spektrum der Garn Eigenschaften eingestellt und die unterschiedlichen Gestrickkonstruktionen in Verbindung mit den technologischen Gegebenheiten getestet werden. Über den gesamten Projektverlauf sollten die erforschten Materialien und Material-kombinationen auf ihre Verarbeitung im Strickprozess getestet und geprüft werden. Die Maschinen waren an das neue Material anzupassen und neu einzurichten. Verschiedene textile Strukturen sollten hergestellt werden. Schließlich sollten die diese textilen Strukturen auf ihre Waschbeständigkeit untersucht werden.

### Bearbeitete Arbeitspakete

AP6 Gestrick Herstellung

- 6.1 Erarbeitung konstruktiver Lösungen durch Layoutforschung
- 6.2 Erforschung von Lösungen für die Textilkonstruktion
- 6.3 Erforschung der Anpassung des Gestricks für Bekleidungen
- 6.4 Charakterisierung der Ausgangsmaterialien

### Wesentliche Ergebnisse des Teilvorhabens

Von allen getesteten Materialien konnte lediglich aus zwei Materialien (SXC 3719 und 3327) mit hohem Aufwand ein Gestrick realisiert werden. Sämtliche anderen Materialien erwiesen sich aufgrund hoher Friktionswerte als ungeeignet.

Im Bereich Konfektion lässt sich zusammengefasst festhalten, dass keines der Materialien SXC 4141, 3327, 3094 und 3719 für die Verwendung als Nähfaden geeignet ist, ganz gleich auf welcher Maschine und mit welcher Parametrisierung. Die hier auftretenden Zugkräfte sind für die Reißfestigkeit des Fadens zu hoch, so dass dieser sofort durchreißt.

Die Untersuchung der Materialien bezüglich ihrer Verarbeitbarkeit mit den Konfektionsmaschinen in der Fläche (also als Gestrick, nicht als Nähfaden) kann erst erfolgen, wenn die Qualität der Proben so zugenommen hat, dass vernünftige Gestricke daraus herstellbar sind.

In der Weiterverarbeitung der strickfähigen Materialien kam es insbesondere beim Dämpfen (140°C) zu einer starken Schrumpfung, welche eine Weiterverarbeitung zu herkömmlicher Bekleidung unmöglich macht.

Eine Variation der Dampftemperatur nach unten und oben zeigte bei allen Proben – nach Erreichen einer gewissen Initialtemperatur – eine quasi lineare Abhängigkeit zwischen Temperatur und Schrumpfungsgrad.

Die Untersuchung des Spulprozesses zeigte – wie schon im Bereich Strickerei, daß die Materialien SXC3719 und SXC3327 den Spulprozess unbeschadet überstanden. Die anderen Materialien klebten aufgrund mangelnder Gleitfähigkeit zu sehr an den Umlenkpunkten und rissen schnell. Ein weiteres Problem besteht darin, dass die Materialien generell zu sehr an sich selbst haften, so dass das Spulbild miserabel ausfällt, selbst wenn der Faden nicht reißt.